



**HAL**  
open science

# Spectrophotométrie de la matière extra-terrestre

Sandra Potin

► **To cite this version:**

Sandra Potin. Spectrophotométrie de la matière extra-terrestre. Astrophysique galactique [astro-ph.GA]. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2020. Français. NNT : 2020GRALU010 . tel-02894842

**HAL Id: tel-02894842**

**<https://theses.hal.science/tel-02894842v1>**

Submitted on 9 Jul 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE GRENOBLE ALPES**

Spécialité : **Sciences de la Terre et Univers, Environnement**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

**Sandra POTIN**

Thèse dirigée par **Pierre Beck**, et codirigée par **Bernard Schmitt**

préparée au sein de l'**Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble**  
dans l'**École Doctorale Terre, Univers, Environnement**

# Spectrophotométrie de la matière extraterrestre

Thèse soutenue publiquement le **26 Mai 2020**,  
devant le jury composé de :

**Mme. Cecilia Ceccarelli**

Astronome, Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble,  
Présidente

**Mme. Antonella Barucci**

Astronome, Laboratoire d'Etudes Spatiales et d'Instrumentation en  
Astrophysique, Rapporteur

**M. Patrick Pinet**

DR, Institut de Recherche en Astrophysique et Planétologie,  
Rapporteur

**M. Edward Cloutis**

Professeur, Université de Winnipeg, Examineur

**M. Pierre Beck**

MCF, Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble,  
Directeur de thèse

**M. Bernard Schmitt**

DR, Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble, Co-  
Directeur de thèse





# REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Pierre Beck et Bernard Schmitt pour leur encadrement pendant ces années, ainsi que la confiance qu'ils m'ont accordé pour cet instrument pour lequel j'avais pratiquement carte blanche. La construction et finalisation de SHADOWS restera pour moi une grande source de fierté et de reconnaissance envers ceux qui ont également rendu cet instrument possible. Un grand merci à Olivier Brissaud pour son accompagnement, toutes les connaissances qu'il m'a apporté et son aide plus que précieuse au laboratoire. Merci également à Yves Magnard et Jean-Jacques Correia pour avoir fait passer cet instrument de dessin sur un écran à un goniomètre de pointe, pour toute leur aide indispensable à la conception mécanique, et toutes leurs anecdotes sur les grands instruments, souvent plus que farfelues, mais toujours instructives. Un grand merci à Laurent Jocou pour son aide à la conception et au suivi des fibres optiques, un soutien précieux et toujours chaleureux. Merci également à Patrick Rabou, notre grand maître capable de miracles en optique, et à Antoine Pommerol pour les discussions et son aide à la mise en place des nouvelles options de mesures. Je tiens également à remercier mes deux rapporteurs Antonella Barucci et Patrick Pinet pour avoir accepté de relire ce manuscrit, et à Antoine Pommerol et Ed Cloutis pour leur participation au jury.

Je tiens à adresser ma reconnaissance toute particulière à Olivier Preis qui m'a donné le goût de l'instrumentation il y a des années. C'était une réelle surprise de te recroiser à Nice, et merci beaucoup pour les tuyaux sur le Japon et mini-Hayabusa2.

Un grand merci au padawan opticien Guillaume pour son amitié, son aide et son soutien au labo. Pour cela également, merci au groupe des *astrologues physiciens* Martin, Bastien, Youssef et Antoine pour me supporter depuis la licence, et à Will pour tous les bons souvenirs d'Irlande. En local, merci à Cécile, Mélanie, Cédric et Olivier, à Aina et Jolantha pour la robe de mariée en papier-bulle, à Philippe pour tous ses bons tuyaux, à Boris pour les nombreuses discussions près des spectro, à Guillermo pour son aide dans l'enseignement et sa bonne humeur permanente. Merci à Sylvain pour m'avoir fait confiance et monté avec moi le projet des simulations planétaires. Merci à Marie et Vincent pour leur amitié et les séjours aux Pays-Bas. On la prendra, cette revanche au restaurant médiéval! Merci à Cateline, Rosario, Alessandro, Philippe, Giovanni, Stefan et Fumihiko pour leur amitié, et au grand plaisir de les revoir régulièrement en conférence.

Un *tusind tak* bien viking au groupe StarPlan du Musée de Géologie de Copenhague pour leur accueil pendant mes visites. La rando des Géants Oubliés restera un magnifique souvenir, et une preuve que je peux prendre des coups de soleil partout, même au Danemark. Mention spéciale à Lego pour avoir presque couvert la surface de mes bureaux. Un immense merci aux *hosers* de Winnipeg, en particulier à Ed pour sa gentillesse et pour m'avoir accueillie dans son laboratoire pendant une semaine. Merci à Dan et Matt pour les mesures en diffraction X, toutes les discussions et les bonnes rigolades, même si je cauchemarde encore de ces carottes.

Et pour finir, un immense merci et une infinie reconnaissance à Sébastien pour son soutien sans faille pendant ces années, qui a su me redonner le courage pendant les trop nombreux moments de doute et de découragement, d'avoir toujours cru en mes capacités et poussée à aller au bout de cette thèse, je n'ai pas de mots pour exprimer toute ma reconnaissance



# RÉSUMÉ

La spectroscopie en réflectance est l'une des techniques majeures permettant d'obtenir des informations physiques et minéralogiques sur la surfaces des corps planétaires. Cependant, la réflectance d'un corps dépend fortement de paramètres extérieurs à sa surface, tels que sa température ou encore la configuration de l'éclairement et de l'observation. Le nouveau spectro-gonio radiomètre de l'IPAG, SHADOWS, a été spécialement conçu pour réaliser des mesures de réflectance bidirectionnelle de surfaces sombres et de petite taille, telles que les météorites. Ce goniomètre compte également deux cellules environnementales, MIRAGE et IceBERG, permettant de placer les échantillons étudiés dans des conditions de température et pression similaires aux petits corps du Système Solaire. L'analyse des signatures d'hydratation détectées sur des spectres de météorites en conditions astéroïdales a permis de mettre en évidence l'altération de la minéralogie due à la haute température. Un nouveau modèle de déconvolution a été utilisé pour séparer et analyse de manière indépendante les composantes de la bande à 3- $\mu\text{m}$ . La comparaison entre les mesures effectuées en laboratoire et les observations d'astéroïdes ont mis en évidence un lien entre cette signature spectrale et l'histoire d'altération aqueuse et thermique de la surface. La dépendance de la réflectance avec la géométrie de la mesure a été montré par une série d'analyse en réflectance bidirectionnelle de différentes surfaces. Ces résultats ont ensuite été appliqués sur des simulations d'astéroïde, pour montrer l'effet de la forme du corps sur son spectre intégré.

# ABSTRACT

Reflectance spectroscopy is one of the major techniques used to retrieve information on physical and mineralogical configuration of the surface of planetary bodies. However, the reflectance of a surface strongly depends on parameters unrelated to its surface, such as the temperature or the illumination and observation configuration. The new spectro-gonio radiometer at IPAG, SHADOWS, has been specially designed to conduct bidirectional reflectance spectroscopy on dark and small surfaces, such as meteorites. This goniometer also owns two environmental cells, MIRAGE and IceBERG, allowing the study on the samples under similar temperature and pressure conditions as the Solar System small bodies. The analysis of the hydration signatures on meteoritic spectra under asteroidal condition showed the alteration of the mineralogy by the high temperature. A new deconvolution model has been used to separate and independently analyze the components of the 3- $\mu\text{m}$  band. Comparison between laboratory measurements and telescopic observations of asteroids highlighted the link between this spectral signature and the aqueous and thermal alteration history of the surface. A serie of bidirectional reflectance spectroscopy on various surfaces showed that the reflectance strongly depends on the geometrical configuration of the measurement. These results have been then applied to a simulated asteroid to show the effect of the shape of the body on its integrated spectrum.



# TABLE DES MATIÈRES

<b>Remerciements</b>	<b>iii</b>
<b>Résumé</b>	<b>v</b>
<b>Abstract</b>	<b>v</b>
<b>Table des matières</b>	<b>vii</b>
<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>I Cadre physique et planétologique</b>	<b>7</b>
<b>1 Les petits corps du Système Solaire</b>	<b>7</b>
1.1 Définition générale . . . . .	7
1.2 Processus secondaires . . . . .	8
1.2.1 Hydratation par altération aqueuse . . . . .	10
1.2.2 Métamorphisme par altération thermique . . . . .	10
1.2.3 Érosion par des particules énergétiques . . . . .	11
1.3 Classification des astéroïdes . . . . .	11
1.3.1 Composition de la Ceinture Principale . . . . .	13
1.3.2 Composition des géocroiseurs . . . . .	14
1.4 Les observations des petits corps . . . . .	15
1.4.1 Télescopes terrestres . . . . .	16
1.4.2 Télescopes en vol . . . . .	17
1.4.3 Sondes in-situ . . . . .	17
1.4.4 AKARI . . . . .	18
1.4.5 Hayabusa 2 et OSIRIS-REx . . . . .	19
1.5 Conclusion . . . . .	20
<b>2 Les météorites</b>	<b>21</b>
2.1 Types de météorites . . . . .	21
2.1.1 Méthodes de classification des météorites . . . . .	22
2.1.2 Les types pétrologiques signes d'altération . . . . .	24
2.2 Types de chondrites . . . . .	26
2.2.1 Chondrites carbonées . . . . .	26
2.2.2 Chondrites ordinaires et enstatites . . . . .	27
2.3 Les achondrites . . . . .	28
2.4 Les analyses en laboratoire . . . . .	29
<b>3 Les mesures de réflectance bidirectionnelle</b>	<b>31</b>
3.1 Définitions et description de la réflectance bidirectionnelle . . . . .	31
3.1.1 Interactions lumière/matière . . . . .	31
3.1.2 Quelques définitions . . . . .	32
3.1.3 La réflexion sur une surface granulaire . . . . .	34
3.1.4 Cas particulier de l'opposition . . . . .	35
3.1.5 Principe de la polarisation linéaire et polarimétrie . . . . .	35
3.2 Goniomètres existants . . . . .	38
3.2.1 Goniomètres de laboratoire . . . . .	39



3.2.2	Goniomètres de terrain . . . . .	41
3.2.3	Goniomètres d'opposition . . . . .	41
3.2.4	Polarimètres . . . . .	43
3.3	Le spectro-gonio radiomètre SHINE . . . . .	43
3.3.1	Présentation générale . . . . .	43
3.3.2	Les limitations de SHINE et son apport au nouveau goniomètre . . . . .	44
<b>II Développement instrumental</b>		<b>47</b>
<b>4</b>	<b>Le spectro-gonio radiomètre SHADOWS</b>	<b>49</b>
4.1	Cahier des charges . . . . .	49
4.2	La preuve de concept : Gognito . . . . .	51
4.3	Description de SHADOWS par son trajet optique . . . . .	51
4.3.1	Table optique . . . . .	52
4.3.2	Goniomètre . . . . .	58
4.3.3	L'électronique de détection et traitement du signal . . . . .	65
4.3.4	La mise à basse température . . . . .	70
4.3.5	Calibrations majeures et performances de l'instrument . . . . .	72
4.4	Polarimétrie . . . . .	91
4.4.1	SHADOWS en polarimétrie . . . . .	91
4.4.2	Dépolarisation de la lumière incidente . . . . .	91
4.4.3	Le protocole de polarimétrie comme source d'erreurs . . . . .	96
4.5	Mesure de l'effet d'opposition . . . . .	97
4.5.1	Pertes photométriques . . . . .	98
4.5.2	Les tests au laser . . . . .	99
4.5.3	Contributions parasites . . . . .	100
4.5.4	Preuve de concept et choix du setup . . . . .	100
4.5.5	Calcul de la réflectance . . . . .	103
4.6	Programme de contrôle . . . . .	104
4.6.1	Cahier des charges . . . . .	104
4.6.2	Protocole d'acquisition des spectres . . . . .	105
4.6.3	Gestion des géométries pour les BRDFs . . . . .	107
4.6.4	Contrôle des cellules . . . . .	108
4.6.5	Adaptation du programme pour SHINE . . . . .	112
<b>5</b>	<b>Les cellules environnementales</b>	<b>115</b>
5.1	Présentation générale des cellules . . . . .	115
5.2	MIRAGE . . . . .	115
5.2.1	Design . . . . .	115
5.2.2	Performances et limitations . . . . .	117
5.3	IceBERG . . . . .	120
5.3.1	Design . . . . .	120
5.3.2	Refroidissement du compresseur et de la tête du cryostat . . . . .	122
5.3.3	Descente sous vide . . . . .	124
5.3.4	Performances . . . . .	125
5.3.5	Modification du design . . . . .	127
5.4	Effet photométrique de la fenêtre saphir . . . . .	129
5.4.1	Correction de la fenêtre dans les conditions nominales . . . . .	129
5.4.2	Extension aux géométries variables . . . . .	129

<b>III Variables de la réflectance</b>	<b>132</b>
<b>6 Signatures d'hydratation</b>	<b>135</b>
6.1 Intérêt de l'analyse	135
6.2 Les signatures d'hydratation dans le visible	135
6.2.1 Les bandes du fer	135
6.2.2 Les signatures dans l'ultra-violet	136
6.2.3 Modélisation des spectres	136
6.2.4 Dépendance avec la température	136
6.2.5 Altération irréversible à haute température	138
6.2.6 Phénomène d'hystérésis	141
6.3 Les signatures d'hydratation dans le proche-IR	142
6.3.1 Les analyses précédentes sur la bande globale	143
6.3.2 Décomposition de la bande à 3- $\mu\text{m}$	144
6.3.3 Méthode de déconvolution de la bande à 3 $\mu\text{m}$ : le programme HADeS	145
6.3.4 Évolution de l'hydratation des météorites en conditions astéroïdales et application aux observations des petits corps	161
6.4 Ouverture	181
6.4.1 Principe de la DRX	181
6.4.2 Effets de la température	182
6.5 Conclusion et perspectives	184
<b>7 Impact de la géométrie</b>	<b>185</b>
7.1 Effet de la texture et de la géométrie sur les spectres en réflectance	185
7.2 Recherche de comportements spécifiques	200
7.2.1 Présentation des échantillons	200
7.2.2 Photométrie	201
7.2.3 Pente spectrale et rougissement	202
7.2.4 Bandes d'absorption	206
7.2.5 Déconvolution de la bande à 3- $\mu\text{m}$	207
7.3 Conclusions et perspectives	211
<b>8 Ouverture</b>	<b>213</b>
8.1 Application des BRDFs à des simulations planétaires	214
8.1.1 Modèles d'inversion	214
8.1.2 Comparaison des modèles	215
8.2 Simulation des surfaces	216
8.2.1 Corps sphérique et géométrie fixe : (1)Cérès	218
8.2.2 Corps non sphérique et géométrie variable : (4)Vesta	219
8.3 Réflectance d'un corps sphérique	224
8.4 Conclusions et perspectives	227
<b>Conclusions générales et perspectives</b>	<b>229</b>
<b>Annexes</b>	<b>233</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>243</b>
<b>Liste des publications relatives à la thèse</b>	<b>259</b>
<b>Lettre The Optical Society of America</b>	<b>263</b>



# INTRODUCTION

## Cadre scientifique

La spectroscopie en réflectance est peut être notre source majeure d'information sur les petits corps du Système Solaire. Permettant entre autres de révéler la composition de la surface des astéroïdes, comètes ou autres corps planétaires, cette technique est utilisée par la plupart des sondes spatiales cherchant les origines du Système Solaire. Cependant, l'environnement hostile de l'espace sur la surface des petits corps, ainsi que des paramètres propres à la mesure elle-même vont agir sur la lumière reflétée, et donc notre interprétation scientifique en découlant.

Des fragments des petits corps du Système Solaire atterrissent de façon régulière sur la surface de notre planète. Ces corps extra-terrestres, les météorites, forment une collection précieuse d'échantillons contenant les informations nécessaires à notre compréhension de l'univers. Le lien de parenté entre les petits corps du Système Solaire et les météorites n'est plus à faire, et l'utilisation de ces dernières permet de recréer en laboratoire les conditions d'obtention des spectres en réflectance des petits corps, soient-elles environnementales ou de mesure.

L'analyse de la réflectance des météorites sombres et de petite taille nécessite des instruments capables de mesurer avec grande précision de faibles variations photométriques et spectrales, mais également de contrôler l'environnement thermique et de pression autour de l'échantillon étudié. Enfin, la prise en compte de la dépendance bidirectionnelle de la réflectance nécessite des instruments de mesure permettant de réaliser des spectres sous diverses géométries.

## Objectifs de la thèse

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire comprend deux objectifs principaux, le premier étant le développement du spectro-gonio radiomètre SHADOWS, petit frère du goniomètre SHINE déjà en fonctionnement à l'IPAG. Ce nouvel instrument est destiné à la mesure d'échantillons sombres et de petites tailles, et offre de nouvelles capacités de mesures par rapport à SHINE. Le développement de ce goniomètre comprend le design de certaines pièces, le montage et les calibrations de l'ensemble, ainsi que la programmation du logiciel de contrôle de l'instrument.

Le deuxième objectif est l'analyse des différents paramètres, intrinsèques ou externes au système, influant sur la spectroscopie en réflectance d'une surface. Les signatures d'hydratation sur les surfaces astéroïdales sont particulièrement analysées pour la recherche de la vie dans le Système Solaire, l'étude de leur dépendance avec l'environnement, la composition, texture et température surface du petit corps et la géométrie de mesure demande donc un soin particulier. Ces travaux trouvent leur application dans l'analyse des petits corps du Système Solaire par des télescopes au sol, spatiaux, ou sondes in-situ en orbite autour de leur cible, mais également dans la préparation des futures missions spatiales ou conception des instruments.

## Structure du manuscrit

Les trois premiers chapitres constituent une partie de contexte scientifique, "*Cadre physique et planétologique*", présentant les outils et concepts utilisés durant ma thèse. Le premier chapitre intitulé "*Les petits corps du Système Solaire*" présente les différents types d'astéroïdes et autre planétésimaux, ainsi que les méthodes actuellement en place pour les observer. Ce chapitre présente également les sources d'observation des petits corps utilisés pour comparaison aux données acquises en laboratoire.

Le deuxième chapitre "*Les météorites*" recense les différentes classes de météorites connues ainsi que les méthodes de classification utilisées. Ce chapitre constitue une présentation générale de ces objets extraterrestres, en mettant l'accent sur les météorites de type chondrite carbonnée, principalement utilisées pour cette thèse.

Enfin, le troisième chapitre intitulé "*Les mesures en réflectance bidirectionnelle*" présente les processus physiques à l'oeuvre lors de la réflexion de la lumière sur une surface. La formation des bandes d'absorption, ainsi que l'aspect bidirectionnel de la réflectance sont décrits. Ce chapitre présente également la polarisation de la lumière, ainsi que le protocole de polarimétrie spécifique à SHADOWS. Enfin, ce chapitre recense également les principaux instruments actuellement utilisés en laboratoire pour l'acquisition de données spectroscopiques en réflectance bidirectionnelle, avec une attention particulière à SHINE, le premier goniomètre de l'IPAG.

La deuxième partie "*Développement instrumental*" regroupe les deux chapitres présentant le développement de SHADOWS et de ses cellules environnementales. Le chapitre 4 intitulé "*Le spectro-gonio radiomètre SHADOWS*" décrit dans les détails l'instrument par son trajet optique, ainsi que les diverses calibrations et performances. Des protocoles de mesures, variantes de la réflectance, sont présentés dans ce chapitre, qui se termine par la description du programme de contrôle de l'instrument.

Le chapitre 5 "*Les cellules environnementales*" décrit la conception, les performances et le contrôle des deux cellules à vide, étuve et cryogénique, spécialement conçues pour le goniomètre.

À l'attention des instrumentalistes voulant s'inspirer du goniomètre pour leurs propres réalisations, ces deux chapitres mettent également l'accent sur les problèmes rencontrés lors de la conception des instruments, ainsi que sur les différents algorithmes permettant l'enchaînement des mesures par SHADOWS.

La troisième et dernière partie "*Variables de la réflectance*" regroupe les analyses montrant les divers paramètres influant la spectroscopie en réflectance et pouvant donc biaiser l'interprétation des données reçues des petits corps. Le sixième chapitre intitulé "*Effet de la température sur les signatures d'hydratation*" présente la comparaison entre les bandes d'absorption détectées sur les astéroïdes et les météorites placées en conditions de pression et température similaires aux petits corps. Un nouveau modèle de déconvolution spécialement mis au point pour cette analyse est présenté dans ce chapitre. Enfin, une étude poussée de la signature d'hydratation présente autour de  $3\mu\text{m}$  dans les spectres d'astéroïdes et de météorite met en avant le lien entre cette signature spectrale et l'histoire d'altération de la surface étudiée.

Le chapitre 7 intitulé "*Impact de la géométrie sur les spectres en réflectance*" regroupe les mesures des BRDFs réalisées sur des météorites de composition et texture différentes. L'impact de la géométrie d'observation et de la texture de la surface sur la spectroscopie en réflectance est explicité en détail. Ce chapitre insiste sur l'effet de la géométrie sur l'amplitude des bandes d'absorption, en particulier sur les signatures d'hydratation.

Le huitième et dernier chapitre "*Limitation de la comparaison météorites/astéroïdes*" mêle les données de BRDFs mesurées en laboratoire et la simulation de corps astéroïdal.

Deux modèles d'inversion spectrale sont utilisés et leur résultats comparés. Enfin, les observations de corps planétaires sont simulées et comparées aux données de laboratoire. Ce chapitre présente l'effet de la forme de l'astéroïde lui-même sur son spectre en réflectance, et pose donc les limites de la comparaison entre la mesure sur une météorite relativement plate analysée en laboratoire et l'observation d'un astéroïde de forme complexe, contenant des variations de terrains et de composition.

Un chapitre de conclusions générales rappelle les principaux résultats de cette thèse, mettant en avant les différents biais en jeu lors de la comparaison entre les météorites en laboratoire et l'observation des petits corps. Des propositions de nouvelles analyses, et perspectives à l'utilisation des résultats précédents concluent ce manuscrit.

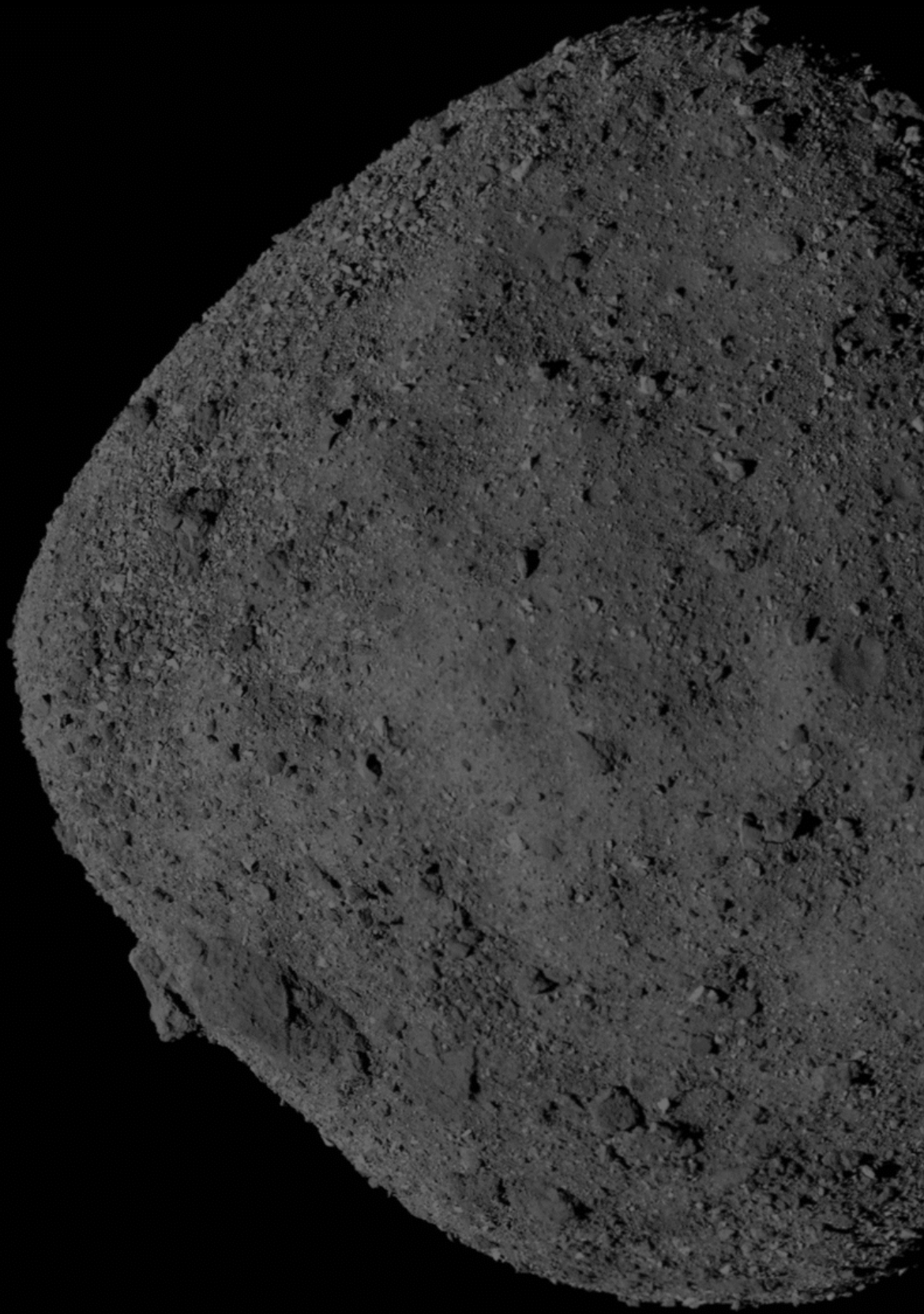


A dark, textured, circular object, possibly a planet or moon, set against a black background. The object has a rough, granular surface with many small pits and irregularities. The lighting is from the side, creating a gradient of gray tones across the surface.

# **PARTIE 1**

***Cadre physique et planétologique***





# 1

## LES PETITS CORPS DU SYSTÈME SOLAIRE

### 1.1 Définition générale

L'Union Astronomique Internationale définit comme petits corps du Système Solaire les objets orbitant le Soleil n'étant ni une planète, ni une planète naine. Ceci désigne donc les objets n'ayant pas accrété les corps environnants, et présentant une masse trop faible pour que leur propre gravité leur donne une forme quasi-sphérique (un tel corps est dit à l'équilibre hydrostatique). Cette définition regroupe donc les objets les plus petits du Système Solaire, tels que les astéroïdes et les comètes.

**Les astéroïdes de la Ceinture Principale** (appelés par la suite "*Main Belt Asteroids*", MBAs) sont placés entre l'orbite de Mars et Jupiter, entre 2 et 4 unités astronomiques (UA). Cependant ces objets ne sont pas uniformément répartis dans la Ceinture. Il existe des zones dépeuplées d'astéroïdes, correspondant aux zones d'instabilités gravitationnelles car en résonance de moyen mouvement avec les planètes, principalement Jupiter, ou les autres astéroïdes environnants (fig. 1.1).

**Les géocroiseurs** (appelés par la suite "*Near-Earth Asteroids*", NEAs) gravitent, eux, sur une orbite les amenant proches du Soleil, généralement entre 0,983 et 1,3 UA [2]. Deux géocroiseurs sont actuellement étudiés avec attention : Ryugu [3] et Bennu [4], respectivement les cibles des missions Hayabusa2 et OSIRIS-REx, décrites en détails par la suite. Morbidelli et al. [5] ont estimé la durée de vie des NEAs dans le Système Solaire interne à  $10^6 - 10^7$  ans, donc très faible devant l'âge du Système Solaire. Ceci implique un réapprovisionnement constant de cette population de petits corps. Les chocs entre astéroïdes et les résonances gravitationnelles peuvent être suffisamment importants pour modifier leur orbites, et amener un corps de la Ceinture Principale vers l'intérieur du Système Solaire [5]. De plus, l'émission thermique d'un corps en rotation induit une force légère mais suffisante pour modifier sa trajectoire, et faire dériver l'orbite vers une zone de résonance. Il s'agit de l'effet Yarkovsky, dont l'intensité est inversement proportionnelle au diamètre de l'objet. Ainsi, des astéroïdes de moins d'un kilomètre de diamètre seront plus sensibles à cette force, comparé à des objets plus larges [6, 2, 7].

**Les comètes** sont des objets actifs composés d'un mélange de roches, de glace et de matière carbonée. Les comètes se distinguent des astéroïdes par l'éjection de poussières, d'eau et de nombreux composés par la sublimation de la glace lors de leur passage proche du Soleil. Certains astéroïdes, appelés actifs, peuvent également éjecter du matériel. Les comètes ont une trajectoire fortement elliptique, ne les approchant que rarement des planètes. On retiendra notamment les comètes 67P/Churyumov-Gerasimenko visitée par la

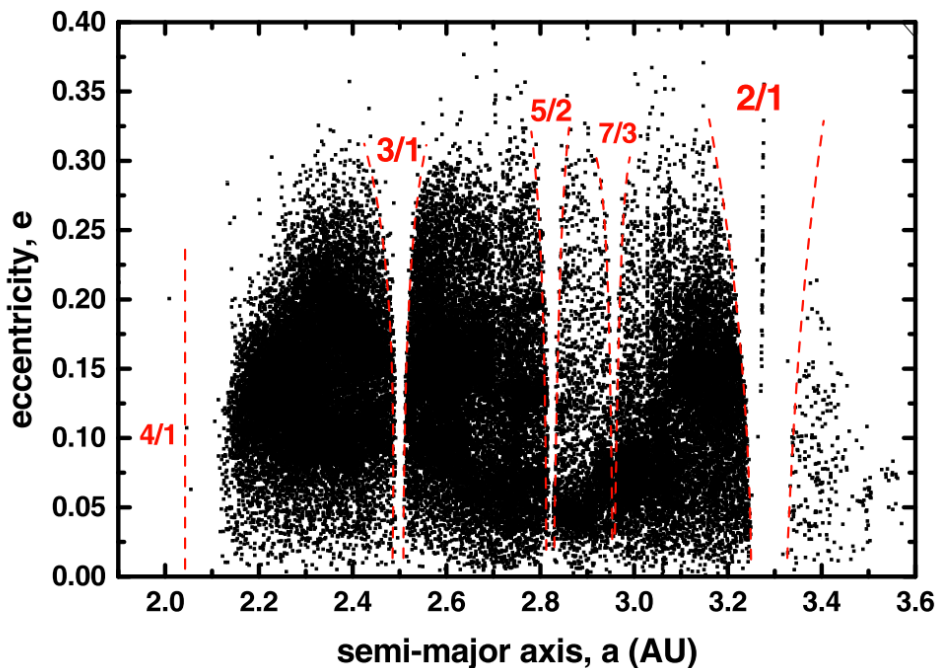


FIGURE 1.1 – Distribution des astéroïdes de la Ceinture Principale en fonction de leur demi grand-axe (*semi-major axis*). Les zones d'instabilités dues aux résonances avec Jupiter sont indiquées par les pointillés rouges. Figure de [1].

sonde Rosetta [8], et 2I/Borisov [9] ayant très récemment traversé notre Système Solaire.

**Les Troyens** de Jupiter, Mars ou Neptune gravitent sur la même orbite que leur planète, soit respectivement vers 5,2 UA et 1,5 UA en résonance 1 :1 donc avec la même vitesse et le même sens. Cependant, ces objets précèdent et suivent la planète à environ  $60^\circ$  de longitude (s'étalant entre  $40^\circ$  et  $90^\circ$  [10]), aux zones appelés points de Lagrange (fig. 1.2). Plusieurs hypothèses ont été avancées quant à la méthode de capture des troyens : résonances [10], collisions, migration planétaire [11], ou encore accrétion de masse des planètes en formation [12].

**Les objets de la Ceinture de Kuiper** (appelés par la suite "*Kuiper Belt Objects*", KBOs ou objets trans-neptuniens "*Trans-Neptunian Objects*", *TNOs*) sont placés derrière l'orbite de Neptune. À cause de l'importante distance au Soleil, donc leur température de surface très faible, ces objets sont riches en glace.

**Les centaures** sont des objets originellement de la Ceinture de Kuiper ayant été éjectés de leur orbite initiale par des interactions gravitationnelles avec Neptune et les planètes géantes. Leurs orbites actuelles les amènent entre celles de Jupiter et Neptune.

## 1.2 Processus secondaires dans et sur les petits corps

Les petits corps, originellement formés par l'accrétion de poussières de la nébuleuse solaire, peuvent voir leur composition modifiée. Les collisions à haute énergie entre les astéroïdes amènent à un mélange entre les compositions de l'impacteur et de l'impacté, ainsi qu'une modification de la structure des objets concernés. Il a été observé que la plupart des astéroïdes de moins de 100 km de diamètre sont issus de collisions ayant une énergie suffisante pour détruire les objets. Les résidus formés sont ensuite agglomérés, formant une structure dite *rubble pile*, équivalente à un amas de rochers et du vide

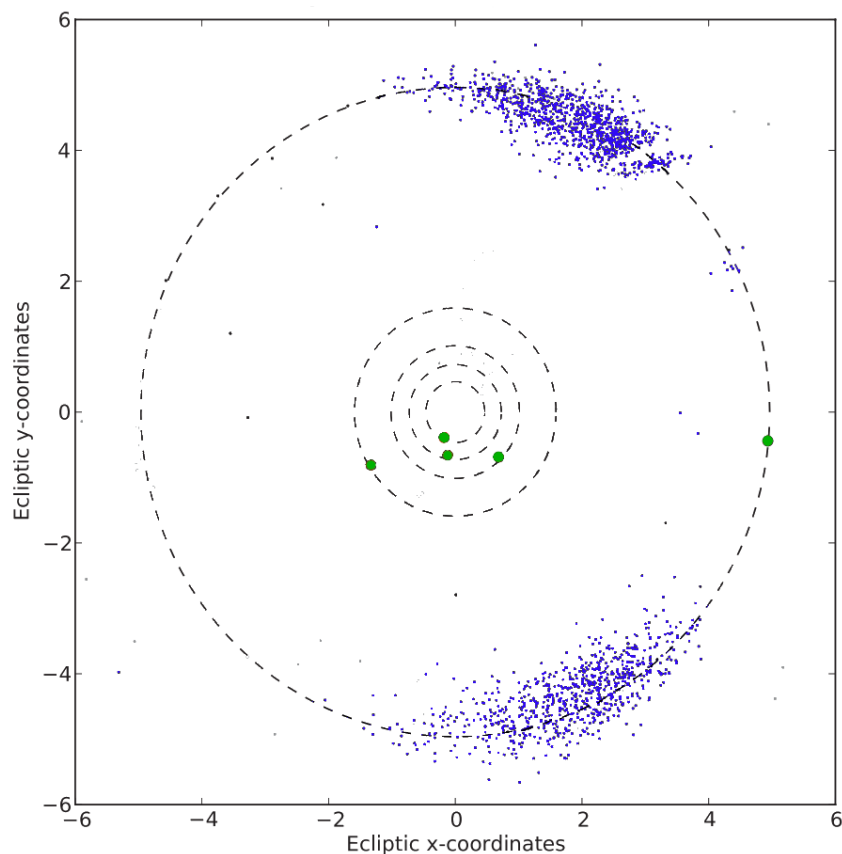


FIGURE 1.2 – Vue schématique des deux groupes des troyens de Jupiter (marqueurs bleus). Les orbites de Mercure, Vénus, la Terre, Mars et Jupiter sont notées en pointillés noirs. La Ceinture Principale n'est pas représentée ici. Figure modifiée de [13]

entre les interstices. L'objet formé porte donc les traces minéralogiques de l'impact, ainsi qu'une porosité élevée, jusqu'à 60% [14, 15]. Par instabilité gravitationnelle, ou collision les sortant de leur orbites, les petits corps peuvent être envoyés vers un autre endroit du Système Solaire, ayant par exemple une température différente. Enfin, une orbite chaotique ou très elliptique peut amener un astéroïde proche de l'étoile où la température et l'irradiation par vent solaire est extrême. Ces mécanismes, ajoutés à la désintégration des radioisotopes et à l'altération aqueuse résultante de la fonte de la glace en surface vont amener à une modification de la structure et de la composition de l'astéroïde.

La température est la principale source d'altération de la surface des petits corps. Plusieurs sources de chaleur ont été proposées et sont décrites par la suite.

Tout d'abord, la simple distance au Soleil sur des objets comme les géocroiseurs (ayant un périhélie les amenant proches de l'étoile) peut amener à des températures suffisantes pour l'altération des surfaces [16, 17]. Ceci dépend néanmoins des propriétés de surface et orbitales des objets. En effet, l'albedo de la surface, son émissivité et inertie thermique, ainsi que la texture vont influencer sur la température de l'objet. La rotation d'un corps engendre des écarts de température entre le côté jour et le côté nuit, plus importants dans le cas d'une inertie thermique faible comparé à une surface ayant une inertie élevée. La température de surface d'un astéroïde en rotation rapide sera plus homogène qu'un corps en rotation lente. Enfin, plus l'axe de rotation de l'objet est orienté vers le Soleil, plus une zone importante sera constamment illuminée, donc ayant une température élevée.

De plus, la présence d'aluminium 26 ( $^{26}\text{Al}$ ), un radioisotope se désintégrant en magnésium 26 ( $^{26}\text{Mg}$ ) induit également une augmentation de la température [18, 19, 20, 21, 22]. L'importance de l'épisode de chauffage dépend également de l'astéroïde lui-même. Il a été montré par Rivkin [23] qu'un corps d'une vingtaine de kilomètres de diamètre situé vers

l'extérieur de la Ceinture Principale (2,6 - 3,5 UA) sera chauffé par la désintégration de l' $^{26}\text{Al}$  jusqu'au point de fusion de l'eau. De même, l'intérieur d'un corps de plus de 100 km subira des températures bien plus hautes que la surface [24, 25]. Les corps les plus petits n'auront pas une quantité suffisante d' $^{26}\text{Al}$  pour induire un chauffage interne.

Enfin, les chocs peuvent induire de fortes augmentations de température sur des régions localisées, parfois suffisantes pour fondre partiellement les corps impactés [16, 23].

L'altération de la surface des petits corps sera dépendant de la température atteinte. On distingue plusieurs gammes de températures ayant des effets différents sur la minéralogie/structure de la surface [21] :

- $\sim 0^\circ\text{C}$  à  $\leq \sim 300^\circ\text{C}$  : hydratation et altération aqueuse par la fonte de la glace d'eau et la réaction des minéraux avec l'eau formée
- $\geq \sim 400^\circ\text{C}$  à  $\sim 950^\circ\text{C}$  : modifications structurelles et chimiques appelées métamorphisme
- $\sim 980^\circ\text{C}$  à  $1050^\circ\text{C}$  : fonte partielle du petit corps avec formation de résidus de même composition et structure (non fractionnés)
- $\sim 1000^\circ\text{C}$  à  $1250^\circ\text{C}$  : fonte partielle du petit corps avec formation de résidus recristallisant à des températures différentes, donc de composition et structures variables (fractionnés)
- $\sim 1150^\circ\text{C}$  to  $\gg 1250^\circ\text{C}$  : fonte complète, différenciation et recristallisation de l'astéroïde

L'altération aqueuse et/ou thermique de la surface va induire des modifications minéralogiques et structurelles, décrites par la suite. On fera également une présentation rapide de l'érosion des surfaces par les particules énergétiques.

### 1.2.1 Hydratation par altération aqueuse

L'altération aqueuse s'effectue à basse température. L'eau produite par la fonte de la glace agit comme un solvant pour produire des minéraux hydratés comme les phyllosilicates, les sulfates, les oxydes, les carbonates et les hydroxydes [22]. Un des procédés majeurs de cette altération est la destruction de minéraux anhydres (silicates de type olivine ou enstatite) au profit des phyllosilicates hydratés [26, 27, 28]. Ceci a été mis en avant par des études précédentes sur les météorites, en montrant la diminution des silicates anhydres et l'augmentation du taux de phyllosilicates (Mg-serpentine et Fe-serpentine) avec l'altération aqueuse [28], ou encore montrant la corrélation négative entre l'abondance de Mg-serpentine et de Fe-serpentine avec une altération aqueuse importante [29, 30, 27].

### 1.2.2 Métamorphisme par altération thermique

Une augmentation de la température, que ce soit par chauffage ou par impact, peut induire une déshydratation de la surface, suivie d'une modification chimique et structurale des minéraux, puis une fonte et recristallisation de l'objet. L'eau ayant été éjectée de la surface par la haute température, l'altération des minéraux s'effectue sur des phases sèches.

À partir de  $400^\circ\text{C}$ , les groupes -OH des phyllosilicates (formés précédemment par altération aqueuse) sont éjectés [31]. Des températures supérieures à  $800^\circ\text{C}$  permettent la destruction des groupes -OH reliés aux cations des métaux oxydés (Mg, Fe, et Al). Enfin, la recristallisation en olivine des phyllosilicates anhydres nécessite des températures supérieures à  $1000^\circ\text{C}$  [32, 33, 16, 34]. Cependant, ceci dépend fortement de la vitesse de

refroidissement des minéraux ainsi que de la composition environnante. L'augmentation de la température induit également une restructuration de la matière organique, d'une forme amorphe vers une structure cristallisée proche du graphite [35, 36].

### 1.2.3 Érosion par des particules énergétiques

Les surfaces dépourvues d'atmosphères comme le sont celles des astéroïdes subissent également des altérations par les conditions spatiales. Les surfaces sont bombardées en permanence par des micro-météorites, des particules énergétiques comme les rayons cosmiques, ainsi que le vent solaire, un flux constant de particules éjectées de la couronne solaire. Il a été montré par des expériences d'irradiation que l'érosion par des particules énergétiques a tendance à amorphiser les silicates ainsi que la matière organique [37, 38, 39]. Il a également été vu une modification de la structure de la surface à l'échelle nanométrique, par la fonte et recristallisation très localisée des minéraux [39], ainsi que la formation de fer métallique  $\text{Fe}^0$ .

L'altération de la surface qu'elle soit aqueuse, thermique ou par les particules énergétiques va induire différentes signatures spectrales ou modifier celles existantes, utilisées ensuite pour déterminer la composition des astéroïdes.

## 1.3 Classification des astéroïdes

Les premières classifications des astéroïdes sont apparues dans les années 1950-1960 avec les observations astronomiques UVB permettant d'obtenir la couleur des astéroïdes [40]. Ceci a permis de séparer les objets observés en différents groupes, et très vite, des similitudes ont été mises en évidence avec les mesures effectuées sur les météorites. Deux groupes majeurs d'astéroïdes se distinguent :

- ceux présentant un albédo faible ainsi qu'un spectre relativement plat, similaire aux chondrites carbonées. Ce groupe est nommé C afin de signaler le taux de carbone de ces surfaces mesuré à 2% dans les chondrites carbonées, échantillons de ce type d'astéroïdes.
- ceux présentant un albédo relativement élevé, ainsi que des signatures spectrales importantes dans le visible et proche-infrarouge, similaires à celles de l'olivine et des pyroxènes. Ce type est nommé S, pour silicates ou "*stony*"

D'autres groupes sont ensuite apparus, comme les types E similaires aux chondrites enstatite, et les types M pour les surfaces possiblement métalliques. Une classification des astéroïdes a ensuite été proposée par Bowell et al [41], puis par Tholen [42, 43] avec 12 différentes classes spectrales (fig. 1.3). Cette classification est basée sur l'observation de 589 objets sur 8 longueurs d'onde entre le visible et le proche-infrarouge.

Cependant, avec cette dernière taxonomie, plusieurs classes pouvaient être affectées à un même astéroïde. Bus et Binzel [44] ont ensuite proposé une nouvelle classification, basée sur les observations SMASSII et la taxonomie de Tholen, mais n'affectant qu'une seule classe par astéroïde. La classification la plus commune actuellement est celle DeMeo et al. [45], extension de celle de Bus et Binzel dans la gamme spectrale de l'infrarouge jusqu'à  $2,5\mu\text{m}$ . Comme les précédentes, elle est basée sur la forme du spectre en réflectance des astéroïdes dans le visible et proche infrarouge, en prenant en compte la pente spectrale, ainsi que les diverses signatures spectrales observées (fig. 1.4). Cette taxonomie étendue au proche-infrarouge, permet la détection de signatures d'hydratation autour de  $3\mu\text{m}$  sur les astéroïdes, en plus des bandes à 0,7 et  $0,9\mu\text{m}$  utilisées pour la classifications

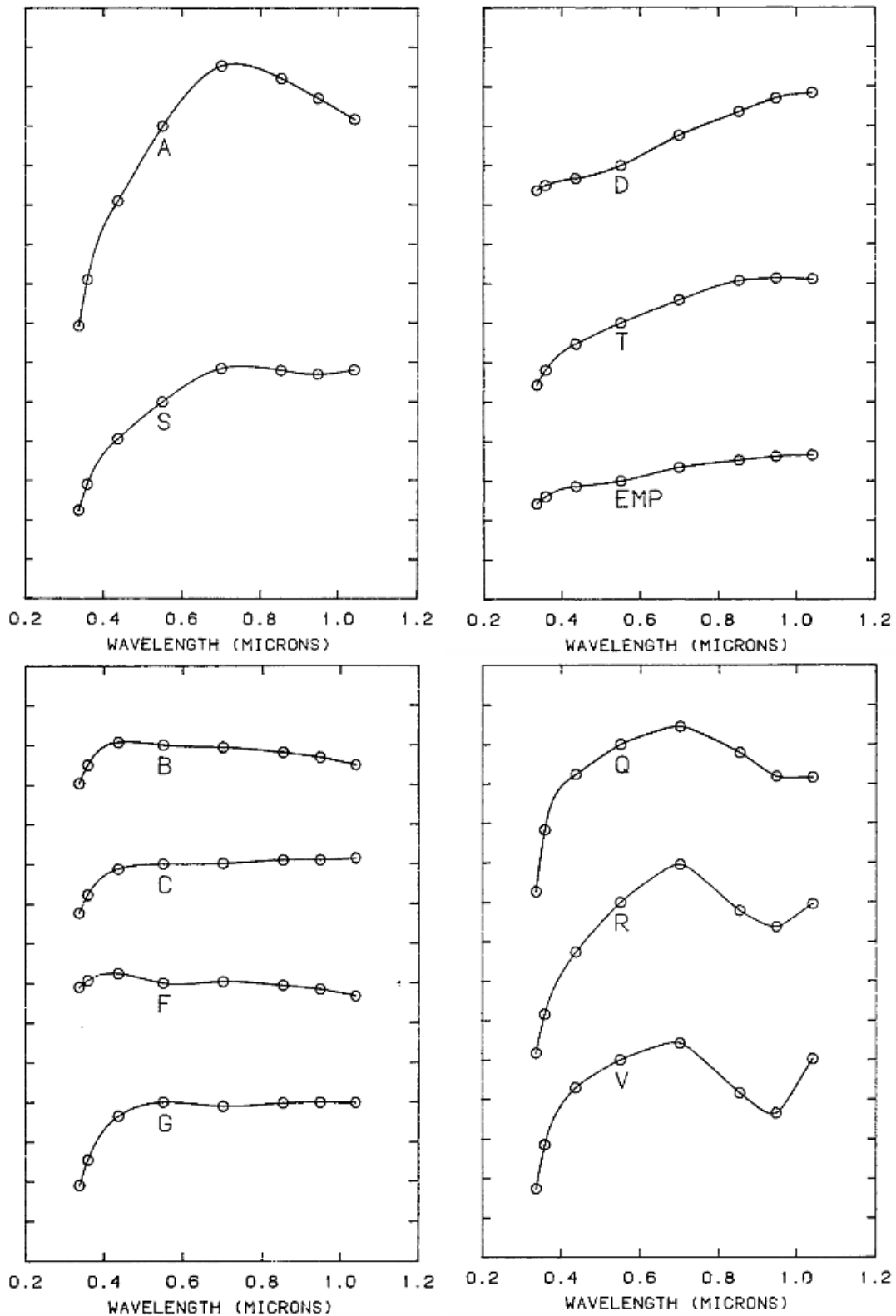


FIGURE 1.3 – Spectres moyens des différentes classes d'astéroïdes selon la classification de Tholen. Figure modifiée de [42].

de Bus et Binzel.

Toutes les taxonomies s'accordent sur la présence des deux groupes majeurs contenant chacun plusieurs sous-catégories, appelés C-complex (sombres, carbonés et hydratés) et S-complexe (clairs, montrant des signatures de silicates et sans hydratation). Ces deux groupes représentent plus de 2/3 de la masse totale de la Ceinture Principale [46, 14, 15].

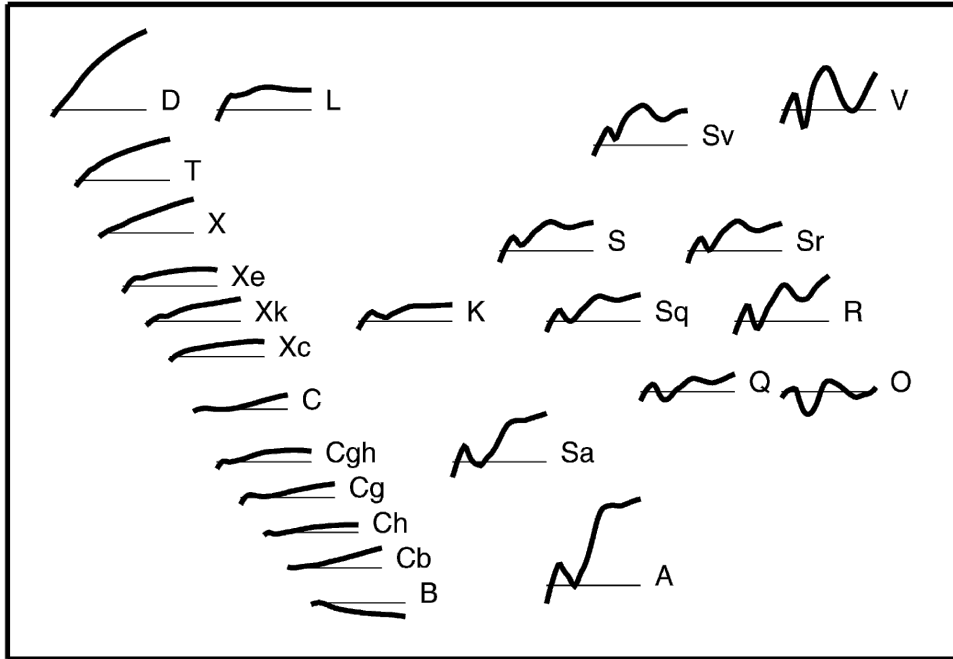


FIGURE 1.4 – Vue schématique des spectres en réflectance des différents types d’astéroïdes selon la classification de DeMeo. Figure tirée de [45].

Quatre sous-catégories forment le groupe C-complexe : C, B, G, et F selon la taxonomie de Tholen (C, Cg, Ch, Cgh, Cb selon la taxonomie de DeMeo), les F étant les moins hydratés, les G étant porteurs de fortes signatures d’hydratations [47, 23]. Une explication a été suggérée par Sawyer [48], proposant une séquence d’altération croissante, des astéroïdes F non altérés, jusqu’au types G ayant été chauffés jusqu’à une température suffisante à la fusion de la glace, et donc de l’altération aqueuse. Les astéroïdes de type C sont considérés comme primitifs, avec une composition ayant peu évolué au cours de leur histoire, donc proche de celle de la nébuleuse proto-solaire [49, 39, 50]. Ces objets portent les traces d’altération aqueuse ainsi que de glace d’eau à leur surface [51, 22], et peuvent être à l’origine de l’eau ainsi que de la matière organique sur Terre, contribuant ensuite à l’émergence de la vie. Les types C sont donc d’un grand intérêt actuellement pour la communauté scientifique.

### 1.3.1 Composition de la Ceinture Principale

La distribution des différentes classes d’astéroïdes n’est pas homogène dans la Ceinture Principale, mais affiche une évolution avec l’éloignement au Soleil [22, 15] (fig. 1.5). Les zones internes et centrales de la Ceinture regroupent le groupe S-complexe : des objets brillants, riches en silicates anhydres et métaux. A contrario, les zones externes de la Ceinture, les plus éloignées du Soleil, regroupent les astéroïdes de types C-complexe : sombres, primitifs, altérés par l’eau ou non. On observe cependant des surfaces hydratés dans les zones internes de la Ceinture, ainsi que des astéroïdes silicatés dans les couches externes. Ce mélange est signe de la dynamique constante de la Ceinture Principale, où les collisions entre astéroïdes, les résonances ainsi que l’effet Yarkovsky sur les corps de petite taille, éjectent les astéroïdes impliqués hors de leur zone initiale.

Par des observations dans le visible et proche-infrarouge, il est apparu un déficit en astéroïdes métalliques (classe M) dans la Ceinture Principale par rapport aux 50 ou 60 attendus pour expliquer les variations minéralogiques des météorites métalliques recensées [53, 54, 55]. Libourel et al. ont expliqué cet apparent déficit par les impacts entre les



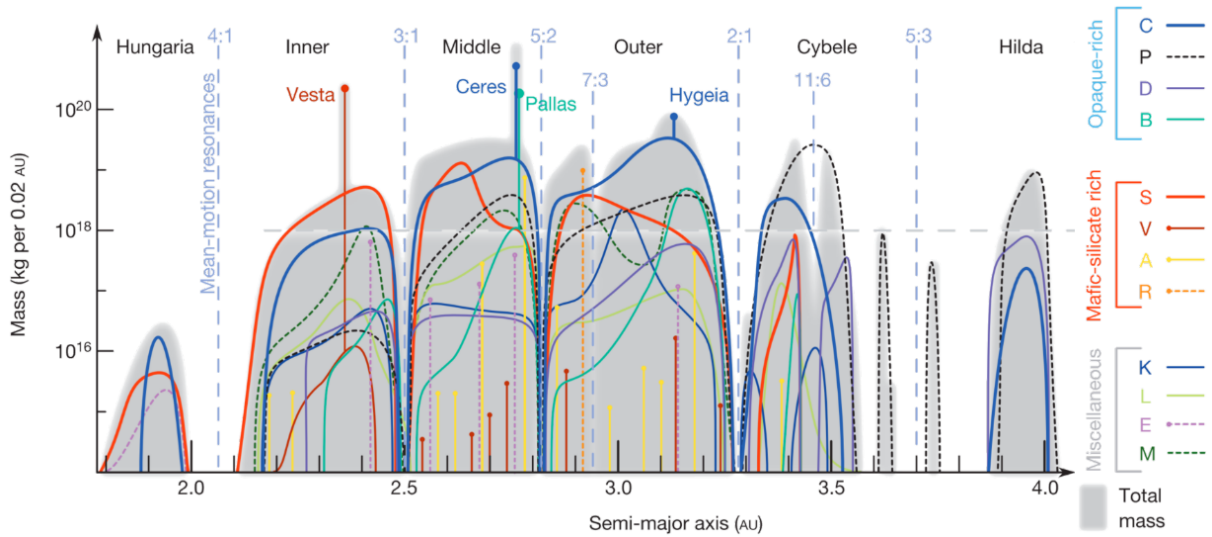


FIGURE 1.5 – Répartition des différentes classes d’astéroïdes dans les différentes zones de la Ceinture Principale. Les S-complexes sont représentés par les tons rouges, et C-complexe par les tons bleus. Figure tirée et modifiée de [52].

astéroïdes, déposant du matériel de l’impacteur sur la surface du corps métallique [56]. Ce dernier sera donc faussement attribué à une autre classe d’astéroïde.

### 1.3.2 Composition des géocroiseurs

L’analyse du survey SMASS par Binzel et al 2004 [57] a montré que les géocroiseurs présentaient la même diversité taxonomique que les astéroïdes de la Ceinture Principale, avec 25 des 26 classes décrites par Bus représentées dans les cibles du survey (fig. 1.6).

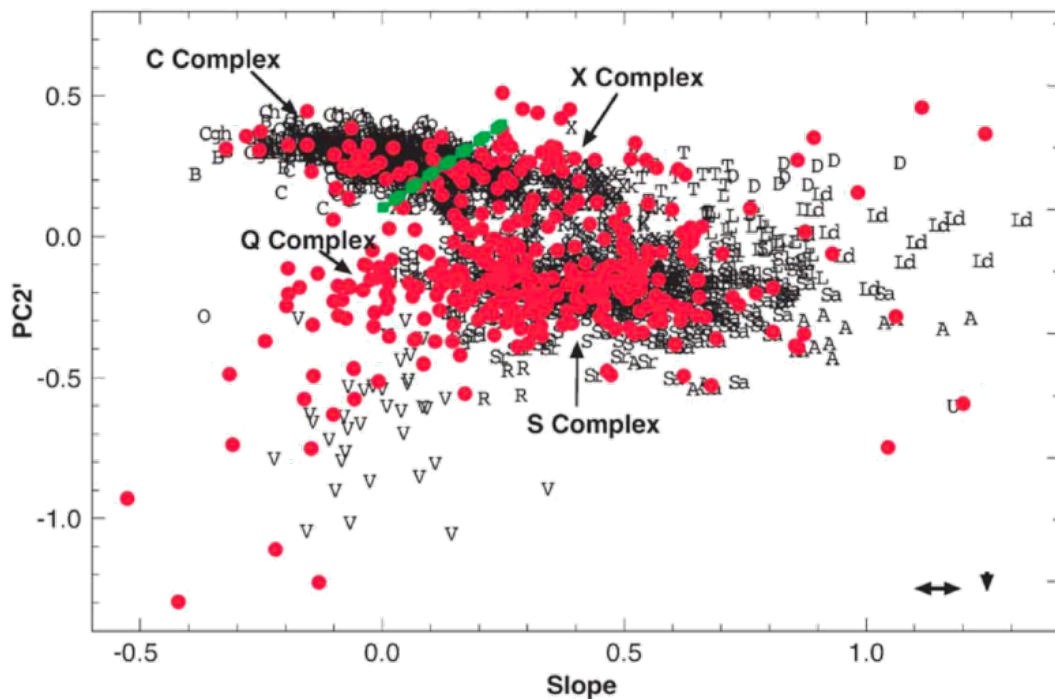


FIGURE 1.6 – Comparaison des populations d’astéroïdes de la Ceinture Principale (représentés par leur classification) et les géocroiseurs observés par le survey SMASS (rouge). La ligne verte marque la séparation entre les C- et X-complexes. Figure de [57]

Bottke et al. [58] ont calculé que 61% des NEAs provenaient de la Ceinture intérieure, 24% de la zone centrale, et 8% de la Ceinture extérieure. Les derniers 6 % proviendraient de l'environnement de Jupiter.

En prenant en compte les divers procédés amenant les NEAs à leurs orbites actuelles, Rivkin et DeMeo [59] ont calculé que la proportion de types C-complexe parmi la population des NEAs devrait s'élever à  $43 \pm 6\%$ , dont  $17 \pm 3\%$  de type Ch. Cependant, les différentes observations de ces astéroïdes ont montré un taux de  $16 \pm 7\%$  C-complexe, dont  $6 \pm 3\%$  de Ch. Il existe donc une déplétion d'astéroïdes hydratés parmi les géocroiseurs et plusieurs causes potentielles sont avancées, comme un biais dans les modèles gravitationnels, dans les observations, ou un épisode de chauffage intense des surfaces proches du Soleil amenant à leur déshydratation.

Une partie de mon travail de thèse a notamment permis de trouver des explications quant à cet apparent déficit en géocroiseurs hydratés. L'analyse de la bande des phyllosilicates liée à l'histoire thermique des géocroiseurs est développée dans le chapitre 6 et dans un article publié chez Icarus [60]. Enfin, l'effet de la géométrie d'observation sur l'intensité des signatures d'hydratations est développé au chapitre 7 et dans un article publié dans Icarus [17].

## 1.4 Les observations des petits corps

Les astéroïdes sont difficiles à observer, de part leur petite taille et souvent de leur faible albédo. Plusieurs méthodes permettent cependant de les caractériser, que ce soit par photométrie, spectroscopie ou polarimétrie.

La plupart des observations des petits corps est basée sur la réflectance de leur surface. La lumière du Soleil arrivant sur la surface de l'astéroïde selon une direction précise (l'incidence) est réfléchiée dans toutes les directions, et est captée par un instrument placé dans une seconde direction (émergence). Ces deux directions, incidence et émergence, forment la configuration géométrique de l'observation. L'angle entre ces deux directions est appelé l'angle de phase (fig. 1.7).

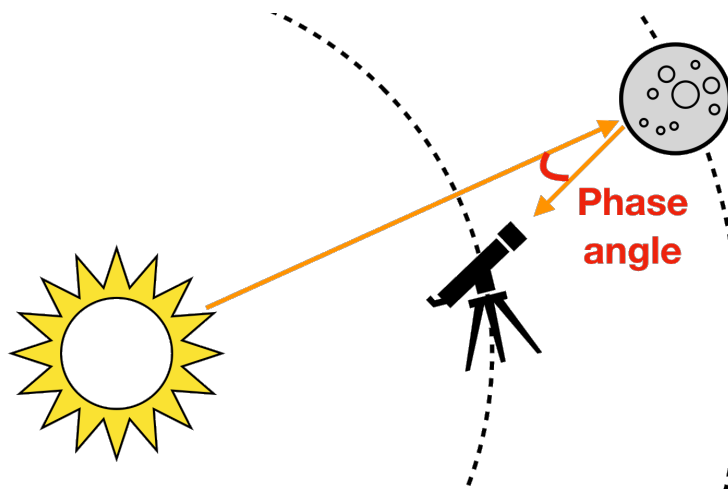


FIGURE 1.7 – Vue schématique de l'observation d'un petit corps indiquant la définition de l'angle de phase.

La lumière du Soleil réfléchiée par les petits corps peut être captée de diverses manières, par des télescopes terrestres ou des instruments en vol. Chaque type de télescope a ses

avantages et inconvénients.

### 1.4.1 Télescopes terrestres

Les petits corps peuvent être observés en réflectance depuis le sol seulement s'ils se situent du côté nuit. Selon leur position dans le Système Solaire, donc leur position par rapport au Soleil et à la Terre, les angles de phase des observations seront limités. Ainsi, les astéroïdes de la Ceinture Principale ne peuvent pas être observés à des angles de phase supérieurs à  $30^\circ$  [61, 62, 63], cette limite monte à  $90^\circ$  environ pour les géocroiseurs et les comètes [64, 65], mais tombe à seulement quelques degrés pour les objets de la Ceinture de Kuiper, les plus éloignés [66].

Mis à part les possibles problèmes liés aux conditions météorologiques au-dessus des sites d'observations, les télescopes au sol sont limités par la transmission de l'atmosphère. Les molécules d'eau, d'ozone, de  $\text{CO}_2$  et des différents aérosols vont induire des absorptions des rayonnements infrarouges. La spectroscopie depuis les télescopes au sol est notamment réduite autour de la bande à  $3\mu\text{m}$  par l'absorption de l'eau atmosphérique, de 2500 à 2850 nm [62] (fig. 1.8).

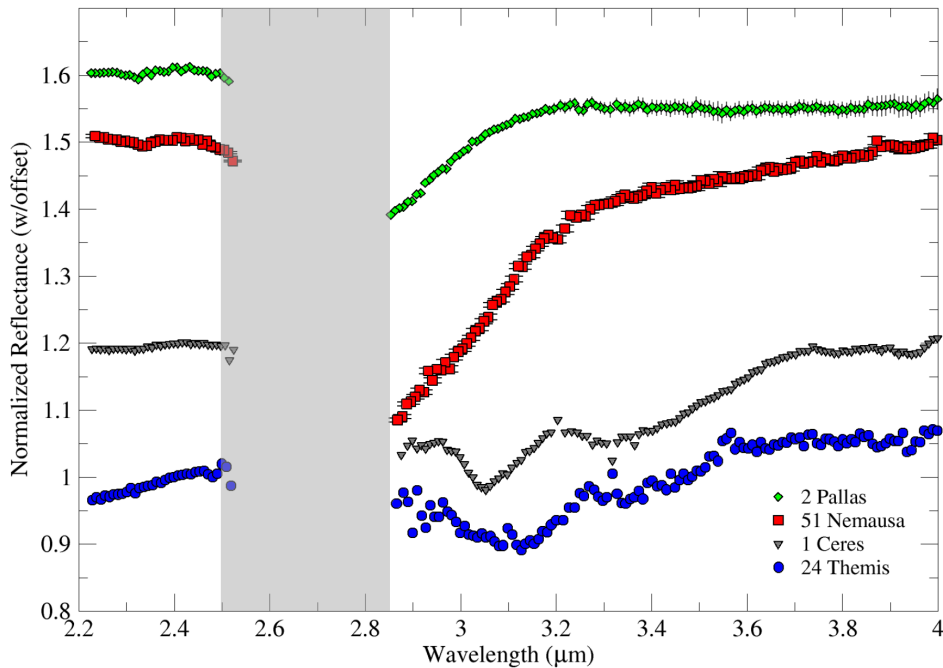


FIGURE 1.8 – Spectres des astéroïdes (2)Pallas (vert), (51)Nemausa (rouge), (1)Ceres (gris) and (24)Themis (bleu) observés depuis le sol avec l'ITF au Maunakea à Hawaï. La zone grisée marque la gamme spectrale (2,5 - 2,85  $\mu\text{m}$ ) affectée par l'absorption de l'atmosphère. Figure modifiée de [62].

La résolution des astéroïdes donnant accès à leur forme a été possible grâce à l'émergence de l'optique adaptative, permettant de compenser les perturbations atmosphériques. Ces instruments, tels qu'installés sur le *Very Large Telescope* (VLT, ESO, Chili) dans le cas de SPHERE ou au Keck (Hawaï) par exemple, permettent de distinguer les structures à grandes échelles de la surface des astéroïdes [67]. Les télescopes au sol peuvent également être pourvus de spectromètres, comme SpeX à l'*InfraRed Telescope Facility* (IRTF, Observatoire Mauna Kea, Hawaï) [68], ou encore de polarimètres tels que CASPOL sur le *Complejo Astronómico El Leoncito* (CASLEO, Argentine) [69]. Le futur *European Extremely Large Telescope* E-ELT équipé également d'un système d'optique adaptative promet

de repousser encore les limites de la détections des objets du Système Solaire [70].

### 1.4.2 Télescopes en vol

L'envoi de télescopes en orbite autour de la Terre permet des observations non impactées par la forte absorption de l'atmosphère, et donc sur une gamme spectrale plus grande. La détection de la bande des -OH à  $3\mu\text{m}$  est notamment possible par les instruments en vol. Ces instruments permettent également des observations avec une meilleure précision photométrique. Ces télescopes gravitent généralement autour de la Terre, ou sont placés aux points de Lagrange de l'orbite terrestre, ainsi les limitations de géométries des instruments au sol s'appliquent également à ce type d'observation.

Plusieurs télescopes en vol ont déjà fourni des observations spectroscopiques d'astéroïdes, notamment lors de missions de survey. On notera entre autres les missions IRAS [71], WISE/NEOWISE [72, 13] et AKARI, décrit en détail par la suite. Le *James Webb Space Telescope* (JWST) est actuellement en cours de finalisation pour un lancement en 2021. Ce télescope est notamment équipé des systèmes NIRC*am* ("*Near InfraRed Camera*"), NIRSpec ("*Near InfraRed Spectrograph*") et MIRI ("*Mid-InfraRed Instrument*"), couvrant la gamme spectrale de 0,6 à  $28,3\mu\text{m}$  [73].

### 1.4.3 Sondes in-situ

Les sondes envoyées vers les objets du Système Solaire permettent une observation précise de leur cibles sous diverses géométries. La sonde New Horizons a notamment photographié avec précision la surface d'un objet de la Ceinture de Kuiper 2014MU<sub>69</sub>, appelé maintenant Arrokoth [74] (fig. 1.9), après avoir permis une analyse poussée de la surface de Pluton et Charon.

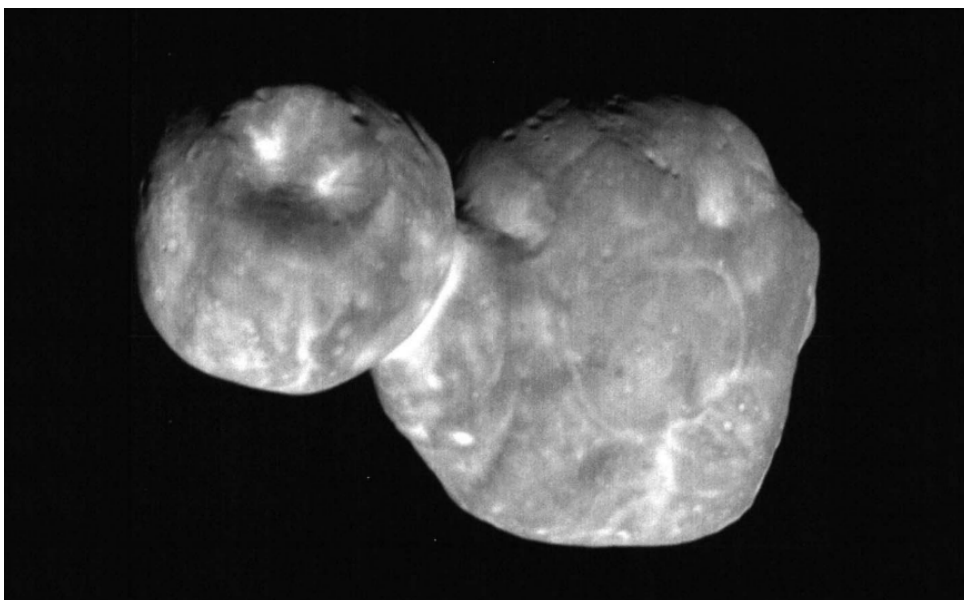


FIGURE 1.9 – Image du KBO Arrokoth prise par l'instrument LORRI à bord de New Horizon. Image de [74].

Les observations in-situ offrent généralement une gamme de géométries plus grande que depuis le sol ou en orbite terrestre. Ceci dépend évidemment du passage de la sonde autour de sa cible. Par exemple, les deux missions Hayabusa2 et OSIRIS-REx (décrites

en détail par la suite) en orbite autour de deux géocroiseurs observent la surface de leur cible respective en restant proches de l'opposition, donc à angle de phase proche de  $0^\circ$ , mais la sonde Rosetta autour de la comète 67P/Churyumov-Gerasimenko a observé sous des angles très variés. Les sondes effectuant des fly-by, croisant la trajectoire de leur cible sans s'y attarder, peuvent générer des angles de phase bien plus importants.

Les sondes offrent la meilleure résolution spatiale sur la surface des petits corps et permettent donc de distinguer à une certaine échelle la texture du terrain observé. On retiendra notamment la sonde Hayabusa ayant effectué avec succès un retour d'échantillon de surface d'astéroïde [75], ou encore Rosetta ayant intercepté la trajectoire d'une comète [8].

Je présente par la suite les sources d'observations d'astéroïdes utilisées pendant ma thèse : le satellite AKARI, et les deux missions de retour d'échantillon OSIRIS-REx et Hayabusa2.

#### 1.4.4 AKARI

Le satellite AKARI lancé par l'agence spatiale japonaise JAXA en 2006 est placé en orbite autour de la Terre. Sa mission principale était la réalisation d'un catalogue spectral dans l'infrarouge [76, 77, 63] ainsi qu'un survey infrarouge du ciel (fig. 1.10).

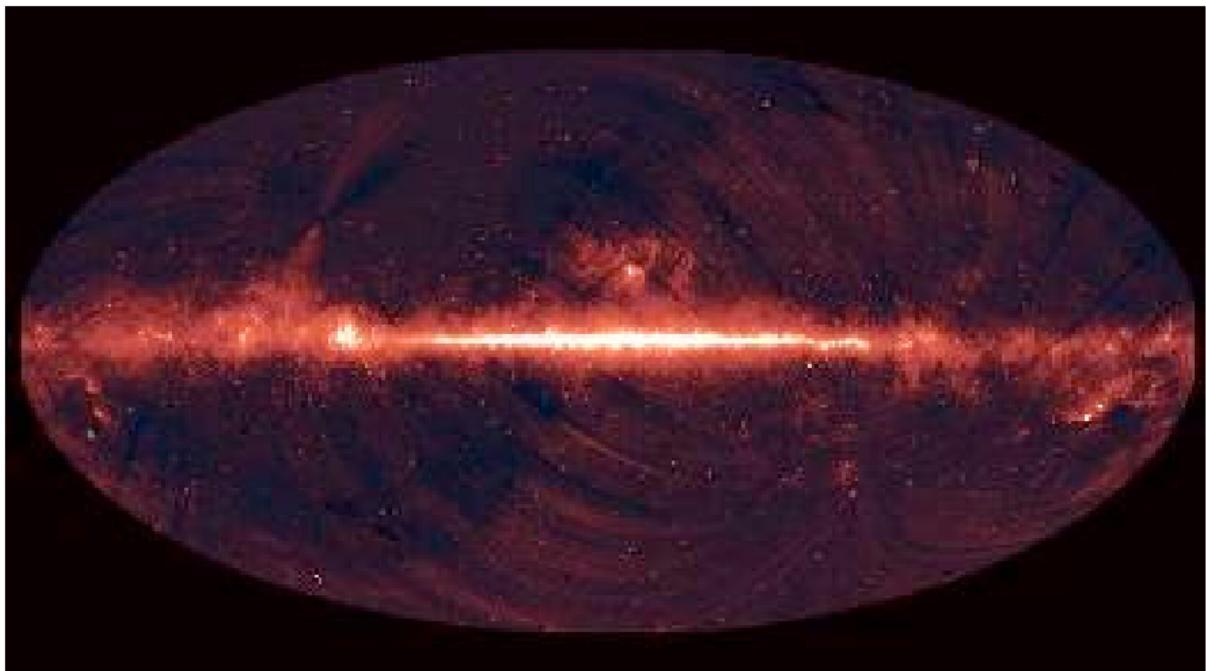


FIGURE 1.10 – Cartographie du ciel par AKARI autour de  $9\mu\text{m}$ . Figure de [78].

Le satellite gravite sur une orbite passant par les pôles de la Terre, en restant constamment dans la limite jour/nuit. Ceci permet au satellite de réaliser des observations tout en gardant le Soleil et la Terre (donc leurs contributions photométriques et thermiques) en dehors de son champ de vue.

Le télescope comporte deux instruments d'observation, refroidis par azote liquide :

- La caméra infrarouge "*InfraRed Camera*" (IRC) couvrant grâce à trois canaux le proche infrarouge et moyen ( $2,4 - 24\mu\text{m}$ ) avec une résolution spectrale de  $0,0097$  à  $0,17\mu\text{m}$ .

- Le système pour l'infrarouge lointain "*Far-Infrared Surveyor*" (FIS) opérant de 65 à  $160\mu\text{m}$  avec une résolution spectrale de  $0,19\text{cm}^{-1}$

AKARI fonctionne suivant deux modes, le survey permettant la cartographie du ciel et le pointage réalisant la spectroscopie d'une seule cible. C'est en utilisant le mode de pointage que le catalogue "*Asteroid Catalogue using AKARI*" AcuA-spec a été réalisé [63], utilisant le canal d'infrarouge proche d'IRC (2,5 - 5  $\mu\text{m}$ ). Ce catalogue regroupe les spectres corrigés de 70 objets, et est disponible en libre-accès dans la base de données de la JAXA (<http://www.ir.isas.jaxa.jp/AKARI/Archive/>).

Le satellite s'est arrêté en août 2007 après avoir cartographié 96% du ciel.

#### 1.4.5 Hayabusa 2 et OSIRIS-REx

Hayabusa 2 et OSIRIS-REx sont deux missions destinées au retour d'échantillons. Respectivement de la JAXA et de la NASA, elles sont très similaires dans leurs buts, analyses, cibles et même déroulement des missions. En effet, les deux sondes sont arrivées à quelques mois d'intervalle en orbite autour de leur cibles respectives, les géocroiseurs (162173) Ryugu pour Hayabusa2 et (101955) Bennu pour OSIRIS-REx (fig. 1.11). Hayabusa2 est fortement inspiré du premier satellite Hayabusa [75] ayant ramené avec succès des échantillons de la surface de l'astéroïde (25143) Itokawa [79].

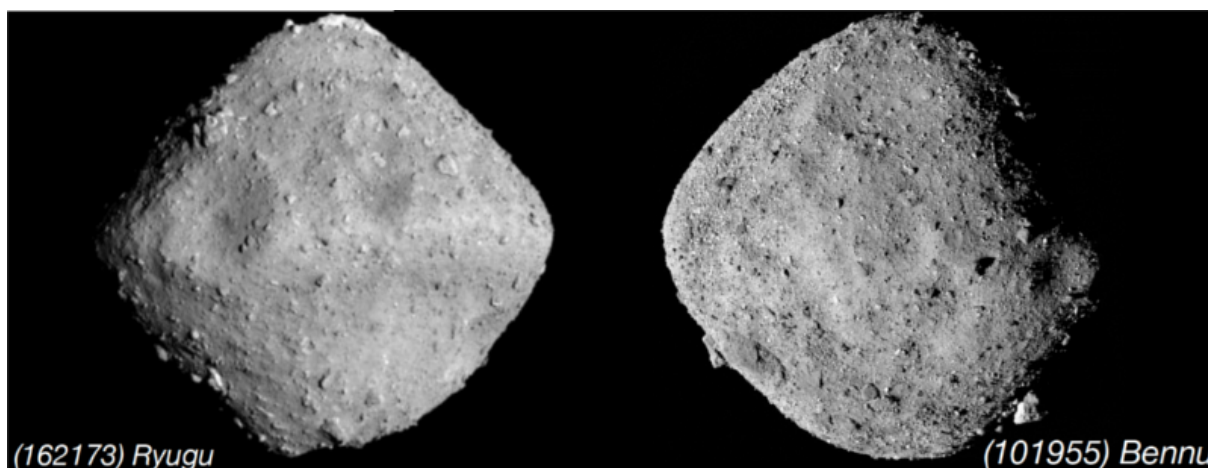


FIGURE 1.11 – Photographie des géocroiseurs Ryugu et Bennu par les sondes Hayabusa 2 et OSIRIS-REx. Image de Ryugu de la JAXA, et de Bennu de la NASA.

À ce jour, OSIRIS-REx est toujours en orbite autour de Bennu et n'a pas encore effectué de manoeuvre de récupération d'échantillons, appelée également "*touchdown*", de la surface. Hayabusa2, en revanche, a réussi deux touchdowns et effectue actuellement son trajet de retour vers la Terre afin de livrer ses échantillons à la fin de l'année 2020.

En plus des systèmes de propulsion, de communication et de capture et stockage des échantillons, les deux sondes sont équipées de caméras d'observations et de spectromètres afin de mesurer la réflectance de la surface ainsi que son émission thermique [80, 81]. Hayabusa2 embarque également un atterrisseur (MASCOT), trois rovers (MINERVA-II) et un impacteur [80]. La détection de signatures de minéraux hydratés sur la surface de leur cible est l'un des buts communs aux deux missions. Chacune embarque donc un spectromètre capable de mesurer de telles absorptions, "*Near InfraRed Spectrometer*" (NIRS3) sur Hayabusa 2 [82] et "*Visible and InfraRed Spectrometer*" (OVIRS) à bord d'OSIRIS-

REx [83] (table 1.1).

	Hayabusa 2 [82]	OSIRIS-REx [83]
Instrument	NIRS3	OVIRS
Gamme spectrale	1,8 - 3,2 $\mu\text{m}$	0,4 - 4,3 $\mu\text{m}$
Résolution spectrale	0,018 $\mu\text{m}$	0,005 - 0,007 $\mu\text{m}$
Résolution spatiale	40 m à 20 km d'alt. 2 m à 1 km d'alt.	20 m
SNR	$\geq 300$ à 20 km $\geq 50$ à 1 km	$\geq 50$

TABLE 1.1 – Tableau récapitulatif des spectromètres à bord d'Hayabusa2 et OSIRIS-REx. SNR : Rapport Signal-sur-Bruit.

## 1.5 Conclusion

Les petits corps du Système Solaire sont les témoins des différents évènements gravitationnels amenant à leur grande variété. Leur observation permet d'obtenir des informations sur leur composition, signature des processus d'accrétion amenant à leur formation, ainsi qu'aux différentes altérations à leur surface. Différentes méthodes d'observation sont utilisées aujourd'hui, chacune ayant ses avantages et ses inconvénients, et demandant des instruments plus ou moins coûteux, certains à la pointe de la technologie actuelle.

Des fragments de ces petits corps chutent régulièrement à la surface de la Terre. Ces roches extraterrestres, les météorites, sont directement reliés à leurs corps parents du point de vue de la minéralogie et de l'histoire d'altération aqueuse et thermique, et ainsi permettent l'analyse en laboratoire des processus influant la composition de la surface des petits corps du Système Solaire. La description des différentes classes de météorites, ainsi que de leur lien avec les petits corps constitue le chapitre suivant.

# 2

## LES MÉTÉORITES

Avant d'entrer dans les détails de leur classification selon leur composition minéralogique, on distingue deux types de météorites : les chutes ("*falls*") ayant été détectées durant leur entrée dans l'atmosphère, et les trouvailles ("*finds*") ne pouvant être reliées à aucun évènement observé de chute. Cette première distinction est importante, car dans le cas des trouvailles, aucune information n'est disponible quant à la durée de leur séjour sur Terre, et donc de leur interaction et altération avec l'environnement terrestre.

Les météorites sont généralement nommées selon le lieu dans lequel elles ont été trouvées. Elles portent donc le nom de villes comme Allende (Mexique), Mukundpura (Inde) ou encore Orgueil (France), ou de zones géographiques comme Tagish Lake (Canada). Les météorites collectées en Antarctique ou dans le désert d'Atacama portent des codes correspondant au lieu et l'année de leur trouvailles. Ainsi la CM ALH83100 a été récoltée en Antarctique dans la région d'Allan Hills en 1983, et correspond à la 100ème météorite collectée durant l'expédition. Seule la météorite de Paris échappe à ces règles de nomenclature, ayant été identifiée comme météorite après avoir été achetée aux enchères à Paris, puis classée officiellement par le Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris [84].

### 2.1 Types de météorites

On sépare deux grandes familles de météorites, chacune contenant de nombreux groupes et sous-groupes. On distingue donc les chondrites des achondrites [84] :

**Les chondrites** Les chondrites ont une composition proche de celle de la nébuleuse solaire, avec cependant un déficit plus ou moins important en éléments volatiles. Ces échantillons proviennent d'astéroïdes ou de comètes de trop petite taille pour être différenciés, c'est-à-dire ne présentant pas de séparation de leurs composants selon les différentes densités, début de la formation d'un coeur métallique et d'une croûte extérieure de basalte. Elles sont nommées ainsi car contiennent des chondres, des inclusions sphériques généralement silicatées noyées dans une matrice.

**Les achondrites** Les achondrites quant à elles sont des roches ignées ou magmatiques, résultant de la fonte partielle ou totale de la roche, ou constituant des brèches de roches issues d'astéroïdes ou corps planétaires différenciés comme la Lune ou encore Mars. Les achondrites comprennent donc les météorites rocheuses de types basaltes issues de la



surface, ainsi que les météorites de fer provenant du coeur différencié du corps parent. Certaines achondrites n'ont que très faiblement fondu, ne présentent aucune trace de choc, ou ne sont pas des brèches de corps différenciés. De tels individus sont catalogués comme achondrites primitives [84, 85]

Ces deux grandes familles comportent chacune des sous-catégories permettant de classer les différentes météorites selon des critères pétrographiques, minéralogiques ou structuraux.

### 2.1.1 Méthodes de classification des météorites

Les différentes classes de météorites sont distinguées par des caractères pétrologiques, comme leur texture pour les achondrites, la proportion d'inclusions et de matrice dans les cas des chondrites, ainsi que leur composition minéralogique. L'analyse des isotopes des éléments traces comparés à la composition de la nébuleuse solaire permet également une classification basée cette fois-ci sur des caractéristiques chimiques. Par exemple, la comparaison entre les teneurs en isotopes  $^{17}\text{O}$  et  $^{18}\text{O}$  de l'oxygène permet de différencier les différents types de chondrites carbonées dans le but de les classer (fig. 2.1).

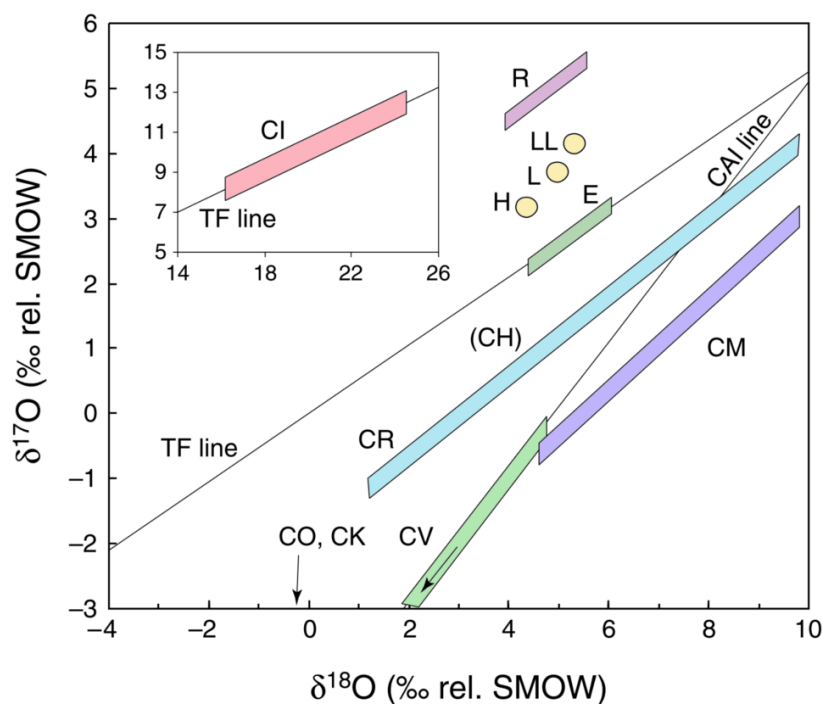


FIGURE 2.1 – Exemple de méthode de classification des météorites par la teneur en isotopes de l'oxygène. TF : fractionnement terrestre. La composition isotopique est tracée ici relative à la composition moyenne standard des océans ("Standard Mean Ocean Water", SMOW). Figure de [54].

Selon la classification actuelle, les météorites sont classées en familles, groupe et sous-groupes, tous ayant leur propres caractéristiques minéralogiques (fig. 2.2).

La plupart des travaux effectués pendant ma thèse ont été réalisés sur des chondrites. Ainsi, la description de cette classe de météorites est développée dans la suite de ce chapitre.

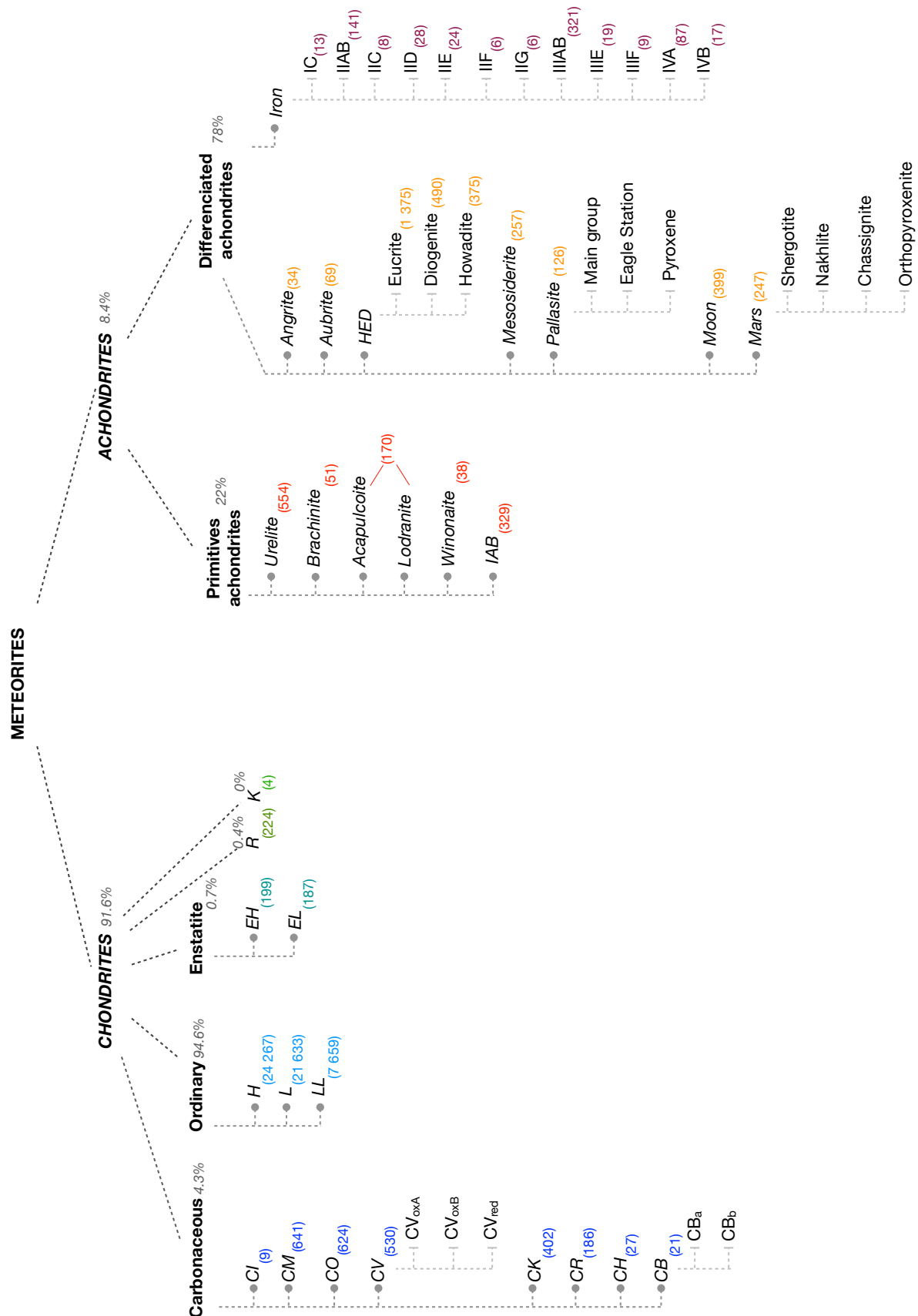


FIGURE 2.2 – Schéma récapitulatif des différents groupes de météorites. Le nombre d'individus, chutes ou trouvailles, recensés de chaque type est indiqué en couleur, et le taux de représentation de chaque famille dans la catégorie parente est indiqué en gris. Données officielles de la Meteoritical Bulletin Database en date du 5 février 2020 (<https://www.lpi.usra.edu/meteor/>).

### 2.1.2 Les types pétrologiques signes d'altération

Il a été introduit dans le premier chapitre les notions d'altération aqueuse et thermique, ainsi que leurs effets sur la minéralogie des astéroïdes. Les météorites, fragments des petits corps du Système Solaire, vont porter ces marques d'altération dans leur composition minéralogique. Des critères comme le taux de minéraux détruits ou formés par les altérations, la proportion de minéraux hydratés comme les phyllosilicates, ou encore les minéraux formés à haute température ou pression, permettent d'établir l'histoire d'altération des échantillons étudiés. Les types pétrologiques sont attribués de 1 à 6, 3 représentant les météorites non altérées. En s'éloignant de 3, le type pétrologique diminue avec l'altération aqueuse, et augmente avec l'altération thermique. Ainsi, une météorite de type 1 sera fortement hydratée, tandis qu'une type 6 montrera des signes de métamorphisme thermique. On retrouve divers degrés d'altération parmi les différents types de chondrites (table 2.1).

Type	1	2	3	4	5	6
CI						
CM						
CR						
CH						
CB						
CV						
CO						
CK						
H						
L						
LL						
EH						
EL						

TABLE 2.1 – Diagramme présentant les différents types pétrologiques possibles de chaque groupe de chondrites. Le type 3 (vert) indique une météorite non altérée. Le type 1 représente la plus forte altération aqueuse, le type 6 la plus forte altération thermique.

Chacun des types pétrologiques précédents peuvent être séparés en plusieurs sous-groupes, permettant un affinement de l'analyse de l'altération des météorites. Une première sous-classification de l'altération aqueuse a été proposée par Browning et al. en 1996 [86], basée sur la substitution progressive avec l'altération aqueuse de la cronstedtite (porteuse de  $\text{Fe}^{3+}$ ) par la serpentine (porteuse de Si). Le critère d'altération est calculé en fonction des taux de  $\text{Fe}^{3+}$  et Si mesurés dans les phyllosilicates de la matrice. Les météorites étaient affectées d'une valeur de 0, pure cronstedtite, à 2, pure serpentine. Deux classifications majeures sont actuellement utilisées par la communauté : celle présentée par Rubin et al. en 2007 [87], et celle d'Alexander et al. en 2013 [88].

L'échelle de Rubin se rapproche de la pétrologie générale présentée par la table 2.1 et affecte aux météorites des valeurs entre 2.6 pour celles portant les plus faibles traces d'altération, à 2.0 pour les plus altérées. Cette échelle est basée sur les abondances (vol%) des principales phases minérales comme les silicates, oxydes, sulfures, et les métaux contenus dans les chondres et la matrice, et sur la composition minéralogiques des mélanges serpentine-tochilinite ("*Poorly Characterized Phases*" ou PCP [87], fig. 2.3).

L'échelle d'Alexander et al. (2013) affecte des types pétrologiques entre 1 et 3, soit plus

Petrologic subtype	2.6	2.5	2.4	2.3	2.2	2.1	2.0
Chondrule mesostasis	Phyllosilicate	Phyllosilicate	Phyllosilicate	Phyllosilicate	Phyllosilicate	Phyllosilicate	Phyllosilicate
Matrix phyllosilicates	Abundant	Abundant	Abundant	Abundant	Abundant	Abundant	Abundant
Metallic Fe-Ni	~1 vol %	0.03-0.30 vol %	0.03-0.30 vol %	0.03-0.30 vol %	0.03-0.30 vol %	≤0.02 vol %	≤0.02 vol %
Mafic silicate phenocrysts in chondrules	Unaltered	Unaltered	Unaltered	2-15% altered	15-85% altered	85-99% altered	Completely altered
Large PCP clumps	15-40 vol %	15-40 vol %	15-40 vol %	15-40 vol %	15-40 vol %	2-5 vol %	2-5 vol %
PCP composition: "FeO"/SiO <sub>2</sub>	2.0-3.3	2.0-3.3	1.5-2.0	1.5-2.0	1.0-1.7	1.0-1.7	1.0-1.7
Sulfide	Mainly po + pn	Mainly po + pn	po + pn + int	po + pn + int	Mainly pn + int	Mainly pn + int	Mainly pn + int
Carbonate	Ca carbonate	Ca carbonate	Ca carbonate	Ca carbonate	Ca carbonate	Ca carbonate and complex carbonate	Ca carbonate and complex carbonate

FIGURE 2.3 – Description des différents types d'altération des chondrites de la classification de Rubin et al. (2007). po = pyrrhotite, pn = pentlandite, int = sulfide "intermédiaire" avec un ratio Ni/(Fe + Ni) entre 0,10 et 0,40. Figure de [87].

proche de la pétrologie générale présentée précédemment (fig. 2.1). Cette classification est basée sur l'hydratation des minéraux présents dans les météorites, sous forme de molécules d'eau ou de groupe hydroxyles -OH des minéraux hydratés. Comme la classification

générale, les météorites les plus hydratées portent les types 1 et 2 tandis que les moins altérées portent le type 3.

Certaines météorites portent les traces de chocs amenant à des compressions ou au métamorphisme des minéraux. Ainsi, on attribue donc aux météorites des critères s'étalant de S1 pour des échantillons pas ou peu choqués (pression inférieure à 5 GPa), à S6 pour des chocs supérieurs à 90 GPa [89, 90, 91]. Ces critères de pression sont établis sur des bases pétrographiques comme la recherche de fractures dans les minéraux, une extinction optique, la présence de veines de choc ou enfin la présence d'espèces issues de la recristallisation des minéraux parents, comme la maskelynite formée à partir des plagioclases sous l'effet du choc.

## 2.2 Types de chondrites

### 2.2.1 Chondrites carbonées

Les chondrites carbonées sont parmi les matériaux les plus primitifs du Système Solaire. Elles sont principalement composées de fins grains de matrice et d'inclusions de type chondrules, fer et nickel métalliques, et inclusions riches en calcium et aluminium (appelées *Ca-Al-rich Inclusions* ou CAIs). Chacun de ces composants s'est formé dans une région et un environnement spécifiques du disque protoplanétaire dont ils portent à présent la composition chimique.

On distingue 8 groupes de chondrites carbonées, portant l'initiale du spécimen type de chaque groupe, et étant décrits par la suite. Certaines météorites présentent une minéralogie incompatible avec les principales classes de chondrites carbonées, et sont dites non-groupées (*"ungrouped"*). C'est le cas notamment de Tagish Lake.

**C-Ivuna (CI)** Les CI sont considérées comme ayant la composition chimique la plus primitive, et proche de celle de la nébuleuse solaire [92, 93] (Anders and Grevesse, 1989 ; Lodders, 2003). Seulement 9 météorites CI sont connues, toutes étant de type pétrographique 1, indiquant une très forte altération aqueuse. Ces météorites sont dépourvues d'inclusions types chondrules et CAIs, et présentent un fort taux de matrice riche en phyllosilicates.

**C-Mighei (CM)** Les CM constituent le groupe le plus représenté parmi les chondrites carbonées. La plupart des CM présentent un type pétrographique de 2, suggérant une altération aqueuse moyenne. Cependant, certains individus présentent un type pétrographie de 1, signe d'une altération plus importante. Les CM sont caractérisées par des chondrules de petites tailles, environ  $300\mu\text{m}$  [92] et des CAIs inexistantes car ayant été partiellement ou totalement remplacées par des phyllosilicates hydratés. Les CM1 présentent moins de 20% de Fe-cronstedtite, contre environ 35% pour les CM2 [28]. Enfin, plusieurs inclusions de composition similaires aux CM sont présentes dans des météorites de types différents [94]. Ceci suggère que la zone de formation des CM était étendue à l'ensemble du Système Solaire.

**C-Renazzo (CR)** Les CR sont caractérisées par des inclusions de l'ordre du millimètre [95], et entre 40 et 70% en volume de matrice. La plupart portent le type pétrographie 2, signe d'une altération aqueuse d'intensité moyenne. La composition des CR est proche

de celle de la nébuleuse solaire, avec néanmoins une déplétion en éléments volatiles, et un enrichissement en azote  $^{15}\text{N}$ .

**C-Ornans (CO)** Les CO comportent des inclusions de petites tailles, d'environ  $150\mu\text{m}$  [92, 96], ainsi qu'un taux de matrice entre 30 et 45% en volume. Les CO portent de faibles traces d'altération thermique, on leur attribue donc les types pétrologiques de 3.0 à 3.7 [97, 98]. Les CO présentent plusieurs similarités avec les CM, notamment dans la taille des chondres, la composition des minéraux anhydres, et leur composition en isotopes d'oxygène [99].

**C-Vigarano (CV)** Selon leurs proportions de matrice, chondrules, métal, magnétite et taux de nickel, les CV sont séparées en deux sous-groupes : oxydées et réduites. Weisberg [100] a ensuite séparé le groupe oxydé en deux sous-catégories :  $CV_{oxA}$  Allende-like et  $CV_{oxB}$  Bali-like. La distinction entre les sous-groupes est principalement basée sur les caractéristiques pétrologiques. Par exemple, les  $CV_{red}$  présentent le plus faible taux de matrice, à l'inverse des  $CV_{oxB}$  qui présentent le taux le plus important.

**C-Karoona (CK)** Les CK sont caractérisées par un fort taux de matrice, et des inclusions relativement importantes, en 700 et 1000  $\mu\text{m}$ . Les CK sont fortement oxydés et ne contiennent que très peu de fer et nickel métalliques. Les CK sont semblables aux CV d'un point de vue chimique et minéralogique [101], mais sont plus métamorphisées et présentent une texture différente. Ces deux types de météorites proviendraient d'un même corps parent disloqué par un impact majeur avec un autre astéroïde.

**C-High Fe (CH)** Les CH sont caractérisées par des chondrules de petites tailles, entre 50 et  $100\mu\text{m}$  de diamètre, d'environ 20% de fer et nickel métalliques et d'une absence de matrice entre les différentes inclusions. Il a été proposé que ce type de météorites a été formé suite à la collision entre deux astéroïdes, plutôt que dans la nébuleuse solaire [102]. Cependant, leur composition est similaires aux CI avec néanmoins une déplétion en éléments volatiles.

**C-Bencubbin (CB)** Les CB contiennent la plus forte proportion de métal (60 à 80%) de tous les types de chondrites [103], elles sont notamment enrichies en chrome (2 à 5%), en azote  $^{15}\text{N}$ . Environ 40% de leur volume est constitué d'inclusions centimétriques. Leur composition diffère fortement des autres types de chondrites carbonées. On distingue deux sous-groupes, les  $CB_a$  et  $CB_b$ , différenciés par la taille de leur inclusions, leur taux de métal et d'azote  $^{15}\text{N}$  [103, 104].

### 2.2.2 Chondrites ordinaires et enstatites

Le groupe de chondrites ordinaires contient la majorité des météorites cataloguées, et constitue environ 85% des chutes observées. Les chondrites ordinaires sont classées en sous-groupes selon leur abondance en fer Fe, ainsi que selon leur ratio d'abondance entre le fer métallique et oxydé ( $\text{Fe}^0 / \text{FeO}$ ), de 0,11 pour les LL à 0,58 pour les H [92].

Cette même méthode de classification est également appliquée pour les météorites enstatites. On distingue donc les météorites EH ("*High Fe*") ayant une forte teneur en fer, à l'inverse des EL ("*Low Fe*"). De plus, les différentes enstatites peuvent également être différenciées par leur compositions en Mg, Mn, Fe et S, signe de la forte réduction des EH par rapport aux EL [105, 106].

## 2.3 Les achondrites

Alors que les chondrites ne comportent que des roches, on regroupe sous la dénomination des achondrites des roches, des mélanges roche-métal ainsi que les météorites de fer. Chacune de ces familles est divisée en sous-groupes. Les achondrites sont issues de corps différenciés, elles proviennent donc de la surface basaltique de leur corps parents dans le cas des roches et du coeur métallique riche en fer, nickel et troilite (FeS) pour les météorites de fer [107, 85]. Enfin, les impacts entre astéroïdes ont permis la formation des météorites constituées d'une matrice de métal portant des inclusions d'olivine pour les pallasites, et/ou de silicates pour les mésosidérites [108, 109, 85]. Les pallasites contiennent entre 25 et 75% de métal, et le complément en olivine [110], tandis que les mésosidérites contiennent des proportions égales de métal et de silicates [111].

Je parlerai surtout ici des météorites métalliques, ayant fait l'objet d'une étude et d'un article dont je suis co-auteur [56]. Douze classes de météorites métalliques sont recensées. La première classification était effectuée selon la composition des météorites en élément volatiles comme le nickel et gallium [112] traçant différents procédés ayant eu lieu dans la nébuleuse solaire. La structure cristalline de ces météorites est ensuite devenue un critère de classification. En effet, la structure résultante de la recristallisation du métal est dépendante des conditions physico-chimiques, notamment de sa vitesse de refroidissement. On observe une large variété de structures parmi les météorites métalliques, signe de divers refroidissements, lents pour l'intérieur des coeurs planétésimaux, rapide pour les agrégats métalliques issus de collisions [113]. Par exemple, un refroidissement lent avec une concentration en nickel spécifique permet la formation de la structure de Widmanstätten (fig. 2.4), séparant deux phases : la kamacite riche en fer et pauvre en nickel ( $\sim 5\%$  Ni), et la taenite riche en nickel (30 – 50% Ni) [54, 114]. Cette structure particulière est impossible à reproduire en laboratoire car nécessite des temps de refroidissement longs, même à l'échelle des temps géologiques, et est caractéristique et exclusive au métal météoritique.



FIGURE 2.4 – Photographie d'une tranche de la météorite de fer Gibeon montrant la structure de Widmanstätten

## 2.4 Les analyses en laboratoire

Les météorites constituent les échantillons des petits corps ou corps planétaires disponibles pour analyse sur Terre. Leur classification suivant leur découverte ou chute permet d'établir leur lien de parenté avec un corps parent, ou du moins une classe taxonomique d'astéroïdes. Cependant, des modélisations des effets gravitationnels ont montré que les météorites parvenant jusqu'à l'orbite terrestre provenaient surtout d'une partie interne de la Ceinture Principale, où toutes les populations d'astéroïdes ne sont pas représentées [115, 116, 54]. Il existe donc un biais dans les divers échantillons reçus sur Terre, à prendre en compte également lors des analyses surtout statistiques.

Les météorites permettent l'analyse chimique et minéralogique de la composition des petits corps du Système Solaire, ainsi que leur histoire gravitationnelle par altération thermique, aqueuse, ou traces de collisions. Cependant, l'environnement terrestre entraîne également une altération de la minéralogie des météorites, pouvant détruire l'information désirée. Le critère du temps passé dans l'environnement terrestre est donc à prendre en compte lors de l'analyse des météorites, notamment dans le cas des trouvailles.

Ces échantillons permettent également de recréer en laboratoire les conditions minéralogiques et structurales des petits corps afin de les soumettre à des expériences recréant des phénomènes actifs sur la surfaces des astéroïdes. Certaines analyses consistent par exemple à bombarder les météorites de protons ou photons à haute énergie afin de recréer les effets du vent solaire, les collisions entre astéroïdes sont simulés par des impacts à plusieurs kilomètres par seconde, les météorites peuvent être également cryogénisées ou brûlées durant quelques secondes à plusieurs mois afin d'analyser les effets de la température sur leur minéralogie.

Durant ma thèse, j'ai utilisé les météorites comme simulants de la surface des petits corps, afin d'analyser les effets texturaux, de géométrie d'observation et variations thermiques sur les spectres en réflectance, donc sur l'information reçue des astéroïdes.

Dans le chapitre 6, je présente les variations des signatures d'hydratation détectées sur les spectres de météorites en conditions astéroïdales, notamment l'effet de la haute température. Je fais le lien entre la forme de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  et l'histoire d'altération aqueuse des chondrites étudiées, et les résultats obtenus sont ensuite appliqués à des observations d'astéroïdes.

Le chapitre 7 présente les résultats de la réflectance bidirectionnelle, utilisant les météorites sous différentes textures afin de simuler les surfaces astéroïdales. Ceci permet de mettre en évidence les effets de la géométries d'observation sur les spectres mesurés, avec application aux observations des petits corps par des sondes in-situ.

Enfin, les spectres en réflectance bidirectionnelle obtenus sur les météorites sont appliqués à des simulations de corps planétaire afin de leur attribuer une composition et texture. Ces objets simulés permettent d'étudier les effet de leur forme sur leur spectre en réflectance, dans le cas d'observations intégrées sur la surface complète de la cible.





# 3

## LES MESURES DE RÉFLECTANCE BIDIRECTIONNELLE

### 3.1 Définitions et description de la réflectance bidirectionnelle

#### 3.1.1 Interactions lumière/matière

La lumière est porteuse d'énergie dont l'intensité dépend de la fréquence d'oscillation du champ électromagnétique, inversement proportionnelle à la longueur d'onde du rayonnement. Ainsi, plus la longueur d'onde du rayonnement est faible, plus son énergie est élevée. Au contact d'un échantillon et si l'énergie apportée est suffisante et correspond à une énergie de transition entre 2 niveaux, la lumière incidente peut induire une excitation des atomes composants la structure moléculaire, se traduisant par une augmentation du niveau d'énergie des électrons. Ce gain d'énergie peut provoquer l'éjection d'un électron vers un autre atome voisin. Ces transitions dues au transfert de charge sont notamment responsables des bandes d'absorptions typiques des métaux oxydés dans le domaine de l'ultraviolet et du visible.

Les molécules, ou groupement d'atomes liés entre eux, peuvent être assimilés à des oscillateurs anharmoniques, vibrant en permanence selon différents degrés de liberté. Les diverses oscillations, étirement symétrique ou asymétrique, pliage ("*symmetric stretching*", "*asymmetric stretching*", "*bending*", fig. 3.1) s'effectuent selon une fréquence respective à chacune, dépendant notamment du poids des atomes mis en jeu et la force de leur liaison. La lumière incidente sera absorbée par ces molécules si sa fréquence est identique ou proche d'un multiple de celle des vibrations.

Les fréquences d'oscillation sont également modifiées par les interactions entre les molécules elles-mêmes. Dans le cas d'espèces à l'état gazeux, les molécules sont trop éloignées les unes des autres pour que leurs interactions, mises à part les chocs, affectent leurs vibrations, le spectre d'un gaz comportera donc des bandes d'absorption fines et bien définies aux longueurs d'onde correspondant aux fréquences d'oscillations précises. On notera par exemple les absorptions par l'eau atmosphérique autour de 2700 nm et par le CO<sub>2</sub> vers 4250 nm. Dans le cas d'un liquide ou d'une phase solide, les interactions entre molécules vont modifier les fréquences d'oscillation des groupes et supprimer les rotations, et donc modifier la position, l'amplitude ainsi que la largeur des bandes d'absorption observées. Il a par exemple été montré par Schultz pendant sa thèse [117] que les bandes d'absorption de l'eau structurale, interne aux minéraux, vers 2900 et 3100 nm, se déplaçaient

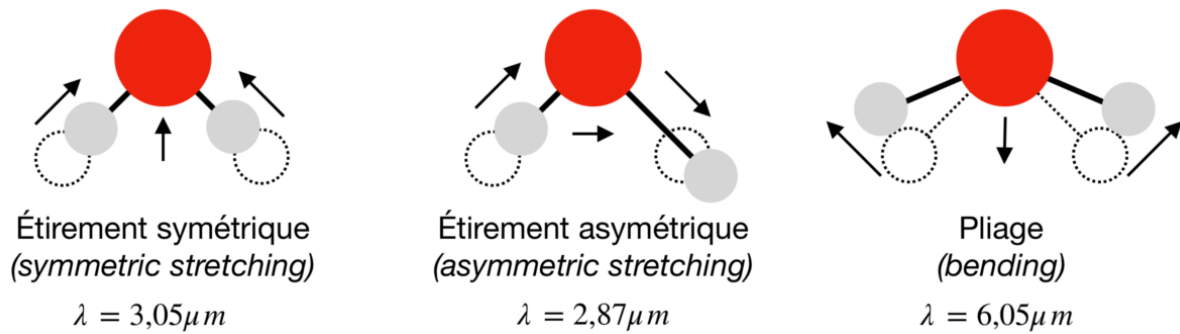


FIGURE 3.1 – Schéma des différents types d’oscillations de la molécule d’eau  $H_2O$ . Les cercles pointillés représentent les positions initiales des atomes d’hydrogène.

vers les courtes longueurs d’onde (donc hautes énergies) avec l’abaissement du nombre de molécules d’ $H_2O$  dans l’échantillon. Cet effet vient du fait que la réduction du nombre de molécules d’eau fait baisser l’énergie de liaison entre les atomes d’hydrogène (appelée liaison hydrogène) de ces molécules, leur permettant donc d’osciller à plus haute fréquence.

### 3.1.2 Quelques définitions

L’analyse de la réflectance d’une surface nécessite avant toute chose la définition de plusieurs termes de transfert radiatifs (fig. 3.2).

#### Flux

Le flux (exprimé en  $W$ ) est la quantité d’énergie reçue ou émise par une surface par unité de temps, et ce dans toutes les directions de l’espace. On parle de flux total dans le cas où l’énergie est également intégrée sur toutes les longueurs d’onde du spectre.

#### Luminance

La luminance (exprimée en  $W.m^{-2}.sr^{-1}$ ) représente la puissance émise par une surface par unité d’angle solide et unité de surface. Une surface dont la luminance ne dépend pas de la direction étudiée est dite lambertienne.

#### Éclairement

L’éclairement (exprimé en  $W.m^{-2}$ ) correspond au flux d’énergie incident par unité de surface de la cible, provenant de toutes les directions depuis la demi-sphère au-dessus de la surface.

#### Emittance

L’émittance (exprimée en  $W.m^{-2}$ ) désigne le flux émis par une surface dans toutes les directions, correspondant donc à la luminance intégrée sur la demi-sphère d’espace supérieur.

#### Facteur de réflectance

Le facteur de réflectance REFF décrit par Hapke [118] correspond au rapport entre la puissance émise (ou réfléchi) par une surface dans une direction  $\theta_{emergence}$  et l’éclairement collimaté venant de la direction  $\theta_{incidence}$  sur la même surface. L’ensemble de ces valeurs selon toutes les géométries d’incidence et d’émergence permet de remonter à la fonction de

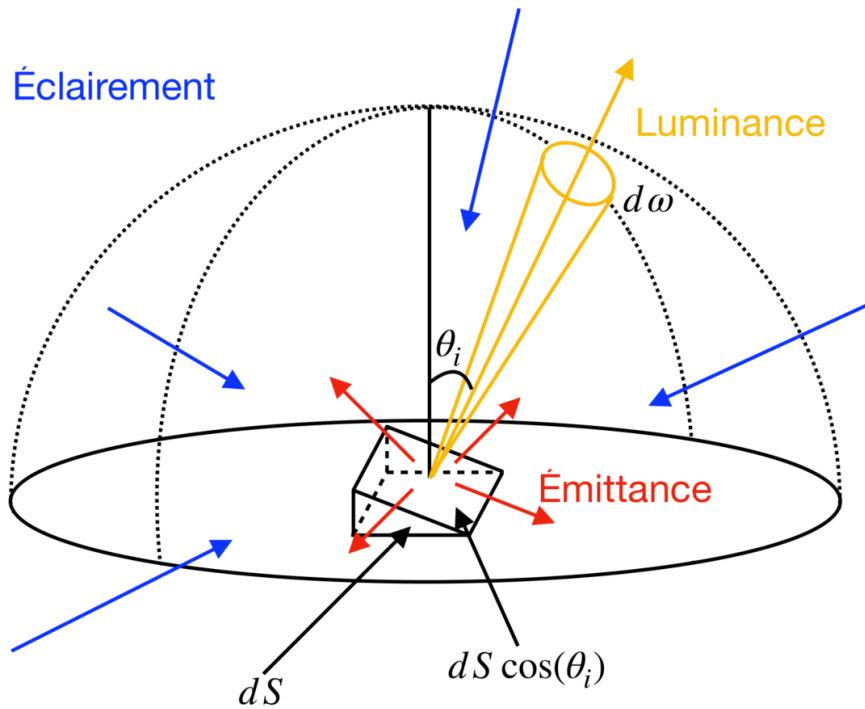


FIGURE 3.2 – Schéma représentant l'éclairage, l'émission et la luminance d'une surface.

distribution de la réflectance bidirectionnelle de la surface (ou BRDF pour "*Bidirectional Reflectance Distribution Function*").

### Réflectance directionnelle hémisphérique

La réflectance directionnelle hémisphérique intègre la lumière réfléchie dans toutes les directions sur la demi-sphère au-dessus de la surface étudiée. Elle correspond au rapport entre la puissance diffusée par la surface dans toutes les directions et le flux incident collimaté.

### Réflectance biconique

La réflectance biconique prend en compte les angles solides des directions d'illumination et d'observation. La réflectance bidirectionnelle est un cas particulier de la réflectance biconique, où les angles solides de l'illumination et de l'émergence sont considérés comme négligeables. En prenant en compte les diamètres d'ouverture des optiques, les mesures de réflectance bidirectionnelle effectuées en laboratoire correspondent, en toute rigueur, à des mesures de réflectance biconique.

### Diffusion avant et arrière

La BRDF d'une surface présente généralement deux lobes de réflectance autour des directions spéculaire et d'opposition, appelés les lobes de diffusion avant et arrière (fig. 3.3).

Les lobes de diffusion avant et arrière s'étendent également latéralement en dehors du plan de réflectance, jusqu'à  $30^\circ$  d'azimuth. La texture de la surface va influencer sur la largeur et l'amplitude des deux lobes, allant d'une surface parfaitement spéculaire comme un miroir, à diffusante de manière homogène dans toutes les directions.

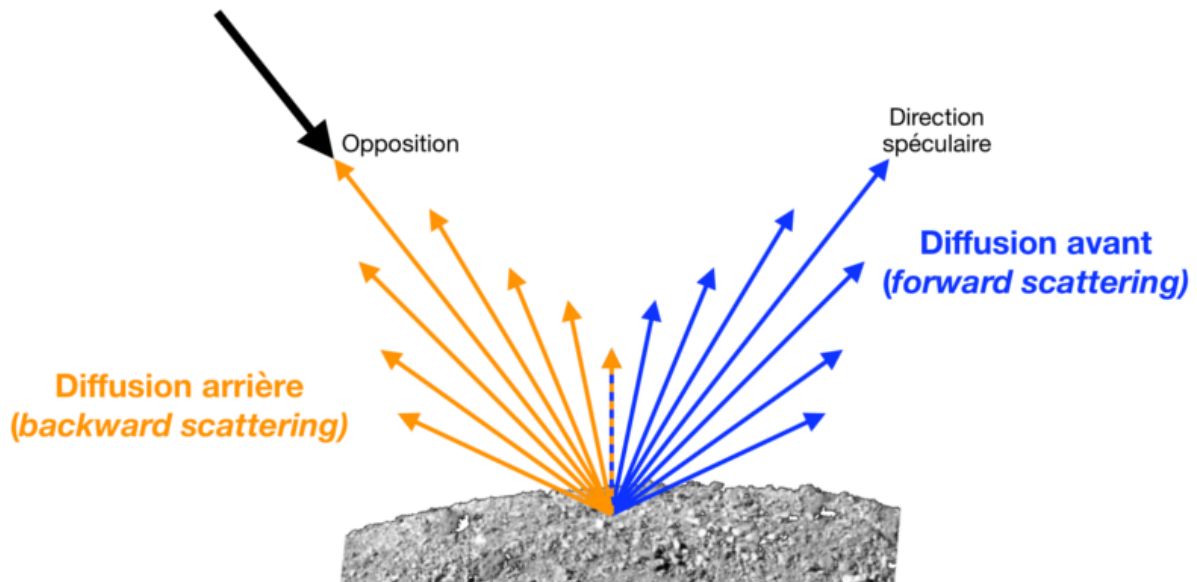


FIGURE 3.3 – Schéma de la diffusion avant (bleu) et arrière (orange) d'une surface. La direction d'incidence est représentée par la flèche noire.

### 3.1.3 La réflexion sur une surface granulaire

À l'interface avec la matière, la lumière incidente peut être partiellement absorbée par chaque grain plus ou moins opaque de l'échantillon ou diffusée par les différentes facettes des grains et cristaux. À l'échelle microscopique, des réflexions multiples entre les grains s'ajoutent aux réflexions primaires à leur surface et vont permettre aux rayons lumineux de diffuser plus profondément avant de ressortir de l'échantillon. Un matériau sombre présentera peu de diffusion interne, sa réflectance dépendra donc de l'indice optique du matériau et de l'orientation des différentes facettes des grains. À l'inverse, un matériau clair diffusera fortement la lumière incidente par réflexions multiples (fig. 3.4).

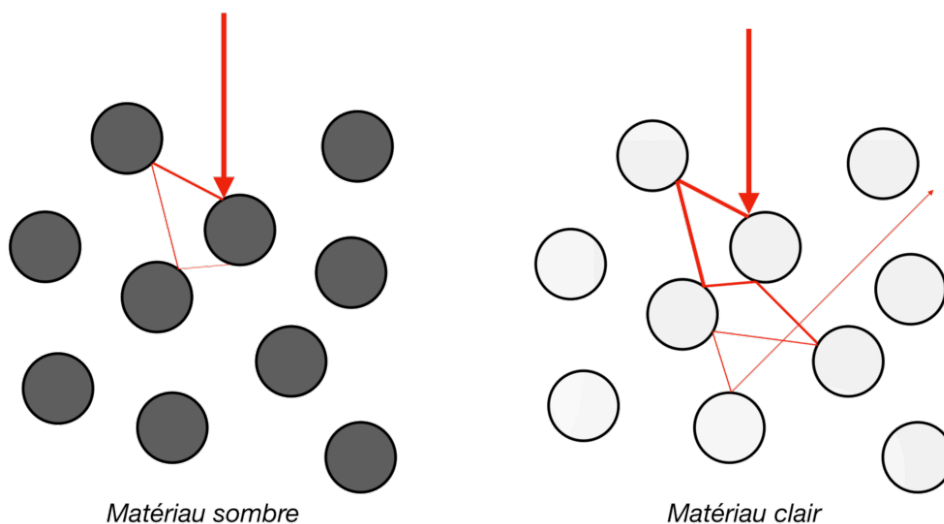


FIGURE 3.4 – Schéma de la diffusion de la lumière dans un matériau sombre (gauche) et clair (droite).

Si toutes les facettes des grains sont orientées selon une direction préférentielle, ce qui peut être le cas pour une poudre tassée, arasée ou une surface polie, la lumière incidente sera également réfléchie selon une direction préférentielle, principalement la direction spéculaire. En augmentant le "désordre" des grains de l'échantillon, donc en orientant les facettes des grains de manière aléatoire, la lumière incidente sera diffusée dans toutes les

directions (fig. 3.5). Enfin, les grains peuvent créer des ombres sur leurs voisins, abaissant la quantité de lumière réfléchiée. Cet effet est croissant avec l'approche de l'incidence et émergence vers les directions rasantes.

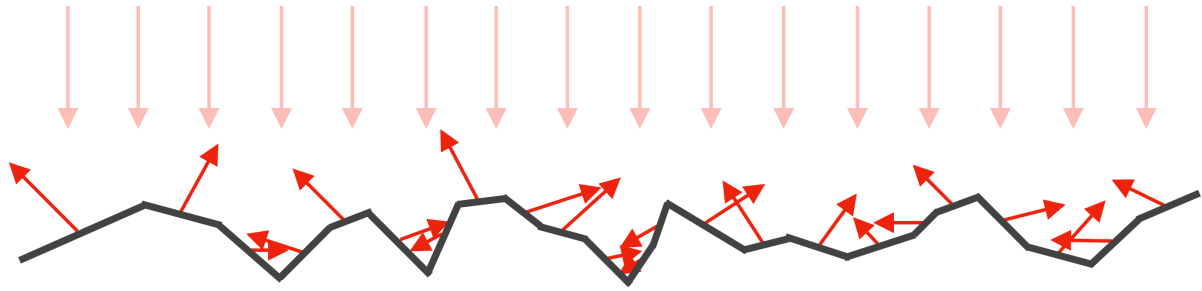


FIGURE 3.5 – Schéma de la réflexion de la lumière sur une surface opaque dont les facettes des grains sont orientées aléatoirement.

Ces effets imposent donc de prendre plusieurs précautions pendant une mesure de la lumière reflétée par la surface. Notamment, afin de mesurer au mieux la réflectance de la surface, il est nécessaire de prendre en compte, donc éclairer et "regarder", le plus grand nombre de grains possibles orientés aléatoirement. Ainsi, la zone de l'échantillon étudiée sera statistiquement représentative de la surface.

### 3.1.4 Cas particulier de l'opposition

L'opposition désigne la géométrie particulière dans laquelle la lumière réfléchiée suit la même direction que l'incidence mais en sens inverse, donc avec angle de phase nul. On observe généralement une augmentation de la réflectance de la surface avec la diminution de l'angle de phase, et ce jusqu'à l'opposition totale (fig. 3.6). Ceci est dû à deux effets :

- L'effet SHOE (pour "*Shadow Hiding Opposition Effect*") représente la diminution des ombres portées par chacun des grains sur ceux environnants. Ceci se traduit par une augmentation de la réflectance avec l'approche de l'angle de phase à  $0^\circ$ .
- L'effet CBOE (pour "*Coherent Backscattering Opposition Effect*") traduit la formation d'interférences cohérentes à l'angle de phase nul entre la lumière incidente et réfléchiée. La forte augmentation de réflectance par cet effet n'est visible qu'à angle de phase  $0^\circ$  exactement.

Dans le cas particulier de réflectance sur des gouttelettes d'eau ou de fines particules de glace ou de verre, un autre effet vient s'ajouter à l'augmentation de réflectance à angle de phase nul. Il s'agit du phénomène appelé gloire [119] se traduisant par la diffraction de la lumière sur plusieurs ordres autour de la direction d'opposition (fig. 3.7).

### 3.1.5 Principe de la polarisation linéaire et polarimétrie

La polarisation est une propriété intrinsèque de la lumière, et correspond à l'oscillation du champ électromagnétique perpendiculaire à la direction de propagation et dans une direction préférentielle (fig. 3.8). Si le champ oscille avec la même intensité quelque soit la direction, la lumière est dite "non polarisée", ou présentant un taux de polarisation linéaire ("*Degree Of Linear Polarization*", DOLP) de 0%. À l'inverse, si le champ oscille dans une seule direction perpendiculaire à celle de propagation, la lumière est "totalement polarisée", ou présente une polarisation de 100%.

Le champ peut également tourner autour de la direction de propagation, il s'agit du cas particulier de la polarisation circulaire. La mesure d'une telle polarisation nécessite

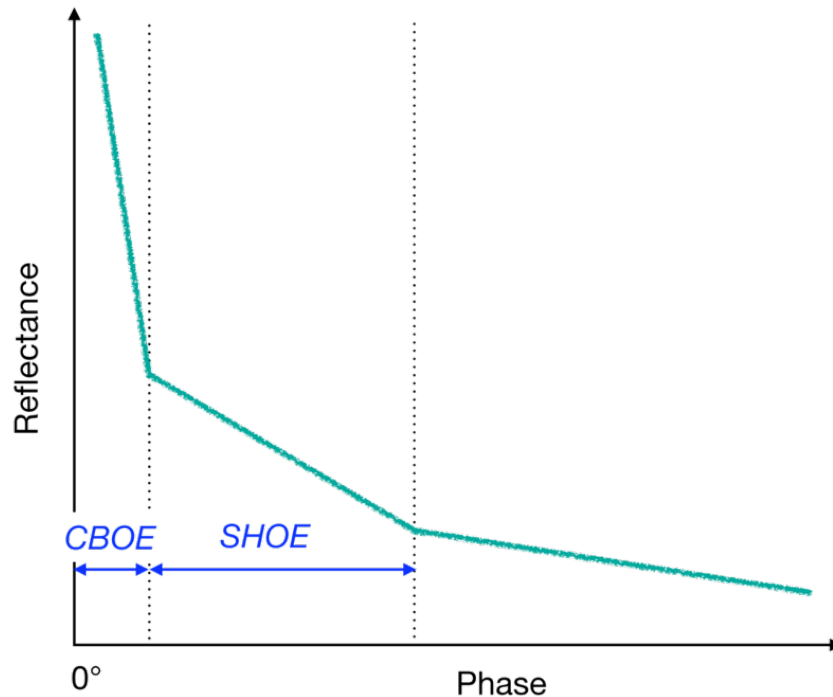


FIGURE 3.6 – Schéma de l'évolution de la réflectance proche de l'opposition par les effets CBOE et SHOE.



FIGURE 3.7 – Photographie de la gloire prise depuis un avion. Noter l'ombre de l'avion au centre des figures de diffraction. Le contraste de l'image a été fortement augmenté afin de discerner les différents ordres.

des lames à retard en plus des polariseurs, ce qui n'est pas adaptable sur SHADOWS pour le moment (voir la description du spectro-gonio radiomètre au chapitre 4). Ainsi, l'instrument ne peut mesurer que la composante linéaire de la polarisation de la lumière réfléchi.

La réflexion de la lumière sur une surface augmente le degré de polarisation dans la direction parallèle à la surface (fig. 3.9). Le gain en polarisation dépend de la lumière, des propriétés de la surface, ainsi que de l'angle entre la longueur d'onde incidente et réfléchi, soit l'angle de phase. Sur des surfaces d'astéroïde, le taux de polarisation de la lumière réfléchi est inférieure à 2% [120, 61, 121].

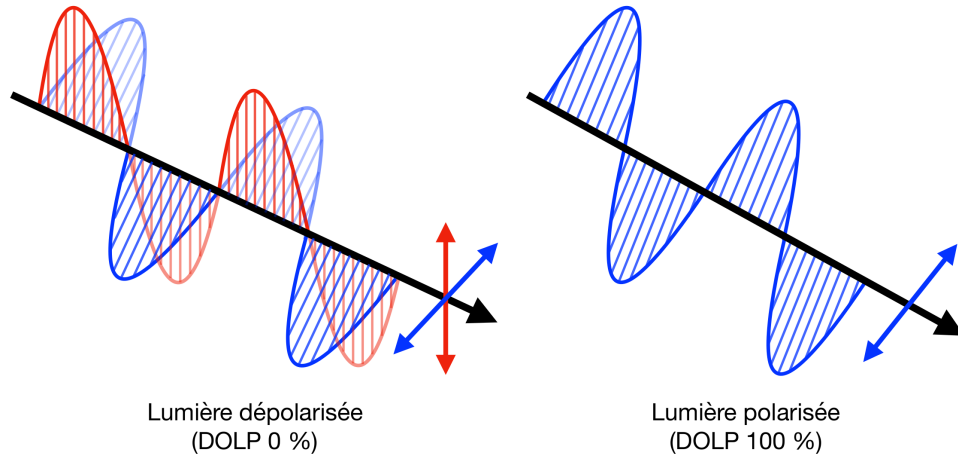


FIGURE 3.8 – Vue schématique de la polarisation de la lumière. Gauche : lumière dépolariée avec oscillation du champ d'intensité égale dans tous les plans perpendiculaires à l'axe de propagation. Droite : lumière polarisée où le champ n'oscille que dans un seul plan perpendiculaire à l'axe de propagation.

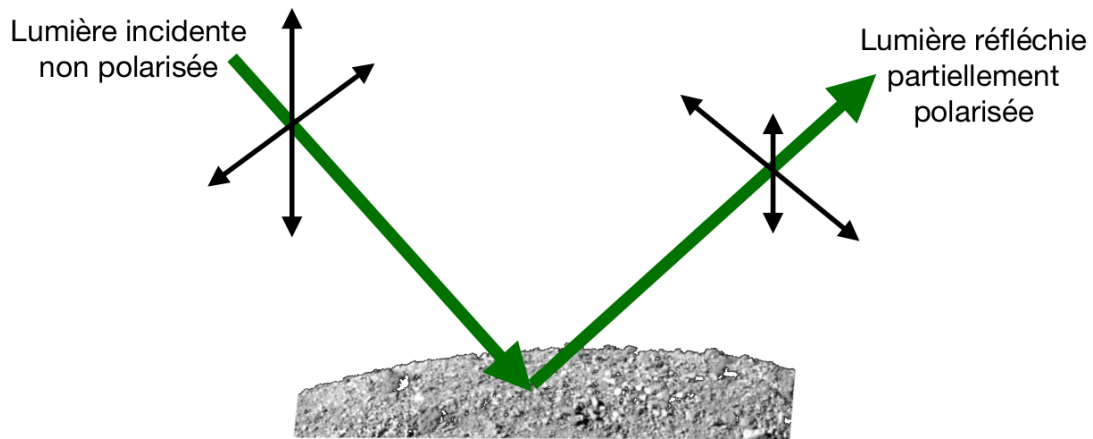


FIGURE 3.9 – Schéma du gain en polarisation de la lumière réfléchi sur une surface.

La polarimétrie, ou mesure de la polarisation de la lumière, n'est pas triviale et nécessite de suivre un protocole de mesure précis. Nous verrons au chapitre 4 qu'elle peut être néanmoins être effectuée avec SHADOWS en plaçant des polariseurs orientés dans des directions précises devant les détecteurs. Cependant, cette technique nécessite de réaliser une acquisition par positionnement des polariseurs, donc sur un échantillon stable sur le temps de la mesure. Cette mesure se base sur le calcul des paramètres de Stokes [122, 123] :

$$Q = S_0 - S_{90} \quad (3.1)$$

$$U = S_{45} - S_{135} \quad (3.2)$$

$$I = S_0 + S_{90} \quad (3.3)$$

avec  $S_0$ ,  $S_{45}$ ,  $S_{90}$  et  $S_{135}$  les valeurs de signaux mesurés avec les polariseurs positionnés à  $0^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $90^\circ$  et  $135^\circ$ .

Le degré *DOLP* ("*Degree Of Linear Polarization*") et l'angle  $\theta_L$  de la polarisation linéaire sont ensuite déterminés comme suit :



$$DOLP = \sqrt{\frac{Q^2 + U^2}{I^2}} \quad (3.4)$$

$$\theta_L = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{U}{Q}\right) + \theta_0 \quad (3.5)$$

avec  $\theta_0 = 0$  si  $Q > 0$  et  $U \geq 0$ ,  $\theta_0 = \pi$  si  $Q > 0$  et  $U \leq 0$ , and  $\theta_0 = \pi/2$  si  $Q \leq 0$ .

Cette technique nécessite donc des mesures avec les polariseurs positionnés à  $0^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $90^\circ$  puis  $135^\circ$ , soit 4 acquisitions pour le même échantillon. Dans le cas d'une mesure de réflectance, il est admis que la polarisation de la lumière n'est que à  $0^\circ$  ou  $90^\circ$ . Deux acquisitions seulement sont donc nécessaires. Cependant, il peut être utile de réaliser les 4 angles demandés afin d'avoir une représentation complète de l'ellipse de la polarisation (fig. 3.10) et s'assurer une mesure correcte.

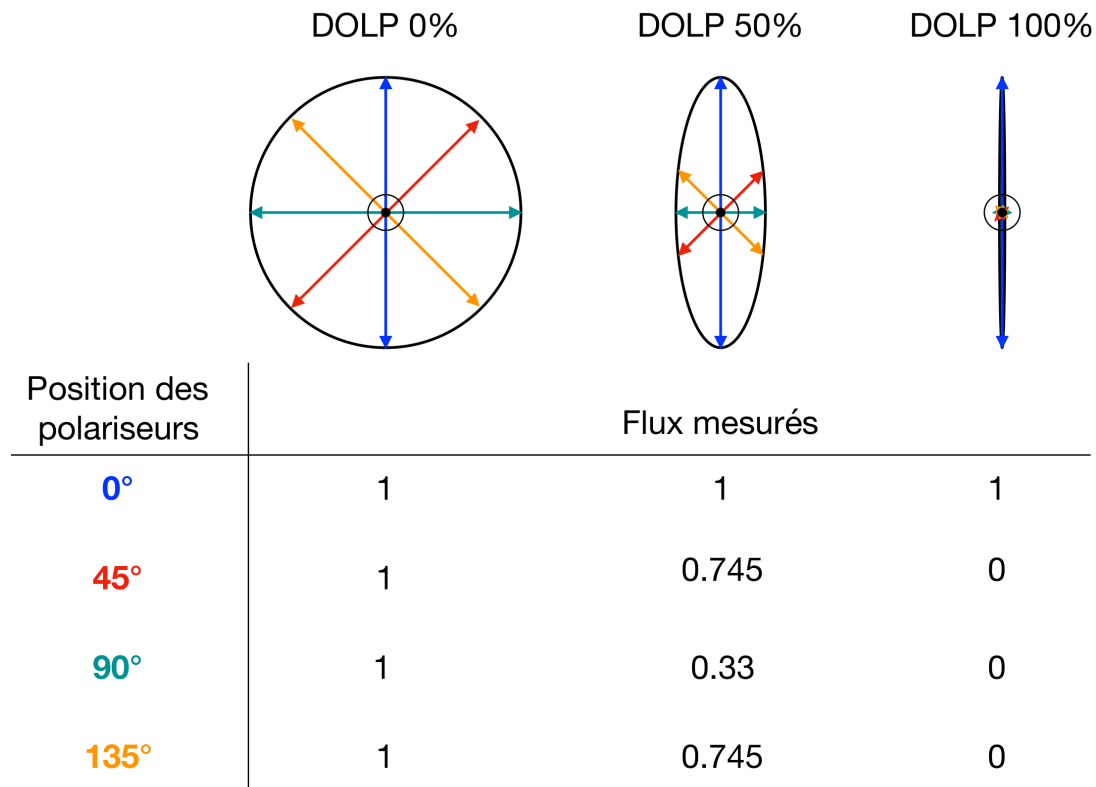


FIGURE 3.10 – Schéma de la mesure de l'ellipse de polarisation par les paramètres de Stokes. Les vecteurs colorés représentent les différentes positions des polariseurs pendant la mesure :  $0^\circ$  (bleu),  $45^\circ$  (rouge),  $90^\circ$  (vert) et  $135^\circ$  (orange).

## 3.2 Goniomètres existants

Plusieurs instruments destinés à la mesure de la réflectance sont déjà en fonctionnement, et ce pour des applications précises. Certains de ces goniomètres restent en laboratoire, d'autres sont transportables pour effectuer des mesures sur le terrain. La liste des instruments décrits par la suite n'est pas exhaustive, mais permet d'avoir un aperçu des différents designs, applications et performances des principaux goniomètres existants.

### 3.2.1 Goniomètres de laboratoire

#### RELAB

Le goniomètre du *Reflectance Experiment Laboratory* (ou Relab [124], fig. 3.11), situé actuellement dans la Brown University couvre les angles de  $0^\circ$  à  $60^\circ$ , et ce pour l'incidence et l'émergence. La lumière monochromatique et dépolarisée est générée par un monochromateur. Deux détecteurs, l'un pour le visible et l'autre pour l'infrarouge, permettent la mesure de la lumière réfléchie. L'instrument peut couvrir la gamme spectrale de 450 à 2600 nm.

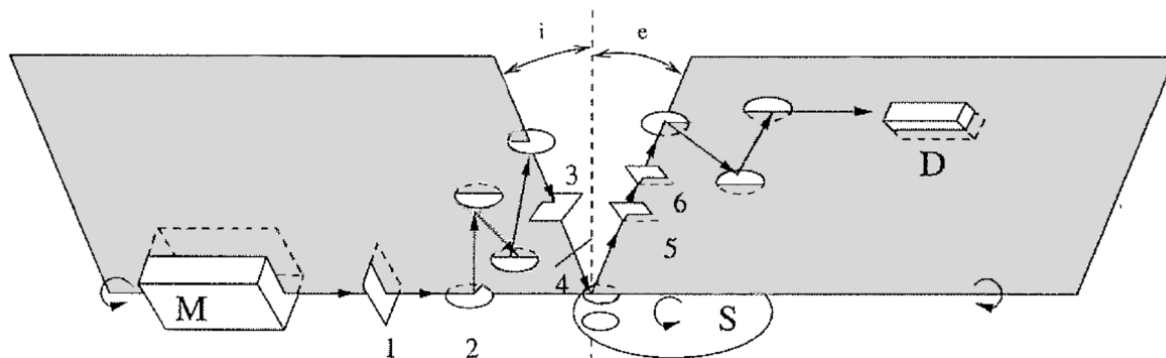


FIGURE 3.11 – Schéma de goniomètre RELAB. M : monochromateur, S : échantillon/standard, D : détecteur, 1 : filtre, 2 : miroirs, 3 : dépolariseurs, 4 : ouverture, 5 : polariseur, 6 : dépolariseur. Figure de [124]

Depuis sa mise en fonctionnement dans les années 80, RELAB a connu plusieurs améliorations et constitue de nos jours l'une des plus grande source de données de réflectance bidirectionnelle utilisée par la communauté.

#### EGO

La facilité européenne goniométrique, ou *European Goniometric Facility* (EGO, [125], fig. 3.12), situé à l'Institut d'Application de Télédétection à Ispra en Italie comporte deux rails horizontaux et deux arceaux verticaux, pour un rayon de 2 m. Chacun des arcs est motorisé et permet le placement d'une source lumineuse et d'un détecteur à n'importe quel point de la demi-sphère. La source ainsi que le détecteur peuvent être remplacés selon les besoins de la mesure.

#### BUG

Le goniomètre du *Bloomsburg University Goniometer Laboratory* (BUG [126, 127]) comporte deux bras rotatifs, permettant les mesures de réflectance sous différentes géométries. Cet instrument couvre les incidences de  $0^\circ$  à  $65^\circ$ , les mesures de  $0^\circ$  à  $80^\circ$  et les azimuts de  $0^\circ$  à  $180^\circ$ . La source monochromatique correspond au faisceau d'une lampe halogène passant à travers des filtres interférentiels, couvrant la gamme de 400 à 900 nm.

#### PHIRE, PHIRE-2

Le *Physikalisches Institute Radiometric Experiment* (PHIRE [128], fig. 3.13) à l'Université de Berne permet la mesure de réflectance bidirectionnelle selon une grande gamme angulaire. Cet instrument est doté de filtres colorés, couvrant la gamme de 450 à 1064 nm.

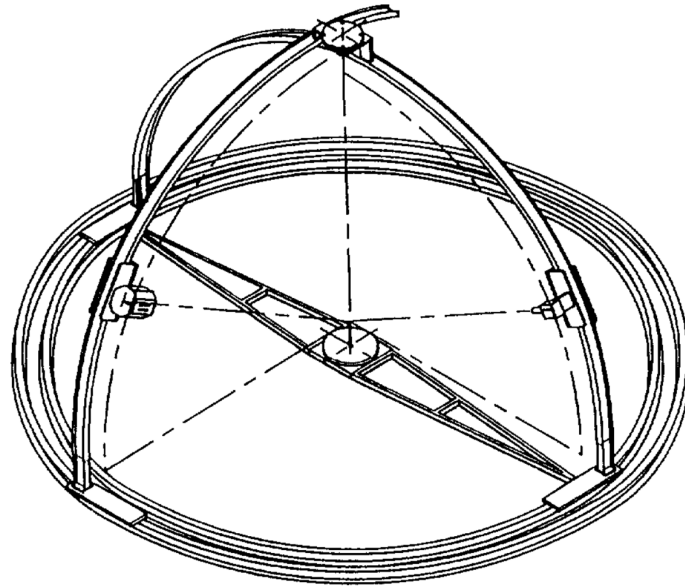


FIGURE 3.12 – Vue schématique du goniomètre EGO. Figure de [125].

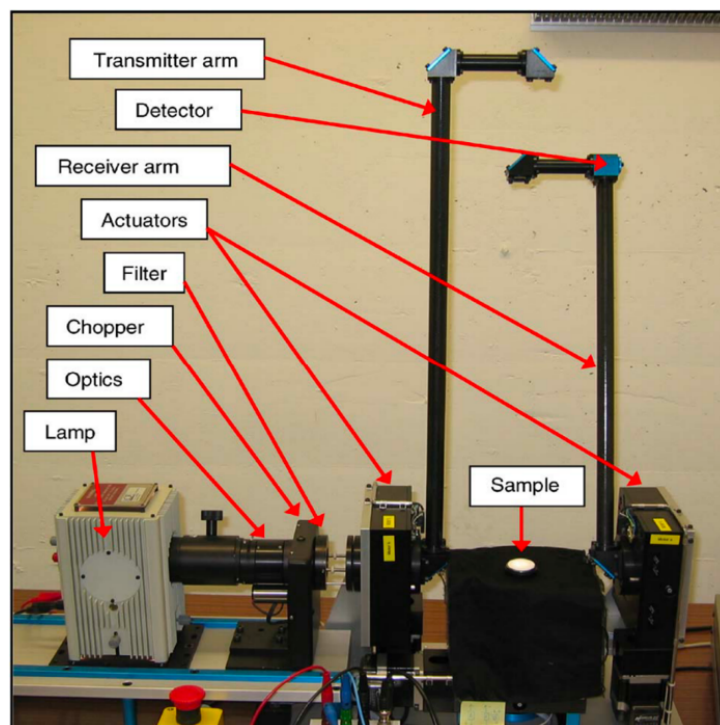


FIGURE 3.13 – Photographie annotée du goniomètre PHIRE. Image de [128].

Son successeur, PHIRE-2 [129] a été spécialement conçu pour augmenter le rapport signal-sur-bruit et de travailler à des températures négatives. La source lumineuse est séparée du goniomètre, placée dans un congélateur.

### Mesure de BRDF à l'ONERA/DOTA

Le goniomètre de l'ONERA/DOTA [130] à Toulouse est prévu pour réaliser des mesures de réflectance bidirectionnelle en laboratoire et sur le terrain. L'incidence peut couvrir les angles de  $0^\circ$  à  $60^\circ$ . Le bras de mesure comporte une caméra et un spectromètre et couvre les angles de  $0^\circ$  à  $60^\circ$  en émergence et  $0^\circ$  et  $180^\circ$  en azimuth. L'instrument travaille sur la gamme spectrale de 420 à 950 nm.

### ISEP

L'*Imageur Spectral pour l'Exploration Planétaire* (ISEP) (fig. [131]) permet la cartographie en réflectance de surfaces de 1 à 20 cm de côté entre 0,4 et  $1\mu\text{m}$ . Cet instrument peut utiliser une source lumineuse artificielle ou la lumière naturelle du Soleil.



FIGURE 3.14 – Photographie de l'instrument ISEP, tirée de la base de données SSHADE (<https://wiki.sshade.eu/ssshade/databases/passtel/instruments>)

### 3.2.2 Goniomètres de terrain

#### FIGOS

Le goniomètre de terrain FIGOS, pour *Field Goniometer System* [132] (fig. 3.15), à Zurich est transportable et comporte deux rails, azimutal et zenital, chacun d'un rayon de 2 m. Les rotations du goniomètre permettent de couvrir la demi-sphère complète, et la gamme spectrale de 300 à 2450 nm.

#### FIGIFIGO

L'instrument FIGIFIGO, pour *Finnish Geodetic Institute's Field Goniospectrometer* de Masala [133] (fig. 3.16) réalise des mesures de réflectance en utilisant le rayonnement solaire comme source lumineuse. Une grande partie du trajet optique, les fibres, le spectromètre ainsi que toute l'électronique de contrôle est contenue dans un caisson sur le sol. Ce goniomètre couvre la gamme de 350 à 2500 nm.

### 3.2.3 Goniomètres d'opposition

#### Goniomètre du JPL

Le Jet Propulsion Laboratory de Pasadena possède un goniomètre prévu pour les mesures de réflectance à très faible angle de phase [134]. Avec une distance de plus de



FIGURE 3.15 – Photographie de l'instrument FIGOS. Image de [132]

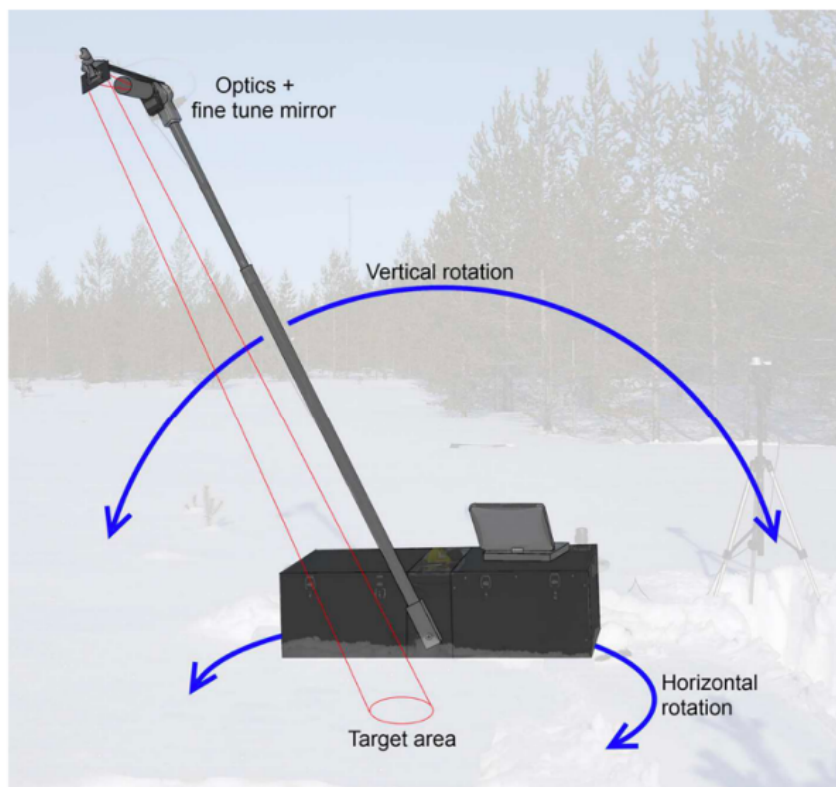


FIGURE 3.16 – Modélisation du goniomètre de terrain FIGIFIGO. Figure de [133].

2,3 m entre la surface étudiée et l'entrée des optiques d'éclairage et de mesure, cet instrument est opérationnel jusqu'à  $0,05^\circ$  d'angle de phase. Un laser HeNe à 632 nm est utilisé comme source lumineuse, et plusieurs polariseurs et lames à retard permettent l'analyse de la polarisation circulaire de la lumière réfléchie.

## PHIRE-2

Le goniomètre de l'Université de Berne, PHIRE-2, peut être modifié afin de pouvoir mesurer la réflectance à angle de phase  $0^\circ$  [135]. En utilisant une lame séparatrice, la lumière réfléchie dans la direction d'illumination est renvoyée vers le détecteur, permettant la mesure du signal.

### 3.2.4 Polarimètres

#### POLICES

Le gonio-polarimètre *Polarimeter for Ice Samples* (POLICES [136], fig. 3.17) de l'Université de Berne comporte un bras d'éclairage mobile de  $1,5^\circ$  à  $30^\circ$ , tandis que la mesure du signal réfléchi est effectuée au nadir. La lumière monochromatique est générée par des diodes électro-luminescentes (LED) à 530, 625 et 810 nm. Le polarimètre placé au-dessus de l'enceinte permet la mesure directe des paramètres de Stokes et la détermination des taux de polarisation linéaire et circulaire.

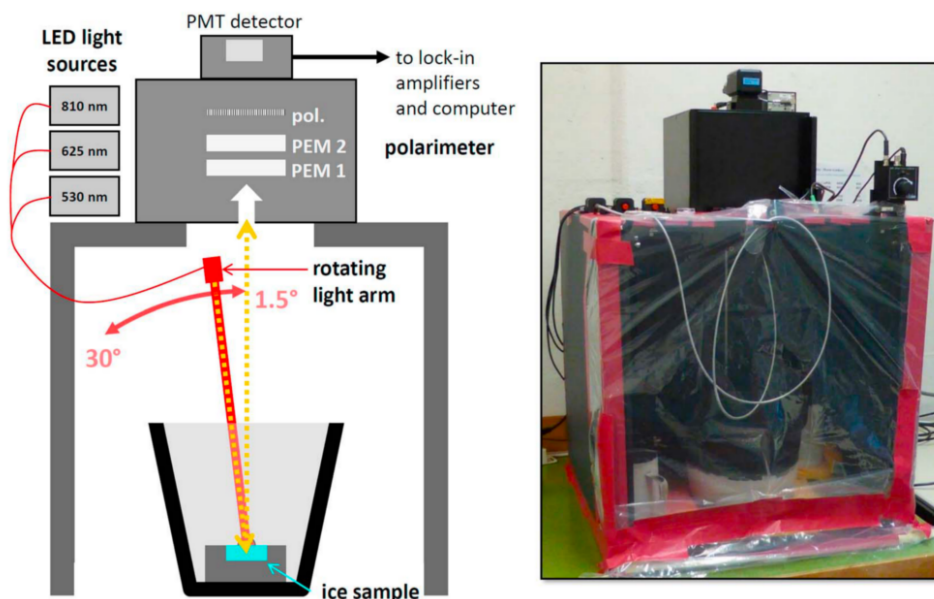


FIGURE 3.17 – Schéma et photographie du polarimètre POLICES. Image de [136].

## 3.3 Le spectro-gonio radiomètre SHINE

### 3.3.1 Présentation générale

SHINE est le premier spectro-gonio radiomètre de l'IPAG [137], destiné initialement à la mesure de la réflectance bidirectionnelle de surfaces granulaires de glace et de minéraux. Il a été développé par Nicolas Bonnefoy durant sa thèse [138] soutenue en 2001. L'instrument comporte deux parties : une table optique permettant la génération de l'éclairage, et le goniomètre à proprement parler supportant l'échantillon entre les deux bras mobiles, l'un d'éclairage, l'autre de mesure (fig. 3.18).

La table optique comporte une lampe quartz-tungstène-halogène ainsi qu'un monochromateur permettant la génération d'une lumière monochromatique d'intensité stabilisée dans le temps. Cet éclairage est injecté dans des fibres optiques en  $ZrF_4$  transparentes dans l'infrarouge et amenant la lumière jusqu'au goniomètre. Le faisceau est collimaté sur l'échantillon par un miroir hors-axe, formant une tâche d'éclairage de 20 cm de diamètre. La lumière réfléchie est captée par deux détecteurs, l'un couvrant la gamme du visible, le second couvrant le proche-infrarouge. Le signal est modulé en entrée du monochromateur et le système de détection synchrone permet d'isoler le signal réfléchi et de s'affranchir des parasites générés par la luminosité et température ambiantes.

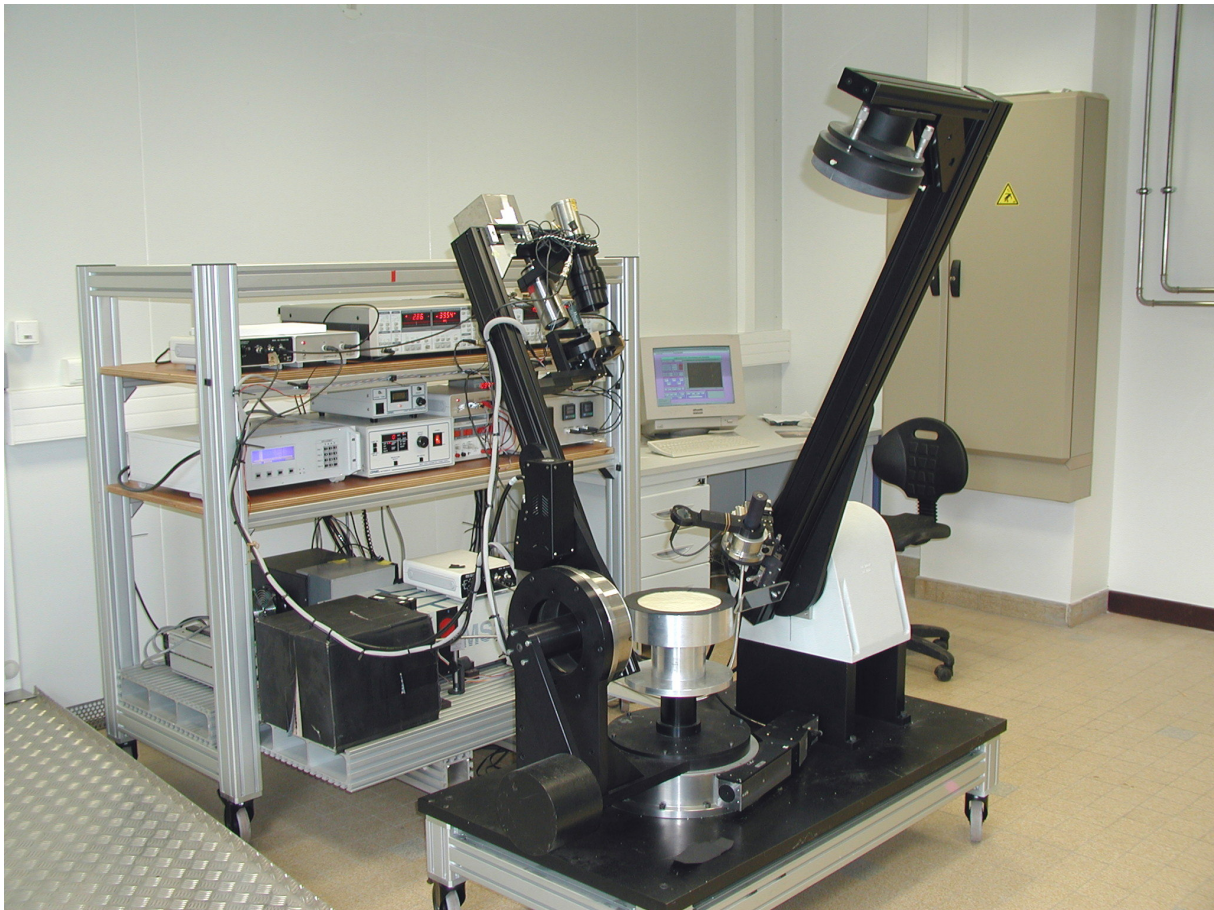


FIGURE 3.18 – Photographie du spectro-gonio radiomètre SHINE

SHINE comporte également deux cellules environnementales, SERAC et CarboN-IR, développées durant les thèses d'Antoine Pommerol [139] pour SERAC, et de Florence Grisolle [140] et de Sylvain Philippe [141] pour CarboN-IR. Les deux permettent de placer l'échantillon sous atmosphère contrôlée, donc sous vide ou en maintenant quelques millibars de gaz. SERAC est équipée d'un élément Pelletier permettant de contrôler la température de l'échantillon entre  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $170^{\circ}\text{C}$ . CarboN-IR est destinée à l'analyse des surfaces en conditions cryogéniques pouvant refroidir l'échantillon jusqu'à 80K.

### 3.3.2 Les limitations de SHINE et son apport au nouveau goniomètre

SHINE dans sa configuration nominale offre un rapport signal-sur-bruit suffisant pour mesurer des valeurs de réflectance jusqu'à quelques pourcent. Cependant, dans cette configuration, l'échantillon analysé doit couvrir totalement la zone observée par les détecteurs, soit environ 23 mm de diamètre à émergence  $30^{\circ}$ , ce qui demande donc une quantité importante d'échantillon. Ceci est incompatible avec l'analyse de météorites où seulement quelques milligrammes sont généralement disponibles. De plus, la réflectance d'échantillons météoritiques n'est que de quelques pourcent au niveau du continuum, et parfois inférieur au pourcent de réflectance dans des bandes d'absorption. Ces valeurs sont en dehors des capacités de SHINE, le développement d'un nouvel instrument destiné à l'analyse de surfaces de petite taille et sombres était donc nécessaire.

Le goniomètre ainsi que l'étagère instrumentation de SHINE sont placés en chambre froide. Un caisson isolé thermiquement a dû être mis en place autour de l'instrumentation et la table optique afin de maintenir la température de l'électronique autour de  $20^{\circ}\text{C}$

lorsque la température de la chambre est fixée entre  $-5$  et  $-20^{\circ}\text{C}$ . Cependant, si la chambre froide s'arrête de manière imprévue, la température à l'intérieur augmente très rapidement, surtout si des instruments de mesures travaillent, et donc chauffent. Une sécurité a été mise en place, coupant l'alimentation générale du goniomètre et de ses instruments si la température à l'intérieur de la chambre dépasse  $32^{\circ}\text{C}$ .

Le développement de SHINE et de ses deux cellules ont largement profité au nouveau goniomètre. Le design général de SHADOWS est fortement inspiré de SHINE concernant les deux bras mobiles ainsi que la table optique et d'instrumentation, ainsi que des goniomètres de l'Université de Berne pour les taches d'illumination et d'observation. Afin de s'affranchir des problèmes liés au caisson isotherme autour de l'électronique, SHADOWS a été pensé afin que son étagère instrumentation soit placée au dehors de la chambre froide. La présentation complète du développement de ce nouveau goniomètre constitue le chapitre suivant.





# **PARTIE 2**

## ***Développement instrumental***



# 4

## LE SPECTRO-GONIO RADIOMÈTRE SHADOWS

SHADOWS représente pour moi presque 4 ans de développement, et optimisations. J'ai réalisé l'analyse du comportement de la polarisation de la lumière à travers les différents éléments de la table optique pendant mon stage de master 2, en conclusion duquel j'ai fait le design des faisceaux de fibres de l'instrument. J'ai également réalisé le design de quelques pièces comme la colonne réglable en hauteur des porte-échantillons, la monture des polariseurs et le maintien des pinholes pour l'option de micro-faisceau. J'ai construit le goniomètre et assemblé sa table optique et ainsi que sa chaîne de traitement du signal pendant un an en tant qu'assistant ingénieur. Durant cette année, j'ai également programmé le logiciel de contrôle de l'ensemble, et réalisé les diverses calibrations nécessaires à l'ensemble. Les premiers spectres de l'instrument complet et opérationnel ont été réalisés en juin 2017, pour une livraison en tant que Facilité Européenne en août 2017, et le début de ma thèse en octobre 2017. J'ai continué à calibrer et améliorer le système jusqu'à l'arrêt de ma thèse, avec également la préparation de nouveaux protocoles de mesures.

Ce chapitre regroupe les détails du travail instrumental réalisé sur le spectro-gonio radiomètre SHADOWS, et contient plusieurs parties distinctes. Tout d'abord, le cahier des charges de l'instrument ainsi que sa preuve de concept sont présentés. Suit ensuite une description complète de SHADOWS ainsi que des diverses calibrations nécessaires et problèmes rencontrés sur chaque partie de l'instrument. Les calibrations globales ainsi que les performances majeures du système sont présentées dans un article publié chez *Applied Optics*, inclus dans ce chapitre. Les protocoles de mesures complémentaires, c'est-à-dire la polarimétrie et la mesure de l'effet d'opposition sont ensuite décrits. Pour chaque protocole, tous les tests réalisés, calibrations nécessaires ainsi que possibles améliorations du système sont présentés. Le chapitre se poursuit par la description poussée du logiciel de contrôle du goniomètre, avec une présentation des différents algorithmes d'acquisition des spectres, d'enchaînement des séries de mesure et du contrôle des cellules environnementales. Une partie présentant les modifications apportées au programme afin de l'adapter au premier goniomètre SHINE, termine ce chapitre de présentation instrumentale.

### 4.1 Cahier des charges

Le design de SHADOWS est directement inspiré de SHINE, mais comporte cependant des améliorations visant à augmenter le rapport signal-sur-bruit et par conséquent per-

mettre la mesure de surfaces plus sombres, ainsi que de réduire la quantité d'échantillon nécessaire à une acquisition photométriquement fiable.

Une première définition des performances à atteindre visait la mesure d'un échantillon inférieur à 100 mg et ayant une réflectance de l'ordre du pourcent, et ce sur la gamme spectrale de 300 nm à 5  $\mu\text{m}$ . Ces mesures doivent être effectuées sous le plus grand nombre de géométries différentes. SHADOWS doit également être capable de mesurer la polarisation de la lumière réfléchiée par une surface. Cependant, ces mesures sont fortement parasitées par la polarisation de la lumière monochromatique elle-même. Ainsi, il est nécessaire de trouver une solution afin de dépolariiser l'éclairement incident de SHADOWS.

Le goniomètre doit être placé dans la chambre froide, et son bâti instrumentation à l'extérieur afin de maintenir l'électronique au chaud. La fibre optique ainsi que les divers câbles électriques doivent être suffisamment longs afin de traverser le mur de la chambre froide, sans gêner le mouvement des bras du goniomètre.

L'amélioration des électroniques et des communications pour le contrôle-commande depuis la conception de SHINE entraîne une exécution plus rapide des acquisitions, et également de nouvelles capacités de mesure. Un nouvel instrument aussi complexe que ce goniomètre exige la programmation d'un nouveau logiciel, permettant le contrôle de l'ensemble, l'acquisition des spectres, les corrections photométriques nécessaires, et l'enregistrement des données. L'instrument est utilisé par différents opérateurs, ayant chacun leurs demandes spécifiques en matière de capacités de mesure. De plus, SHADOWS est inscrit comme facilité européenne dans le programme Europlanet, et peut donc être utilisé par des opérateurs ayant peu de connaissances sur la réflectance des surfaces. Ainsi, l'utilisation de l'instrument lui-même ainsi que son programme de contrôle doivent être simplifiés, en plus de proposer des protocoles d'acquisition pré-enregistrés.

Afin de répondre au mieux aux demandes de chacun, j'organisais régulièrement des réunions d'avancement pendant le développement du goniomètre et du programme de contrôle, avec les principaux utilisateurs de l'instrument. C'est ainsi que des demandes telles que le réglage en hauteur de l'échantillon avec et sans cellule environnementale ou encore les différents types de spectres possibles (simples, gammes spectrales ou séries discrètes de longueurs d'onde) ont été ajoutées au cahier des charges.

J'ai également ajouté diverses options de mesures, qui n'étaient pas demandées par les utilisateurs, mais dont je savais l'instrument capable de les réaliser. Ceci comprend les séries d'acquisitions et le regroupement des spectres en un seul fichier de mesure pour les séries de géométries ou les cycles thermiques. Le plus important de ces ajouts a été le contrôle des cellules environnementales depuis le logiciel du goniomètre, qui a considérablement amélioré l'autonomie de l'instrument, le rendant capable de travailler sur une série d'analyses thermiques la nuit ou durant le week end.

Enfin, lors de mon arrivée dans l'équipe, le premier goniomètre SHINE n'avait pas encore son nom et était désigné par "le gonio". L'arrivée d'un deuxième goniomètre était l'occasion de trouver un nom officiel pour les deux instruments. Ainsi, j'ai donc trouvé l'acronyme SHADOWS, signifiant "*Spectrometer with cHanging Angles for the Detection Of Weak Signals*". Le nom SHINE, pour "*Spectrometer with cHanging INcidence and Emergence*" et faisant écho à SHADOWS, a été trouvé pour le premier goniomètre.

Ce chapitre présente en détail l'instrument SHADOWS, son trajet optique, ses calibrations et performances, ses options de mesures additionnelles, ainsi qu'une description

détaillée de son logiciel de contrôle.

## 4.2 La preuve de concept : Gognito

Une version modifiée de SHINE a servi de preuve de concept en permettant de simuler le nouveau mode d'éclairage de SHADOWS (fig. 4.1). Un miroir sphérique est placé sur le bras d'éclairage du goniomètre, au dessus de la sortie de la fibre optique. Ce système permet de transformer l'éclairage collimaté de SHINE en éclairage focalisé de SHADOWS.



FIGURE 4.1 – Gauche : photographie de SHINE en mode Gognito, le miroir additionnel est visible, accroché au bras d'éclairage. Droite : détail du miroir additionnel permettant la focalisation de la lumière incidente.

Cette technique permet de focaliser très fortement la lumière incidence de SHINE dans un spot d'éclairage de 7 mm de diamètre (au lieu de 200 mm de diamètre précédemment), et ainsi augmenter le flux à l'intérieur de la tâche d'observation de 20mm de diamètre. Ce setup a été utilisé pour montrer la possibilité de mesurer des réflectances de l'ordre du pourcent, sur des échantillons d'environ 100 mg.

À mon arrivée dans l'équipe, la preuve de concept était faite avec Gognito, et certains instruments du futur SHADOWS, tels que le monochromateur, avaient été livrés. Il restait néanmoins à trouver des solutions de dépolarisation pour la lumière incidente. J'ai donc effectué plusieurs analyses pour étudier le comportement de la polarisation à travers les différents instruments du trajet optique. J'ai ainsi réalisé le design des fibres optiques de SHADOWS.

## 4.3 Description de SHADOWS par son trajet optique

Cette partie présente le trajet optique complet et l'électronique composant le spectrogonio radiomètre SHADOWS (fig. 4.2).

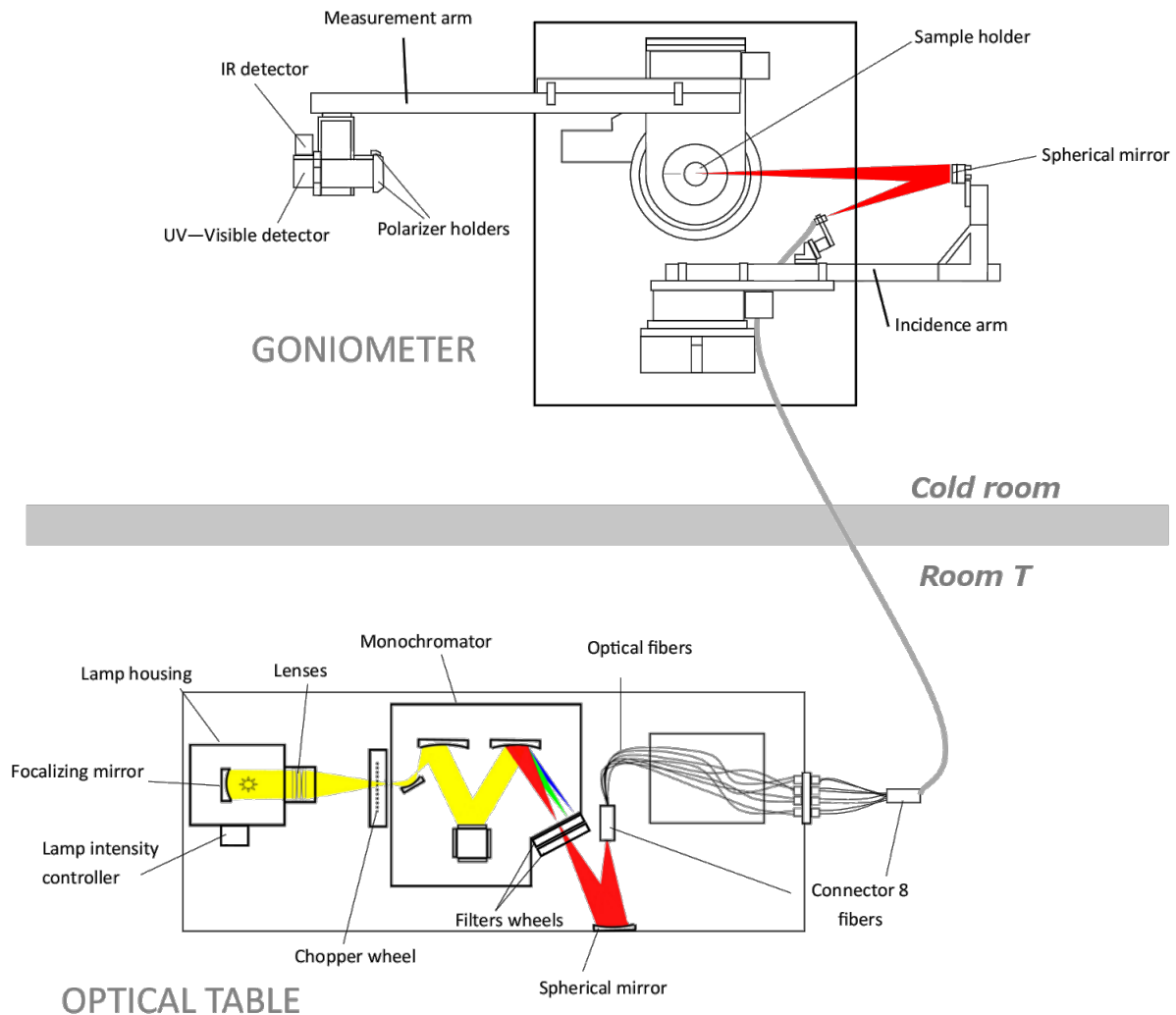


FIGURE 4.2 – Vue schématique de SHADOWS.

### 4.3.1 Table optique

#### Boîtier lampe

La lumière incidence de SHADOWS est générée par une lampe halogène quartz-tungsten dont la puissance est fixée aux alentours de 190W. La stabilité de l'intensité délivrée par la lampe est assurée par un détecteur silicium refroidi par un cryocooler (TE Cooled Si Detector, Newport 71582), et placé dans le boîtier lampe. Une boucle d'asservissement reliée à ce détecteur permet d'ajuster en permanence l'alimentation en puissance de la lampe et d'ainsi réguler l'intensité lumineuse produite. Ceci permet une stabilisation temporelle de la puissance inférieure à 0,1 % pic-à-pic sur 24h (valeur constructeur). Le rayonnement infrarouge au-delà de  $3,5\mu\text{m}$  (soit après la coupure de transmission du quartz) est généré par l'émission à haute température du bulbe en quartz lui-même.

Un miroir convergent est fourni dans le boîtier lampe, derrière l'ampoule. Il permet de renvoyer la lumière émise vers l'extérieur du boîtier. Cette méthode permet une augmentation du flux sortant du boîtier lampe de 60%, comparé à la lampe seule. En sortie du boîtier, un triplet achromatique focalise la lumière sur la fente d'entrée du monochromateur. Ce collimateur est composé de lentilles en  $\text{CaF}_2$ , transparent dans l'infrarouge.

## Monochromateur

La lumière générée par la lampe halogène contient toutes les longueurs d'ondes de l'UV jusqu'à l'infrarouge. Cette lumière polychromatique peut être diffractée afin d'isoler chacune des longueurs d'onde la composant. Un monochromateur permet de diffracter la lumière polychromatique et d'isoler une longueur d'onde précise, par utilisation d'un prisme, ou d'un réseau par transmission ou réflexion.

La lumière sortant du boîtier lampe est focalisée sur la fente d'entrée motorisée du monochromateur (Newport MS257, fig. 4.3). Des miroirs toriques forment un faisceau collimaté sur l'un des 4 réseaux disponibles, puis focalisent la lumière diffractée sur la fente de sortie. Les miroirs toriques permettant de supprimer les aberration géométriques et chromatiques, leur installation est fortement recommandée dans un instrument fournissant une gamme spectrale aussi étendue (de 0,2 à 20  $\mu\text{m}$  selon les réseaux installés). Les 4 réseaux diffractants sont placés sur une tourelle rotative, plaçant le réseau approprié selon la longueur d'onde demandée. Les caractéristiques de chaque réseau sont regroupées dans la table 4.1.

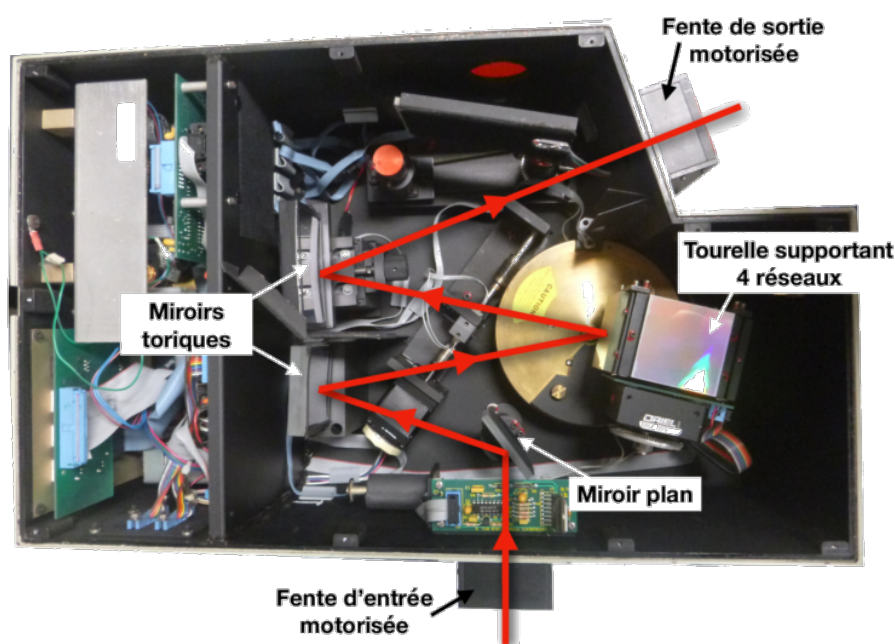


FIGURE 4.3 – Photographie annotée de l'intérieur du monochromateur

Caractéristique	Réseau 1	Réseau 2	Réseau 3	Réseau 4
Référence	77740	77745	77748	77750
Gamme spectrale (nm)	200 - 1400	600 - 2500	1100 - 3400	2500 - 9000
$N_{traits}traits/mm$	1200	600	300	150
Précision spectrale (nm)	0,2	0,2	0,4	0,6
Réflectance max (%)	80	80	90	95

TABLE 4.1 – Description des 4 réseaux installés sur la tourelle de SHADOWS. La gamme spectrale d'utilisation des réseaux est déterminée comme la gamme dont la réflectance est supérieure ou égale à 20%.



La résolution spectrale dépend du nombre de lignes par mm du réseau utilisé, ainsi que de la largeur des fentes d'entrée et de sortie et des paramètres optiques du monochromateur. Elle est calculée à chaque longueur d'onde par la formule suivante :

$$\Delta\lambda(nm) = l_{slit} \left\{ \cos \chi \sqrt{\frac{1}{k_{res} f N_{lignes}} - \frac{\lambda}{2f \cos \chi}} + \tan \chi \frac{\lambda}{f} \right\} \quad (4.1)$$

avec  $l_{slit}$  la largeur des fentes,  $\chi$  l'angle d'arrivée de la lumière sur le réseau donné par le constructeur à  $23.66^\circ$ ,  $k_{res}$  l'ordre de diffraction,  $f$  la focale du monochromateur de 257.4 mm en sortie et  $N_{lignes}$  le nombre de traits par mm du réseau en place. Dans la configuration nominale de SHADOWS, l'ouverture des fentes est fixée à 1500  $\mu\text{m}$ . La résolution spectrale de la lumière incidente sur la gamme spectrale complète est donnée dans la table 4.2.

Réseau	Gamme spectrale d'utilisation	Résolution spectrale
1	340 nm - 679 nm	4.85 nm - 4.75 nm
2	680 nm - 1499 nm	9.71 nm - 9.38 nm
3	1500 nm - 2999 nm	19.42 nm - 18.73 nm
4	3000 nm - 5000 nm	38.84 nm - 38.44 nm

TABLE 4.2 – Gamme spectrale d'utilisation de chaque réseau et résolution spectrale correspondante

Deux roues à filtres sont installées en sortie directe du monochromateur afin de couper les réflexions d'ordres supérieurs à 1, et ainsi assurer un éclairage monochromatique (tables 4.3 et 4.4).

Filtre	Type	Longueur d'onde de coupure
1	(vide)	-
2	Passe-bande	270 - 380 nm
3	Passe-bande	402 - 612 nm
4	Passe-haut	450 nm
5	Passe-haut	650 nm

TABLE 4.3 – Description des filtres installés sur la roue 1.

Filtre	Type	Longueur d'onde de coupure
1	(vide)	-
2	Passe-haut	1050 nm
3	Passe-haut	1650 nm
4	Passe-haut	2400 nm
5	Passe-haut	3600 nm

TABLE 4.4 – Description des filtres installés sur la roue 2.

### L'instabilité photométrique

Dès les premiers spectres avec le monochromateur, il est apparu des variations photométriques sur l'ensemble de la gamme spectrale. Des sauts en réflectance apparaissaient

sur le spectre, aux longueurs d'onde de changement de réseau dans le monochromateur. L'amplitude de ces sauts ainsi que leur fréquence d'apparition étaient aléatoires.

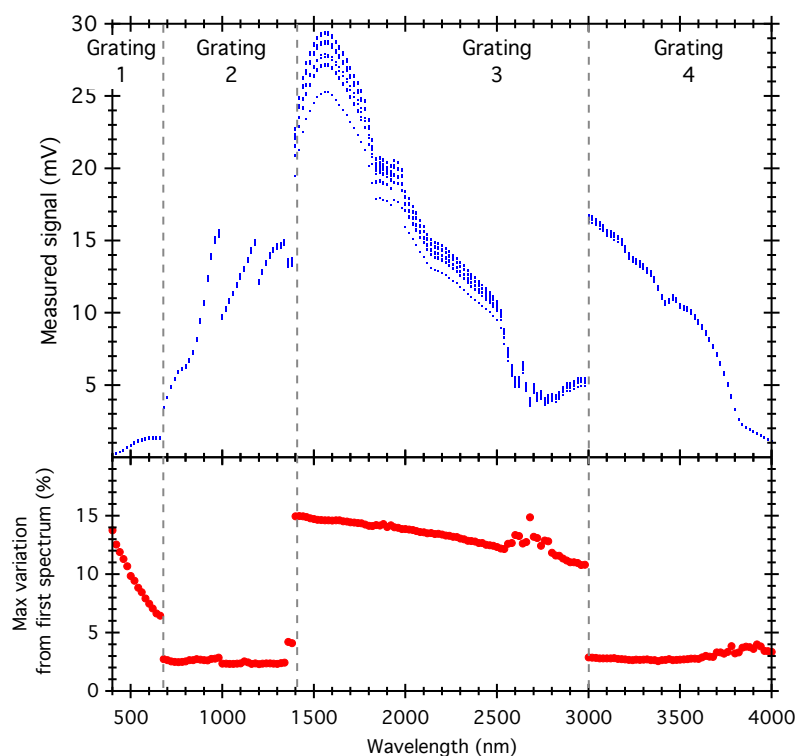


FIGURE 4.4 – Signal mesuré sur une série de 50 spectres, et écart maximum relatif au premier spectre relevé. Les lignes pointillées grises représentent les longueurs d'onde auxquelles le monochromateur change de réseau.

Il apparaît jusqu'à 15 % de variation de signal enregistré en sortie d'un seul réseau. Cependant, aucun décalage spectral n'a été détecté. Après plusieurs inspections de l'intérieur du monochromateur, il s'est avéré que la mécanique de tourelle supportant les réseaux était instable, et ne plaçait pas correctement les réseaux dans le trajet optique (fig. 4.5). Le réseau en place n'était pas placé à la verticale, amenant à un renvoi de la lumière diffractée au-dessus ou au-dessous du chemin optique normal, donc du miroir torique permettant la focalisation vers la fente de sortie, et induisant donc des pertes lumineuses.

Ce problème d'instabilité a engendré plusieurs renvois du monochromateur en usine pour réparation, et dont aucun n'a été efficace. La tourelle a été entièrement remplacée par une neuve, qui s'est avérée stable pendant un peu plus d'un an, avant que l'instabilité photométrique ne réapparaisse. Entre temps, le protocole de réparation a été mis au point. La tourelle se désolidarise de son axe avec le temps et les multiples rotations, et nécessite donc régulièrement un resserrage. Un quart de tour sur une vis permet de régler le problème (fig. 4.6).

### Fibres optiques

L'éclairage monochromatique généré par le monochromateur est focalisé par un miroir sphérique sur l'entrée du faisceau de fibres optiques. Ces 8 fibres multimodes en  $ZrF_4$  fabriquées par Le Verre Fluoré ont été choisies pour leur faible absorption, même dans l'infrarouge. Leur cœur a une diamètre de  $600\mu\text{m}$  et elles présentent une ouverture



FIGURE 4.5 – Photographie de l'intérieur du monochromateur montrant la tourelle ayant mal positionné le réseau. Les deux droites en pointillés marquent la position du réseau supérieur par rapport à l'horizontale. Dans de bonnes conditions, ces droites devraient être parallèles.

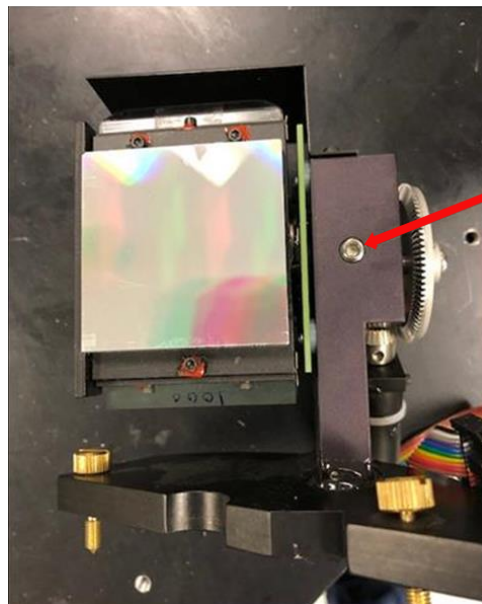


FIGURE 4.6 – Photographie de la tourelle indiquant la vis à resserrer d'un quart de tour pour remettre la tourelle sur son axe (photographie de Newport).

numérique de 0,2. Le set complet des fibres optiques est divisé en deux parties distinctes :

- La première partie permet la dépolariation de la lumière incidente. Le flux sortant du monochromateur est focalisé sur un premier connecteur dans lequel les fibres sont alignées verticalement (fig. 4.7). Chacune des 8 fibres est protégée dans une gaine en nitrile et peut être individuellement mise sous contraintes. Ceci permet d'augmenter le nombre de réflexions entre le cœur et la gaine, faisant tourner légèrement la polarisation de la lumière à chaque réflexion. La somme de tous les modes des 8 fibres optiques, polarisés individuellement permet une baisse de la polarisation globale de la lumière incidente.

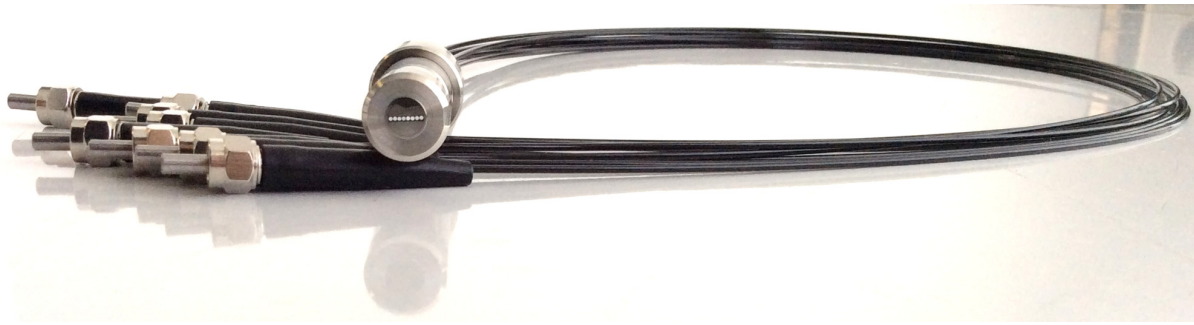


FIGURE 4.7 – Photographie du premier faisceau de fibre montrant les 8 fibres indépendantes, leur alignement en entrée et leurs connecteurs FC-FC en sortie. Cette image a été prise par Le Verre Fluoré, et leur sert actuellement d'exemple de fibres fabriquées sur plans.

- La deuxième partie se branche sur le faisceau précédent par les mêmes connecteurs FC-FC, et regroupe toutes les fibres dans un faisceau en acier inoxydable (fig. 4.8). Les fibres sont disposées dans un cercle de 2 mm de diamètre à une extrémité. Ce faisceau traverse le mur de la chambre froide, et le dernier connecteur est fixé sur le bras d'éclairage du goniomètre. Même à des températures négatives, jusqu'à  $-20^{\circ}\text{C}$ , ce faisceau de fibre reste flexible afin de suivre les mouvements du bras d'éclairage.



FIGURE 4.8 – Photographie du deuxième faisceau de fibre, montrant la disposition circulaire des fibres et la gaine externe en acier inoxydable. Cette image a été prise par Le Verre Fluoré, et leur sert actuellement d'exemple de fibres fabriquées sur plans.

Une première observation minutieuse de la sortie des fibres a montré la présence d'une fissure contre les fibres, s'étendant jusqu'à l'acier mais comblée par la colle maintenant les fibres (fig. 4.9). Une vérification régulière en chambre froide active n'a montré aucune variations ni aggravation de la fissure à froid.

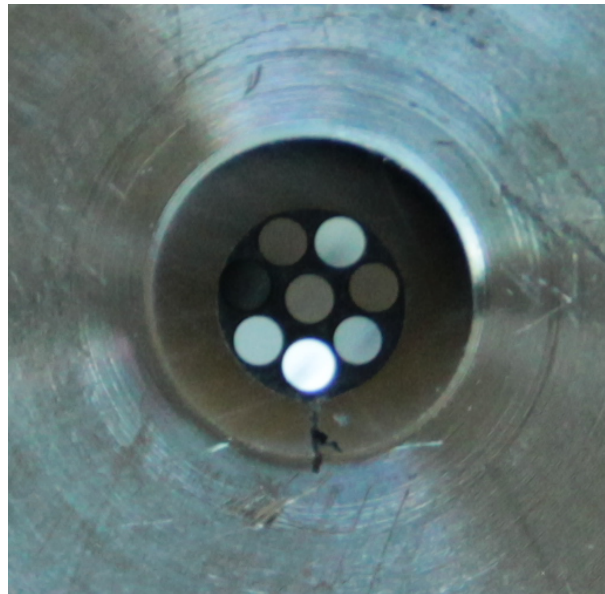


FIGURE 4.9 – Photographie du connecteur de sortie du faisceau de fibre. La fissure est visible sous la fibre inférieure, se propageant sur l’anneau interne.

### 4.3.2 Goniomètre

Le goniomètre comporte les bras d’illumination et d’observation, ainsi que la colonne supportant l’échantillon. Les deux bras sont fixés sur des platines de rotation permettant une variation des angles d’incidence et d’émergence. Toutes les parties mécaniques proches du trajet optique, et donc susceptibles de créer des réflexions parasites, ont été recouvertes d’une peinture noire du commerce (Peinture Noire Mate RAL9005, Castorama) dont la réflectance est inférieure à 10% sur la majeure partie de la gamme spectrale du goniomètre (fig 4.10 et 4.11).

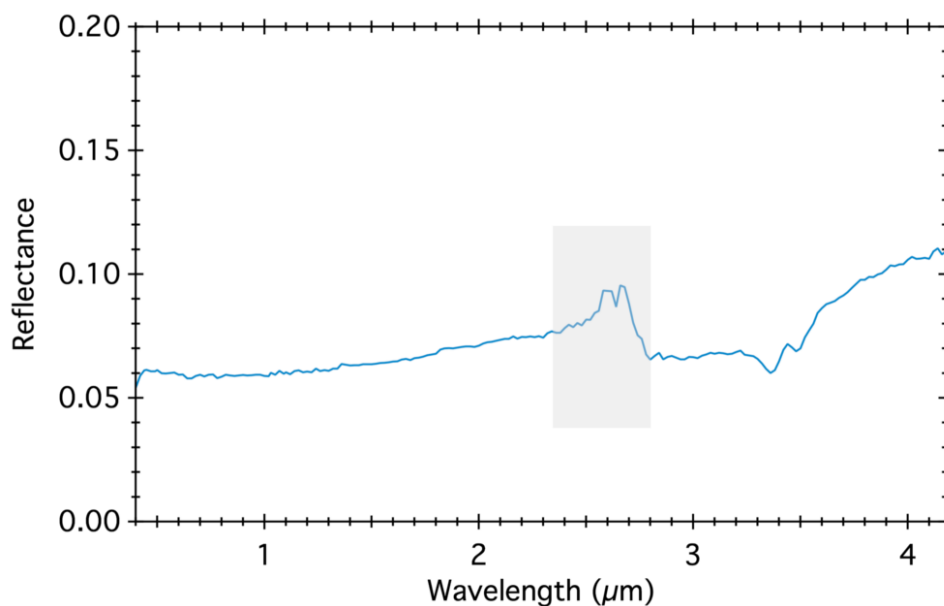


FIGURE 4.10 – Spectre de la peinture noire du commerce appliquée sur la mécanique de SHADOWS. La partie grisée indique une zone parasitée par l’humidité ambiante dans la chambre froide.

L’anodisation noire n’est pas adaptée pour des instruments ayant une gamme spectrale aussi étendue que SHADOWS. En effet, sa réflectance dans l’infrarouge est supérieure à

30%.

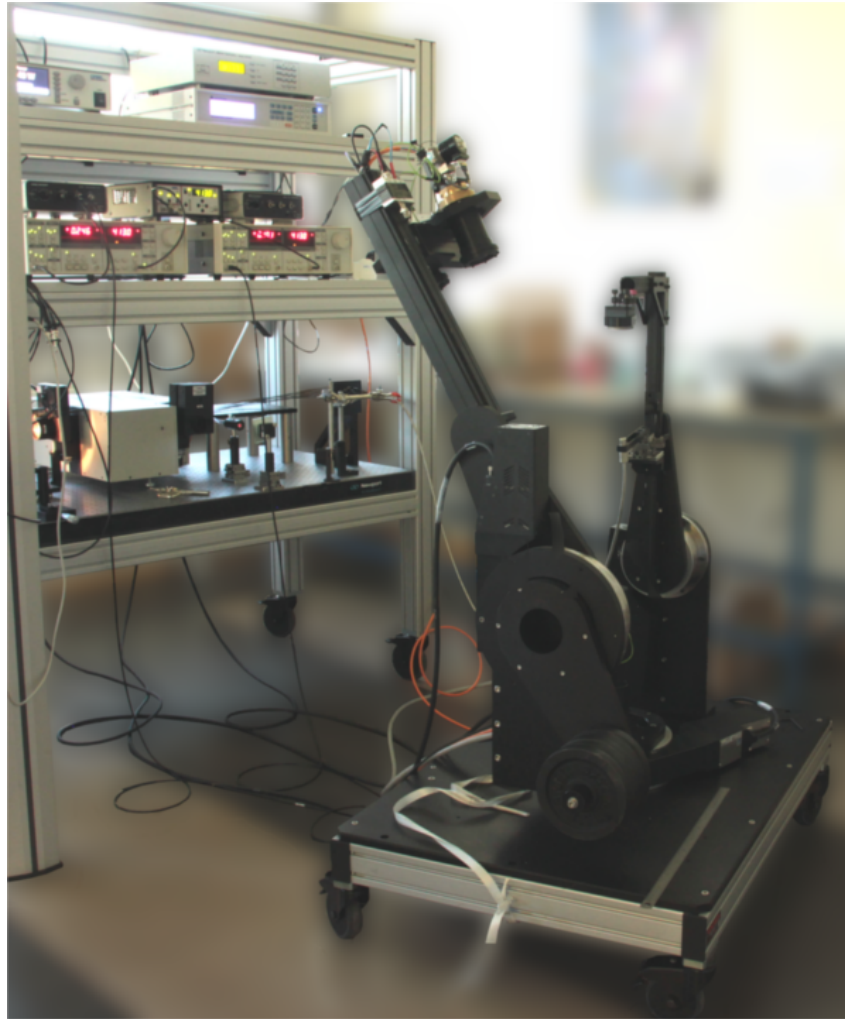


FIGURE 4.11 – Photographie de SHADOWS après son intégration complète, avant son installation dans la chambre froide.

### Éclairage

Le faisceau de fibre sortant du mur de la chambre froide est fixé sur le bras d'éclairage par une platine de translation deux-axes, permettant un positionnement fin de la sortie des fibres. Un miroir sphérique de focale 152,3 mm est positionné au dessus de la sortie des fibres afin d'illuminer l'échantillon placé entre les deux bras. Ce miroir est monté sur une monture cinématique à 3 vis d'ajustement (Edmund Optics) pour un réglage précis (fig. 4.12).

La tâche d'illumination correspond à l'image de la sortie des fibres optiques par le miroir sphérique. Dans les conditions nominales avec l'éclairage au nadir, le diamètre du spot est de 5,2 mm. Pour analyser des surfaces plus petites que 6 mm, comme des inclusions sur une météorite hétérogène par exemple, le mode "micro-faisceau" a été mis en place (fig. 4.13). Une fine plaque de métal contenant une ouverture circulaire d'un certain diamètre ("pinhole") permet le masquage de toutes les fibres sauf une. Une platine de translation deux-axes (Thorlabs), maintenant le pinhole, est installée autour de la sortie du faisceau de fibres. Grâce à cette platine, le pinhole peut être ajusté de manière précise

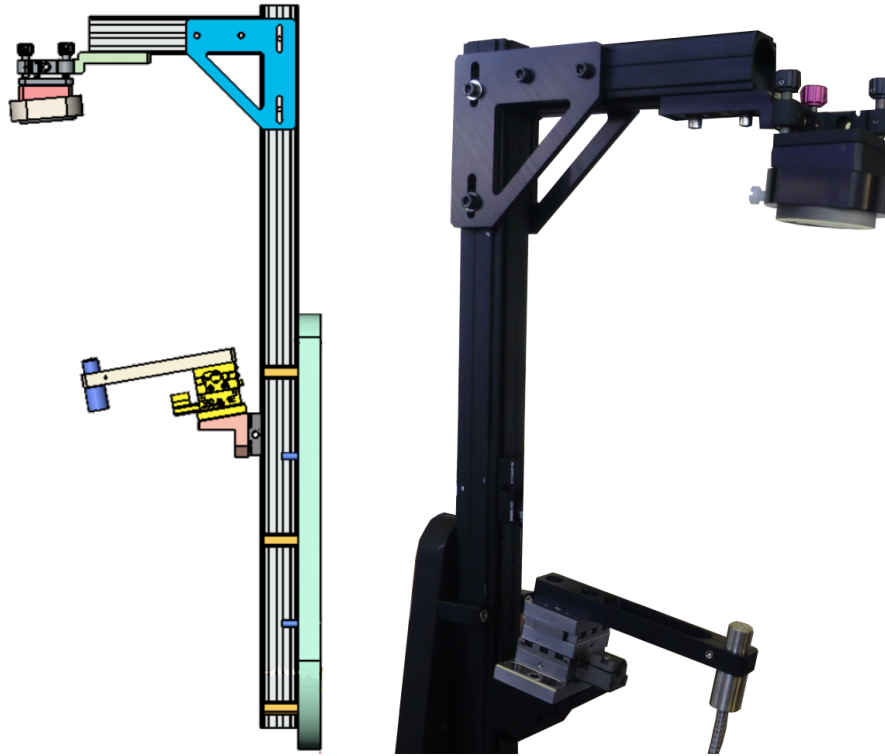


FIGURE 4.12 – Modèle SolidWorks du bras d'éclairage et photographie du bras final, montrant les mécaniques de maintien et de réglage de la sortie des fibres et du miroir sphérique.

au-dessus des fibres et donc sélectionner la quantité de lumière sortante.

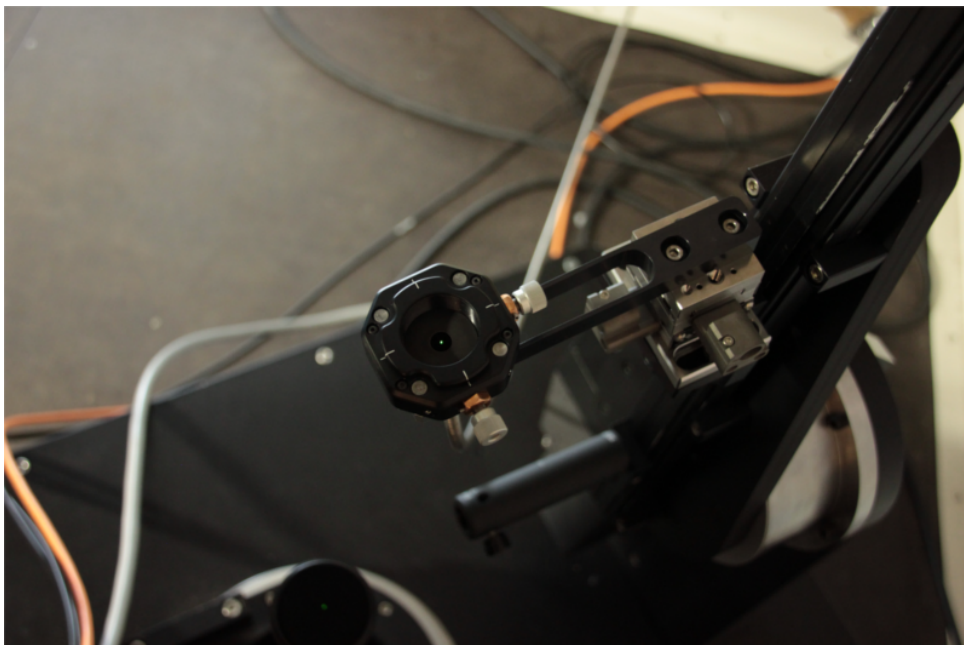


FIGURE 4.13 – Photographie de la platine de translation et pinhole au-dessus de la sortie des fibres. Notez la lumière verte ( $\lambda = 550$  nm) sortant du pinhole.

Plusieurs diamètres de pinhole ont été achetés (Thorlabs), permettant plusieurs diamètres de tâche d'illumination (fig. 4.14, table 4.5).

Diamètre de pinhole ( $\mu\text{m}$ )	Taille de tâche (1 fibre)	Taille maximale
500	1.73 mm par 1.32 mm	2.33 mm par 1.31 mm
600	1.77 mm par 1.37 mm	2.50 mm par 1.64 mm
700	1.80 mm par 1.43 mm	2.80 mm par 1.94 mm

TABLE 4.5 – Taille de la tâche d'éclairement de SHADOWS avec les pinholes placés de telle façon à ne laisser passer que la lumière d'une seule fibre, et taille maximale du faisceau avec plusieurs fibres sortantes.

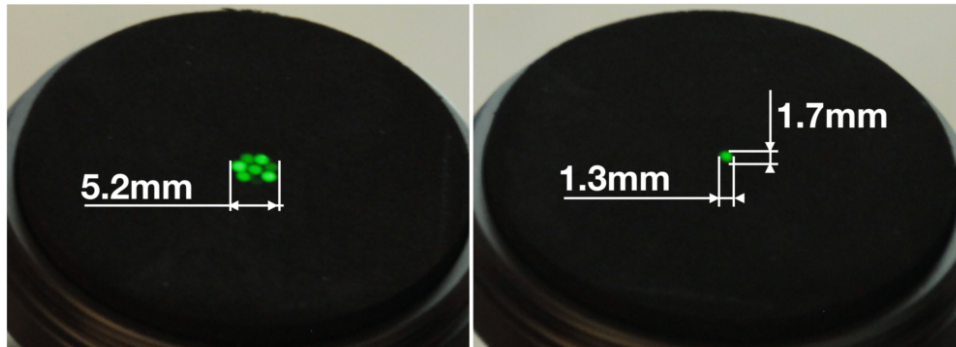


FIGURE 4.14 – Gauche : tâche d'éclairement de SHADOWS dans les conditions nominales, Droite : éclaircissement en micro-faisceau avec le pinhole de  $700\mu\text{m}$ . La cible est un Spectralon 2% vu depuis un angle de  $40^\circ$  environ.

### Maintient de l'échantillon

L'échantillon est installé entre les deux bras du goniomètre sur une colonne permettant son réglage en hauteur (fig. 4.15). La surface analysée de l'échantillon doit être placée précisément au point de rencontre des trois axes de rotation du goniomètre (incidence, émergence et azimuth), soit 38 cm au-dessus du châssis au centre du moteur d'azimut. Un ajustement grossier en hauteur est possible par translation verticale de la colonne et serrage par deux vis sur le côté. Pour un réglage fin, la partie supérieure est fixée à la colonne par un pas de vis. Le (dé)serrage de cette partie permet un réglage en hauteur de la surface de l'échantillon, avec une précision inférieure à 0,1 mm.

Dix porte-échantillons en aluminium ont été spécialement conçus pour contenir des poudres et venant s'adapter sur la colonne. Plusieurs tailles et profondeurs de creuset sont disponibles, selon le type de mesure voulu (table 4.6 et fig. 4.16).

Un des porte-échantillons a été conçu pour supporter un pied et une cage d'optomécanique. Ceci permet l'analyse en transmission d'échantillons pouvant tenir à la verticale sur la colonne, comme des lames minces ou des filtres.

### Le mouvement des bras

La rotation des bras autour des axes d'éclairement, d'émergence et d'azimut est assurée par trois platines de rotation pas-à-pas (table 4.7).

Le formalisme "naturel" des angles de SHADOWS correspond aux commandes envoyées aux moteurs pour leur positionnement. Les angles sont définis par rapport à la normale à la surface analysée. Les platines de rotation sont paramétrées de telle sorte que



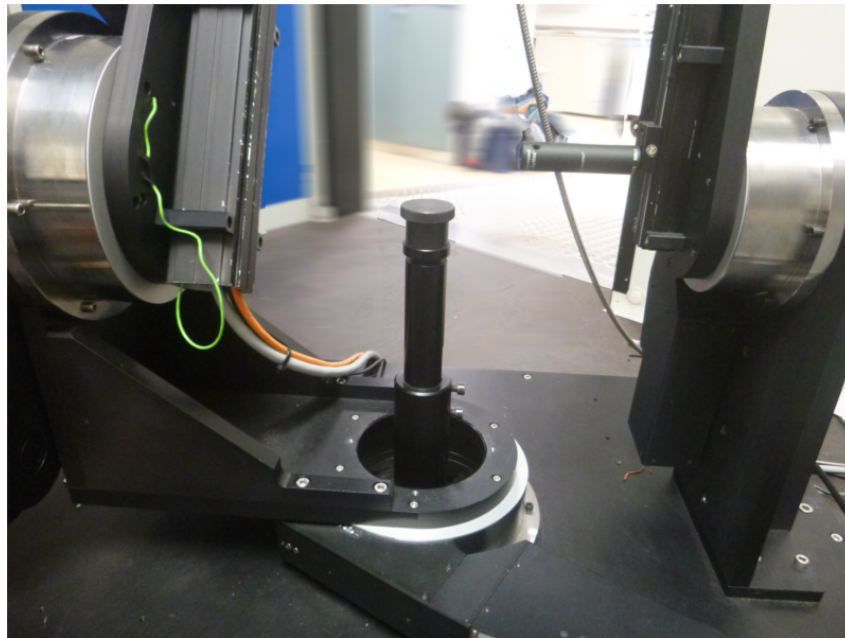


FIGURE 4.15 – Photographie de la colonne porte-échantillon

Taille (mm)	Profondeur (mm)	Volume ( $cm^3$ )	Masse de matériel nécessaire
7 x 14	1	0,098	~ 100 mg
7 x 35	1	0,245	~ 250 mg
2	0.5	0,002	~ 2 mg
3	1	0,007	~ 7 mg
7	1	0,038	~ 40 mg
14	1	0,154	~ 160 mg
20	2	0,629	~ 650 mg
35	2	1,925	~ 2 g
35	5	4,810	~ 5 g

TABLE 4.6 – Description des porte-échantillons

Angle	Référence	Résolution angulaire	Couple
Incidence	RV160PE	0.001°	35 Nm
Emergence	RV240PE	0.001°	60 Nm
Azimut	RV240PE	0.001°	60 Nm

TABLE 4.7 – Description des platines de rotation.

leur 0° correspond aux bras d'émergence et d'incidence à la verticale et alignés selon le plan principal. Le bras d'incidence ne s'oriente que selon des valeurs positives, alors que les axes d'émergence et d'azimut peuvent atteindre des valeurs positives et négatives (fig. 4.17).

Les moteurs d'incidence et d'émergence sont placés en regard l'un de l'autre sur le goniomètre, ainsi le sens de leur rotation est inversé. Les valeurs positives des angles d'incidence et négatives des émergences amènent une rotation des bras dans le même sens. Le plan vertical perpendiculaire à l'axe de rotation des bras d'éclairage et d'observation est fixé comme origine de l'azimut, et est appelé plan principal. La position à azimut 0° est fixé comme étant du côté des émergences positives, et l'azimut 180° se retrouve donc du côté des émergences négatives. Le sens de cet angle est fixé par le moteur installé sur le châssis

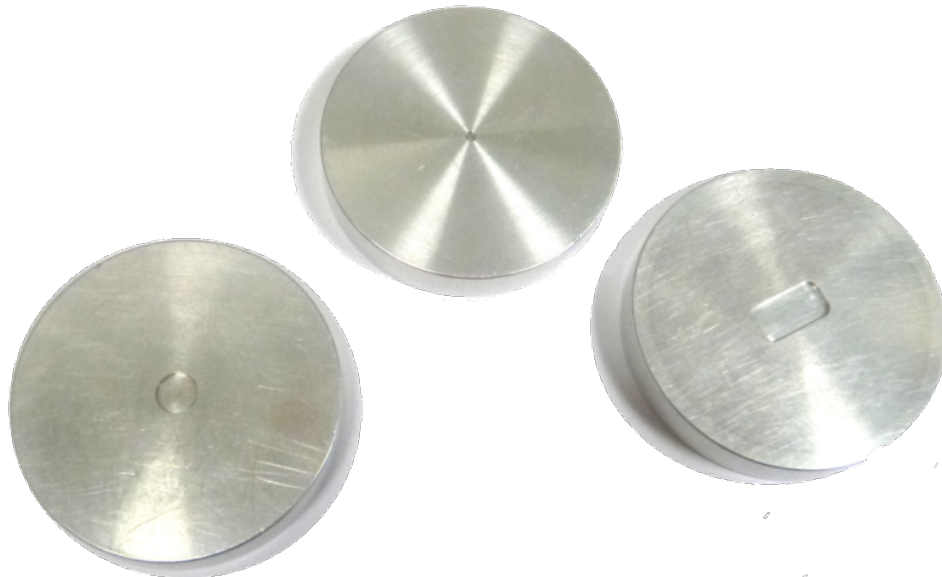


FIGURE 4.16 – Photographie de 3 porte-échantillons de SHADOWS. Gauche : utilisé pour les spectres à une seule géométrie en configuration nominale (diamètre 7 mm). Centre : utilisé pour les mesures en micro-faisceau (diamètre 2 mm). Droite : utilisé pour les BRDFs (7 par 14 mm).

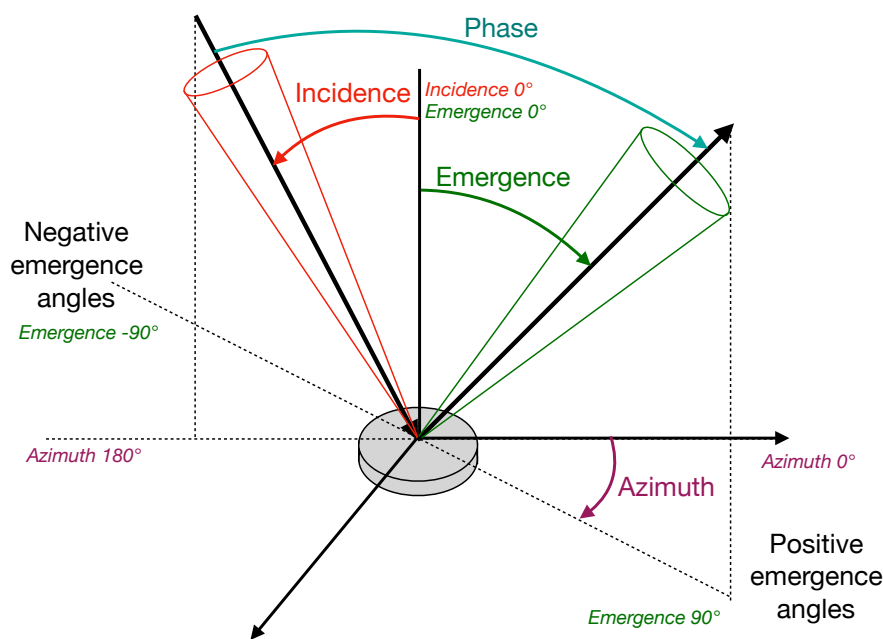


FIGURE 4.17 – Schéma définissant les angles de SHADOWS.

du goniomètre. Ainsi, une rotation vers une valeur positive de l'azimut correspond à une rotation dans le sens horaire. On distingue deux configurations spécifiques en réflectance, la réflexion spéculaire et l'opposition (fig 4.18). La réflexion spéculaire est identique à la réflexion sur un miroir, où la lumière repart dans un angle d'émergence identique à celui d'incidence, mais dans une direction symétrique par rapport à la normale à la surface. Dans cette configuration l'angle de phase, écart entre l'incidence et l'émergence, équivaut au double de l'angle d'incidence. L'opposition correspond à la configuration où la lumière repart dans la même direction que l'incidence. Dans ce cas, l'angle de phase est nul.

Certaines géométries sont inaccessibles par les bras du goniomètre pour cause de mas-

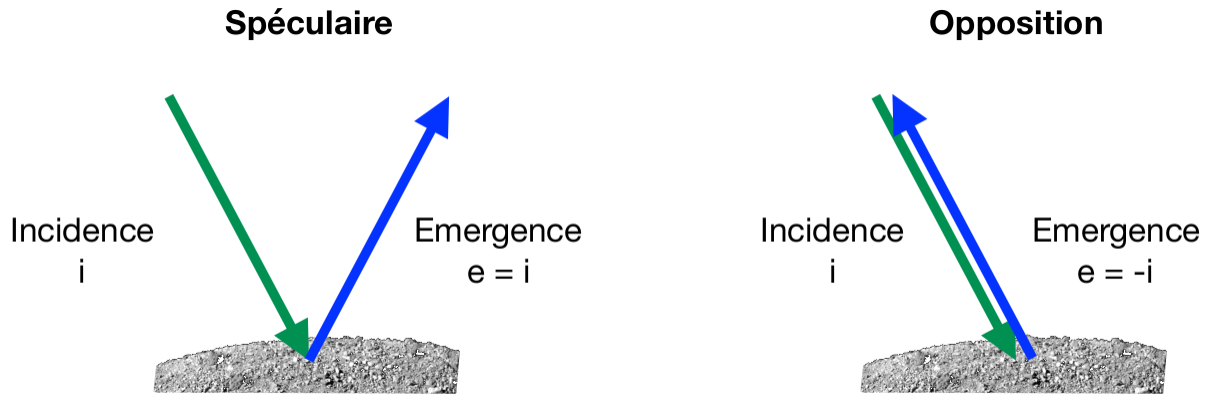


FIGURE 4.18 – Définition du signe des angles de SHADOWS dans les cas spécifiques de réflexion spéculaire et à l’opposition.

quage de la lumière par la mécanique, ou pour des raisons de sécurité du matériel. En effet, SHADOWS est placé dans un angle de la chambre froide, proche des murs. Sans contrôle des géométries interdites, le goniomètre pourrait envoyer les détecteurs dans l’un des murs ou le sol, croiser ses bras, ou arracher la fibre optique. Les moteurs sont dotés d’un système détectant des contraintes trop fortes sur les bras (donc sur les moteurs) et bloquent immédiatement le mouvement demandé afin de ne pas faire saturer les platines de rotation. Cependant, le système peut être endommagé sans pour autant détecter le patinage des moteurs. Ainsi, des zones interdites ont été imposées au système. À chaque demande de mouvement par le programme de contrôle, le logiciel vérifie que la configuration géométrique demandée est accessible par le goniomètre. En cas de demande de déplacement vers la zone interdite, le logiciel refusera d’envoyer la commande de mouvement. Cette même sécurité est appliquée pendant le paramétrage des séries de spectres selon différentes géométries (voir description du logiciel de contrôle dans une partie suivante). Les géométries d’observation accessibles par le goniomètre couvrent plus de la moitié de la demi-sphère au-dessus de l’échantillon (fig. 4.19).

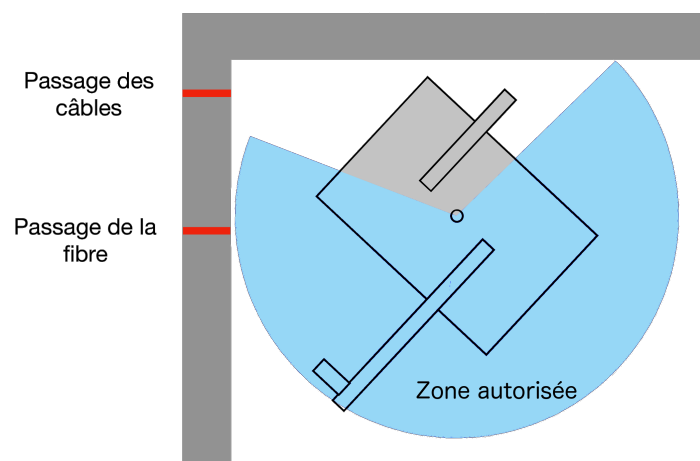


FIGURE 4.19 – Vue schématique du dessus de SHADOWS dans la chambre froide montrant la zone considérée comme autorisée par le bras d’observation du goniomètre (bleu). Les passages de la fibre et des câbles électriques dans le mur de la chambre froide sont également indiqués (rouge).

Les zones non couvertes par le goniomètre, correspondant aux configurations géométriques interdites peuvent néanmoins être analysées, considérant la symétrie de la réflexion

par rapport au plan principal, dans le cas des surfaces d'échantillons isotropes ce qui est généralement le cas pour les échantillons analysés par SHADOWS. Ainsi, un spectre selon la configuration émergence  $-70^\circ$  azimuth  $-30^\circ$  (géométrie en zone interdite) sera similaire au spectre à émergence  $-70^\circ$  et azimuth  $30^\circ$  (géométrie autorisée). En utilisant ce principe de symétrie, la totalité de la demi-sphère au-dessus de la surface peut être analysée.

### Déformations mécaniques

Les bras de SHADOWS sont en aluminium, à la fois légers et résistants. Cependant, à cause de l'élasticité du métal, les bras se déforment sous le poids des profilés aluminium et des pièces mécaniques attachées. Par exemple, les deux détecteurs et les pièces mécaniques assurant leur maintien sur le bras forment un ensemble de 6 kg et doivent être tenus à l'horizontale au bout du bras d'émergence (profilé d'1 m) si placé à  $90^\circ$ . Les masses supportées par les moteurs sont de 5,4 kg pour le moteur d'éclairement, 36,8 kg pour le moteur d'émergence et 62,9 kg pour l'azimut. Les contraintes sur les profilés aluminium correspondent à des compressions quand les bras sont à la verticale ( $0^\circ$ ), et à des contraintes de flèche lorsqu'à l'horizontale ( $90^\circ$ ).

Ces déformations des bras induisent des déplacements de la tâche d'éclairement et de la zone d'observation. Des simulations du goniomètre sous CATIA ont rendus un déplacement maximum de l'illumination de 0,028 mm pour 0,121 mm pour l'observation. Ces deux déplacements se forment lorsque les bras sont à l'horizontale et sont négligeables devant les tailles d'éclairement et d'observation.

### 4.3.3 L'électronique de détection et traitement du signal

La lumière renvoyée de l'échantillon est captée par deux détecteurs, l'un couvrant le domaine de l'ultraviolet et du visible, l'autre l'infrarouge (fig. 4.20).

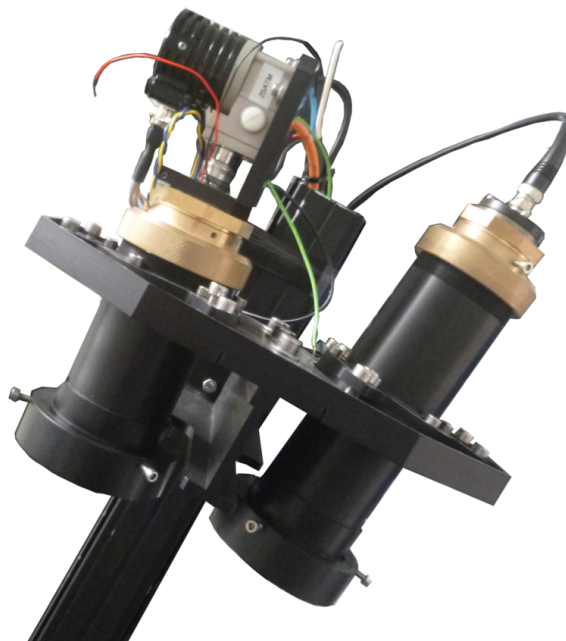


FIGURE 4.20 – Photographie des détecteurs montés sur le bras de mesure de SHADOWS.

## Diaphragmes

Des diaphragmes interchangeables sont placés devant les tubes détecteurs afin d'agir sur la résolution angulaire de l'instrument (fig. 4.21). La taille de la tâche d'observation reste inchangée, mais l'angle solide observé par les détecteurs est réduit, améliorant ainsi la résolution angulaire du goniomètre (table 4.8).

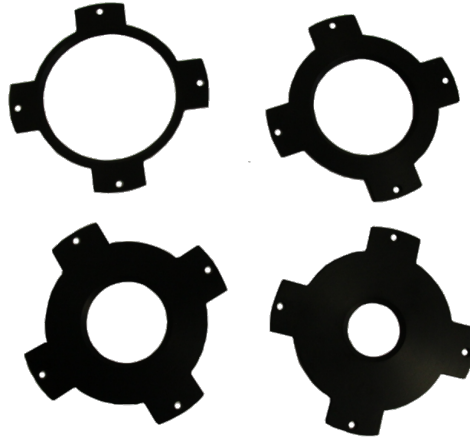


FIGURE 4.21 – Photographie des diaphragmes disponibles pour les détecteurs de SHADOWS.

Diamètre (mm)	Résolution angulaire
50	$\pm 2,05^\circ$
40	$\pm 1,65^\circ$
30	$\pm 1,25^\circ$
20	$\pm 0,80^\circ$

TABLE 4.8 – Diamètres des diaphragmes disponibles et résolutions angulaires correspondantes.

## Détecteur visible

Le détecteur visible est composé d'une cellule silicium carrée de 2,4 mm par 2,4 mm (Hamamatsu Photonics S1226-5BQ, fig. 4.22). Ce détecteur est placé au point focal d'un triplet achromatique (lentilles en saphir,  $CaF_2$  et Suprasil), permettant de concentrer la lumière sur la cellule. Grâce à ces optiques, le détecteur "observe" un disque de 20 mm de diamètre autour de la tâche d'éclairement du goniomètre.

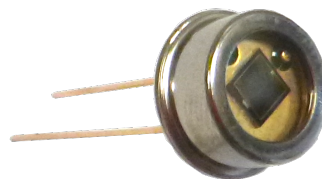


FIGURE 4.22 – Photographie de la cellule silicium du détecteur visible.

La position du détecteur n'est pas réglable selon les axes transverses à l'axe optique, seul sa distance à la dernière lentille est modifiable, via un pas de vis sur la mécanique

elle-même. Visser et dévisser la partie arrière du tube optique (partie en laiton sur fig. 4.20 et orange sur fig. 4.23) permet l'avancée et le recul du détecteur sur l'axe optique.

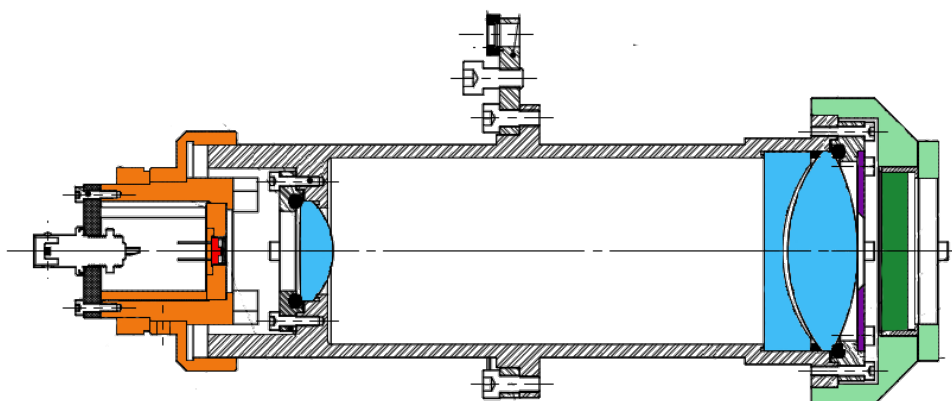


FIGURE 4.23 – Coupe transversale du tube détecteur visible montrant le détecteur (rouge), les optiques du triplet achromatique (bleu), le couple de réglage de positionnement (orange), le diaphragme (violet) ainsi que le support de polariseur (vert).

### Détecteur infrarouge

Le détecteur infrarouge InSb est couplé à un cryocooler (technologie Stirling) pour maintenir sa température à 77K et donc réduire son bruit thermique. La cellule de 2 mm de diamètre (InfraRed Associates Inc.) est installée au bout du doigt froid du cryocooler dans une ampoule sous vide et scellée (fig. 4.24).



FIGURE 4.24 – Gauche : photographie du détecteur infrarouge et de son système de refroidissement, Droite : détail de la cellule sur le doigt froid.

La mécanique du tube détecteur infrarouge est similaire à celui du visible (fig. 4.25). Le réglage de la cellule sur l'axe optique est réalisé de la même manière que l'autre détecteur.

### Préamplification

Chaque détecteur transmet son signal mesuré (lumière modulée réfléchi par l'échantillon, l'émission thermique et fond lumineux ambiant) à son pré-amplificateur. Le détecteur visible est branché à un préamplificateur du commerce (Ametek Signal Recovery Preamplifier Model 5182), ce dernier est placé sur l'étagère instru du goniomètre, en dehors de la chambre froide. Le préamplificateur du détecteur infrarouge a été fourni avec la cellule InSb (fig. 4.26). Comme ce préamplificateur doit être placé au plus proche de la

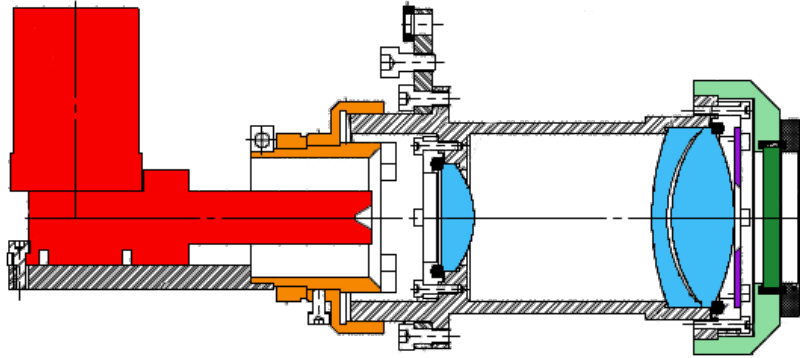


FIGURE 4.25 – Coupe transversale du tube du détecteur infrarouge montrant le bloc du détecteur et son cryostat (rouge), les optiques du triplet achromatique (bleu), le couple de réglage de positionnement (orange), le diaphragme (violet) ainsi que le support du polariseur (vert).

cellule, il est fixé sur le bras d'éclairément.



FIGURE 4.26 – Préamplificateur des détecteurs infrarouge (gauche) et visible (droite) de SHADOWS. Les échelles entre les deux préamplificateurs ne sont pas respectées.

Afin de limiter l'encombrement et les problèmes pendant les mouvements des bras, tous les câbles de signal et d'alimentation partant des détecteurs et du préamplificateur infrarouge sont maintenus dans le bras d'éclairément. Ils ressortent au bas du profilé et partent au sol vers l'ouverture murale de la chambre froide.

Le détecteur infrarouge nécessite un câblage à la masse du système. Lors des premiers tests des détecteurs dans leur tubes et lorsque la cellule infrarouge n'était pas branchée à la masse, il a été observée une augmentation du niveau de bruit du détecteur visible placé à quelques centimètres de l'infrarouge. Ce bruit n'a plus été détecté lors de l'intégration des détecteurs sur le goniomètre lui-même, et avec branchement à la masse. La meilleure option est de considérer les 160 kg du goniomètre comme masse électrique. Cependant, l'anodisation recouvrant toutes les pièces mécaniques servant de protection anti-corrosion, et par conséquent d'isolant électrique, empêche un branchement direct sur la mécanique. Le câble de masse circule donc du détecteur infrarouge à une vis en acier reliant le moteur d'émergence à la mécanique du goniomètre, soit la masse.

Les optiques des détecteurs permettent aux rayons lumineux réfléchis par l'échantillon dans un angle solide correspondant à la résolution angulaire d'atteindre la cellule sensible des détecteurs. Cependant, la luminosité ambiante autour de l'instrument est également susceptible de parvenir aux détecteurs. Cette contribution est enlevée par l'utilisation des

détections synchrones (voir partie suivante), mais il a été vu une saturation des deux détecteurs lorsque la lumière de la chambre froide au dessus du goniomètre est allumée. Des flash lumineux peuvent également amener à la saturation des cellules photoniques. Cette saturation entraîne une forte augmentation du bruit des détecteurs, qui redescend en quelques heures après extinction du système et remise des caches sur les tubes détecteurs. Ainsi, il a été établi que la lumière générale au-dessus des goniomètres peut être allumée seulement si les caches sont en place devant les détecteurs.

### Modulation du signal et détection synchrone

Juste avant l'entrée du monochromateur et sur le trajet optique, est placé un chopper. Il s'agit d'une roue portant des ouvertures, et tournant à vitesse contrôlée afin de moduler la lumière la traversant à une fréquence stable.

Afin de mettre en évidence les possibles interférences entre la fréquence de modulation du goniomètre et les fréquences extérieures, un protocole de mesure a été mis en place. Une série de 5 spectres est acquise pour différentes fréquences de modulation, de 20 Hz à 500 Hz. Pour chaque série, la valeur maximale des écarts entre les spectres est enregistrée (fig. 4.27).

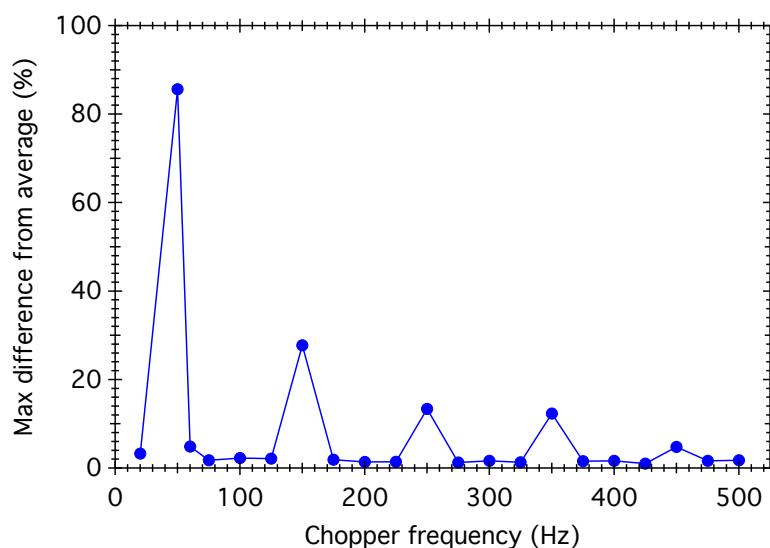


FIGURE 4.27 – Variations photométrique détectées sur les séries de spectres en fonction de la fréquence de modulation imposée au chopper.

Le maximum de variations est détecté pour une fréquence de modulation de 50 Hz, soit équivalente à la fréquence du réseau électrique. Les différents harmoniques, 150, 250 et 350 Hz, apportent également des interférences au système. Afin de limiter au maximum le bruit électrique, la fréquence de modulation du chopper doit être éloignée de celle du réseau, soit 50 Hz. De plus, les néons de l'éclairage du laboratoire ont également une fréquence propre, équivalente au double de celle du réseau, soit 100 Hz. L'éclairage de la chambre froide doit être éteint lors des mesures avec SHADOWS afin de ne pas faire saturer les détecteurs, mais ces derniers peuvent capter l'éclairage du laboratoire, surtout lorsque positionnés vers l'extérieur de la chambre froide (émergence à  $-70^\circ$  par exemple). De plus, la préamplification des signaux des détecteurs est efficace dans une certaine gamme de fréquence (1,5 Hz à 150 kHz pour l'infrarouge, de 0,5 Hz à 10 kHz pour le visible). Un signal scientifique modulé en dehors de ces gammes, ou proche des limites, sera difficilement détecté par les détecteurs et donc difficilement transmis au reste



du système. Ainsi, la fréquence de 413 Hz a été choisie, loin des interférences électriques.

Le contrôleur du chopper est directement relié aux deux détections synchrones afin de servir de référence pour la fréquence de modulation. Ces dernières isolent le signal modulé par une transformée de Fourier, ce qui permet de mesurer de manière précise le signal scientifique sans être perturbés par les parasites extérieurs (thermique, fond ambiant).

#### 4.3.4 La mise à basse température

Le goniomètre de SHADOWS a été prévu pour être installé dans une chambre froide et travailler dans des températures négatives. En général, la température de la chambre est fixée entre  $-5^{\circ}\text{C}$  et  $-10^{\circ}\text{C}$ , mais le système a été conçu pour une température minimale de  $-20^{\circ}\text{C}$ . Ainsi, une graisse spéciale qui ne fige pas à ces températures a été appliquée sur les roulements des moteurs, les designs mécaniques comprennent des jeux calculés pour encaisser les déformations des pièces dues à la température, les joints toriques supportant les lentilles ou les fenêtres des cellules ont été choisis en viton afin d'assurer une étanchéité même à basse température. Les câbles électriques ainsi que la fibre optique traversent les 30 cm de mur de la chambre froide pour relier l'étagère instrumentation dehors au goniomètre à l'intérieur de la chambre. Ils doivent conserver une relative souplesse à basse température, et doivent également être suffisamment longs pour ne pas imposer de résistance et gêner la mobilité du goniomètre. Les câbles de contrôle des moteurs, ainsi que les câbles BNC reliant les détecteurs au reste du système, ont été commandés avec une longueur de 5 m. Le faisceau de fibre arrivant sur le goniomètre mesure 3 m, ce qui est suffisant pour traverser le mur de la chambre froide et atteindre le bras d'incidence, avec une longueur suffisante pour conserver la souplesse de la fibre nécessaire pour la rotation du bras sur  $90^{\circ}$ .

Il a cependant été remarqué une variation de la position de l'éclairement de SHADOWS lors de l'activation de la chambre froide. L'image focalisée de la sortie des fibres se situe 1 cm en dessous de sa position nominale à température ambiante. Plusieurs causes peuvent amener à une telle variation :

- Une contraction de la mécanique supportant la fibre, la rapprochant du miroir sphérique. En considérant la focale du miroir sphérique inchangée par la température, la distance entre le miroir et la fibre devrait passer de 219 mm à 217,13 mm afin de former une image au point observé. Mais une mesure minutieuse de la distance entre la fibre et le miroir, ainsi qu'une vérification des positions de chaque pièce sur le bras d'incidence n'a montré aucun décalage suffisant pour expliquer ce phénomène.
- Une modification de la focale, par contraction soit du substrat du miroir, soit de la mécanique portant l'optique et appliquant des contraintes changeant la forme du miroir. Une variation de focale de 152,3 mm à 153,2 mm peut induire le déplacement de la tâche d'éclairement observée. Pour un miroir sphérique, la distance focale correspond au rayon de courbure de la surface réfléchissante. Un changement de focale indiquerait donc que le miroir se déforme par contraction thermique, augmentant son rayon de courbure d'un millimètre environ.

Des évaporateurs sont placés au plafond de la chambre froide, au-dessus des goniomètres. Ils assurent un air sec lorsque la chambre est à basse température, et donc évitent la condensation de l'eau atmosphérique sur l'intérieur de la chambre. Ces évaporateurs fonctionnent selon des cycles d'évaporation/condensation : les ventilateurs assurent une

circulation de l'air pendant la phase d'évaporation, tout en retenant les molécules d'eau atmosphériques. Pendant la phase de condensation, permettant aux évaporateurs de maintenir l'eau absorbée précédemment, la ventilation dans la chambre froide se coupe pendant quelques minutes. Ce système permet d'obtenir un air sec, et donc de limiter les signatures d'eau atmosphériques lors de longues séries d'acquisition en réflectance. Cependant, pendant la phase de condensation, de l'eau atmosphérique résiduelle est relâchée du système, se condensant sur les parties les plus froides de la chambre, soit principalement les optiques des deux goniomètres. Cette condensation entraîne des chutes de réflectance à intervalle régulier. Cet effet est mis en évidence pendant des mesures de monitoring à longueur d'onde fixe, où les deux goniomètres suivent au cours du temps les variations photométriques dues à des modifications de l'échantillon. Cette technique est notamment utilisée pour le contrôle des cellules environnementales (voir chapitre suivant). La figure suivante (fig. 4.28) présente un suivi photométrique lancé sur les deux goniomètres simultanément (départ à quelques secondes d'écart).

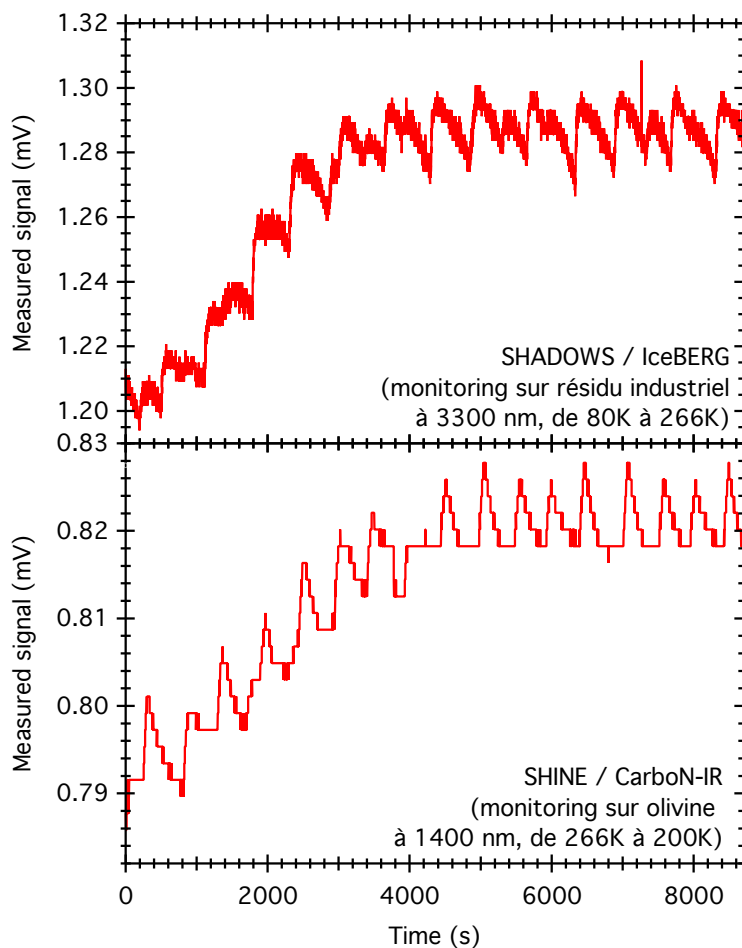


FIGURE 4.28 – Variations de photométrie dues aux cycles des évaporateurs de la chambre froide, détectées sur les deux goniomètres.

L'augmentation générale de la photométrie au cours du temps est due à la thermalisation des échantillons dans les cellules cryogéniques des goniomètres. Les variations dues aux cycles de condensation des évaporateurs correspondent aux pics de signal de période d'environ 10 minutes. Bien que ces variations soient de faibles amplitudes (inférieures à 2-5% pic-à-pic pour SHADOWS), elles peuvent induire des points de mesures de réflectance supérieures à la valeur réelle, ainsi qu'une baisse significative du rapport

signal-sur-bruit lors de longs temps d'intégration.

SHADOWS est placé dans un coin de la chambre froide, proche de la porte permettant l'entrée depuis le laboratoire, à température ambiante proche de 21°C et à humidité relative correspondante à celle atmosphérique. Ainsi, lorsque la porte de la chambre froide est ouverte, une partie de cet air chaud et chargé d'humidité pénètre dans la chambre et se condense sur les premières parties froides rencontrées, soit les optiques de SHADOWS. Ce phénomène est limité par l'installation de lames en plastique devant la porte formant une seconde barrière à l'humidité. Un suivi sur SHADOWS a montré d'importantes chutes photométriques, jusqu'à 20%, lors des ouvertures de la porte de la chambre froide (fig. 4.29).

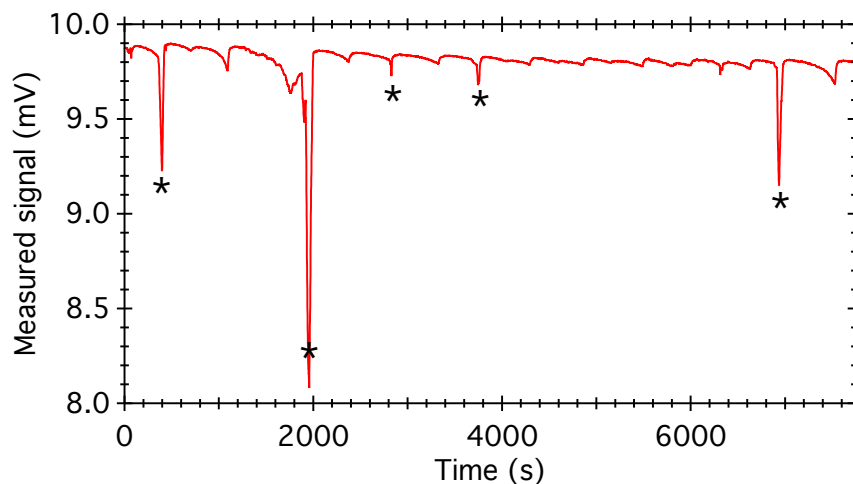


FIGURE 4.29 – Variations photométriques dues aux cycles des évaporateurs et aux ouvertures de la porte de la chambre froide (notées par \*).

Si la porte est rapidement ouverte puis claquée pour fermer hermétiquement la chambre, la variation induite par la condensation s'efface en moins d'une minute. Cependant, si la porte est mal refermée, l'humidité de l'extérieur continue à pénétrer dans la chambre. C'est le cas de la variation proche de 2000 secondes sur la figure 4.29. Cette forte baisse de signal est visible pendant près de 3 minutes. Avec une moyenne de 7 secondes par pas en longueur d'onde, le goniomètre peut réaliser 8 points de mesures (soit 160 nm avec un pas spectral de 20 nm) pendant les variations induites par une ouverture rapide de la porte. Si la porte avait été mal refermée pendant une mesure (correspondant à la variation photométrique à 2000 s), environ 30 points de mesure soit 600 nm auraient été impactés par une forte baisse de réflectance mesurée.

#### 4.3.5 Calibrations majeures et performances de l'instrument

La description de SHADOWS, ses calibrations les plus importantes ainsi que ses performances photométriques ont été publiées en septembre 2018 par le journal Applied Optics [142] ci-joint. Cet article a également été choisi par l'Optical Society of America (OSA) pour faire l'objet d'un communiqué de presse ([https://www.osa.org/en-us/about\\_osa/newsroom/news\\_releases/2018/instrument\\_boosts\\_analysis\\_of\\_small\\_extremely\\_dark/](https://www.osa.org/en-us/about_osa/newsroom/news_releases/2018/instrument_boosts_analysis_of_small_extremely_dark/)). Ce dernier a ensuite été repris par 6 autres revues de vulgarisation scientifique.



# SHADOWS: a spectro-gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogs: design, calibrations, and performances on challenging surfaces

SANDRA POTIN,<sup>1,\*</sup> OLIVIER BRISSAUD,<sup>1</sup> PIERRE BECK,<sup>1,2</sup> BERNARD SCHMITT,<sup>1</sup> YVES MAGNARD,<sup>1</sup> JEAN-JACQUES CORREIA,<sup>1</sup> PATRICK RABOU,<sup>1</sup> AND LAURENT JOCOU<sup>1</sup>

<sup>1</sup>University Grenoble Alpes, CNRS, Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble, 38000 Grenoble, France

<sup>2</sup>Institut Universitaire de France, Paris, France

\*Corresponding author: [sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr)

Received 1 June 2018; revised 25 August 2018; accepted 30 August 2018; posted 30 August 2018 (Doc. ID 332966); published 26 September 2018

We have developed a new spectro-gonio radiometer, SHADOWS, to study in the laboratory the bidirectional reflectance distribution function of dark and precious samples. The instrument operates over a wide spectral range from the visible to the near-infrared (350–5000 nm) and is installed in a cold room to operate at a temperature as low as  $-20^{\circ}\text{C}$ . The high flux monochromatic beam is focused on the sample, resulting in an illumination spot of about 5.2 mm in diameter. The reflected light is measured by two detectors with high sensitivity (down to 0.005% in reflectance) and absolute accuracy of 1%. The illumination and observations angles, including azimuth, can be varied over wide ranges. This paper presents the scientific and technical constraints of the spectro-gonio radiometer, its design and additional capabilities, as well as the performances and limitations of the instrument. © 2018 Optical Society of America

**OCIS codes:** (120.4570) Optical design of instruments; (120.5820) Scattering measurements; (240.6490) Spectroscopy, surface; (290.5880) Scattering, rough surfaces; (300.6340) Spectroscopy, infrared; (300.6550) Spectroscopy, visible.

<https://doi.org/10.1364/AO.57.008279>

## 1. INTRODUCTION

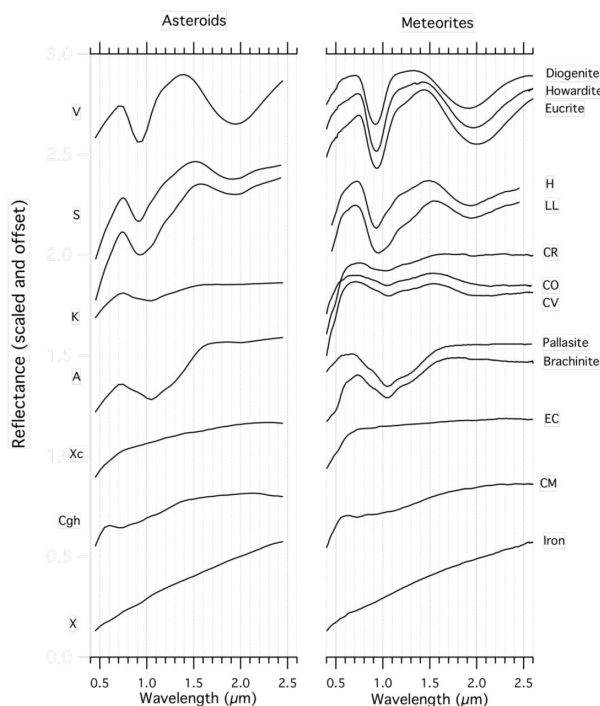
### A. Scientific Context

Reflectance spectroscopy can provide information on the physical and chemical properties of surfaces of small bodies and planetary systems. This technique is currently used to classify asteroids according to the shape of their reflectance spectrum between 450 and 2450 nm, called the asteroid taxonomy [1,2]. Ground-based instruments and onboard space missions, such as New Horizons, which crossed Pluto's system [3], or Rosetta, who has orbited around the comet 67P/Churyumov–Gerasimenko for several years [4], have provided useful spectral data from asteroids, comets, and planetary surfaces. As reflectance spectroscopy, especially with hyperspectral imaging, is a powerful investigative tool, this technique will continue to be widely used and much data is yet to come. The limits of this technique depend on the instrument spectral resolution, detector sensitivity, and on both surface illumination and albedo. Many solar-system surfaces, particularly primitive objects such as C- or D-type asteroids or comet nuclei, are extremely dark, presenting an albedo of

a few percent in the visible, as shown by the spectra of the comet nucleus 67P/Churyumov–Gerasimenko taken by the VIRTIS instrument onboard Rosetta [5]. For all reflectance spectroscopy measurements, ground-based or onboard, the geometric configuration of the system is a major parameter to be taken into account for the analysis of the spectra. The reflectance of a surface generally depends on the geometry, thus presenting different spectral behaviors at different angles of illumination, observation, or azimuth, as shown by numerous previous studies [6–8].

Laboratory measurements of meteorite samples or other planetary analogs are essential for simulating spectra acquired on the surfaces of small bodies, such as for matching asteroid spectra (see Fig. 1). In addition, the study of the bidirectional reflectance distribution function (BRDF) of meteorites can provide information on the surface texture, as has been demonstrated with the variations of the red slope of metallic meteorite spectra with different surface roughness [10].

Since these samples are quite precious and often exhibit less than 20% reflectance [11], laboratory instruments must be



**Fig. 1.** Comparison between reflectance spectra of main belt asteroids and meteorites. Figure taken from [9].

capable of performing reflectance spectroscopy with a few milligrams of material, while accurately detecting very small light intensities. In addition, since the exact angular configuration may be essential to simulate a spectrum, these instruments must allow a wide range of angular configurations.

## B. Objectives for SHADOWS

SHADOWS, standing for *Spectrophotometer with cHanging Angles for the Detection Of Weak Signals*, is especially designed to perform reflectance spectroscopy measurements of low albedo and precious samples, i.e., with small amounts of dark material. The performance target is to measure reflectances lower than 1% with less than a few mm<sup>3</sup> of material over most of the solar spectrum, 300 nm to 5 μm. We have also a particular interest in obtaining a high signal-to-noise ratio (SNR) in the 3–4 μm range for the detection of organic and water related features. SHADOWS should be also fast enough to measure densely sampled BRDFs of dark meteorite samples and terrestrial analogs.

SHADOWS is based on our current spectro-gonio radiometer, SpectroHotometer with variable INcidence and EMergence (SHINE) [12], but with a major difference in the illumination design. While SHINE sends a 200 mm wide collimated beam on the sample, SHADOWS focuses all the incident light into a spot of around 5 mm in diameter on the sample, thus considerably increasing the light flux density. Unlike SHINE where the detectors always see a homogeneously illuminated area, the SHADOWS illumination spot is always completely contained in the observation area. This reversed illumination-observation geometry should also allow accurate photometric measurements, but on small and low albedo samples. Like SHINE, SHADOWS offers a wide range of angular configurations, allowing an almost complete bidirectional coverage of reflectance measurements of

the sample, and thus enabling BRDF studies. The goniometer is installed in a cold room in order to acquire spectra at temperatures as low as  $-20^{\circ}\text{C}$ . A high-temperature static vacuum chamber and a cryogenic environmental cell integrated inside the goniometer are currently under development. Their goal is to offer a wide range of temperatures extending from  $-210^{\circ}\text{C}$  to  $400^{\circ}\text{C}$ . The designs of these chambers are derived from SHINE's current static vacuum chamber and cryogenic environmental cell, respectively called Serac [13] and CarboN-IR [14].

Finally, the control-acquisition software should be easy to use for visitors who are unfamiliar with reflectance measurements because the instrument is open as an European facility under the Europlanet program. The instrument must also be able to run several types of fully automated measurements to operate up to several days on long multi-angle spectral measurements (BRDF).

## C. Existing Instruments

Several goniometers are already in use for specific applications. Categories emerge, such as the goniometers designed to study the opposition effect at low phase angle, opposed to goniometers with wider angular flexibility, or instruments to study the reflectance *in situ* opposed to laboratory instruments.

The Reflectance Experiment Laboratory [15] currently located at the Johnson Space Center, Houston, has an angular range from  $0^{\circ}$  to  $60^{\circ}$  for the incidence and measurement angles. The unpolarized monochromatic light is generated by a monochromator and two cooled detectors, one for the visible and one for the infrared range, measures the reflected intensity. The nominal configuration of this goniometer allows measurements with a spectral sampling of 1 nm and a spectral resolution around 1 nm from 400 to 2700 nm.

The European Goniometric Facility [16] at the Institute for Remote Sensing Applications of the Joint Research Centre at Ispra, Italy, consists of two horizontal circular rails and two vertical arcs. Each arc is motorized and enables the positioning of the light source and the detector anywhere on a 2 m radius hemisphere. The light source and detectors can be changed according to the experiment needs.

The field goniometer system [17] is a transportable system made for *in situ* measurements. With one azimuth circular rail and one zenith arc, both with a 2 m radius, the goniometer allows a full  $360^{\circ}$  rotation, and can acquire reflectance measurements from 300 to 2450 nm.

The long-arm goniometer of the Jet Propulsion Laboratory in Pasadena [18] is especially designed to measure the opposition effect, with a minimum phase angle of  $0.05^{\circ}$ . The light source is a HeNe laser at 632 nm modulated by a chopper and a p-i-n diode catches the reflected light at the end of a movable arm. Two quarter-wave plates can be placed in the optical path to analyze the circular polarization of the reflected light.

SHINE [12] is the first spectro-gonio radiometer at the Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble (IPAG). Especially designed for icy and bright surfaces, it consists of two rotating arms to change the incidence and the emergence angles. SHADOWS is based on SHINE, and comparison between the two instruments will be developed in this paper.

The goniometer of the Bloomsburg University Goniometer Laboratory [19,20] is similar to SHINE and SHADOWS, with

its two rotating arms, allowing measurements from  $0^\circ$  to  $65^\circ$  in incidence,  $0^\circ$  to  $80^\circ$  in measurement, and from  $0^\circ$  to  $180^\circ$  in azimuth. The monochromatic light source is a quartz halogen lamp passing through interference filters, allowing measurements between 400 and 900 nm.

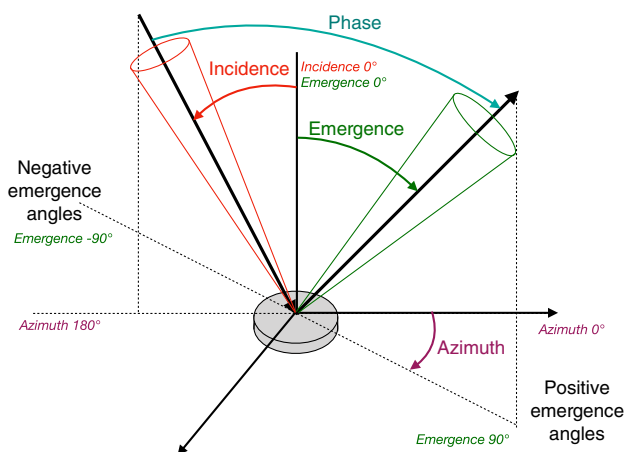
The Physikalisches Institute Radiometric Experiment (PHIRE) [21] in Berne can conduct bidirectional reflectance measurements with a wide angular range. The light source is a quartz tungsten halogen lamp and the created beam passes through color filters to select the wavelength from 450 to 1064 nm. Its successor PHIRE-2 [22] has been especially designed to increase the signal-to-noise ratio and to work at a sub-zero temperature. The light source is separated from the goniometer so it can be installed at room temperature and the goniometer alone is placed in a freezer.

The Finnish Geodetic Institute's field goniospectrometer [23] conducts *in situ* reflectance measurements using the sunlight as light source, from 350 to 2500 nm. Optics look down to the target through a mirror on the top of the measurement arm. The optical fibers, spectrometer, control computer, and all the electronics are contained in the casing on the ground.

The goniometer at the ONERA/DOTA at Toulouse, France [24,25], is designed to conduct bidirectional reflectance measurements in the laboratory and *in situ*. The light source is a quartz-halogen-tungsten lamp movable to correspond to an incidence angle between  $0^\circ$  and  $60^\circ$ . The measurement camera and spectrometer can rotate from  $0^\circ$  to  $60^\circ$  in emergence angle, and from  $0^\circ$  to  $180^\circ$  in azimuth. The instrument covers the spectral range from 420 to 950 nm.

## 2. PRESENTATION OF THE INSTRUMENT

The general design of SHADOWS is as follows. A monochromatic light is generated and scanned on an optical table and sent through a bundle of optical fibers to a mirror on the goniometer's illumination arm. The sample scatters the focused illumination beam and two detectors, located on the goniometer's observation arm, collect the light scattered in the UV-visible and infrared ranges. The different angles, incidence, emergence, and azimuth are explicated on Fig. 2 as they are



**Fig. 2.** Definition of the incidence, emergence, and azimuth angles used for the reflectance measurements.

defined for the goniometer. The choice to set the positive values of emergence angle around azimuth  $0^\circ$  and the negative values around azimuth  $180^\circ$  is arbitrary. Figure 3 presents a complete scheme of the optical path of the instrument.

While the optical table is placed in the laboratory at room temperature, the goniometer is installed in a cold room with the optical fibers connecting the two parts of the instrument passing through the wall of the cold room. It is thus possible to study ices and other samples at a temperature as low as  $-20^\circ\text{C}$ . The future cryogenic cell, and the vacuum chamber, will be placed in the center of the goniometer in place of the open sample holder.

### A. Optical Table

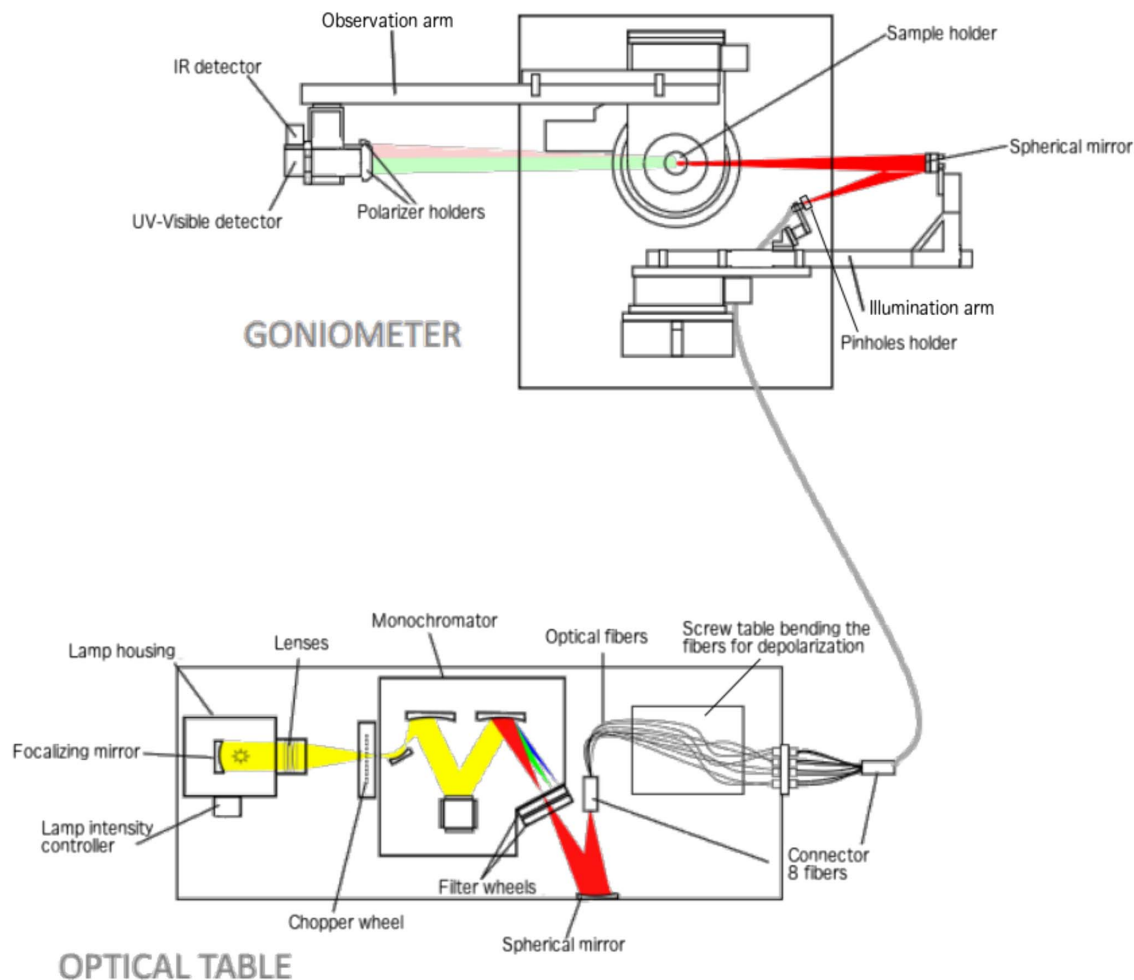
The light source is a 250 W quartz-tungsten-halogen commercial lamp (Oriol QTH 10-250W+OPS-Q250 power supply) placed in a housing equipped with a temperature-stabilized silicon photodiode controlling and stabilizing the light intensity output to better than 0.1% peak-to-peak over 24 h. The light is focused on the input slit of the monochromator with a homemade condenser (triplet of  $\text{CaF}_2$  lenses) that also transmits infrared radiation. Just before the slit, the light is modulated by a chopper wheel at a frequency of 413 Hz, far from any perturbation coming from the 50 Hz electrical network and its harmonics, and 100 Hz cold room lamps and its harmonics. A four-gratings monochromator (Oriol MS257) diffracts the incoming light and focuses it on the output slit using torus mirrors to remove any chromatic aberration. Both monochromator input and output slits are motorized and controlled by the software. The instrument can thus adjust the width of the slits during a spectral scan to maintain a relatively constant spectral resolution over the entire spectral range. Behind the output slit of the monochromator, two wheels holding the high-pass filters remove high-order reflections and stray light. The light exiting the monochromator is focused by a spherical mirror on a custom-made bundle of eight  $\text{ZrF}_4$  optical fibers (manufacturer: Le Verre Fluoré).

### B. Fibers

The eight optical fibers have two purposes: the first is to collect and transport in a flexible way the monochromatic light from the optical table to the illumination mirror of the goniometer, and the second is to depolarize the incoming light. Two bundles in series have been designed to achieve these goals.

In the first bundle, the 0.76 m long fibers are vertically aligned at one end, then separated to be individually connected to the second bundle. The alignment of the eight optical fibers matches the image of the monochromator slit by the spherical mirror (magnification of 0.5). Each of the eight fibers is then individually bent with a moderately strong curvature to induce more reflections at the core-clad interface, resulting in a strong depolarization of light. Achromatic depolarizers, such as the quartz wedge depolarizer [26], are not suitable for the instrument because their spectral range does not cover the full range of SHADOWS. The polarization of the incident light, and several other depolarizing options considered, are described in Section 5.C.4.

The fibers are individually connected to the 2 m long bundle, the output being arranged in a circle of 2 mm in



**Fig. 3.** Schematic view of SHADOWS, showing its two principal parts: the optical table where the monochromatic light is generated and the goniometer illuminating the sample and collecting the scattered light. The optical fiber bundle flexibly connects the two parts.

diameter. This stainless-steel sheathed bundle remains flexible at temperatures as low as  $-20^{\circ}\text{C}$ .

The fibers have a core diameter of  $600\ \mu\text{m}$ , which sets the maximum width of the output slit at  $1.2\ \text{mm}$  and, therefore, the largest spectral bandwidth for each monochromator grating (see Table 2).

### C. Illumination

The output of the fiber bundle is placed at the focal point of a spherical mirror, held by the illumination arm of the goniometer. With a diameter of  $50.8\ \text{mm}$  and a focal length of  $220\ \text{mm}$ , this mirror creates the image of the fibers on the sample (Fig. 4), resulting in a nadir illumination spot of  $5.2\ \text{mm}$  in diameter, with a convergence half-angle of  $2.9^{\circ}$ . This value defines the angular resolution of the illumination.

The size of the illumination spot can be reduced by using a set of pinholes placed in front of the fibers output with a two-axis translation stage for better adjustments. In this configuration, light coming from only one fiber can exit, resulting in an illumination spot of  $1.7\ \text{mm}$  by  $1.3\ \text{mm}$  (Fig. 4).

One of the fibers was partially broken during the installation of the goniometer and thus transmits less than 5% of the incoming light.



**Fig. 4.** Picture of the nominal illumination spot (left) and of the reduced illumination spot (right) of SHADOWS on a 2% Spectralon, seen from an emergence angle around  $40^{\circ}$ .

Due to a small part of the illumination being blocked by the translation stage, the reduced illumination spot tends to present an oval shape, rather than a perfect disc. For now, three pinholes are available,  $500$ ,  $600$ , and  $700\ \mu\text{m}$ , but the collection is to be extended in the future. Those three pinholes can let pass the light from at least one fiber, and it is possible using the translation stage to partially mask a fiber and select half of its output or let pass the light from more than one fiber. This reduces or increases the illumination spot (Table 1) as well as the signal-to-noise ratio.

**Table 1. Typical Size of the Reduced Illumination Spot Letting the Light from Only One Fiber Pass, and Maximum Size of the Spot Letting the Light from Several Fibers Pass, for the Three Pinholes Available for Now**

Pinhole ( $\mu\text{m}$ )	Illumination	
	Spot (1 Fiber)	Maximum Size
500	1.73 mm by 1.32 mm	2.33 mm by 1.31 mm
600	1.77 mm by 1.37 mm	2.50 mm by 1.64 mm
700	1.80 mm by 1.43 mm	2.80 mm by 1.94 mm

#### D. Observation

The radiance of the sample is measured by two mono-detectors, held by the observation arm of the goniometer. The visible wavelengths are covered by a silicon photodiode with a spectral response from 185 to 1200 nm, while the infrared wavelengths are covered by an InSb photovoltaic detector, cooled at 80K by a small cryocooler (Ricor K508), with a spectral response from 800 to 5200 nm. We designed a set of achromatic lens triplets in front of each detector to reduce the field of view to 20 mm diameter at the sample surface, and at a solid angle FWHM of  $4.1^\circ$ . This solid angle defines the nominal angular resolution of the observation but can be reduced with the use of diaphragms in front of the optics, resulting in an angular resolution of  $3.3^\circ$ ,  $2.5^\circ$ , or  $1.6^\circ$  according to the diaphragms in place. To optimize their transmission, the lenses are made of sapphire,  $\text{CaF}_2$ , and Suprasil, and are treated with  $\text{MgF}_2$  coating to reduce reflections. The transmission of each set of lenses is greater than 90% over the entire spectral range.

The observation area (20 mm at nadir) is generally larger than the sample (with a diameter of 7 mm for spectra under the nominal geometry of incidence  $0^\circ$  and emergence  $30^\circ$ , or 7 mm by 14 mm for BRDF measurements) and much larger than the illumination spot (5.2 mm, or less, at nadir), whatever the geometry of observation (incidence, emergence, azimuth angles), so as to guarantee the collection of all the photons reflected in the direction of the detectors. The lock-in amplifiers of the synchronous detection remove all unmodulated background light scattered by the sample and the sample holders, as well as direct and scattered thermal emission. They also automatically adjust their sensitivity based on the measured signal to optimize the signal-to-noise ratio over a wide range of signal and reflectance levels.

#### E. Goniometer

The rotation of the two arms of the goniometer is ensured by three rotation stages with stepper motors. The first two allow rotation in a common vertical plane of the illumination arm from  $0^\circ$  to  $90^\circ$ , and the observation from  $0^\circ$  to  $90^\circ$  on each side to the normal to the surface, while the latter one provides a horizontal rotation of  $0^\circ$ – $180^\circ$  of the observation arm to change the relative azimuth between illumination and observation. The angular resolution of the stepper motors is  $0.001^\circ$ .

The torque of the motors is 60 Nm for the emergence and azimuth displacement, and 35 Nm for the incidence arm, which is sufficient to support respectively the mass of the detectors and the illumination mirror. 3D modeling of the goniometer on SolidWorks and CATIA indicates that the mechanical deformations due to the elasticity of the materials are maximal when the

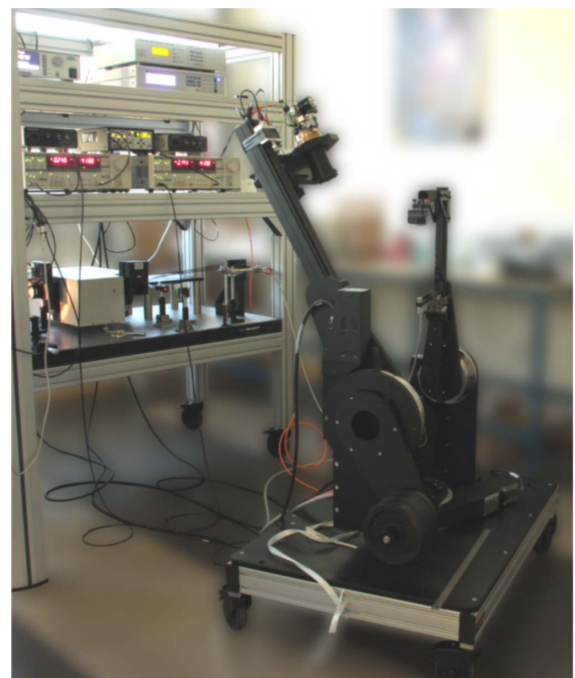
arms are close to the horizontal. The displacement induced for the illumination spot at the surface of the sample can reach 0.028 mm, and up to 0.121 mm for the center of the observation area. These offsets are negligible compared to the diameter of the illumination spot and the observation zone ( $<0.6\%$ ).

The whole structure is anodized in black (Fig. 5); however, according to the measurements we made with our SHINE spectro-gonio radiometer, this anodization does not significantly absorb the near-infrared wavelengths between 0.7 and  $2.75 \mu\text{m}$ , and has strong specular reflections. So we decided to cover both arms with a black paint (Peinture Noire Mate RAL9005, Castorama) with a diffuse reflectance measured between 5% and 10.1% over the entire spectral range of the instrument. This paint strongly limits the possible parasitic reflections on the arms that can reach the detectors.

#### F. Diffuse Transmission

A diffuse transmission mode, which does not require modification of the setup, has been added. The arms are initially placed in a horizontal position, as shown in Fig. 6. The sample is placed vertically at the focal point of illumination.

As for reflectance measurements, the illumination is focused on the sample with a half-angle of  $2.9^\circ$  and the detectors collect the transmitted light (after partial scattering in the sample) from an area of 20 mm in diameter on the sample and in a half-angle of  $2.05^\circ$ . Simple diffuse transmission spectra can be measured with both incident and emergence arms fixed at  $90^\circ$  (incidence and emergence angles equal to  $0^\circ$ ), but a complete characterization of the angular distribution of light



**Fig. 5.** Two main parts of SHADOWS: the optical table where the monochromatic incident light is generated and the goniometer with its two arms holding the optical fiber bundle and a mirror for the illumination of the sample (rear arm) and two detectors for the collection of reflected light (front arm). The instrumentation rack also contains the power and source stabilization, control of three rotation stages, detector amplifiers, and lock-in amplifiers. The total height of the goniometer is 170 cm.





**Fig. 6.** SHADOWS goniometer in transmission mode. The sample is at the focal point of illumination.

scattered and transmitted by the sample can be performed by changing the emergence angle (up to  $85^\circ$  from the normal of the surface in the vertical plane). It is possible to explore in the horizontal planes at each emergence angle using the “azimuthal motor.” Finally, it is also possible to vary the angle of incidence on the sample (up to  $75^\circ$ ).

Measurements of transmission of non-diffusing materials are also possible. However, the detector, 750 mm away from the sample, collects only part of the transmitted light in its acceptance angle. This may induce some photometric error in the transmission of thick crystals due to the refraction of the incident beam over a significant distance within the sample, which did not occur for the reference “white” measurements without sample. Thin samples will be preferred for transmission measurements with SHADOWS.

Since, in this case, the light is sent directly to the detectors, the measured intensity is much higher than in reflection mode. It is thus possible to reach spectral resolutions of less than 1 nm by reducing the slit widths of the monochromator.

### G. Software

A home-made control-acquisition software has been developed to control SHADOWS’ instruments and define and calibrate the different types of measurements. This program fully controls the monochromator, goniometer, and lock-in amplifiers as well as some parameters of the future environment cells. The software can automatically calibrate, during acquisition, the raw measurements using reference spectra and then calculate the reflectance of the sample. It takes into account certain corrections related to the illumination-observation geometry, such as the modification of the size of the observation area with increasing emergence angle and the spatial response of both detectors (explicated in Section 5.B), and performs the photometric calibration using previously measured BRDFs of the Spectralon and Infragold reference targets [27]. The photometric calibration used by the program is displayed by Eq. (1). The reference measurements are acquired at an incidence angle of  $0^\circ$ , an emergence angle of  $30^\circ$ , and an azimuth angle of  $0^\circ$ :

$$R_{\text{sample}}^{(\lambda, \theta_i, \theta_e, \theta_z)} = \frac{S_{\text{sample}}^{(\lambda, \theta_i, \theta_e, \theta_z)} \cos(30^\circ)}{S_{\text{reference}}^{(\lambda, 0^\circ, 30^\circ, 0^\circ)} \cos \theta_e} R_{\text{reference}}^{(\lambda, 0^\circ, 30^\circ, 0^\circ)}, \quad (1)$$

where  $R_{\text{sample}}^{(\lambda, \theta_i, \theta_e, \theta_z)}$  is the calculated bidirectional reflectance of the sample at wavelength  $\lambda$ , incidence angle  $\theta_i$ , emergence angle  $\theta_e$ , and azimuth angle  $\theta_z$ ;  $S_{\text{sample}}^{(\lambda, \theta_i, \theta_e, \theta_z)}$  is the raw signal measured at  $\lambda$ ,  $\theta_i$ ,  $\theta_e$ , and  $\theta_z$  on the sample;  $S_{\text{reference}}^{(\lambda, 0^\circ, 30^\circ, 0^\circ)}$  is the raw signal measured at wavelength  $\lambda$ , incidence angle  $\theta_{ir} = 0^\circ$ , emergence angle  $\theta_{er} = 30^\circ$ , and azimuth angle  $\theta_{zr} = 0^\circ$  on the reference target; and  $R_{\text{reference}}^{(\lambda, 0^\circ, 30^\circ, 0^\circ)}$  is the calibrated reflectance of the reference target at  $\lambda$ ,  $\theta_{ir} = 0^\circ$ ,  $\theta_{er} = 30^\circ$ , and  $\theta_{zr} = 0^\circ$ . The Spectralon and Infragold targets are used as references.

### 1. Options for Flexible Definition of Parameters

The software makes it possible to flexibly define the measurement wavelengths either on a single continuous spectral range, or by using several discrete ranges or even a discrete list of wavelengths. For each range or wavelength, the spectral resolution and the lower and upper limits of the SNR can be set. The same flexibility is found for defining the configuration of geometries where, for each of the angles of incidence, emergence and azimuth, one can define an entire range of angles, or only a series of specific geometries.

The monochromator holds four gratings to cover the entire spectral range of SHADOWS and eight high-pass filters to remove stray light from the monochromator. Spectral ranges of utilization of the filters are based on their different cutoff wavelengths and can be changed using the software in case of substitution. The wavelengths at which the monochromator changes the reflective grating can be set by the operator, but standard configurations are pre-registered in the software. These configurations select the wavelengths at which the monochromator changes the grating according to the flux, spectral resolution, or polarization of the light reflected by the gratings. Choice is given between the highest flux, the best spectral resolution, or the lowest polarization rate.

When preparing a BRDF measurement, the software analyzes the list of requested geometries and removes “blind geometries” where mechanical parts of the goniometer itself block either the illumination light or the reflected light. This happens at phase angles lower than  $5^\circ$  when the detectors are above the spherical illumination mirror, or in special configurations outside the principal plane when light can be blocked by the motors. To reduce the number of times the goniometer goes near a dangerous zone, the software tries to reduce the number of movements of the arms, and favors small movements. The software creates a list of angular configurations in a precise order according to the following rules:

- Negative to positive azimuths, increasing illumination angle, and increasing emergence angle.
- Back and forth order if possible: if, for example, the measurement arm goes from  $-70^\circ$  to  $70^\circ$  for one illumination configuration, the arm will go from  $70^\circ$  to  $-70^\circ$  for the next illumination angle. This rule also applies for the incidence arm in case of several azimuth angles.

The software also prevents the goniometer going into any configuration that could be dangerous, such as near the optical fibers, walls, or floor of the cold room, and crossing the two arms. The “safe zone” of the goniometer covers more than half of the hemisphere above the sample. The whole BRDF is

constructed by using the principal plane as an axis of symmetry for the scattering behavior of the sample.

For experiments requiring measurements with constant spectral resolution, an option allows SHADOWS to be set to a fixed value over the entire spectral range. The software drives the motorized slits of the monochromator to adjust their width to maintain the spectral resolution around the desired value.

Another option allows dynamic optimization of the signal-to-noise ratio between the minimum and maximum values set by adjusting the time constant of the lock-in amplifiers. Finally, when the time constant is set to a long value, greater than 1 s, another option optimizes the acquisition time of a complete spectrum by reducing the time constant to 100 ms at each change of wavelength, and switching it back to the value fixed by the operator when the monochromator is set and the signal stable at the desired wavelength for the measurement. This option drastically reduces the acquisition time, which is particularly useful for spectra over the entire spectral range, or for BRDFs.

## 2. Control of the Environmental Chambers

The software also offers several types of methods to define a series of acquisitions, including one allowing the control of the future cryogenic cell and vacuum chamber. For example,

the program can record the spectra of a sample placed in an environmental cell at a defined set of temperatures. After setting the temperature, the software monitors the temperature gauges of the cell until the sample's thermalization is complete, then starts the acquisition of a spectrum. At the end of the spectrum, the software sets the temperature controller at the next temperature in the series, waits for thermalization, starts a new spectrum, and so on. These series of temperature-dependent spectra allow the spectro-gonio radiometer to operate alone for several hours, or even days, without intervention of an operator. During an acquisition, the software registers the temperatures given by the temperature diodes in the cell, one placed near the heating resistor and the other on the sample holder, at each wavelength to get a monitoring over the duration of the spectrum, so around 40 min in the nominal configuration.

## 3. NOMINAL CONFIGURATION

The standard configuration set for SHADOWS enables measurements of reflectance as low as 1%. Most spectra are acquired using this configuration, but modifications can be made to adapt the goniometer to the surface or its environment.

**Table 2. Nominal Configuration of SHADOWS for Reflectance and Transmission Spectroscopy Measurements<sup>a</sup>**

Characteristics	Quantities
	<i>Spectral Range</i>
Nominal range	400–4700 nm
Low SNR ranges (factor of 100 lower)	300–400 nm and 4700–5000 nm
CO <sub>2</sub> absorption band	between 4200 and 4300 nm
For opposition effect	400–1700 nm
	<i>Lamp and lamp housing</i>
Intensity stabilizer	0.1% over 24 h
Chopper frequency	413 Hz
	<i>Monochromator</i>
Input and output slits	Height: 15 mm, width: from 4 μm to 2 mm
Gratings	1) 350–680 nm, 1200 lines/mm—Max resolution: 6.4 nm 2) 680–1400 nm, 600 lines/mm—Max resolution: 12.8 nm 3) 1400–3600 nm, 300 lines/mm—Max resolution: 25.8 nm 4) 3600–5000 nm, 150 lines/mm—Max resolution: 51.3 nm
Wavelength accuracy	Gratings 1 and 2: 0.2 nm, Grating 3: 0.4 nm, Grating 4: 0.6 nm
	<i>Bidirectional Reflectance</i>
Incidence angle	0°–75° (60° for bright samples) Resolution (solid angle of illumination): ±2.9° Minimum sampling: 0.001°
Emergence angle	0°–±85° Resolution: ±2.05° (options: 0.8°, 1.25°, 1.65° but lower SNR) Minimum sampling: 0.001°
Azimuth angle	0°–180° Resolution: ±2.05° (options: 0.8°, 1.25°, 1.65° but lower SNR) Minimum sampling: 0.001°
Phase angle	5°–160° For bright samples ≈8°–140° 5.2 mm (nadir) (option: 1.7 by 1.2 mm or less, but lower SNR)
Illumination spot size on sample	Diameter 20 mm (nadir)
Observation FOV on sample	
	<i>Transmission</i>
Incidence angle	0°–75° Resolution: ±2.9°
Emergence angle	0°–85° in both H and V planes (direct transmission at 0°) Resolution: ±2.05° (options: 0.8°, 1.25°, 1.65° but lower SNR) Minimum sampling 0.001°

<sup>a</sup>The minimum sampling of the incidence, emergence, and azimuth angles correspond to the smallest motion of the stepper motors. The angular resolutions correspond to the half solid angle of the illumination and observation cones.

The nominal configuration for SHADOWS for the two types of measurement, reflectance and transmission, is described in Table 2.

For spectral analysis only, at fixed geometry, the spectra are acquired at nadir illumination and with an observation angle of 30°, with the lock-in amplifiers set to a time constant of 300 ms. The spectral resolution can be fixed to 5 nm, but this value can be changed. In the nominal configurations, for spectra over the whole spectral range with a spectral sampling of 20 nm, the acquisition takes around 40 min. Changing the spectral sampling or the time constant modifies the acquisition time.

#### 4. SAMPLES LIMITATIONS

##### A. Texture of the Surface

The spectro-gonio radiometer has been designed to measure the reflectance of sub-centimetric samples with small grain sizes. Typically, more than 100 grains must be illuminated at the surface for the measurement to be statistically relevant, so to ensure a wide variety of incidence angles on their facets and thus average the first external reflection (individual specular contribution). With the full illumination spot of 5.2 mm in diameter, the maximum grain size is about 500  $\mu\text{m}$  or less for well crystalized samples. When using the pinhole that limits the illumination to one fiber, the maximum grain size is about 150  $\mu\text{m}$ .

##### B. Sample Size

The minimum size of the sample needed to obtain the maximum photometric accuracy is constrained by the illumination spot at the maximum incidence angle measured, the grain size, and the reflectance of the sample. This constraint can be simply expressed as follows: all the incident photons (or at least a very large fraction, depending on the desired photometric accuracy) are only scattered or absorbed by the sample materials. This means that no photon should interact with the sides or the bottom of the sample holder. The minimum size of the sample should thus take into account, at least empirically using the Hapke scattering model, the maximum scattering length of the photons in a sample with a given reflectance, grain size, and porosity linked to the grain size distribution.

For dark samples, typically with a reflectance less than 0.2 over the whole spectral range, the lateral internal scattering of the light is strongly limited. The size of the sample must then be from 0.5 to 5 mm larger than the illumination spot, depending on the size of the grains. The required sample size is at its minimum for the nadir illumination. Also, to avoid having any contribution of the sample holder to the reflected signal, the sample depth must be at least 10 grains diameters. As an example, for nadir illumination, a dark sample with a grain size inferior to 25  $\mu\text{m}$  and a 50% porosity can have a minimum diameter of 5.7 mm and be 0.25 mm thick. This is equivalent to a volume of 6.5  $\text{mm}^3$ . When reducing the illumination spot to the central fiber, the minimum sample diameter is reduced to 2 mm, and its volume to 0.8  $\text{mm}^3$ , so of the order of a milligram of material. For micrometer-sized granular samples, this amount can be again reduced to less than 0.1  $\text{mm}^3$ , so 100  $\mu\text{g}$  while keeping the photometric accuracy. For a BRDF study of the sample, with varying incidence angles, only the size of the sample along the principal axis is to be adapted to the

maximum incidence angle measured. The minimum volume is so increased by a factor of  $1/\cos \theta_{i \max}$ . For example, for a maximum illumination angle of 60°, the previous dark sample is to be contained in a rectangular sample holder of at least 5.7 mm by 11 mm wide, and 0.25 mm deep. The minimum needed volume is then 16  $\text{mm}^3$ .

##### C. Bright Samples

Due to multiple diffusions inside the sample, the path length of the light is longer for a bright sample, compared to a dark one. Bright samples require wider margins around the illumination spot and greater thickness, both typically 100 times the grain size for a reflectance higher than 0.7. For example, for a maximum illumination angle of 60°, the sample holder for a bright sample with 25  $\mu\text{m}$  grain size should be at least 10.2 mm by 15.5 mm wide and 2.5 mm deep. This is equivalent to a volume of 400  $\text{mm}^3$ .

#### 5. REFLECTANCE CALIBRATIONS ON REFERENCE TARGETS

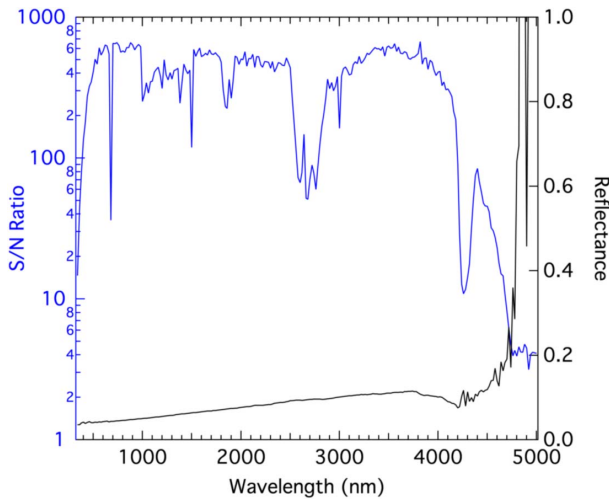
##### A. Signal-to-Noise Ratio and Reproducibility

The synchronous detection method using lock-in amplifiers removes the parasitic contributions of light and thermal backgrounds, and the InSb infrared detector is cryocooled at 80K to reduce its internal noise. But signal variations can come from the goniometer itself, as the use of 5 m long coaxial cables can alter the signal, and from the sensitivity and time constant of the signal detection. The control software adjusts the sensitivity at each wavelength to ensure the best measurement and signal-to-noise ratio, and the time constant of the lock-in amplifiers is set before the acquisition by the operator. An optional routine in the control software adjusts the time constant during the acquisition to keep the signal-to-noise ratio between two fixed values.

During an acquisition, at each wavelength, the control software records 10 measurements of the signal, separated by a time lapse corresponding to the time constant of the lock-in amplifiers. The average value of these 10 measurements is taken as the measured signal at this wavelength, and its standard deviation is taken as the detection error. The number of measurements for the average, and the time constant, can be changed by the operator. Figure 7 represents the signal-to-noise ratio taken over 50 reflectance spectra of the Spectralon 5%.

Before 350 nm and after 4500 nm, the transmission of the optical fibers decreases radically, inducing a decrease of the signal-to-noise ratio. On spectra of very dark surfaces, the increase of reflectance at the end of the spectrum is an artefact due to a small bias on very low signals. The only way to reduce this bias is to increase the lamp intensity and so the amount of light traveling through the system.

The stabilization of the illumination lamp and the synchronous detection ensure a good reproducibility of the signal over time. But during long-time series of acquisitions, mostly over a couple of days, spectral variations can occur as reflectance peaks or absorption bands around 2700 nm and 4300 nm, respectively, due to H<sub>2</sub>O vapor and CO<sub>2</sub> gas. Indeed, the modulated light travels more than 300 cm through open air, first between the chopper and the entrance of the optical fiber bundle, where multiple reflections and the diffraction inside the monochromator



**Fig. 7.** Reflectance spectrum of the Spectralon 5% (black) and the associated signal-to-noise ratio (blue), represented by the measured reflectance averaged over 50 spectra of the Spectralon 5% and divided by the standard deviation. The spectra were acquired with a nadir illumination and an observation angle of 30° and in the nominal configuration of 10 measurements at each wavelength with a time constant of 300 ms.

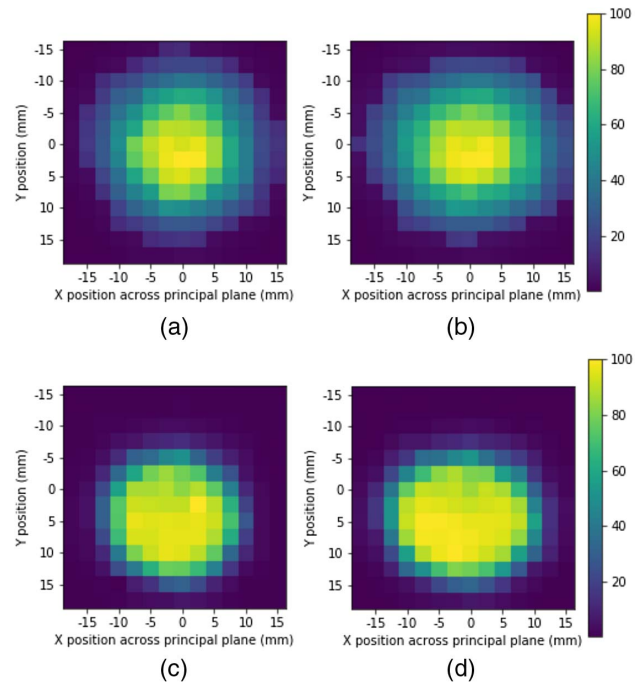
increase the length of the light path, and then between the fiber output and the detector in the goniometer itself. So in these spectral ranges the composition of the air (water vapor and CO<sub>2</sub>) in the cold chamber impacts the photometry caught by the detectors. Contents of water vapor and CO<sub>2</sub> in the atmosphere can vary in time according to the external humidity and also to the number of people around the goniometer. Their effects on the spectra can be compensated by regular measurements of reference targets.

**B. Homogeneity of the Observation**

Due to its size, the illumination spot is always contained in the observation area of the two detectors, whatever the geometry. The size of the illumination spot depends on the angle of illumination with a cosine relation. The observation zone corresponds for each detector to a 20 mm wide disk around the sample, at nadir observation. The observation zone becomes an ellipse at larger observation angle. To visualize the real observation zones of the detectors, a series of acquisitions has been performed using the reduced illumination spot. The spot is moved on the surface using the position screws on the mirror holder and the reflected light is caught by the two detectors at two different observation angles, 0° and 30°. The wavelength is set at 900 nm for the visible detector then at 1100 nm for the infrared detector. Measurements are acquired every 2.5 mm on a 35 mm by 35 mm grid (Fig. 8).

Table 3 describes the spatial response of the detectors according to the emergence angle.

At nadir illumination, the size of the illumination spot is 5.2 mm in diameter. This spot gets an oval shape with the size of its semi-major axis increasing with the cosine of the incidence angle. At an incidence angle of 30°, the semi-major axis of the spot gets to 6 mm, and to 10.4 mm at an incidence angle of 60°. For an incidence angle of lower than 60° and for an observation in the principal plane, the illumination spot is



**Fig. 8.** Homogeneity maps of the response of the two detectors, visible (top) and infrared (bottom) at nadir observation (left) and an observation angle of 30° (right). Each pixel corresponds to a measurement. The left and top scales are in millimeters. The color scale represents the relative intensity measured for each detector. (a) Relative response of the visible detector at nadir observation (0°). (b) Relative response of the visible detector at an observation angle of 30°. (c) Relative response of the infrared detector at nadir observation (0°). (d) Relative response of the infrared detector at an observation angle of 30°.

**Table 3. Size of the Response Zones of the Two Detectors at Several Observation Angles**

Detector	Response > 90%	Response > 80%
Visible (nadir)	Diameter 10 mm	Diameter 15 mm
Infrared (nadir)	Diameter 15 mm	Diameter 17 mm
Visible (30°)	Ellipse 12 by 10 mm	Ellipse 15 by 12 mm
Infrared (30°)	Ellipse 20 by 15 mm	Ellipse 22 by 17 mm

always contained in the observation areas with over 90% relative intensity, for both detectors. At wider illumination angles, the size of the spot exceeds the size of the sensitive observation areas and corrections have to be taken into account in the measurement of the reflected intensity.

Outside the principal plane, the observation ellipses cross the illumination spot, until the semi-major axis of the observation ellipses gets perpendicular to the semi-major axis of the illumination spot at an azimuth of 90°. For illumination angles lower than 60°, the illumination spot is still contained in the sensitive observation areas, even at an azimuth angle of 90°. At wider illumination angles, the illumination spot is larger than the semi-minor axis of the observation areas. The program calculates the proportion of the illumination spot contained in the field of view of the detectors and extrapolates the measured signal to the full illumination.

### C. Sources of Photometric Errors

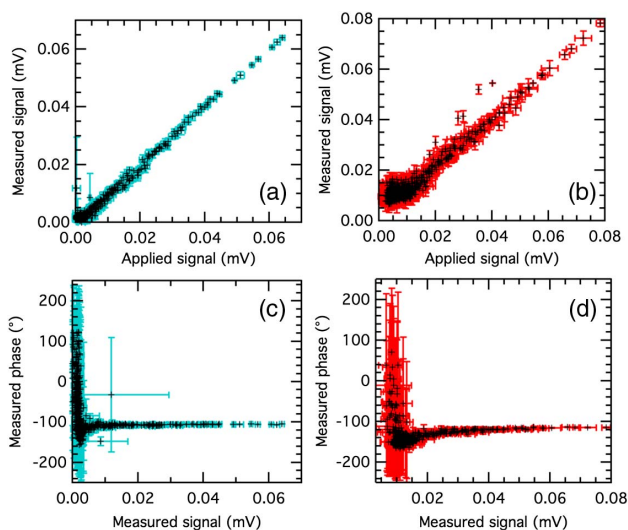
#### 1. Loss of Signal and Stray Light

With dark samples, the intensity of light reflected by the surface is only a few percent of the total incident flux. As the detectors only collect the monochromatic light reflected in a small solid angle ( $\sim 0.06\%$  of the hemisphere), they must be able to accurately measure very weak signals. Stray light coming from the monochromator can induce an offset, the detectors may be out of their linear response zone and the lock-in amplifiers may lose the modulation of very weak signals embedded in the thermal and light backgrounds. We ran tests to determine the non-linear response zone of the detectors as well as the limit of detections of the lock-in amplifiers. The results are displayed in Fig. 9.

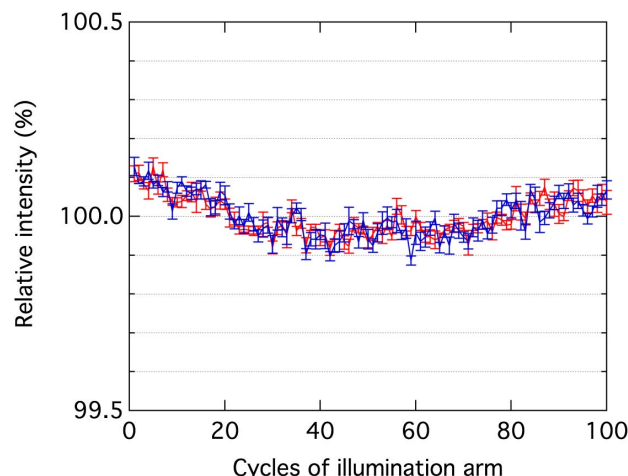
At very low signal level the instability of the phase measurement indicates a loss of the modulated signal by the lock-in amplifiers. No precise photometric measurements can be made if the lock-in amplifiers have lost the signal, and a signal offset usually results, as is clearly seen for the infrared channel in Fig. 9. To ensure accurate measurements, the detector amplifiers and the incident light level must be set so that the measured intensity is higher than the “loss of signal” threshold over most of the spectrum. On the other side, our measurements show that for all levels of signal, we are in the linear response zone of the detectors (Fig. 9).

#### 2. Fibers Curvature

Changing the position of the illumination arm, i.e., the angle of incidence, induces a change in curvature of the fibers. These movements can induce variations in the flux at the exit of the fibers and therefore non-reproducible and hysteresis effects on the photometry. A series of 100 movements from  $0^\circ$  to  $60^\circ$  and back was imposed on the illumination arm and the reflectance of a Spectralon target was measured at each incidence angle at a constant emergence of  $-30^\circ$ . The cycles were separated by a waiting time of 2 min, spreading the measurements over more than 5 h. The results are presented in Fig. 10.



**Fig. 9.** Measured signal and phase for the two detectors at low signal. (a) Measured signal for the visible detector. (b) Measured signal for the infrared detector. (c) Measured phase for the visible detector. (d) Measured phase for the infrared detector.



**Fig. 10.** Variations of intensity due to the change of the illumination angle between  $0^\circ$  (blue) and  $60^\circ$  (red), inducing repetitive variations in the curvature of the fiber bundle. The measures have been normalized by the average value of the whole series. The general derive of the intensity corresponds to the quartz-halogen lamp outside of the chamber and so is dependent on the thermal variations in the laboratory. Note that the whole range of the  $y$ -axis covers only 1%.

A faint non-reproducibility with maximum relative variations of 0.21% at  $0^\circ$  and 0.24% at  $60^\circ$  is observed. The variation of signal due to the non-reproducibility of the position of the arm has been measured to less than 0.1%. The intensity of the lamp fluctuates over several hours, but the variations have been proved to be lower than 0.1%. The variation of intensity observed in Fig. 10 is due to the slow fluctuation of the temperature in the lab stabilized at  $20^\circ\text{C}$ .

Whatever the illumination angle is, the fiber bundle is never in contact with the goniometer or any other parts that could block the free movement of the bundle.

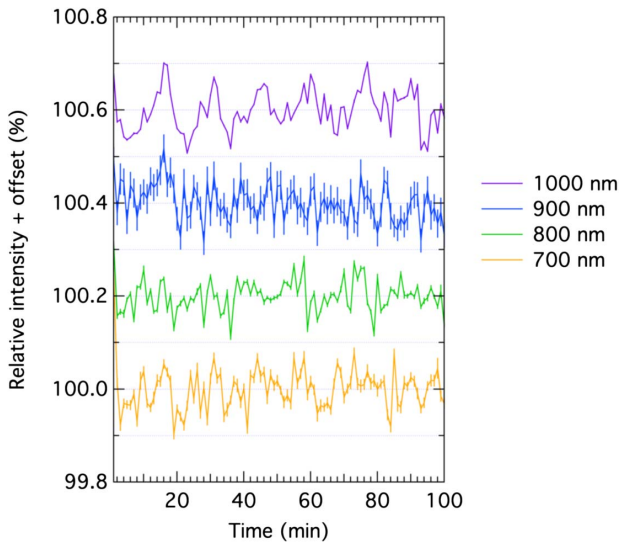
#### 3. Temperature Variations

The spectral response of the visible Si photodiode is temperature dependent and can induce photometric errors. During a cooling cycle of the cold chamber, its temperature varies by  $3^\circ\text{C}$  over about 15 min. Figure 11 shows the photometric variations of the silicium detector at different wavelengths.

The maximum variations occur at 1000 nm and represent 0.15% of the signal, so a variation of  $0.05\%/^\circ\text{C}$ . The constructor specifications of this detector declare increasing sensitivity to temperature with increasing wavelength with maximum variations of  $0.6\%/^\circ\text{C}$  at 1000 nm. The mechanical parts and optics surrounding the detector add thermal inertia and so reduce the photometric errors due to temperature variations of the ambient air. The InSb infrared detector is insensible to these variations thanks to its cryocooler.

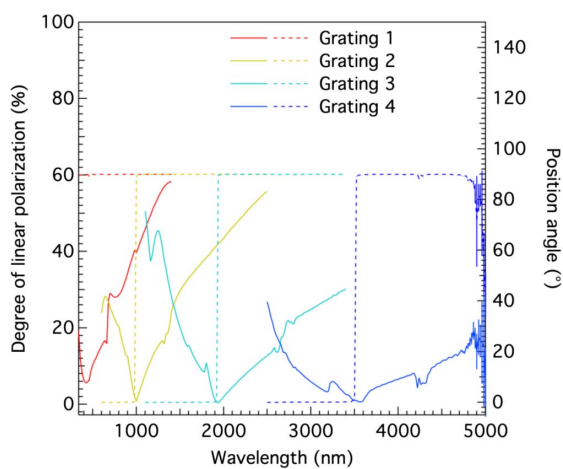
#### 4. Polarization of the Illumination

The first purpose of SHADOWS is to compare laboratory reflectance spectra with *in situ* spectra of comets and asteroids, where the incident light is the sunlight, completely depolarized. Meteorites, terrestrial analogs, or any artificial surfaces can present different reflectance behaviors according to the state of polarization of the incident light [28]. The incident light



**Fig. 11.** Photometric variations of the Si visible detector acquired during around 100 min, so six thermalization cycles of the cold room (maximum temperature fluctuation: 3°C). Offset for clarity.

of SHADOWS is partially polarized due to multiple reflections inside the monochromator and to the natural polarization rate of the halogen lamp around 7%. But to remove any polarization effect on the measurements, the incident light has to be completely depolarized. The goal is to obtain a degree of linear polarization at the output of the fibers less than 0.1% over the whole spectral range to remove any small photometric variations due to the polarization of the incident light. This may be achieved by force-bending the optical fibers to force light refraction at the core-clad interface and so mix the different polarizations, as described in Section 2.B. Figure 12 represents the degree of linear polarization of the incident light for the four gratings of the monochromator without any constraints on the fibers. The measurements were made in transmission mode by vertically placing a grid polarizer on the sample holder



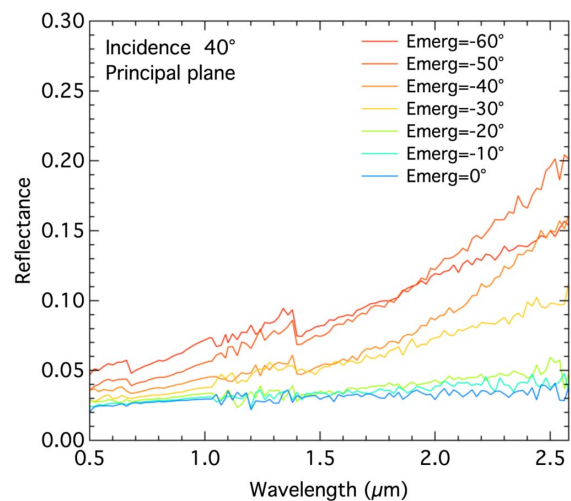
**Fig. 12.** Degree of linear polarization (solid lines) and position angle (dotted lines) of the incident light for the four gratings of the monochromator. The 0° of the polarizer was set parallel to the principal plane. The wavelengths at which we set the change of the monochromator gratings correspond to the intersections of the solid lines.

and adjusted in height in order to make the illumination light pass through the polarizer. Spectra were acquired for four different angles of the polarizers, 0°, 45°, 90°, and 135°, in order to calculate the Stokes parameters Q, U, and I and so deduce the degree of linear polarization as well of the position angle of the light [29]. This calculation is registered in a polarimetry routine in the software and is not described in this paper.

Dependence of the illumination polarization has been seen on the reflectance spectra as positive or negative offsets at wavelengths at which the monochromator changes the grating (with a change of position angle from 90° to 0°), as well as the modification of the slope of the continuum (see Fig. 13). The grains of the sample can present different scattering behaviors for both polarizations, parallel and perpendicular to the scattering plane, usually called *P* and *S* polarizations. The polarization of the light scattered by each grating of the monochromator is polarized perpendicular to the principal plane of the goniometer, the 0° of the polarizer, so *S* polarized. With increasing wavelength, the degree of linear polarization decreases until it reaches a minimum where the angle of polarization turns to 90° and becomes perpendicular to the principal plane, so *P* polarized. The degree of linear polarization then increases until the ultimate wavelength possible for the grating.

The modification of the slope of the continuum on the spectra is due to the variations of the degree of linear polarization. In addition, at each wavelength at which the monochromator changes the grating, the position angle passes from 90° to 0°, and creates offsets at these wavelengths on the reflectance spectra.

A first attempt of depolarization with the optical fibers under constraints (small curvature radius) turned out to be inefficient on the light from the monochromator focused on the fibers input, but removed almost 93% of the polarization of a fully polarized collimated 531.9 nm laser. After defocusing the injection of the light from the monochromator into the fibers, the degree of linear polarization at the position of the sample was measured with a maximum value of 2% and an average



**Fig. 13.** Reflectance spectra of a black paint for several backscattering geometries. The effect of the incident polarization can be seen on four spectra as negative offsets at 0.68 and 1.4 μm, with modification of the spectral slope.

value of 1.3% over the whole spectral range. But this solution implies to lose roughly 90% of the light at the injection.

The difference between the significant depolarization of the laser and the inefficiency with the output of the monochromator is thought to come from the amount of excited modes into the fibers. The laser being collimated with one degree of linear polarization, a small amount of modes is excited in the fibers when the light is injected. Constraints on the fibers will mix the light and depolarize it. But the partially polarized light getting out of the monochromator is focused on the fibers, so injected in a solid angle with a numerical aperture of 0.23. A lot of modes are already excited at the entrance of the fibers, and thus constraints on the fibers cannot mix the light more, resulting only in light losses.

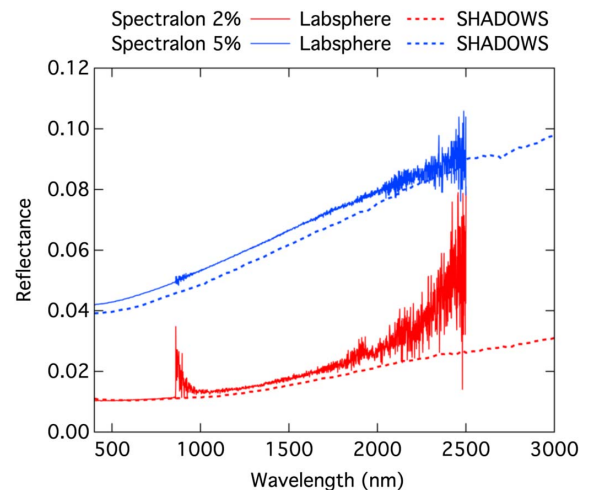
To reach the goal of 0.1% over the whole spectral range, modifications have to be done to reduce the solid angle of injection, in addition to the curvature constraints applied to the fibers. The variation of the photometry of surfaces due to the incident polarization seen on reflectance spectra shows that the depolarizing setup has to be set permanently on the instrument. The chosen solution must present the highest depolarization rate with the lowest light loss. Several options are considered, each with their pros and cons. Diffusers are generally good depolarizers, especially fast-rotating diffusers, but their transmission rates usually around 30% are too low for our setup. The same can be said about polarizers. Integrating the measurement over a full rotation of a fast-rotating polarizer removes the contribution of the input polarization, but making the light pass through a polarizer removes more than half the flux. It is also possible to reduce the angle of injection of the light on the input of the fibers using a set of achromatic lenses or mirrors. This solution can present the lowest absorption rate but can modify the size of the image of the output of the monochromator on the input of the fibers, and so lose some light at the injection. This solution can be selected if the impact on the size of the image at the input of the fibers does not imply a significant loss of light. The last solution would be to replace the multi-mode fibers under constraints by a bundle of octagonal fibers [30]. The capacity to scramble the light is higher than simple multi-mode fibers, and they are often used for high-precision spectrometers, such as the SpectroPolarimètre Infra-Rouge (SPIrou) [31] and the Canada-France-Hawaii telescope (CFHT), the Spectrographe pour l'Observation des PHénomènes des Intérieurs stellaires et des Exoplanètes (SOPHIE) [32,33] at the 1.93 m Observatoire Haute Provence (OHP) telescope, or the CTIO High-Resolution spectrometer (CHIRON) [34] at the 1.5 m telescope at the Cerro Tololo Inter-American Observatory (CTIO). The capacity of octagonal fibers to depolarize the light is to be tested with the optical table of SHADOWS.

The depolarization of the incident light is still a work in progress and compromises between the depolarization and the resulting light flux will be necessary.

## D. Cross Calibration

### 1. Reflectance Spectra of Calibration Targets

The calibrated reflectance of reference targets, such as Labsphere's Spectralons, can be used to calibrate the spectral photometry of the instrument, as long as the types of reflectance can be compared. However, Labsphere uses directional-hemispheric reflectance with an incidence angle of  $8^\circ$  (in an integrating sphere),



**Fig. 14.** Comparison between the calibrated directional-hemispheric spectra (illumination angle:  $8^\circ$ ) of the Spectralon 5% reflectance target (blue) and the Spectralon 2% reflectance target (red) (data provided by Labsphere: solid lines) and the corresponding spectra measured by SHADOWS (dotted lines) with nadir illumination and an observation angle of  $30^\circ$ .

while SHADOWS is a bidirectional reflectance goniometer, so differences in photometry may appear, as displayed in Fig. 14.

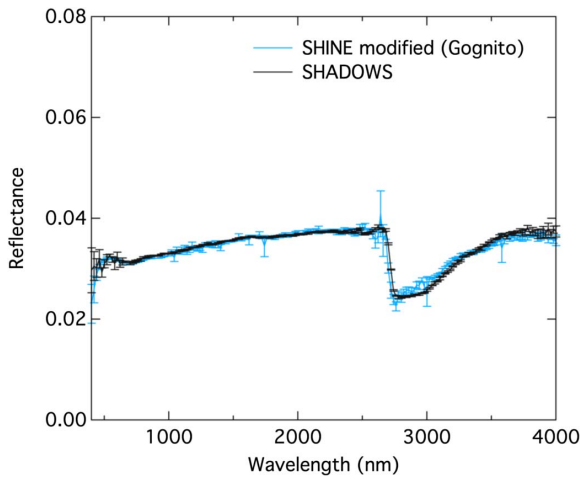
Reflectance spectra acquired with SHADOWS at  $i = 0^\circ$ ,  $e = 30^\circ$  tend to show a lower reflectance value compared to the calibrated data. This difference has several origins. First, SHADOWS measures bidirectional reflectance spectra and the non-Lambertian behavior of these targets should be taken into account.

Second, the calibration spectra provided by Labsphere are directional-hemispheric measurements ( $i = 8^\circ$ ) in an integrating sphere. Bonnefoy [27], using a full integration of BRDF measurements (on SHINE) of a Spectralon 99% reference target under the same illumination, showed that measurements in an integrating sphere overestimate by a few percent the true directional-hemispheric reflectance due to a lower contribution of the large angles in favor of the low phase angles with higher reflectance.

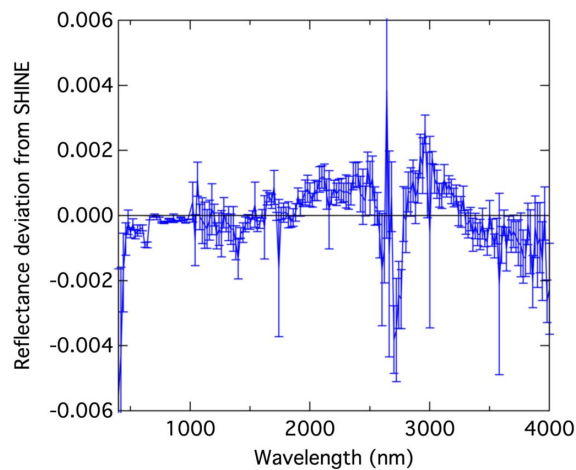
### 2. Cross Calibration with SHINE Spectro-Gonio Radiometer

SHINE was fully calibrated by Bonnefoy during his Ph.D., and the photometric calibration processes and results are described in [12,27]. SHINE is used as a reference to check the photometric accuracy and calibration of SHADOWS. For dark surfaces, SHINE can be modified to simulate the illumination of SHADOWS by installing a spherical mirror at the output of the fibers. This optical variant of SHINE, nicknamed Gognito, has been used as a proof of concept for SHADOWS and enables measurements of reflectance lower than 0.15. It results in a wider illumination spot, 6 mm in diameter, and a lower total light intensity than SHADOWS due to differences in size of the optical fibers and in lamp housing. Figure 15 shows a comparison between the spectra of the dark Mukundpura meteorite taken with SHADOWS and with the modified version of SHINE.

Using the same measurement method and exactly the same parameters with both instruments, the reflectance values are



**Fig. 15.** Comparison of reflectance spectra of the dark Mukundpur meteorite measured with SHADOWS (black) and the modified version of SHINE (blue) at incidence  $0^\circ$  and emergence  $30^\circ$ . The error bars are drawn on the spectra.

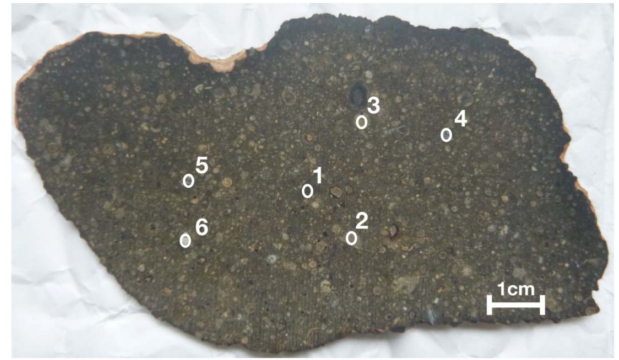


**Fig. 16.** Differences between the reflectance spectra measured by SHINE and SHADOWS on the Mukundpura meteorite.

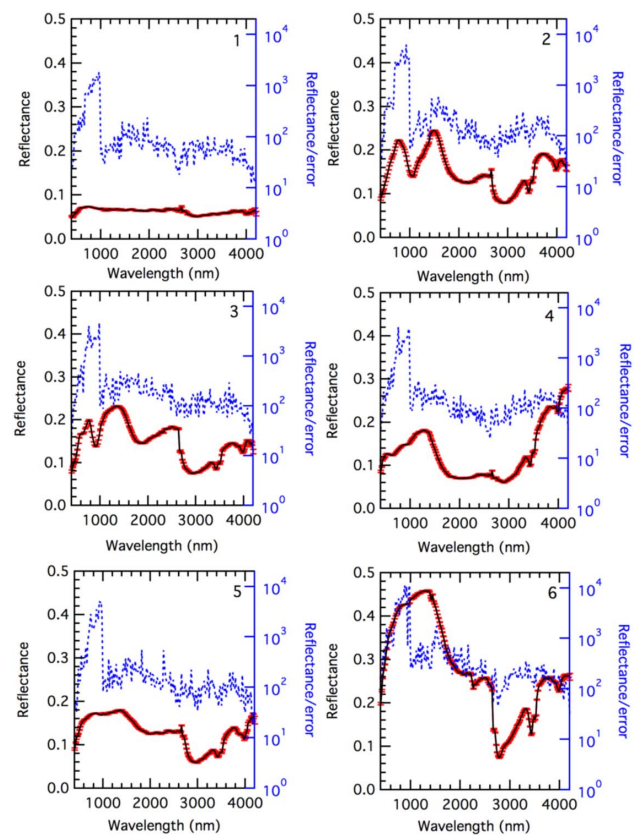
very similar for both goniometers, except in the water absorption band at  $2.8 \mu\text{m}$ , which is better defined in the SHADOWS spectrum. The differences between the reflectance spectra measured with SHADOWS and SHINE are displayed in Fig. 16. The higher difference zone around  $2.7 \mu\text{m}$  corresponds to the spectral range of atmospheric water absorption. Before  $500 \text{ nm}$  and after  $3500 \text{ nm}$ , the differences between the spectra are increased by the low signals. Outside these spectral ranges, the spectrum acquired with SHADOWS shows a deviation from the spectrum measured with SHINE less than  $0.1\%$ . The spikes and noise are mostly due to SHINE because of its lower SNR.

**E. Reduced Illumination**

The  $600 \mu\text{m}$  pinhole has been installed at the output of the fibers, and carefully aligned to block all the outgoing light except from one fiber, resulting in an illumination spot of  $1.7$  by  $1.3 \text{ mm}$ . Using this configuration, the reflectance spectra



**Fig. 17.** Picture of the CV meteorite annotated with the locations of the illumination spot for the six reflectance spectra. The size of the circles represents approximately the size of the illuminated area.



**Fig. 18.** Reflectance spectra of different inclusions in the CV meteorite using the  $600 \mu\text{m}$  pinhole. The spectra are drawn (black) with their error bars (red) and the signal-to-noise ratio is given by the reflectance divided by the associated error (blue).

of a heterogeneous carbonaceous Vigarano (CV) chondrite have been performed. Figure 17 shows the studied meteorite and the six illuminated zones for the reflectance spectra.

Figure 18 show the reflectance spectra of the six inclusions, and the detection signal-to-noise ratio, calculated with the reflectance divided by the associated error, for each measurement. Even for the darkest inclusion, with a mean reflectance around  $7\%$ , a signal-to-noise ratio close to  $100$  over most of the wavelength range is obtained.



These spectra were acquired with only one fiber, but all pinholes can be adjusted to let more than one fiber pass through. This results in a wider illumination spot, but also a higher flux and signal-to-noise ratio.

## F. Mechanical Adjustments

### 1. Illumination

The output of the fibers is installed on an XY translation stage, fixed to the illumination arm with an adaptable stage. The position of the fibers exit can then be adjusted in the three axes. The spherical mirror is held by a kinematic mount that can translate along the arm. Alignment and focusing of the illumination beam were performed using a small CMOS camera whose detector was centered in the center of the sample surface (intersection point of the illumination-observation rotation axis and azimuth rotation axis). The software that came with the camera was used to monitor the illumination spot. The illumination is considered to be Z-aligned when the spot is focused on the CMOS detector and its diameter matches the calculated value. XY alignment was performed by rotating the illumination arm from 0° to 80° and back while checking that the center of the illumination spot did not move on the surface.

### 2. Observation

Each detector, visible and infrared, can be adjusted to the focal point of their lens assembly by a screw. The adjustment of the detectors at the focal points then consists of optimizing the signal of the detectors. The detectors are considered as set when the measured signal reaches a plateau of maximum intensity, for any angle of observation and azimuth. The adjustment of the XY position of the center of the observation spot is made by three screws on each detector support. Alignment is optimized when measurements at an observation angle of 70° all return the same intensity value for different azimuth angles.

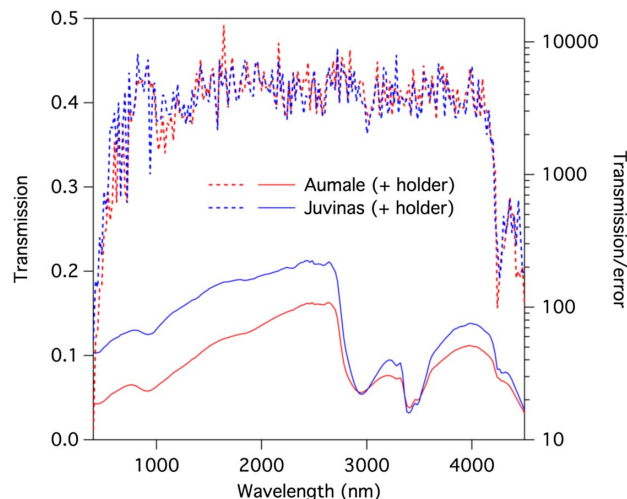
### 3. Sample Holder

The surface of the sample should be centered at the exact intersection of the rotation axes of the three angles—incidence, emergence, and azimuth. Height differences between the surface and the illumination-observation rotation axis can induce photometric errors at high illumination angles, since a poorly focused illumination spot on the sample can partially get out of the observation area. The sample holder is fixed with a screw on the goniometer and can be adjusted vertically with a precision greater than 0.5 mm. A height scale has been especially added to facilitate adjustment, which must be done for each sample or reference target.

## G. Transmission Mode

### 1. Performances

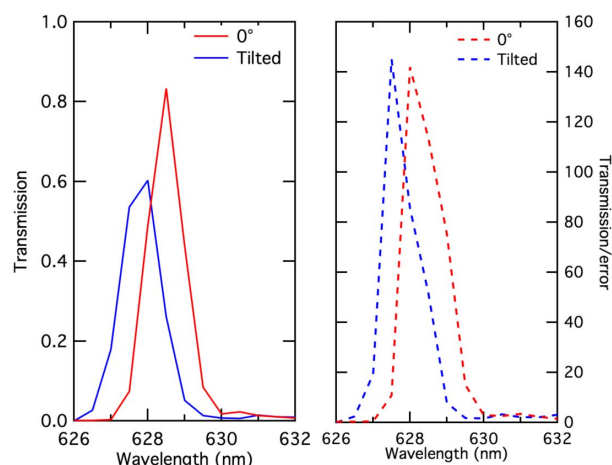
For diffuse transmission the detectors collect the light scattered through the sample. The intensity of scattered light escaping from the backside of the sample will strongly depend on the absorptivity and scattering efficiency of the material, on the thickness of the sample and on the observation angle relative to the illumination axis. Thus, the dynamic range of these measurements can be quite large, covering several orders of magnitude, in particular for weakly scattering samples with a strong signal in the illumination axis and very weak outside the illumination beam axis. However, given the high sensitivity of SHADOWS, it should be able to detect signal over 4–5



**Fig. 19.** Direct transmission spectra of two thin samples of the Juvinas and Aumale eucrite meteorites and associated SNR (ratio between the mean of 10 transmission measurements and 1-sigma standard deviation). The deep absorption features around 2900 nm and 3400 nm in the spectra come from the sample holder. As in the reflectance mode, the spectrum is sampled every 20 nm with a spectral resolution varying from 4.8 to 38.8 nm. The total measurement time per spectrum is 40 min.

orders of magnitude. In the purely transmissive mode, the light is sent directly to the detectors, passing through the sample. Due to the focus of the illumination beam on the sample the front lens of the detector collects only part (55%) of the diverging beam (2.9° half-angle). To analyze the performances on real samples, two thin slabs of eucrite meteorites, Juvinas and Aumale, were studied in transmission mode (Fig. 19).

The two meteorites show absorption bands around 950 and 1900 nm corresponding to pyroxene features [8], and absorption bands around 2900 and 3400 nm. These last two come from the resin of the sample holder and are used to test the performances of



**Fig. 20.** Direct transmission spectra and associated SNR of a band-pass filter at normal incidence to the surface and tilted by about 15°. Spectra were acquired with spectral steps of 0.5 nm and a spectral resolution fixed at 0.3 nm. The temperature is -5°C. The SNR corresponds to the ratio between the average of 10 transmission measurements and their 1-sigma standard deviation.

the instrument in the case of deep absorption bands. With a SNR oscillating around 4000, SHADOWS can easily measure transmission spectra over the 350–4500 nm range of highly absorbent samples, with a transmittance of less than a few percent.

Due to the high light flux sent directly to the detectors, the transmission mode allows measurements at spectral resolution of 1 nm or even lower. Figure 20 shows the transmission spectra of a bandpass filter, with normal illumination and the filter surface tilted by 15°.

2. Limitations

SHADOWS was not originally designed to measure transmission spectra and is not optimized for this kind of measurement. Due to the horizontal position of the arms and the light path in transmission mode, the sample must be placed vertically in the beam, which reduces the possible measurements to compact samples, such slabs, crystals, filters, etc. The transmission of powders cannot be studied with SHADOWS if they are not compacted into a pellet or a thin slab or contained in a transmission cell. Given the size of the illumination spot the samples must be wider than 6 mm, or 2 mm with the reduced illumination spot.

Due to the high direct flux in transmission mode, especially for the “blank” reference measurement (without sample), it is necessary to reduce the intensity of the monochromatic light to avoid saturation of the detectors. Either the power of the lamp can be reduced, or the monochromator slits can be closed (with the corresponding increase in spectral resolution). This needs to be adjusted in advance by ensuring that there will be no saturation when acquiring the entire spectrum.

6. BIDIRECTIONAL REFLECTANCE OF A CHALLENGING SURFACE

A. Reflectance Spectroscopy

To push the instrument to its limits, reflectance spectra of the extremely dark surface VANTABlack [35] were tried.

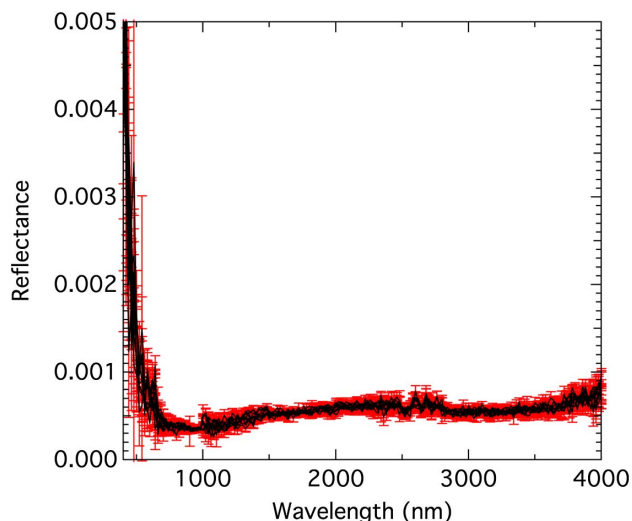


Fig. 21. Ten reflectance spectra (black) of the specular VANTABlack acquired with SHADOWS with a nadir incidence and an observation angle of 30°. The reflectance in the visible is 0.00035. The error bars (red) of each spectra are drawn. Note the reflectance scale between 0% and 0.5%.

The “specular VANTABlack” sample (Surrey NanoSystems VBS1004) available at IPAG is composed of carbon nanotubes grown on aluminum foil.

A series of 10 reflectance spectra was acquired with SHADOWS with a nadir incidence and an emergence angle of 30°. Due to the extreme absorbance of this material, the intensity of the light source has been increased from 150 μA, corresponding to a power of 180 W to 180 μA, so a power

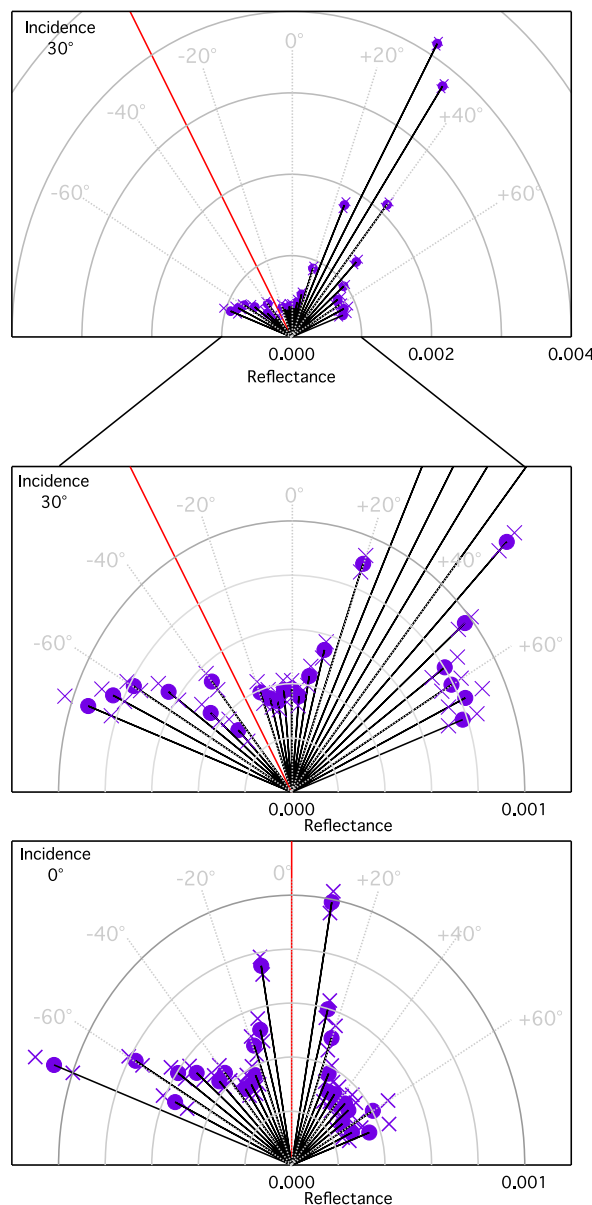


Fig. 22. BRDF at 1500 nm of the “specular VANTABlack” measured at nadir and 30° incidences. Reflected light is measured in steps of 5° at emergence angles of -70° to 70° with a minimum phase angle of 10° around the illumination. The illumination angle is represented by the red line. The purple dots are the measured reflectance and their ±1-sigma error are represented by the two crosses. The gray circles are the reflectance scale of this plot in polar emergence coordinates with the outer circle corresponding to a reflectance of only 0.1%. Reflectance up to 0.4% occurs in the specular peak (values for emergence angles between 25° and 40° are not shown).

of 220 W, and the time-constant of the lock-in amplifiers has been changed from 300 ms to 1 s. Spectra are shown in Fig. 21.

The increase of reflectance in the visible is an artefact due to the very weak signal and the offset generated under these conditions by the instability of the phase measured by the lock-in amplifier, as shown in Fig. 9. The error bars confirm the low signal-to-noise ratio in this part of the spectrum. With this geometry, the reflectance of the VANTABlack is about 0.05% with a minimum of 0.035% at 950 nm.

## B. Geometrical Dependencies

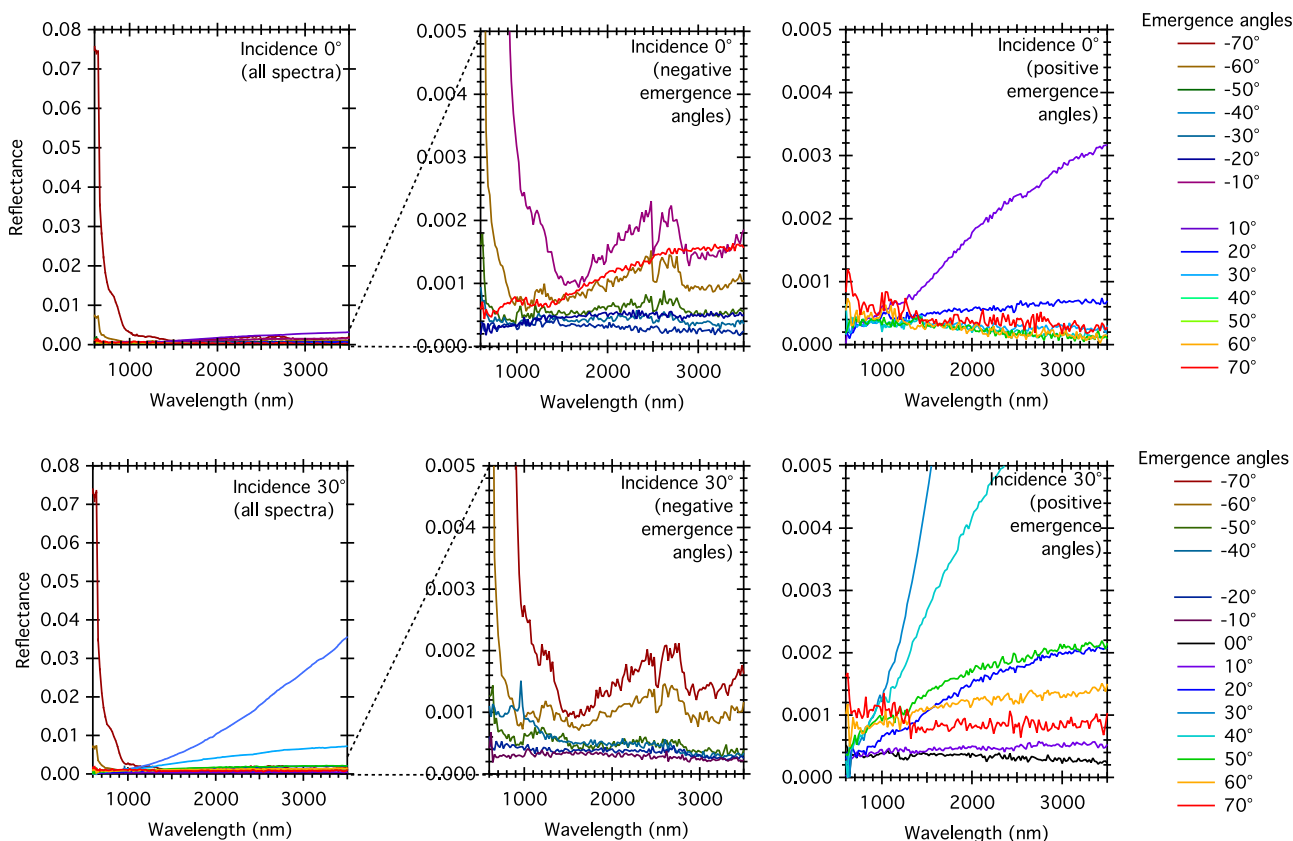
The VANTABlack, and other light-absorbing surfaces, are usually used as stray light absorbers. The BRDF of such surfaces is thus often needed for optical calculations of the remaining stray light contribution to the measured signal. We measured the spectral BRDF of the “specular VANTABlack” material at nadir incidence and at 30° incidence angle. The reflected light was measured at emergence angles from  $-70^\circ$  to  $70^\circ$  every  $5^\circ$ , except at the angle of illumination and  $\pm 10^\circ$  around due to the limitation in phase angle and the absence at that time of a baffle around the output of the fibers limiting the light to be directly sent into the detectors at phase angle  $5^\circ$ . Measurements before 600 nm and after 3500 nm were removed from the nominal spectral range because of the low light intensity in these ranges. With a time-constant of the lock-in amplifiers of 1 s, the acquisition of the whole set of spectra took roughly 3 days and nights.

Figure 22 presents the measured BRDF of the VANTABlack at 1500 nm, for two different incidence angles: nadir and  $30^\circ$ .

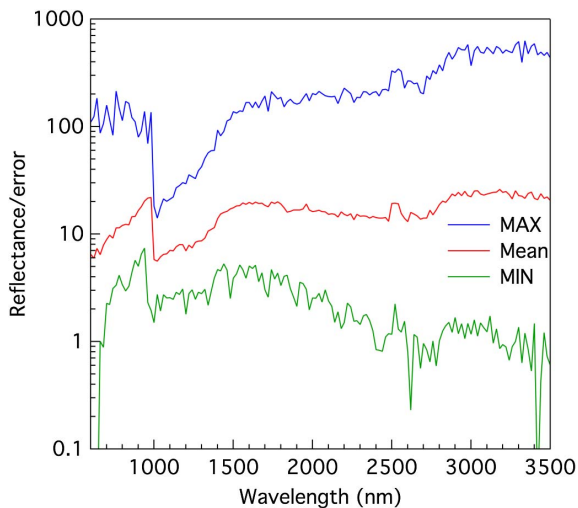
The specular reflectance peak is up to 0.4% at the displayed wavelength of 1500 nm. The asymmetrical shape of the BRDF at nadir illumination may be explained by the substrate being slightly folded or tilted (by  $2^\circ$ – $3^\circ$ ), dust particles out of the illumination area but scattering the light reflected by the VANTABlack, or a non-symmetrical structure of the surface.

The acquired reflectance spectra of the specular VANTABlack at incidences  $0^\circ$  and  $30^\circ$  are displayed in Fig. 23. The minimum, maximum, and mean values of the detection signal-to-noise ratio for all reflectance spectra of the VANTABlack are represented by Fig. 24. To calculate the mean signal-to-noise ratio for the all 52 reflectance spectra, the minimum and maximum values were removed from the set.

BRDF in Fig. 22 show monochromatic photometric variations according to the geometry, but do not display other spectral variations, such as a modification of the slope or absorption bands. Study of the whole set of spectra show a drastic variation of the slope between the backward and forward scattering. At grazing observation, the reflectance spectra display an increasing value of reflectance in the visible, higher than 7%. This effect has also been detected at nadir incidence. Around the specular direction, the reflectance is characterized by a steepening of the spectral slope with increasing wavelength, and a reddening while approaching the specular reflection. The reflectance value can



**Fig. 23.** Bidirection reflectance spectra of the specular VANTABlack at incidence  $0^\circ$  (nadir) and  $30^\circ$ . A selection of spectra is displayed over the whole reflectance range (left) and over a limited range between 0% and 0.5% to show the low reflectance data in more detail (right).



**Fig. 24.** Minimum (green), mean (red), and maximum (blue) values of the detection signal-to-noise ratio of all the bidirectional spectra of the VANTABlack.

go up to 3.6% in the case of the specular reflection. This reddening effect is also detected at lower levels in the case of a nadir illumination. The non-symmetrical behavior detected on the BRDF can be seen in this figure by the similarities between the spectra at grazing observation for both incidence angles.

The high signal-to-noise ratio of SHADOWS allows measurement of extremely low reflectance values in a wide range of angular configurations, even near the grazing observation. For the VANTABlack, the highest values of the detection signal-to-noise ratio occur at grazing emergences and for the specular geometry where the reflectance is over 1%; the lowest values of signal-to-noise ratio occur at the darkest parts of the spectra at incidence  $0^\circ$ . The mean value of the detection signal-to-noise ratio, represented by the ratio between the calculated reflectance and the associated error, is around 10, again measuring the reflectance of the darkest surface ever made [36].

## 7. CONCLUSION

We presented the design and performances of our new spectrogonio radiometer capable of measuring the bidirectional reflectance distribution functions of dark and precious samples, such as meteorites or terrestrial analogs, thanks to its small illumination spot. The two movable arms allow flexibility over the geometry of the system. The incidence angle can be set to any configuration from a nadir illumination to a  $75^\circ$  angle, and the scattered light can be measured from almost any position on half a hemisphere above the sample thanks to the arm rotating along the emergence and azimuth angles. The instrument is placed in a cold room to acquire spectra from room temperature down to  $-20^\circ\text{C}$ . For lower-temperature environments, a cryogenic cell is currently under development. The light beam is depolarized to avoid instrumental effects and sample response dependent on polarization. The high signal-to-noise ratio achieved makes it possible to measure the extremely low reflectance levels of dark surfaces, such as the VANTABlack coating. However, limitations are met for millimeter-sized samples, as the size of the crystals

will be approaching the diameter of the illumination spot, thus reducing the number of illuminated crystals and the measurement will not be statistically relevant. Specifically designed for meteorites and other precious samples, SHADOWS can also be used to perform bidirectional reflectance measurements on artificial dark surfaces, such as VANTABlack or other stray light absorbing materials.

The study of small and precious samples, or small inclusions, is made possible by further reducing the size of the illumination spot while maintaining a good signal-to-noise ratio. Precise photometric measurements can still be performed on just a few  $\text{mm}^3$  of dark and fine-grained material.

This instrument can also be used in transmission mode, be it diffuse or direct, although this is not its original purpose. When the material has a high direct transmittance, measurements with a spectral resolution of less than 1 nm can be obtained, but only with samples that can be installed vertically in the goniometer.

**Funding.** Agence Nationale de la Recherche (ANR) (Labex OSUG@2020, ANR10 LABX56); Horizon 2020 Framework Programme (H2020) (654208); Centre National d'Etudes Spatiales (CNES); Université Grenoble Alpes (UGA) (IRS IDEX/UGA); H2020 European Research Council (ERC) (SOLARYS ERC-CoG2017\_771691).

**Acknowledgment.** Sandra Potin is supported by the Université Grenoble Alpes (UGA). Pierre Beck acknowledges funding from the ERC.

## REFERENCES

1. S. Bus and R. Binzel, "Phase II of the small main-belt asteroid spectroscopic survey, a feature-based taxonomy," *Icarus* **158**, 146–177 (2002).
2. F. Demeo, R. P. Binzel, S. M. Slivan, and S. J. Bus, "An extension of the Bus asteroid taxonomy into the near-infrared," *Icarus* **202**, 160–180 (2009).
3. S. Protopapa, W. Grundy, D. Reuter, D. Hamilton, C. Dalle Ore, J. Cook, D. Cruikshank, B. Schmitt, S. Philippe, E. Quirico, R. Binzel, A. Earle, K. Ennico, C. Howett, A. Lunsford, C. Olkin, A. Parker, K. Singer, A. Stern, A. Verbiscer, H. Weaver, L. Young, and The New Horizons Science Team, "Pluto's global surface composition through pixel-by-pixel Hapke modeling of new horizons Ralph/LEISA data," *Icarus* **287**, 218–228 (2017).
4. M. Ciarniello, G. Capaccioni, G. Filacchione, A. Raponi, F. Tosi, M. De Sanctis, M. Capria, S. Erard, D. Bockelee-Morvan, C. Leyrat, G. Arnold, A. Barucci, P. Beck, G. Bellucci, S. Fornasier, A. Longobardo, S. Mottola, E. Palomba, E. Quirico, and B. Schmitt, "Photometric properties of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko from VIRTIS-M onboard Rosetta," *Astron. Astrophys.* **583**, A31 (2015).
5. F. Capaccioni, A. Coradini, G. Filacchione, S. Erard, G. Arnold, P. Drossard, M. De Sanctis, D. Bockelee-Morvan, M. T. Capria, F. Tosi, C. Leyrat, B. Schmitt, E. Quirico, P. Cerroni, V. Menella, A. Raponi, M. Ciarniello, T. McCord, L. Moroz, E. Palomba, E. Ammannito, M. Barucci, G. Bellucci, J. Benkhoff, J. Bibring, A. Blanco, M. Blecka, R. Carlson, U. Carsenty, L. Colangeli, M. Combes, M. Combi, J. Crovisier, T. Encrenaz, C. Federico, U. Fink, S. Fonti, W. Ip, P. Irwin, R. Jaumann, E. Kuehrt, Y. Langevin, G. Magni, S. Mottola, V. Orfino, P. Palumbo, G. Piccioni, U. Schade, F. Taylor, D. Tiphene, G. Tozzi, P. Beck, N. Biver, L. Bonal, J.-P. Combe, D. Despan, E. Flamini, S. Fornasier, F. Frigeri, D. Grassi, M. Gudipati, A. Longobardo, K. Markus, F. Merlin, R. Orosei, G. Rinaldi, K. Stephan, M. Cartacci, A. Cicchetti, A. Giuppi, Y. Hello, F. Henry, S. Jacquiod, R. Noschese, G. Peter, R. Politi, J. Reess, and A. Semery, "The organic-rich surface

- of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko as seen by VIRTIS/Rosetta," *Science* **347**, aaa0628 (2015).
6. B. Jost, A. Pommerol, O. Poch, B. Gundlach, M. Leboeuf, M. Dardas, J. Blum, and N. Thomas, "Experimental characterization of the opposition surge in fine-grained water-ice and high albedo ice analogs," *Icarus* **264**, 109–131 (2016).
  7. A. Pommerol and B. Schmitt, "Strength of the H<sub>2</sub>O near-infrared absorption bands in hydrated minerals: effects of measurement geometry," *J. Geophys. Res.* **113**, E12008 (2008).
  8. P. Beck, J. Barrat, F. Grisolle, E. Quirico, B. Schmitt, F. Moynier, P. Gillet, and C. Beck, "NIR spectral trends of HED meteorites: can we discriminate between the magmatic evolution, mechanical mixing and observation geometry effects?" *Icarus* **216**, 560–571 (2011).
  9. P. Vernazza and P. Beck, "Composition of solar system small bodies," in *Planetesimals: Early Differentiation and Consequences for Planets* (Oxford University, 2016), Chap. 16.
  10. D. Britt and C. Pieters, "Bidirectional reflectance properties of iron-nickel meteorites," in *18th Lunar and Planetary Science Conference (LPSC)* (1988), pp. 503–512.
  11. A. Garenne, P. Beck, G. Montes-Hernandez, O. Brissaud, B. Schmitt, E. Quirico, L. Bonal, C. Beck, and K. Howard, "Bidirectional reflectance spectroscopy of carbonaceous chondrites: implications for water quantification and primary composition," *Icarus* **264**, 172–183 (2016).
  12. O. Brissaud, B. Schmitt, N. Bonnefoy, S. Douté, P. Rabou, W. Grundy, and M. Fily, "Spectrogoniometer for the study of bidirectional reflectance and polarization functions of planetary surfaces. 1. Design and tests," *Appl. Opt.* **43**, 1926–1937 (2004).
  13. A. Pommerol, B. Schmitt, P. Beck, and O. Brissaud, "Water sorption on Martian regolith analogs: thermodynamics and near-infrared reflectance spectroscopy," *Icarus* **204**, 114–136 (2009).
  14. F. Grisolle, B. Schmitt, P. Beck, S. Philippe, and O. Brissaud, "Experimental simulation of the condensation and metamorphism of seasonal CO<sub>2</sub> condensates under Martian conditions," in *European Planetary Science Congress (EPSC) Abstracts* (2014), Vol. 9, p. 635.
  15. C. Pieters, "Strength of mineral absorption features in the transmitted component of near-infrared reflected light: first results from RELAB," *J. Geophys. Res.* **88**, 9534–9544 (1983).
  16. C. Koehler, B. Hosgood, G. Andreoli, and G. Schmuck, "The European optical goniometric facility: technical description and first experiments on spectral unmixing," in *IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium* (1994), pp. 2375–2377.
  17. S. Sandmeier and K. Itten, "A field goniometer system (FIGOS) for acquisition of hyperspectral BRDF data," *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* **37**, 978–986 (1999).
  18. R. M. Nelson, B. W. Hapke, W. D. Smythe, and L. J. Spilker, "The opposition effect in simulated planetary regoliths. Reflectance and circular polarization ratio change at small phase angle," *Icarus* **147**, 545–558 (2000).
  19. M. Shepard and P. Helfenstein, "A laboratory study of the bidirectional reflectance from particulate samples," *Icarus* **215**, 526–533 (2011).
  20. M. Shepard and P. Helfenstein, "A test of the Hapke photometric model," *J. Geophys. Res.* **112**, 1–17 (2007).
  21. K. Gunderson, N. Thomas, and J. A. Whitby, "First measurements with the Physikalische Institut Radiometric Experiment (PHIRE)," *Planet. Space Sci.* **54**, 1046–1056 (2006).
  22. A. Pommerol, M. Thomas, N. Affolter, G. Portyankina, B. Jost, K. Seiferlin, and K. M. Aye, "Photometry and bulk physical properties of solar system surfaces icy analogs: the Planetary Ice Laboratory at University of Bern," *Planet. Space Sci.* **59**, 1601–1612 (2011).
  23. M. Gritsevich, J. Peltoniemi, T. Hakala, and K. Muinonen, "FIGFIGO as a tool to characterize and identify planetary analogue sites," in *ACM Conference Abstracts* (2014).
  24. G. Serrot, M. Bodilis, X. Briottet, and H. Cosnefroy, "Presentation of a new BRDF measurement device," *Proc. SPIE* **3494**, 34–40 (1998).
  25. Y. Boucher, H. Cosnefroy, D. Petit, G. Serrot, and X. Briottet, "Comparison of measured and modeled BRDF of natural targets," *Proc. SPIE* **3699**, 16–26 (1999).
  26. J. de Sande, M. Santarsiero, G. Piquero, and F. Gori, "Longitudinal polarization periodicity of unpolarized light passing through a double wedge depolarizer," *Opt. Express* **20**, 27348–27360 (2012).
  27. N. Bonnefoy, "Développement d'un spectrophotogoniomètre pour l'étude de la réflectance bidirectionnelle de surfaces géophysiques. Application au soufre et perspectives pour le satellite io," Ph.D. thesis (Université Joseph Fourier, Grenoble I, 2001).
  28. A. Bandhari, B. Hamre, Ø. Frette, L. Zhao, J. Stamnes, and M. Kildemo, "Bidirectional reflectance distribution function of spectralon white reflectance standard illuminated by incoherent unpolarized and plane-polarized light," *Appl. Opt.* **50**, 2431–2442 (2011).
  29. S. Bagnulo, "Stellar spectropolarimetry: basic principles, observing strategies, and diagnostics of magnetic fields," in *Polarimetric Detection, Characterization and Remote Sensing*, M. I. Mishchenko, Y. S. Yatskiv, V. K. Rosenbush, and G. Videen, eds. (Springer, 2011), pp. 1–30.
  30. B. Chazelas, F. Pepe, F. Wildi, F. Bouchy, and S. Perruchot, "New scramblers for precision radial velocity: square and octagonal fibers," *Proc. SPIE* **7739**, 773947 (2010).
  31. J. F. Donati, D. Kouach, M. Lacombe, S. Baratchart, R. Doyon, X. Delfosse, E. Artigau, C. Moutou, G. Hébrard, F. Bouchy, J. Bouvier, S. Alencar, L. Saddlemyer, L. Parès, P. Rabou, Y. Mischeau, F. Dolon, G. Barrick, O. Hernandez, S. Y. Wang, V. Reshetov, N. Striebig, Z. Challita, A. Carmona, S. Tibault, E. Martioli, P. Figueira, I. Boisse, F. Pepe, and The SPIRou Team, "SPIRou: a nIR spectropolarimeter/high-precision velocimeter for the CHFT," in *Handbook of Exoplanets* (Springer, 2018), pp. 1–27.
  32. S. Perruchot, F. Bouchy, B. Chazelas, R. Díaz, G. Hébrard, K. Arnaud, L. Arnold, G. Avila, X. Delfosse, I. Boisse, G. Moreaux, F. Pepe, Y. Richaud, A. Santerne, R. Sottile, and D. Tezier, "Higher-precision radial velocity measurements with the SOPHIE spectrograph using octagonal-section fibers," *Proc. SPIE* **8151**, 815112 (2011).
  33. F. Bouchy, R. Díaz, G. Hébrard, L. Arnold, I. Boisse, X. Delfosse, S. Perruchot, and A. Santerne, "SOPHIE+: first results of an octagonal-section fiber for high-precision radial velocity measurements," *Astron. Astrophys.* **549**, A49 (2013).
  34. A. Tokovinin, D. Fischer, M. Bonati, J. Giguere, P. Moore, C. Schwab, J. Spronck, and A. Szymkowiak, "CHIRON—a fiber fed spectrometer for precise radial velocities," *Publ. Astron. Soc. Pac.* **125**, 1336–1347 (2013).
  35. E. Theocharous, C. Chunnillall, R. Mole, D. Gibbs, N. Fox, N. Shang, G. Howlett, B. Jensen, R. Taylor, J. Reveles, O. Harris, and N. Ahmed, "The partial space qualification of a vertically aligned carbon nanotube coating on aluminium substrates for EO applications," *Opt. Express* **22**, 7290–7307 (2014).
  36. Z.-P. Yang, L. Ci, J. A. Bur, S.-Y. Lin, and P. M. Ajayan, "Experimental observation of an extremely dark material made by a low-density nanotube array," *Nano Lett.* **8**, 446–451 (2008).

## 4.4 Protocoles des mesures supplémentaires - Polarimétrie

Le design de SHADOWS lui permet de mesurer la polarisation linéaire de la lumière réfléchie. La mesure du signal lumineux s'effectue à travers des polariseurs sous diverses orientations, afin de caractériser l'ellipse de la polarisation et calculer les paramètres de Stokes, comme définis dans le chapitre précédent.

### 4.4.1 SHADOWS en polarimétrie

Des supports de polariseur ont été conçus pour venir se fixer sur la monture des détecteurs, et permettre une facile rotation de ces optiques (fig. 4.30).



FIGURE 4.30 – Photographie des polariseurs visible (gauche) et infrarouge (droite) dans leur monture. Les vis non noircies marquent l'axe des polariseurs.

Les deux polariseurs de SHADOWS doivent séparer efficacement les composantes de la polarisation de la lumière les traversant, et ce sur toute la gamme spectrale couverte par leurs détecteurs respectifs. Seuls les polariseurs à grille offrent un pouvoir de séparation sur une gamme spectrale suffisamment étendue. Ces polariseurs sont néanmoins coûteux et fragiles à l'entretien, le moindre contact sur la surface abîmant la grille polarisante. Un polariseur à grille de bon diamètre était déjà disponible, un second polariseur a été acheté pour être mis en place sur le détecteur visible du goniomètre (table 4.9).

	Visible	Infrarouge
Constructeur	Edmund Optics	Specac
Référence	34316	GS57084
Substrat	Silice	CaF <sub>2</sub>
Gamme spectrale	300-3200 nm	1-10 $\mu$ m
Rapport d'extinction.	5000 :1 à 3200 nm	89 :1 à 2500 nm

TABLE 4.9 – Description des polariseurs de SHADOWS

### 4.4.2 Dépolarisation de la lumière incidente

La polarisation de la lumière incidente doit être mesurée là où se situera l'échantillon lors des mesures. Une méthode consiste à placer un polariseur au-dessus de l'échantillon

dans le trajet optique, et de mesurer les variations de signal sur une cible pour chaque position du polariseur pour calculer les paramètres de Stokes. Cependant, la mise en place de ce protocole signifie faire l'hypothèse que la polarisation de la lumière réfléchie par la surface cible ne dépend pas de la polarisation de la lumière incidente, ce qui peut être faux. Il faut donc privilégier une mesure directe, sans réflexion sur une cible. Le mode transmission de SHADOWS (voir fig. 6 dans l'article précédent) permet une telle mesure, en plaçant un polariseur à la verticale entre les bras du goniomètre, à l'endroit même de l'échantillon.

### Dépolarisation par les fibres optiques

J'ai réalisé les premiers essais de dépolarisation par les fibres avec un laser comme source lumineuse (Laser collimaté 532 nm classe 2, Thorlabs CPS532-C2), le monochromateur étant en réparation chez le constructeur. La lumière générée par un laser est généralement totalement polarisée, or les optiques permettant la collimation du faisceau de ce laser mélangent les composantes de la polarisation, amenant à un DOLP de 37,2%.

Afin d'évaluer précisément le pouvoir de dépolarisation des contraintes sur les fibres, j'ai décidé de travailler en lumière totalement polarisée, en plaçant un polariseur entre le laser et l'entrée des fibres (fig. 4.31).

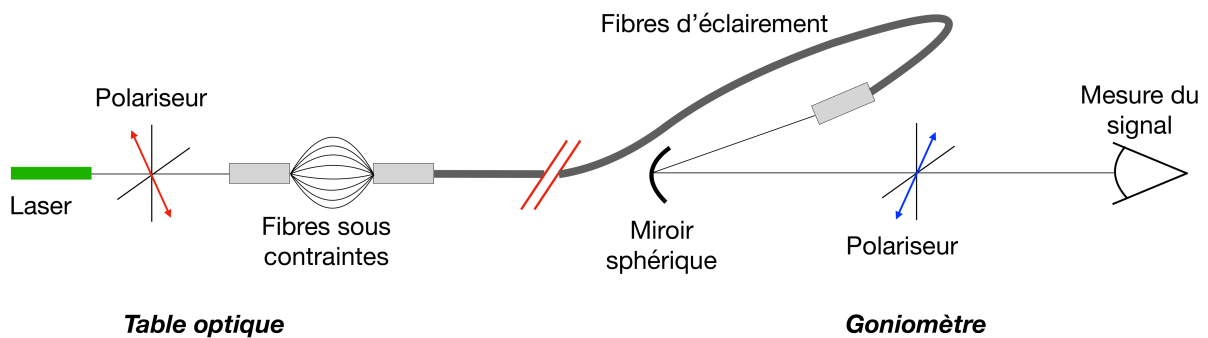


FIGURE 4.31 – Schéma de la mesure du pouvoir de dépolarisation des fibres de SHADOWS utilisant le mode transmission.

Les contraintes sur les fibres sont augmentées progressivement et la polarisation de la lumière au niveau du goniomètre est mesurée à chaque ajout de contrainte (fig. 4.32). La mesure est réalisée avec la lumière du laser totalement, puis partiellement polarisée par retrait du premier polariseur.

Dans le cas où la lumière du laser est entièrement polarisée, il apparaît qu'un simple passage dans les fibres sans contraintes suffit pour baisser le DOLP de près de 20%. Ceci n'aura par contre aucun effet sur une lumière partiellement polarisée comme sortant du laser seul. L'ajout progressif des contraintes sur les fibres permet rapidement de mélanger les composantes de la polarisation de la lumière, et donc de baisser le DOLP mesuré au niveau de l'échantillon sur le goniomètre. Avec contraintes maximales sur les fibres, la polarisation de l'incidence au niveau de l'échantillon passe à  $2,08 \pm 0,09\%$  avec le laser polarisé, et à  $3,08 \pm 0,09\%$  pour le laser seul.

Après retour du monochromateur et sa réinstallation dans le système, le même test a pu être réalisé, maintenant avec la table optique complète et sur toute la gamme spectrale de SHADOWS. Il est très vite apparu que les contraintes sur les fibres, même maximales,

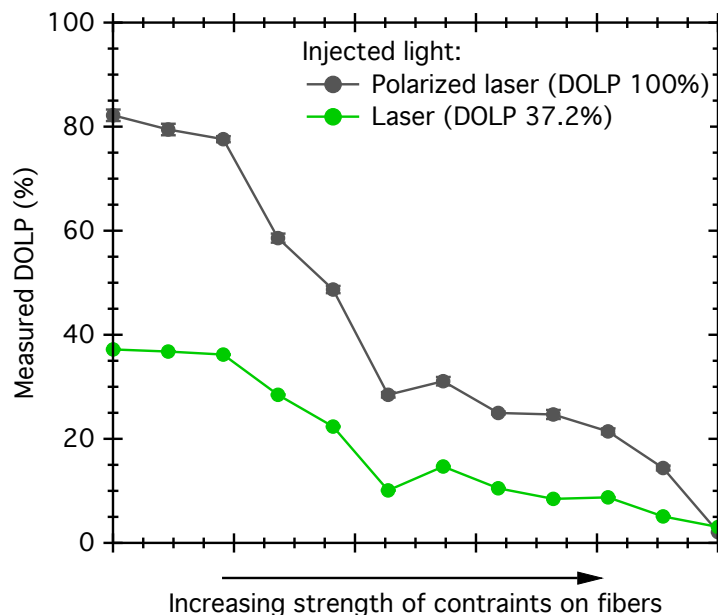


FIGURE 4.32 – Mesure de la dépolarisation du laser (532 nm) par ajout progressive de contraintes sur les fibres.

n'avaient aucun effet sur la polarisation de la lumière sortant du monochromateur. L'absence de dépolarisation avec la table optique complète vient de la méthode d'injection de la lumière dans les fibres. En effet, le laser étant monochromatique, collimaté et avec un taux de polarisation fixe, peu de modes de propagation sont excités dès l'entrée dans les fibres multimodes. Ainsi, chaque contrainte, donc réflexion à l'interface coeur/gaine excite de nouveaux modes de propagation et donc permet le mélange des composantes de la polarisation de la lumière. Dans le cas de la table optique complète, la lumière incidence est polychromatique, dont la gamme spectrale à la résolution spectrale autour de la longueur d'onde visée, avec un taux de polarisation également fixe, mais est focalisée sur l'entrée des fibres. La lumière est donc injectée selon diverses directions, dans un angle solide correspondant à l'ouverture numérique des fibres optiques. Ainsi, un grand nombre de modes de propagation sont excités dès l'entrée des fibres optiques. Les contraintes appliquées induiront des pertes lumineuses, à défaut d'excitation de nouveaux modes, et n'offriront donc aucune dépolarisation. Afin de réduire l'angle solide d'injection de la lumière dans les fibres optiques, le miroir sphérique d'injection peut être avancé sur l'axe optique. Ceci permet de réduire l'angle maximal entre les rayons lumineux et l'entrée des fibres, mais également génère une grande quantité de pertes lumineuses, l'image de la sortie du monochromateur par le miroir étant à présent trop grande par rapport à la taille des fibres. Une nouvelle mesure de polarisation de l'incidence a été réalisée dans cette configuration (fig. 4.33).

L'avancée du miroir vers l'entrée des fibres optiques, et donc la réduction de l'angle d'injection induit immédiatement une forte baisse du DOLP au niveau de l'échantillon, passant à un peu plus de 2% au maximum. Cependant, cette méthode génère des pertes de lumières trop importantes pour être implémentée de manière permanente sur SHADOWS.

### Dépolariseur

Une méthode alternative consiste à pré-dépolariser la lumière sortant du monochromateur, tout en réduisant légèrement l'angle d'injection dans les fibres. Un dépolariseur à quartz a donc été acquis (Quartz-Wedge Achromatic Depolarizer, Thorlabs DPU-25) afin



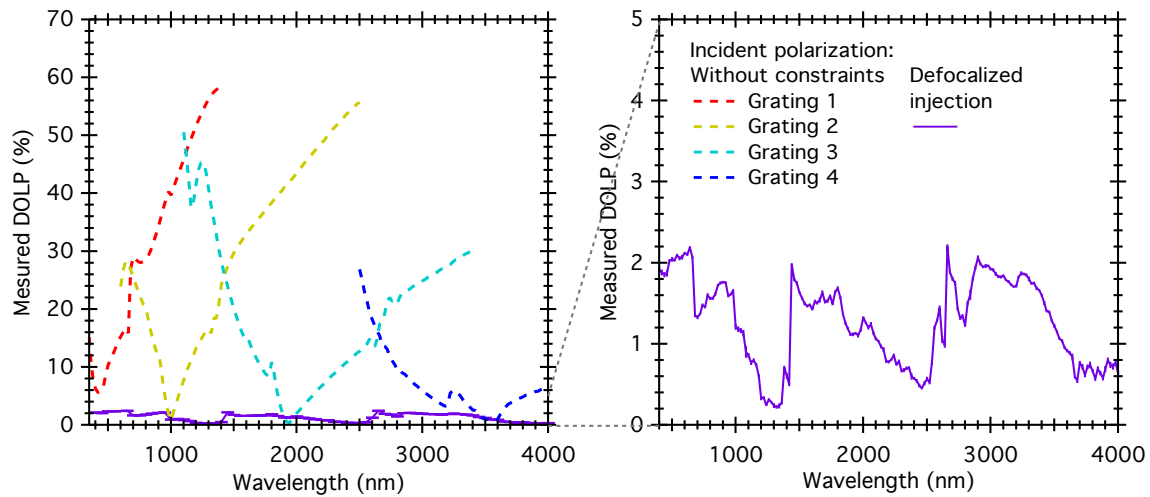


FIGURE 4.33 – Mesure de la polarisation de l'incidence au niveau de l'échantillon après recul du miroir sphérique injectant la lumière dans les fibres optiques.

de tester son pouvoir de dépolariation. Ce dépolariateur permet un mélange des composantes de la polarisation linéaire et circulaire de la lumière le traversant, sur une gamme spectrale relativement élevée (190 - 2500 nm), mais néanmoins réduite par rapport à la gamme complète du goniomètre. Il est composé de deux lames de quartz, d'épaisseurs différentes et ayant leur axes alignés suivant différentes directions (fig. 4.34).

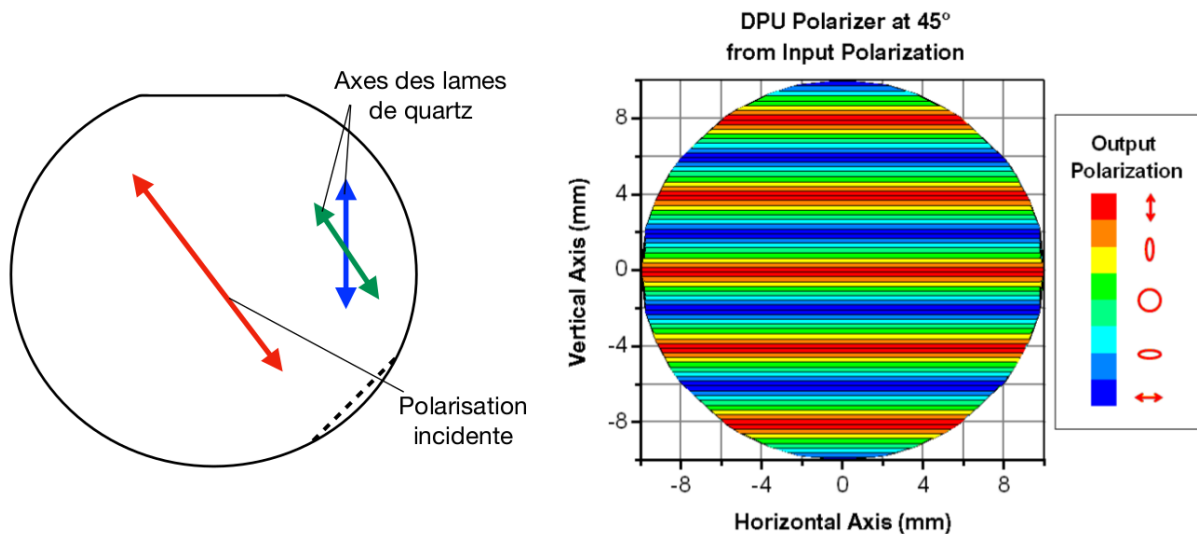


FIGURE 4.34 – Gauche : Schéma du dépolariateur à lames de quartz montrant les orientations des deux lames. Droite : Cartographie schématique de la polarisation réalisée sur la surface du dépolariateur (schéma constructeur). L'orientation des différentes zones dépend de la direction de la polarisation incidente par rapport aux deux axes du dépolariateur.

L'utilisation de ce dépolariateur est déconseillé pour des faisceaux lumineux inférieurs à 6 mm de diamètre. En effet, afin de maximiser le mélange des composantes de la polarisation, le faisceau doit couvrir la plus grande surface possible sur le dépolariateur.

Le quartz possède une absorption non nulle sur la gamme spectrale du goniomètre, ainsi qu'une longueur d'onde de coupure vers 3400 nm (fig. 4.35). De plus, il est apparu une dépendance de la transmission du dépolariateur avec l'angle d'incidence de la lumière. Cependant, les pertes de flux induites par la présence du dépolariateur sont largement

inférieures à celles dues à la défocalisation sur les fibres.

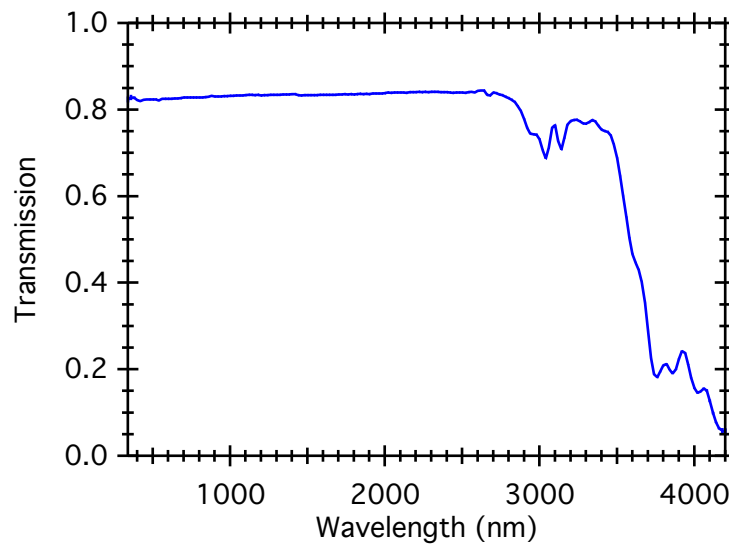


FIGURE 4.35 – Spectre en transmission du dépolariseur à lame de quartz. Spectre mesuré avec le mode transmission de SHADOWS.

Ce dépolariseur nécessite donc un positionnement précis sur le trajet optique afin de minimiser les pertes de flux dues à la transmission de l'optique, mais également optimiser le mélange des composantes de la polarisation (fig. 4.36).

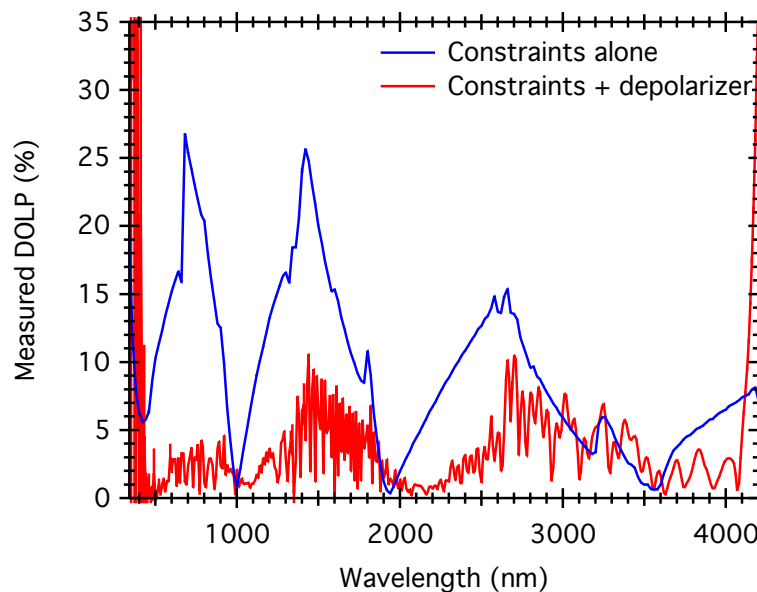


FIGURE 4.36 – DOLP mesuré au niveau de l'échantillon avec (rouge) et sans dépolariseur (bleu) dans le trajet optique.

Cette optique permet la réduction de plus de 20% du DOLP de la lumière incidente dans le visible, mais les résultats ne sont toujours pas satisfaisants pour être implémentés de manière permanente dans l'instrument.

## Ouverture - Dépolariseur rotatif

Afin d'augmenter le mélange de la polarisation, le dépolariseur peut être installé dans une monture rotative haute vitesse. La rotation de l'optique doit cependant être synchronisée avec la mesure du signal, afin que le goniomètre intègre la lumière sur une rotation complète du dépolariseur, et ce 10 fois par longueur d'onde. Comme les principaux temps d'intégration demandés au goniomètre sont de 300 ms et 1 s, la vitesse de rotation peut être fixée à 3Hz, induisant un tour complet du dépolariseur en 300 ms. Si le temps d'intégration de l'instrument est fixé à 1 s, le goniomètre intégrera la lumière sur 3 rotations du dépolariseur.

### 4.4.3 Le protocole de polarimétrie comme source d'erreurs

La principale source d'erreur de SHADOWS lors des mesures de polarisation, mise à part la polarisation de la lumière incidente, est un mauvais réglage des angles des polariseurs. En effet, les polariseurs doivent être placés manuellement et tournés jusqu'à la bonne position avant chaque acquisition. Un mauvais réglage de cette position entraîne une mesure faussée et nécessitant de recommencer toute la séquence de mesure.

L'erreur de mesure due à un mauvais placement des polariseurs dépend du degré de polarisation à mesurer. En effet, plus le DOLP de la lumière est élevé, plus les variations photométriques entre les différentes positions des polariseurs sont importantes. L'erreur relative sera cependant plus importante pour les faibles DOLP. J'ai donc ainsi réalisé un programme simple permettant de représenter l'ellipse d'une lumière polarisée, puis d'en calculer les paramètres de Stokes, avec et sans erreur sur la position des polariseurs. Ceci permet d'évaluer l'erreur relative de polarisation mesurée  $Polar_{measured}/Polar_{real}$  lors d'un mauvais placement de polariseur (fig. 4.37). Ce test n'est réalisé que pour des erreurs de placement sur une seule position de polariseur. Si un mauvais positionnement est effectué pour chaque angle de polariseur, l'erreur sur la mesure en est décuplée.

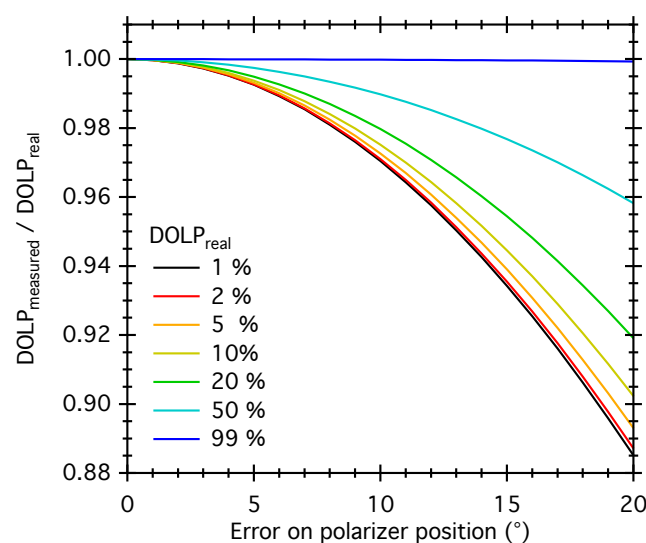


FIGURE 4.37 – DOLP mesuré par rapport au DOLP réel pour différentes erreurs de placement d'un polariseur.

Pour de faibles DOLP, un mauvais placement des polariseurs entraîne rapidement une erreur sur le DOLP mesuré. Pour limiter les positionnement hasardeux, des gravures

ont été effectuées tous les  $45^\circ$  sur le support des polariseurs. J'ai également rajouté des marques supplémentaires sur la mécanique des deux tubes détecteurs, afin d'indiquer le plan principal et sa perpendiculaire. Grâce à ces marques, l'erreur sur le positionnement des polariseurs est inférieur à  $2^\circ$ . Néanmoins, la meilleure option reste une rotation automatisée des polariseurs pendant le protocole de mesure, mais ceci pose quelques problèmes quant à la mécanique elle-même. En effet, outre la modification nécessaire du programme de contrôle, des platines de rotation précises pour des optiques de 50 mm de diamètre sont trop lourdes pour être placées au bout des tubes détecteurs. À émergence élevée, donc avec le bras de mesure proche de l'horizontale, la contrainte de torsion due à leur poids entraînerait un désalignement des tubes détecteurs. Enfin, le moteur d'émergence a un couple mécanique limité. En comptant le poids de la mécanique du bras, ainsi que de l'ensemble pour les détecteurs, on ne peut ajouter que 2 kg de mécanique annexe sur le bras avant de risquer de patinage du moteur pas-à-pas. Ajouter une platine de rotation par détecteur amènerait en limite de poids pour le bras d'émergence. La solution serait donc d'effectuer une platine de rotation sur-mesure et de faible masse, comprenant seulement un moteur pour l'entraînement de la mécanique, sans électronique interne. Ceci demande de gérer l'alimentation électrique du moteur en fonction de la rotation à effectuer, et ce sans réajustement par le moteur lui-même en cas de dépassement de la position demandée, comme ce serait le cas avec une électronique de contrôle interne à la platine.

## 4.5 Protocoles des mesures supplémentaires - Mesure de l'effet d'opposition

Le protocole d'effet d'opposition permet au goniomètre de mesurer la réflectance d'une surface à des angles de phase inférieurs à ceux pouvant être réalisées dans les conditions nominales, donc inférieurs à  $5^\circ$ . Ce type de mesure nécessite l'utilisation d'une lame semi-réfléchissante, type Polka-Dot, afin de renvoyer la lumière réfléchi par la surface à angle de phase  $0^\circ$  à  $90^\circ$  où elle pourra être captée par les deux détecteurs de SHADOWS (fig. 4.38 et 4.39).

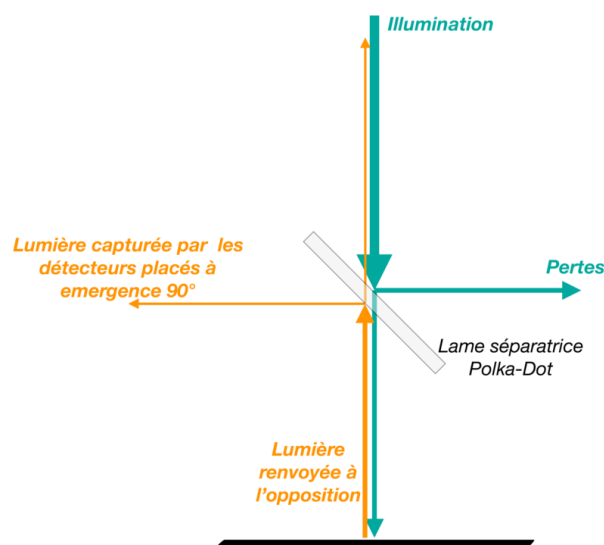


FIGURE 4.38 – Schéma de la mesure de l'effet d'opposition avec la lame Polka-Dot.

Afin de renvoyer la lumière dans la bonne direction, la lame doit être placée au niveau de la zone d'observation des détecteurs, soit là où se trouverait normalement la surface de l'échantillon dans les configurations nominales. En effet, les détecteurs visent le point

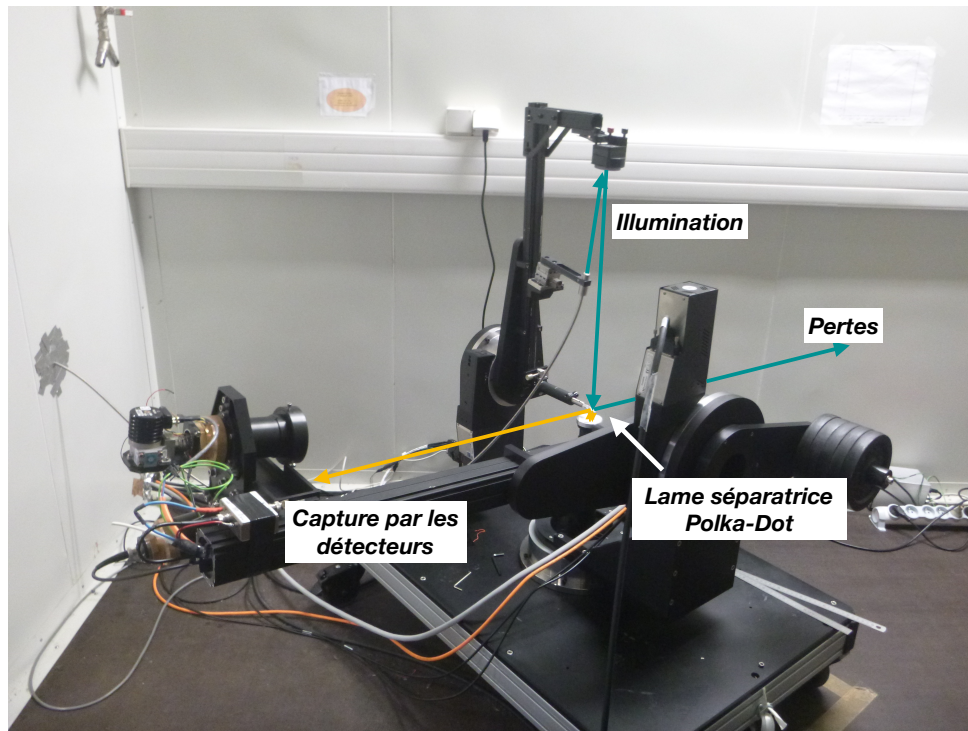


FIGURE 4.39 – Photographie annotée de SHADOWS en configuration opposition. La séparatrice Polka-Dot est fixée sur le bras d'éclairiment, la cible est un porte-échantillon recouvert de papier blanc.

de rencontre des trois axes de rotation du goniomètre et la lumière renvoyée par une lame placée au dessus de cette zone ne pourrait pas être mesurée. La lame doit être placée à  $45^\circ$  par rapport à la position du bras d'éclairiment, afin de renvoyer la lumière à  $\pm 90^\circ$ , où elle pourra être captée par les détecteurs.

La lame séparatrice est maintenue sur le bras d'éclairiment afin de suivre les éventuelles variations d'angle d'incidence. De plus, comme le bras d'émergence se déplace pendant le spectre pour placer le détecteur adéquat à la bonne géométrie, l'accroche de la lame sur ce bras induirait une rotation de la lame, renvoyant la lumière en dehors du système. La lame est collée dans une mâchoire en aluminium, placée au bout d'un pied optique. Ce dernier est fixé sur une platine de translation 1-axe afin d'ajuster le positionnement de la lame au niveau de la tâche d'éclairiment. Placée à la bonne hauteur et correctement alignée, la lame renvoie la réflexion de la tâche d'éclairiment de SHADOWS dans les détecteurs (fig. 4.40). La surface analysée est inévitablement placée en-dessous du point de focalisation de la tâche d'éclairiment. Ainsi, la zone éclairée est sensiblement plus grande qu'en conditions nominales. De plus, la tâche se déplacera sur la surface en cas de variations d'incidence. Une telle mesure nécessite donc une surface de composition homogène et suffisamment étendue pour contenir la tâche d'éclairiment générée.

#### 4.5.1 Pertes photométriques

Le désavantage majeur de cette technique est la perte de flux importante générée par la présence de la lame dans le trajet optique. En effet, cette lame est semi-réfléchissante, avec un ratio transmission /réflectance proche de  $T/R = 1/2$ , mais dépendant de l'angle d'incidence de la lumière sur la lame.

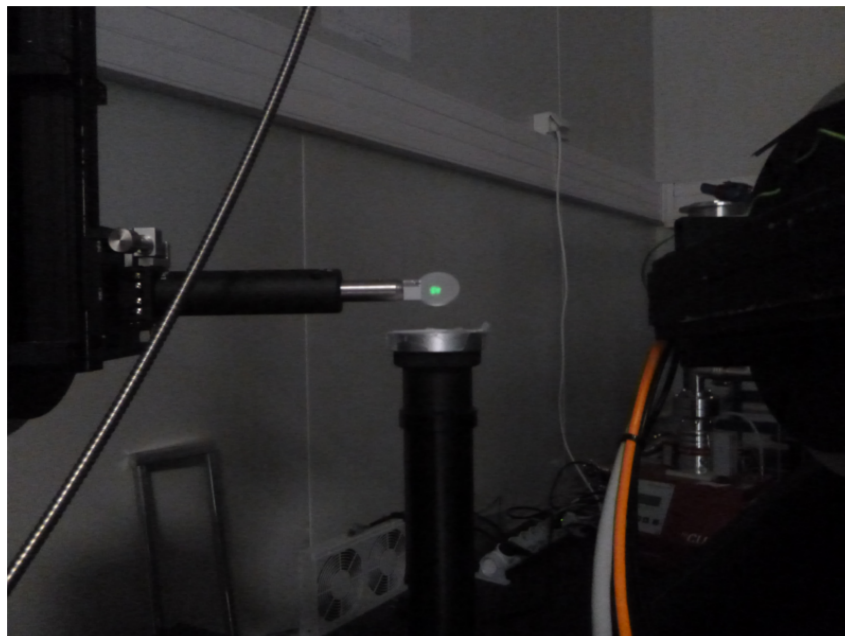


FIGURE 4.40 – Photographie de la tâche d'éclairement de SHADOWS réfléchi à angle de phase  $0^\circ$  par la surface puis renvoyée à  $90^\circ$  par la lame séparatrice. La photographie a été prise devant le détecteur visible.

La lumière incidente  $I_0$  de SHADOWS arrive sur la lame séparatrice. La quantité  $R$  du flux est envoyée en dehors du système, actuellement sur le mur de la chambre froide, tandis que le reste  $T$  est transmis sur la surface analysée. L'échantillon renvoie en opposition le flux correspondant à sa réflectance  $R_{\text{échantillon}}$ , cette lumière arrive de nouveau sur la lame où, cette fois, la quantité  $T$  est transmise vers le miroir sphérique donc perdue et la quantité  $R$  est renvoyée vers les détecteurs. Le flux mesurable  $I$  par les détecteurs est donc :

$$I = I_0 R T R_{\text{échantillon}} \quad (4.2)$$

En considérant une lame parfaite avec un ratio  $R/T$  de  $1/2$ , et une réflectance de la surface de  $1$ , le flux lumineux est au mieux divisé par  $4$  par le simple ajout de la lame dans le trajet optique.

### 4.5.2 Les tests au laser

Les premiers tests de la lame séparatrice ont été réalisés lorsque l'intégration du goniomètre n'était pas encore terminée. Les détecteurs n'étaient pas opérationnels, ainsi des capteurs d'appoints (Si et InSB) étaient utilisés comme montage d'entraînement pour la réalisation du programme de contrôle. La perte de flux amené par la lame était trop importante pour réaliser une mesure correcte avec ce montage, la source lumineuse a été remplacée par le laser vert. Cependant, le laser étant une source lumineuse cohérente et la lame un réseau d'ouvertures fines, la diffraction du laser par la séparatrice est inévitable (fig. 4.41).

Le montage final de la lame sur le goniomètre a été réalisé 2 ans après ces premiers tests au laser, avec le goniomètre complet et en état de marche. La mise en place de la lame dans le trajet optique de SHADOWS n'a montré aucune diffraction de la tâche d'éclairement.

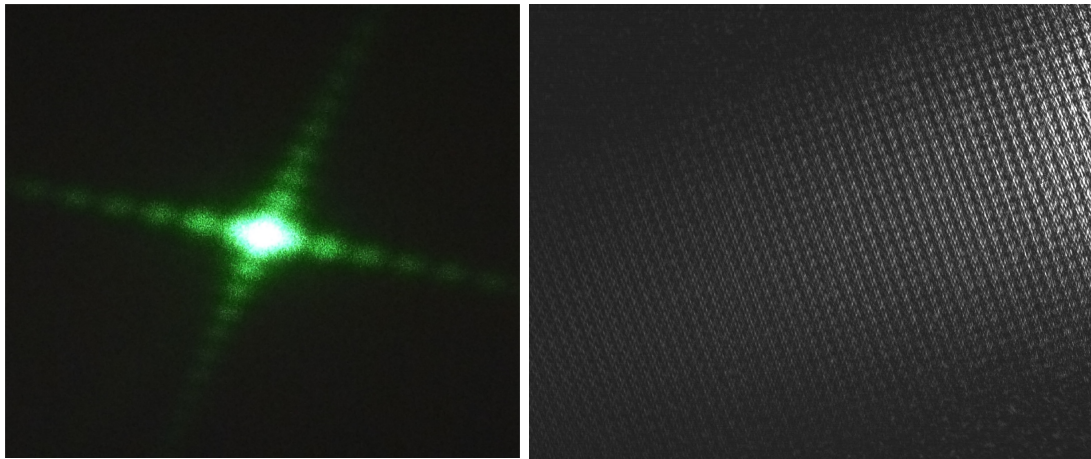


FIGURE 4.41 – Gauche : Photographie de la figure de diffraction du laser par la lame séparatrice. Droite : Détail de la figure proche d’une tâche de diffraction.

### 4.5.3 Contributions parasites

Plusieurs sources de rayonnements ou contributions parasites à la photométrie sont à évaluer lors des mesures à l’opposition :

1. La moitié de la lumière incidente est directement éjectée du système lors de la première traversée de la lame séparatrice. Ce rayonnement est envoyé vers l’un des murs de la chambre froide, de revêtement blanc. Bien que cet éclairage soit difficilement visible à l’œil nu dans la pénombre de la chambre froide, il représente néanmoins une source photométrique pour les détecteurs de SHADOWS.
2. En cas de mesures à différentes géométries, les détecteurs peuvent observer la tâche renvoyée par la lame séparatrice, mais également celle directement sur l’échantillon. Pour éviter ceci, la surface analysée doit être placée suffisamment loin de la lame, et les géométries utilisées doivent rester proches de l’opposition.
3. Les poussières et rayures présentes sur la lame induisent une dispersion des rayons lumineux, certains directement vers les détecteurs. Même si la mesure de références peut limiter les erreurs photométriques, il est néanmoins nécessaire de limiter leur présence sur la lame séparatrice.

### 4.5.4 Preuve de concept et choix du setup

Les tests présentés par la suite ont été réalisés dans le but de démontrer si la mesure de l’opposition était possible avec une modification du goniomètre. Ces résultats sont encore préliminaires et fortement parasités par des contributions photométriques extérieures au goniomètre. Certaines de ces contributions trouvent leur explications et amélioration dans les divers tests réalisés, d’autres restent à expliquer.

La lame séparatrice est mise en place sur le goniomètre, alignée afin que la tâche d’éclairage se situe au milieu de la séparatrice, et orientée manuellement pour renvoyer la lumière réfléchi dans le détecteur visible placé à  $90^\circ$ . Malgré des réglages minutieux, un léger décalage de moins de  $1^\circ$  persiste dans l’orientation de la lame.

#### Comparaison entre éclairage total ou micro-faisceau

J’ai réalisé une première série de mesures afin de mettre en évidence un effet possible du mode d’éclairage sur la mesure de l’opposition. Un papier blanc est utilisé comme

cible placée à 35 mm du centre de la lame et la mesure s'effectue dans le visible (550 nm). La mesure de l'opposition est réalisée, tout d'abord avec la tâche d'éclairage complète, puis avec le micro-faisceau utilisant le pinhole de 700  $\mu\text{m}$  et en ne sélectionnant qu'une seule fibre (fig. 4.42). Le passage en micro-faisceau induit évidemment des pertes photométriques comme le flux incident sur la surface est fortement réduit. Ainsi, au maximum de réflectance à l'opposition, le système mesure 2,29 mV en éclairage complet, pour 0,45 en micro-faisceau.

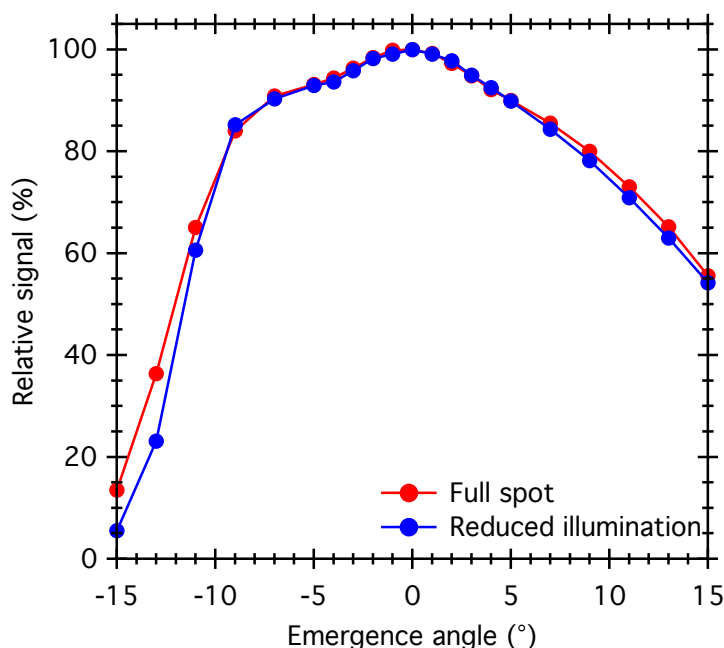


FIGURE 4.42 – Mesure de l'opposition avec la tâche d'éclairage complète (red) et le micro-faisceau (blue). Aucun diaphragme n'est placé devant les détecteurs, la distance entre la surface et la lame est fixée à 35 mm. Les valeurs de signal sont normalisées à la valeur à l'opposition.

Mise à part la baisse de photométrie engendrée par le passage en micro-faisceau, la mesure de l'opposition entre  $-10^\circ$  et  $+10^\circ$  d'angle de phase n'est pas impactée par le type d'éclairage choisi. L'éclairage total peut donc être utilisé afin de maximiser le flux incident sur la surface à étudier. L'éclairage est ici fixé au nadir, ainsi la courbe obtenue devrait être symétrique par rapport à l'opposition, ce qui n'est pas le cas ici. Les causes de cette asymétrie sont développées par la suite et selon les résultats des divers tests.

### Effet des diaphragmes des détecteurs

En configuration nominale, les diaphragmes peuvent être placés devant les détecteurs afin de réduire la résolution angulaire du goniomètre. La taille de la tâche d'observation n'est pas impactée, cependant les diaphragmes peuvent permettre de réduire les contributions des parasites en mode opposition (fig. 4.43). La mise en place des diaphragmes induit une réduction du signal mesurée. Ainsi, lors de la mesure, le signal mesuré de 2,169mV à l'opposition avec les diaphragmes  $\varnothing 40$  mm passe à 0,332mV avec les diaphragmes de  $\varnothing 20$  mm.

L'utilisation des diaphragmes de  $\varnothing 20$  mm permet de réduire les parasites dans les angles positifs, et ainsi d'obtenir une figure de réflectance à l'opposition plus nette.



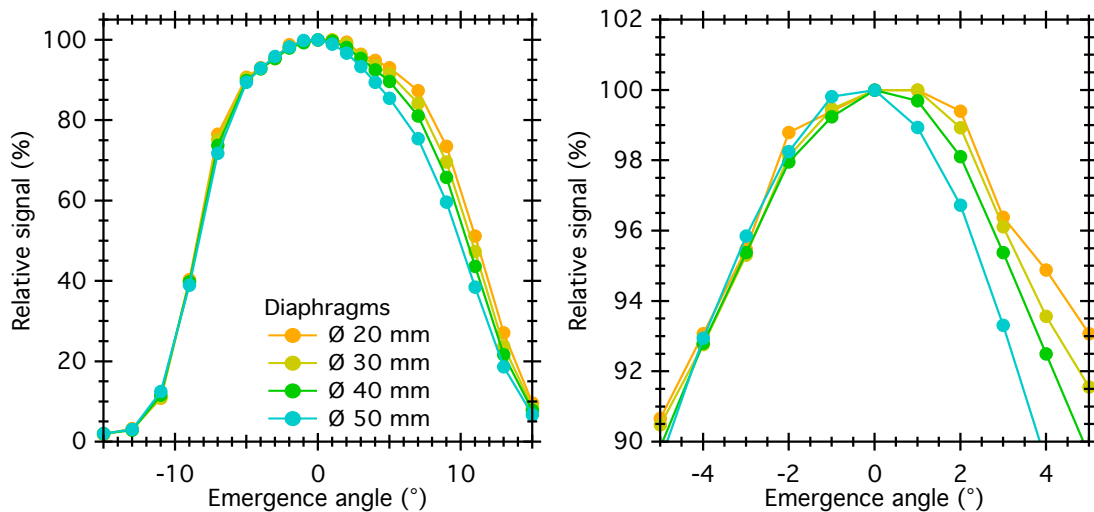


FIGURE 4.43 – Mesure de l’opposition avec les différents diaphragmes mis en place devant les détecteurs. Gauche : séries complètes de mesure, Droite : détail autour de l’opposition. Les valeurs de signal sont normalisées à la valeur à l’opposition.

### Effet de la distance entre la surface et la lame

Afin de choisir la meilleure configuration du setup, j’ai réalisé une série de mesures photométriques à l’opposition pour différentes distances entre la surface à étudier et la lame séparatrice (fig. 4.44). Les angles d’émergence sont calculés par rapport à la position du bras de mesure ayant le détecteur à  $90^\circ$ . Pour rappel, les détecteurs visible et infra-rouge sont placés respectivement à  $+5^\circ$  et  $-5^\circ$  de la position bras d’éclairage indiqué par le moteur. Ainsi, ces mesures ayant été réalisées dans le visible (550 nm), un angle d’émergence de  $0^\circ$  en opposition revient à un angle moteur de  $85^\circ$  en condition nominale. Les angles négatifs correspondent au bras au dessus de sa position à  $85^\circ$ . Ces mesures ont été réalisées avec la tâche d’éclairage complète et les diaphragmes les plus réduits devant les détecteurs, en prenant pour cible un papier blanc.

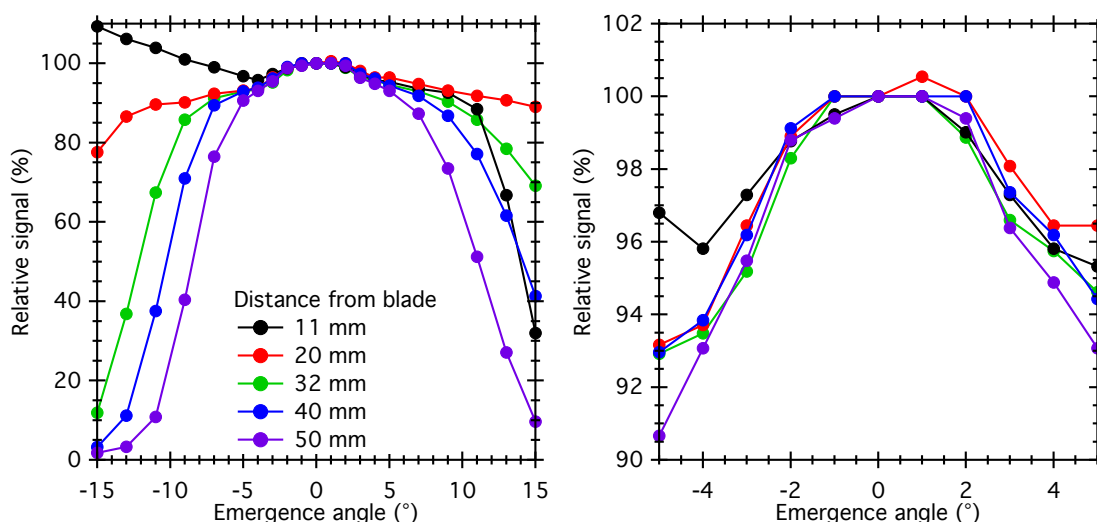


FIGURE 4.44 – Mesure de l’opposition pour différentes distances entre la surface et la lame séparatrice. Gauche : séries complètes, Droite : détail autour de l’opposition. Les valeurs de signal sont normalisées à la valeur à l’opposition.

Ce test permet également de mettre en évidence les différentes contributions photométriques parasites au système. La remontée de signal détectée dans les angles négatifs pour des distances faibles correspond à l'observation directe de la tâche d'éclairement de SHADOWS sur la surface à étudier, en plus de son image sur la lame séparatrice. La chute de signal dans les angles positifs pour une distance de 11 mm correspond au masquage de la lame séparatrice par le porte-échantillon lorsque le bras descend sous  $85^\circ$ . Éloigner la surface de la lame permet de limiter les contributions des parasites, mais également de limiter l'angle solide entre la tâche d'éclairement sur la surface et la lame, donc de réduire la résolution angulaire de la mesure, ce qui amène à la baisse de signal avec l'augmentation de la distance aux angles positifs.

Ainsi, la configuration la mieux adaptée à la mesure de l'opposition nécessite l'installation des diaphragmes de  $\varnothing 20$  mm devant les détecteurs, l'éclairement complet ainsi que l'éloignement au maximum de la surface étudiée par rapport à la lame séparatrice. Cependant, cette configuration entraîne une réduction du signal mesuré, et donc du rapport signal-sur-bruit, en plus des pertes induites par l'ajout de la lame séparatrice dans le trajet optique. De plus, cette méthode de mesure ne sera valable que sur une gamme angulaire réduite autour de l'opposition, soit  $\pm 4,5^\circ$ .

#### 4.5.5 Calcul de la réflectance

En mode nominal, la réflectance d'une surface est comparée à celle de cibles de calibration, le Spectralon et l'Infragold, dont les spectres et BRDF ont été préalablement calibrés. Cependant, ces cibles n'ont pas été calibrées à l'opposition. Le simple calcul de la réflectance de l'échantillon n'est donc plus valable en mesure d'opposition.

Une méthode pour déterminer la réflectance de la surface utilise deux configurations de SHADOWS, la nominale et l'opposition, et se déroule selon la procédure suivante :

1. Les spectres des références Spectralon et Infragold sont mesurés en configuration nominale
2. Un premier spectre de la surface à étudier est acquis avec un angle de phase proche de la limite de la configuration nominale mais accessible en opposition, tel que  $\pm 10$  ou  $\pm 15^\circ$ .
3. Un second spectre à cet angle de phase de  $\pm 10$  ou  $\pm 15^\circ$  est acquis sur la surface analysée, cette fois-ci en configuration pour la mesure d'opposition. Ces deux spectres, chacun avec sa propre configuration, serviront de calibration.
4. Un dernier spectre est réalisé, cette fois-ci en configuration et à l'opposition. La valeur de réflectance à l'opposition  $R_{opposition}$  est calculée en fonction des signaux mesurés à l'opposition ( $S_{opposition}$ ) et à l'angle de phase faible ( $S_\phi$ ), ainsi que de la réflectance de la surface mesurée au même angle de phase en configuration nominale ( $R_\phi$ ).

$$R_{opposition} = \frac{R_\phi S_{opposition}}{S_\phi} \quad (4.3)$$

## 4.6 Programme de contrôle

J'ai réalisé un programme sous LabView, directement inspiré du premier programme de contrôle de SHINE, afin de contrôler le monochromateur, la mécanique du goniomètre, changer les paramètres de mesure et installer des routines d'acquisition automatisées.

### 4.6.1 Cahier des charges

Le programme doit permettre au goniomètre de réaliser, sans l'action d'opérateurs, l'acquisition des spectres en réflectance, selon des paramètres spectraux et géométriques fixés par avance. Le cahier des charges "basique" comprend donc :

- le paramétrage de l'acquisition des spectres : longueurs d'onde de départ et de fin et pas spectral
- la modification de la géométrie (angle d'incidence, émergence et azimuth), et mise en place du détecteur adéquat à la bonne géométrie en fonction de la longueur d'onde demandée
- le contrôle du monochromateur afin d'envoyer une lumière monochromatique à la longueur d'onde visée. La carte-mère interne au monochromateur se charge de mettre en place le réseau et les filtres adéquats, selon des gammes spectrales paramétrées par avance et modifiables depuis le programme de contrôle, afin de fournir un rayonnement monochromatique.
- l'enregistrement des spectres dans des fichiers dédiés

La programmation d'un nouveau logiciel était l'occasion de faire un point sur l'utilisation du programme actuel de SHINE, ses avantages mais également ses limites, afin d'apporter des solutions aux principaux problèmes rencontrés pendant les mesures, ainsi qu'aux différentes demandes des utilisateurs. Après plusieurs discussions sur l'utilisation du futur goniomètre, plusieurs options ont été choisies :

- Plusieurs options de paramétrage des spectres : les spectres simples définis par une longueur d'onde de départ et de fin avec un pas spectral ; plusieurs gammes spectrales définies chacune par leur début, fin et pas spectral ; une série discrète de longueur d'onde.
- Contrainte de la résolution spectrale afin de la fixer sur toute la gamme spectrale de la mesure. Cette option utilise le contrôle des fentes motorisées du monochromateur. Leur ouverture est calculée pour chaque longueur d'onde demandée pendant le paramétrage des spectres selon la formule présentée plus haut. Dans le cas de mesures selon des gammes spectrales ou d'une série discrète, la résolution peut être fixée individuellement pour chacune des gammes ou longueurs d'onde.
- Contrainte du rapport signal-sur-bruit (SNR) entre deux valeurs, minimale et maximale. Cette option utilise la modification de la constante de temps d'intégration des détections synchrones. Si le SNR mesuré lors de la dernière longueur d'onde est inférieur au SNR minimal demandé, le programme augmente la constante d'intégration afin de renvoyer le SNR dans la gamme demandée, ceci ralentit la mesure et augmente le temps total d'acquisition. À l'inverse, si le SNR est supérieur à la valeur maximale imposée, le programme va diminuer le temps d'intégration afin d'accélérer la mesure et réduire le temps d'acquisition.
- Programmation de séries d'acquisitions avec plusieurs choix possibles : enchaînement des spectres avec seulement quelques minutes d'attente entre eux ; départ des spectres programmés sur l'horloge de l'ordinateur, pour une mesure toutes les heures par exemple, utilisé pour le suivi temporel d'échantillons évoluant dans le

temps ; acquisitions à des températures de cellules choisies par avance. Cette dernière option nécessite le contrôle de la température des cellules et est décrite en détails par la suite. Les deux cellules sont présentées dans le chapitre suivant.

- Correction des spectres en temps réel par les références, amenant au calcul de la réflectance à chaque longueur d'onde, et tracé du spectre final en temps réel pendant l'acquisition. Ceci permet d'avoir une visualisation rapide des résultats pendant l'acquisition, mais également de détecter sans perdre trop de temps un potentiel problème nécessitant l'arrêt de la mesure.
- Recorrection des spectres après l'acquisition en changeant de fichiers de référence ou de point de transition entre le Spectralon et l'Infragold. Cette option est réalisée par un programme indépendant de celui de contrôle.
- Correction des effets photométriques dus à la présence d'une fenêtre saphir dans le trajet optique du goniomètre dans le cas des mesures avec les cellules environnementales. Ce programme est annexe à celui de contrôle, et a été réalisé avec le langage de programmation Python.

### 4.6.2 Protocole d'acquisition des spectres

L'acquisition en elle-même du signal contient le contrôle des bras, du monochromateur et des détections synchrone, ainsi que le contrôle des fichiers de données et de référence en cas de spectre corrigé. La mesure du signal comprend plusieurs étapes séquencées :

- Ouverture du fichier qui contiendra les données mesurées, et écriture de l'en-tête contenant les informations du paramétrage des spectres. Dans le cas de spectre corrigé, il contient les informations sur les fichiers des référence utilisées, Spectralon et Infragold.
- Ouverture des communications avec le monochromateur, les deux détections synchrones et le contrôleur de température LakeShore.

La suite de la séquence s'effectue pour chacune des longueurs d'onde demandée lors du paramétrage des spectres :

1. Récupération de la longueur d'onde demandée, ainsi que de la résolution spectrale et bornes du SNR, depuis le paramétrage des spectres
2. Mise en place du détecteur adéquat à la géométrie demandée : détecteur visible pour des longueurs d'onde inférieures à 1000 nm (valeur modifiable), et détecteur infrarouge au-delà. Les profilés aluminium des bras d'incidence et d'émergence sont installés à la verticale lorsque les moteurs sont à 0°. L'angle imposé aux moteurs constituera donc le positionnement des profilés des bras. Les deux détecteurs, visible et infrarouge, sont installés avec un angle respectivement de +5° et -5° par rapport au bras d'émergence. Ainsi, pour installer le détecteur visible à la bonne géométrie, le bras se placera à l'angle demandé moins 5°, et plus 5° pour le détecteur visible. Le mouvement des bras nécessite un temps proportionnel à la vitesse de rotation des moteurs (2°/s), ainsi que du chemin à parcourir. Le programme calcule le temps nécessaire au placement des moteurs et attend que le mouvement soit terminé avant de passer à l'étape suivante.
3. Commande au monochromateur de se placer à la longueur d'onde demandée. Le temps laissé au monochromateur pour bouger est calculé en fonction de la vitesse de rotation des réseaux et de l'écart spectral à parcourir, ainsi que de la nécessité ou non de changer de réseau ou de filtre. Les durées de chaque mouvement ont été chronométrées pendant les premiers tests de contrôle du monochromateur et

sont enregistrées dans le logiciel. La longueur d'onde réelle en place est ensuite demandée au monochromateur et affichée sur l'interface utilisateur pour un suivi de l'avancement de l'acquisition.

4. Dans le cas d'acquisition avec résolution spectrale fixée, le logiciel commande au monochromateur de modifier l'ouverture des fentes d'entrée et de sortie si besoin. Lorsque la commande est envoyée aux fentes de se placer à une ouverture inférieure à l'actuelle, les fentes se referment entièrement afin de se recalibrer puis s'écartent jusqu'à l'ouverture demandée. Ce processus peut prendre jusqu'à 10 secondes, et donc rallongerait de manière significative la durée de l'acquisition si le réglage des fentes devait s'effectuer à chaque longueur d'onde. Une tolérance de 20% relatif à la valeur est donc laissée autour de la résolution spectrale fixée, les fentes ne bougeront que si la résolution spectrale sort de la gamme de tolérance.
5. Les détections synchrones peuvent saturer en cas de signal trop importants, et sont donc dotées de plusieurs gains d'amplification du signal, chacun permettant la mesure de signaux plus ou moins puissants. Le logiciel commande à la détection synchrone correspondant au détecteur en place de réaliser une série de 3 mesures rapides, afin d'évaluer le signal à mesurer. Une gamme d'intensité des signaux est attribuée à chaque valeur de sensibilité des détections synchrones. Ainsi, le logiciel commande aux détections d'ajuster leur gain selon le signal mesuré. Si les 3 valeurs retournées par la détection sont strictement identiques, cela signifie une saturation de l'appareil par un signal trop élevé. Le logiciel va donc commander à la détection de diminuer le gain d'amplification, puis de refaire une mesure. Ce processus se répète jusqu'à ce que la détection ne sature plus, et que la sensibilité puisse être réglée.
6. Le signal réfléchi par l'échantillon et isolé par les détections synchrones est mesuré. Plusieurs mesures à intervalle de temps correspondant à la constante de temps d'intégration des détections synchrone sont réalisées. Dans la configuration nominale, 10 mesures sont prises avec une constante d'intégration de 300 ms. Le logiciel choisit d'envoyer la commande de mesure à la détection visible ou infrarouge selon le détecteur en place à la bonne géométrie. Pour chacune des mesures, des premières corrections photométriques sont appliquées afin de prendre en compte l'étalement des tâches d'éclairement et d'observation, ainsi que de la réponse spatiale des détecteurs (les corrections photométriques sont présentées dans l'article précédent). De la série de signaux mesurés, le logiciel calcule la moyenne correspondant à la valeur de signal conservée pour cette longueur d'onde, ainsi que l'écart-type, correspondant à l'erreur sur la mesure due au bruit. Le SNR (rapport signal-sur-bruit) est ensuite calculé, et les valeurs de signal, de bruit et de SNR sont affichés sur l'interface utilisateur.
7. En cas de mesure avec le SNR contraint, et si la dernière mesure renvoie un rapport signal-sur-bruit en dehors de la gamme choisie par l'opérateur, le logiciel envoie la commande aux détections synchrones d'augmenter ou diminuer leur constante de temps d'intégration. Cette nouvelle constante sera appliquée aux mesures suivantes, jusqu'à ce que le SNR sorte encore une fois de la gamme de contraintes.
8. En cas d'acquisition calibrée, donc avec calcul de la réflectance de la surface, le logiciel récupère lors du paramétrage les acquisitions sur les cibles Spectralon et Infragold. Le logiciel génère ensuite un spectre de signal de référence, correspondant à une réflectance de 1, en utilisant les spectres de calibration de la réflectance du Spectralon et de l'Infragold, en plus de leur BRDF. La valeur de signal mesurée pendant l'acquisition en cours est ensuite comparée à la valeur de référence suivant la formule décrite dans l'article précédent, à la même longueur d'onde, pour en tirer la réflectance. Cette valeur, ainsi que l'erreur associée est affichée sur l'interface

utilisateur, et ajoutée au tracé en temps réel du spectre de la surface analysée, également sur l'interface.

9. Si une cellule environnementale est en place sur le goniomètre, le logiciel permet une surveillance de la température par les capteurs installés dans les cellules, via le contrôleur LakeShore. Le logiciel envoie la demande de mesure au bon capteur selon la cellule activée dans l'interface utilisateur.
10. Les informations de la mesure sont ensuite écrites dans le fichier de données : longueur d'onde, signal mesuré, fluctuations de signal, réflectance et erreur associée, valeur de SNR, résolution spectrale, informations sur les paramètres d'acquisition (constante de temps des détections synchrone, valeur de sensibilité), températures relevées dans les cellules, ainsi que l'heure exacte de la mesure.

Le logiciel remet ensuite la sensibilité et constantes de temps d'intégration des détections synchrones aux valeurs nominales, puis referme les communications ouvertes au début de la séquence.

### 4.6.3 Gestion des géométries pour les BRDFs

La gestion de la géométrie est l'apport majeur des goniomètres comme SHADOWS.

Plusieurs options de paramétrage sont disponibles pour la liste des géométries à effectuer :

- *Gammes et pas* : l'opérateur doit renseigner les valeurs maximales et minimales pour les 3 angles du goniomètre, ainsi que le pas angulaire pour chacun. Le programme calcule ensuite toutes les configurations géométriques.
- *Liste des angles* : le programme demande une liste discrète de valeurs pour chacun des angles du goniomètre, puis calcule toutes les configurations .
- *Liste des configurations* : cette option demande l'enregistrement d'une série discrète de configurations géométriques (triplets incidence / émergence / azimuth). Ce paramétrage contient l'option "*BRDF Sandra*", une liste pré-enregistrée contenant la séquence de 71 géométries utilisée pour toutes mes analyses de BRDF.

Le programme réalise ensuite une série de vérifications et de modifications afin d'adapter la liste de configurations au protocole de mesure :

- Les valeurs des angles définies par l'opérateur sont converties en commande moteurs. Ainsi, les émergences positives selon un azimuth de  $180^\circ$  sont modifiées en émergence négatives avec un azimuth de  $0^\circ$ .
- Les géométries interdites sont soit transformées en géométries autorisées par symétrie, ou supprimées de la liste. C'est le cas pour les angles de phases inférieurs à  $5^\circ$  par exemple. Le programme affiche ces géométries supprimées dans des fenêtres pop-up (fig. 4.45).
- Le programme classe ensuite les géométries dans l'ordre qui sera effectivement réalisé par le goniomètre.
- Les différentes géométries réalisées par le goniomètre sont dessinées sur l'interface utilisateur afin de permettre à l'opérateur de vérifier le bon paramétrage des géométries (fig. 4.46).

Après validation par l'opérateur, le programme place les bras du goniomètre selon la première configuration de la liste, puis démarre l'acquisition du spectre. Une fois la mesure

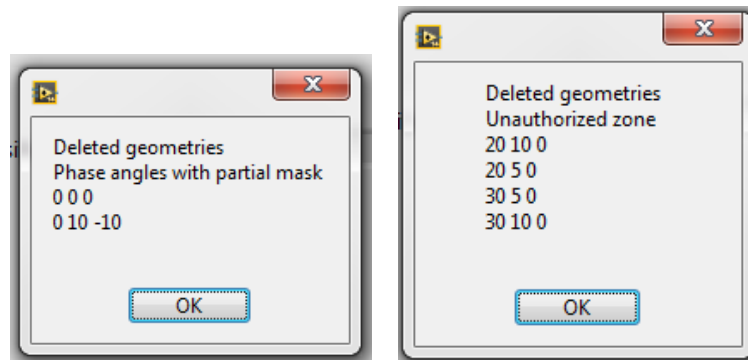


FIGURE 4.45 – Fenêtres d’affichage des géométries supprimées pour cause d’angle de phase trop faible (gauche) et de demande dans une zone interdite (droite).

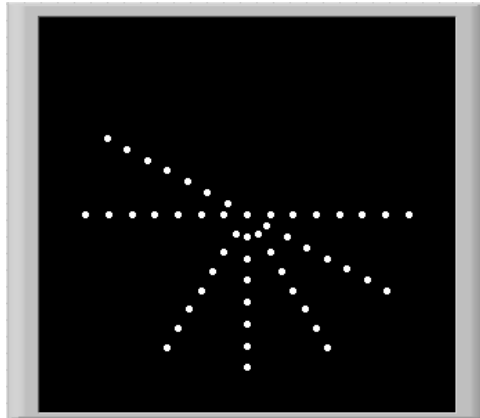


FIGURE 4.46 – Capture d’écran de l’affichage des géométries effectuées par le goniomètre (prise sur le programme de SHINE). Dans ce cas, il est demandé des variations d’azimut de 0 à 180° par pas de 30°, de 0° à 70° d’incidence par pas de 10°, et une mesure de 0° à 70° d’émergence par pas de 10°. L’un des azimuts se situe dans une zone interdite, le programme décide donc d’effectuer la géométrie symétrique par rapport au plan principal.

finie, les bras se placent selon la deuxième géométrie de la liste, et ainsi de suite jusqu’à la fin de la série.

Un fichier de données est généré pour chaque géométrie. De plus, un fichier récapitulatif est généré, à la fin de la série complète, regroupant tous les spectres acquis. Ce fichier appelé "*geo*" doit permettre un chargement simplifié des expériences dans la base de données SSHADE/GhoSST, ainsi que dans le logiciel d’analyses de données Igor. Ainsi, sa structure et son en-tête ont été longuement discutés. L’en-tête contient le nombre total de géométries effectuées, un récapitulatif de ces géométries, puis les spectres sous forme de tableau. Le titre de chaque colonne indique s’il s’agit de la réflectance ou de l’erreur associée, le nom de l’échantillon, ainsi que la géométrie dans laquelle le spectre a été mesuré.

#### 4.6.4 Contrôle des cellules

*La description mécanique des cellules, leurs calibrations, ainsi que leurs performances sont décrites dans le prochain chapitre.*

De nombreuses analyses effectuées par les goniomètres consistent à mesurer l’évolution du spectre d’un échantillon avec sa température. Le premier programme de SHINE ne permettait pas le contrôle des cellules et donc l’automatisation de ce processus. En effet, il était nécessaire d’appliquer la consigne de température à la main sur les contrô-

leurs des résistances chauffantes, attendre en surveillant jusqu'à ce que la température soit atteinte et l'échantillon thermalisé, puis lancer l'acquisition. Ceci pouvait donc être réalisé seulement pendant les périodes d'ouverture du laboratoire et en journée.

L'apport majeur de ce nouveau logiciel est le contrôle thermique des cellules environnementales et la réalisation de série d'acquisitions selon une série de températures totalement automatisée. Ceci permet de lancer des acquisitions de plusieurs heures, voire plusieurs jours, sans action de l'opérateur. Par exemple, mon record actuel avec SHADOWS est de 109 h (4 jours et 13h) en complète autonomie.

Ceci est possible grâce au contrôleur de température LakeShore (Lake Shore 336 Temperature Controller) offrant la possibilité de connecter et de contrôler 4 capteurs de température et 2 résistances chauffantes. Après renseignement du type de capteur de température et des courbes de calibration (exemple fig. 4.47), le contrôleur affiche en temps réel la température mesurée sur son afficheur, et peut également la transmettre par commande du logiciel de SHADOWS.

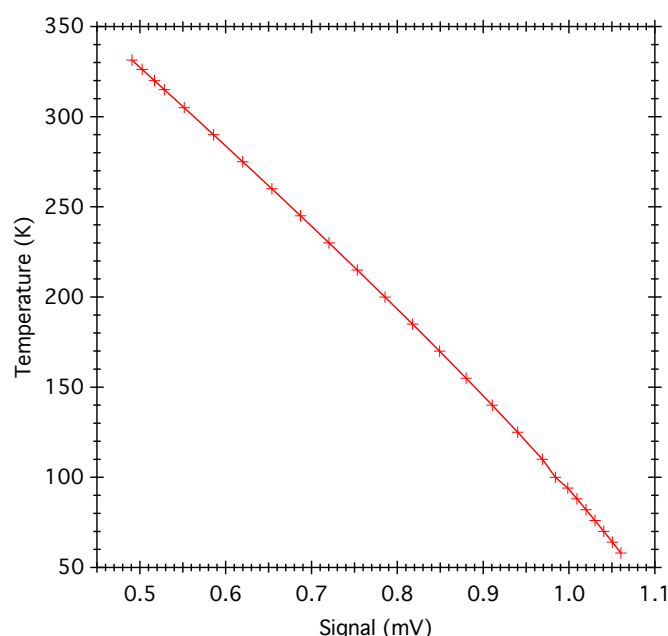


FIGURE 4.47 – Courbe de calibration fournie par le constructeur de la diode de température PT100 "Suivi" installée dans la cellule IceBERG.

Le contrôleur contient 2 ports de chauffage, chacun relié à un capteur de température servant de monitoring pour l'asservissement. Selon la température de consigne et la valeur rendue par le capteur de référence, le contrôleur ajuste en permanence la puissance envoyée dans la résistance chauffante afin de stabiliser la température autour de la consigne en limitant les dépassements. Les paramètres de la boucle d'asservissement (Proportionnel P, Integral I et Differential D) doivent être ajustés afin de garantir une bonne stabilisation de la température. Un mauvais réglage de ces valeurs de PID peut empêcher la température d'atteindre la valeur consigne ou peut entraîner des oscillations thermiques de grandes amplitudes sans stabilisation finale.

J'ai intégré un arrêt d'urgence au programme, servant également de coupure générale du cryostat d'IceBERG. Celui-ci permet de couper l'alimentation des résistances chauffantes de MIRAGE et d'IceBERG, en plus du cryostat de la cellule cryogénique. La



régulation en température est donc coupée, et les cellules reviendront à température ambiante sur leur inertie thermique. Le LakeShore ne nécessite qu'une nouvelle commande de température pour rallumer le chauffage. Le cryostat d'IceBERG nécessite néanmoins une commande spéciale d'allumage, ainsi avant chaque commande de température, le programme vérifie si le cryostat est allumé, et lui envoie la commande adéquate si ce n'est pas le cas.

### Contrôle de MIRAGE

MIRAGE est chauffée par la résistance et ne contient qu'un seul capteur de température, celui de référence. Son contrôle complet s'effectue donc par le contrôleur LakeShore, par chauffage seulement. Si la cellule doit baisser sa température, l'alimentation de la résistance s'arrête afin que la cellule se refroidisse par inertie thermique, puis reprend pour assurer la stabilisation thermique proche de la température de consigne.

### Contrôle d'IceBERG

Le cryostat d'IceBERG comprend son propre contrôleur, installé sur l'armature du châssis du goniomètre (voir chapitre de description de la cellule). Ce dernier effectue la même boucle d'asservissement que le LakeShore, mais agit sur la puissance du cryostat d'IceBERG. La température de cette cellule est donc régulée par refroidissement. Le contrôleur LakeShore surveille la température par un deuxième capteur installé sous le porte-échantillon d'IceBERG, et sert de chauffage d'appoint pour faire remonter la température de la cellule plus rapidement que l'inertie seule.

IceBERG nécessite plusieurs vérifications avant le lancement du spectre, tel que le branchement de l'alimentation du cryostat ou la mise en place des ventilateurs. Ainsi, lorsque la cellule est sélectionnée depuis le programme, une check-list s'affiche dans une fenêtre pop-up, permettant à l'opérateur de vérifier que toutes les conditions sont requises pour démarrer un spectre.

### Enchaînement d'acquisitions lors d'une série en température

Le but des séries en température est le suivant : une liste de températures est renseignée par l'opérateur pendant le paramétrage, et l'instrument doit réaliser un ou plusieurs spectres à chaque température de la liste. Un nombre illimité de températures peut être enregistré, sans contrainte de température croissante ou décroissante. L'ordre des températures renseigné dans la liste sera celui utilisé pour les consignes des spectres effectués. Il est ainsi possible de réaliser des rampes de température ou des cycles de chauffage / refroidissement. Le logiciel doit donc mettre la cellule à la température de consigne, attendre que l'échantillon soit thermalisé, puis lancer l'acquisition. Une fois le spectre terminé, le programme passe à la température suivante. Cet enchaînement basique nécessite néanmoins un paramétrage précis et plusieurs étapes décrites ci-dessous.

Le paramétrage de la série en température nécessite de fixer plusieurs valeurs. Tout d'abord, les spectres sont programmés comme n'importe quelle autre acquisition (spectre simple, gamme, série discrète). Il est ensuite demandé d'enregistrer la liste des températures visées ( $T_i$ ), ainsi que la tolérance ( $\Delta T$ ) autour des températures de consigne. Généralement de 2K, elle permet au programme de considérer la température de consigne atteinte lorsque que la température mesurée par les capteurs entre dans la gamme  $T_i - \Delta T, T_i + \Delta T$ . De plus, il est nécessaire d'indiquer une valeur de variation maximale de température ( $\delta T$ )

sur une minute. Cette valeur, généralement de 0,2 K/min permet au programme de détecter si la température de la cellule est stabilisée autour de la température de consigne. Enfin, le logiciel demande de choisir entre les deux méthodes de thermalisation (décrites ci-après), en indiquant une durée d'attente minimale après stabilisation de la température.

Une fois la série paramétrée et lancée, la séquence suivante s'effectue pour chacune des températures indiquée dans la liste de paramétrage.

1. Le programme indique au contrôleur (LakeShore pour MIRAGE, Thalès pour IceBERG) la température de consigne.
2. Un suivi à la seconde de l'évolution de la température est effectué par le logiciel. Les valeurs de température sont enregistrées sur une minute. La moyenne de la série résultante est conservée comme température effective dans la cellule, et l'écart-type est considéré comme valeur de variation thermique. Le logiciel compare ensuite la température effective et les variations aux valeurs enregistrées : si la température est similaire à la consigne dans les tolérances. Si les conditions  $T_i - \Delta T \leq T_{effective} \leq T_i + \Delta T$  et  $variations \leq \delta T$  sont vraies, le logiciel considère la température de la cellule stabilisée autour de la température de consigne.
3. La prochaine étape consiste en la thermalisation de l'échantillon dans les cellules, avec deux options proposées :
  - Attente : le logiciel attend pendant une durée définie pendant le paramétrage, puis lance l'acquisition. Cette option est la plus simple, mais nécessite d'indiquer une durée suffisante pour que l'échantillon soit thermalisé au démarrage de l'acquisition.
  - Monitoring : cette option est basée sur l'évolution du spectre en réflectance avec la température et assure d'avoir un échantillon parfaitement thermalisé au démarrage de l'acquisition, mais nécessite le choix d'une longueur d'onde avec une réflectance sensible à la température. Après que la température de consigne soit atteinte et l'attente de quelques minutes, le logiciel commande au monochromateur d'illuminer l'échantillon à une longueur d'onde déterminée lors du paramétrage. Les variations de l'échantillon en train de se thermaliser sont suivies par le signal mesuré par le détecteur correspondant à la longueur d'onde d'illumination (visible ou infrarouge). L'échantillon est considéré comme thermalisé lorsque le signal mesuré ne varie plus avec le temps. Il est donc nécessaire de bien choisir la longueur d'onde d'illumination afin de s'assurer une visualisation des modifications de la surface par le spectre en réflectance. Par exemple, il est utile de se placer au niveau de l'aile d'une bande d'absorption connue pour varier avec la température. Cette méthode de thermalisation est déconseillée en cas d'analyse exploratoire sans connaissance préalable du spectre de l'échantillon.
4. Une fois l'échantillon thermalisé, l'acquisition du spectre démarre, et suit la procédure décrite plus haut.

Le logiciel génère un fichier de données par spectre, portant dans le titre la température de consigne, ainsi que la date et l'heure de départ de la mesure afin de différencier les spectres en cas de températures doublons.

### Protocole de polarimétrie

Bien que la polarimétrie en réflectance ne nécessite que deux angles de polariseurs, parallèle et perpendiculaire au plan de réflexion, il peut être nécessaire d'analyser tous

les paramètres de Stokes, et donc nécessiter des mesures à  $45^\circ$  et  $135^\circ$ . Afin de conserver l'aspect intuitif du programme de contrôle du goniomètre, et son utilisation par des opérateurs non familiers avec la polarimétrie, j'ai doté le programme d'un protocole de mesure pas-à-pas :

- Tout d'abord le programme propose le choix d'une mesure de polarimétrie adaptée pour la réflectante, donc seulement 2 positions de polariseurs, ou une mesure complète du vecteur de Stokes avec 4 positions.
- Le paramétrage des spectres s'effectue comme les autres protocoles.

La séquence suivante s'effectue 2 ou 4 fois selon le type de polarimétrie choisie auparavant.

1. Le programme demande à l'opérateur de placer les polariseurs à l'angle nécessaire par une fenêtre pop-up sur l'interface utilisateur (fig. 4.48). Le programme attend

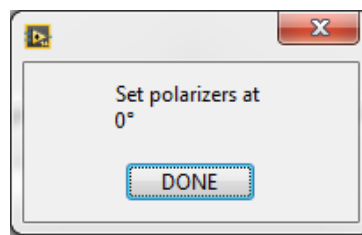


FIGURE 4.48 – Interface utilisateur demandant le placement des polariseurs.

que l'opérateur ait validé le positionnement des polariseurs par un clic sur "*DONE*"

2. Le programme effectue l'acquisition du spectre, et génère un fichier de données portant dans le titre l'angle appliqué aux polariseurs

Lorsque les spectres ont été acquis à chaque position des polariseurs, le programme relit chaque fichier de données générés lors de la boucle (2 ou 4 selon le choix du type de polarimétrie), et calcule pour chaque point des spectres la valeur des paramètres de Stokes, ainsi que du DOLP et de l'angle de polarisation mesuré. Un dernier fichier de données est généré, contenant ces données de polarimétrie.

#### 4.6.5 Adaptation du programme pour SHINE

Les deux goniomètres SHINE et SHADOWS ont des fonctionnements similaires, des composants identiques, seulement plus vieux de 20 ans pour SHINE, et réalisent quotidiennement les mêmes types de mesures. De plus, ces instruments sont régulièrement utilisés de manière complémentaire, SHADOWS étant utilisé comme back-up pour mesurer des échantillons trop petits pour SHINE, ou en vérification des spectres mesurés par SHINE dans le visible lors des visites dans les programmes de TransNational Access, par exemple. Afin d'obtenir cette complémentarité et de faire bénéficier SHINE de toutes les améliorations apportées, il était nécessaire d'adapter le programme de SHADOWS afin de l'installer comme contrôle sur SHINE.

Certaines modifications ont dues être apportées au programme pour prendre en compte les différences d'âge entre les deux goniomètres. Ainsi, le premier monochromateur de SHINE communiquait avec l'ordinateur en liaison parallèle (IEEE), port abandonné par le constructeur au profit de ports séries (RS232 et USB) plus rapides pour les monochromateurs actuels. Le nouveau monochromateur de SHINE installé récemment communique

avec son ordinateur de contrôle en RS232. Chaque port nécessite une configuration de la communication avec l'ordinateur. Les moteurs de SHINE répondent également à des commandes différentes de celles de SHADOWS, elles ont donc été intégrées au programme.

Mises à part ces modifications, le nouveau logiciel doit apporter les corrections photométriques propres à SHINE. Ceci comprend en particulier la prise en compte de l'homogénéité de l'éclairement en mode SHINE (fig. 4.49), ainsi qu'un calcul différent de la réflectance selon le mode de mesure utilisé (SHINE ou Gognito). Ces corrections ont été tirées de la thèse de Nicolas Bonnefoy [138] ainsi que de l'article de présentation du goniomètre [137].

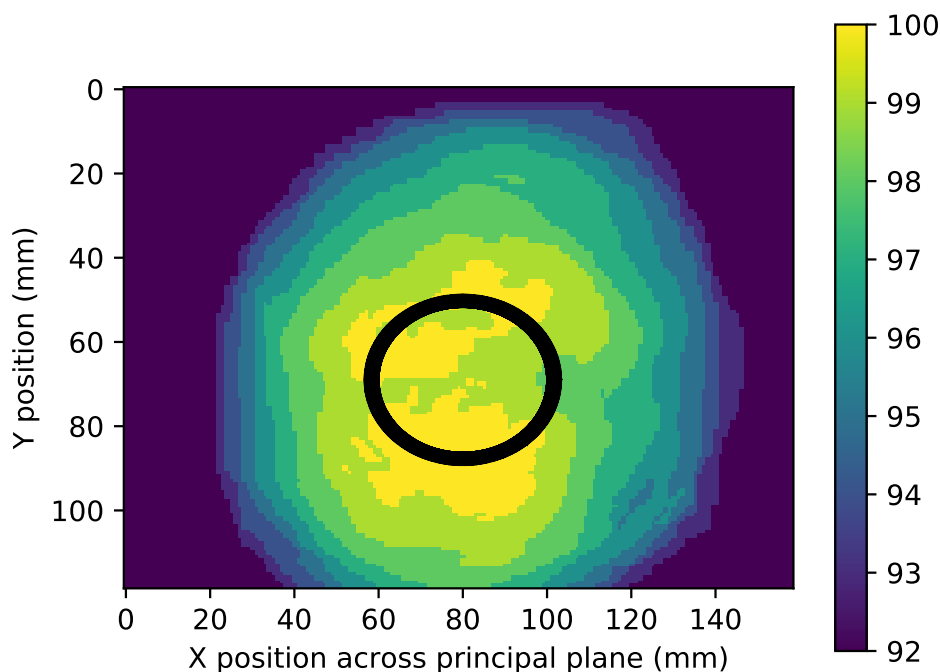


FIGURE 4.49 – Cartographie de l'intensité de l'éclairement en mode SHINE. Le cercle noir représente la zone observée par les détecteurs à une émergence de  $30^\circ$ . Figure tirée de [138].

Le calcul nécessaire à la détermination de la valeur de la réflectance est également différent selon la configuration du goniomètre : SHINE, SHADOWS ou Gognito. En effet, avec SHADOWS ou SHINE en mode Gognito, la tâche d'éclairement est en permanence totalement comprise dans la zone d'observation des détecteurs. Le flux mesuré correspondra toujours à l'intégralité du flux d'éclairement réfléchi dans la tâche d'observation, dont la surface varie avec le cos de l'angle d'émergence. Cependant, en mode SHINE, l'observation des détecteurs (20 mm de diamètre au nadir) est contenue dans le faisceau collimaté d'illumination du goniomètre (200 mm de diamètre). L'intensité surfacique du flux lumineux mesuré par les détecteurs va donc décroître avec le cosinus de l'angle d'incidence. Le mode du goniomètre doit donc être pris en compte dans le calcul de la réflectance.

Le programme doit également permettre le contrôle des cellules environnementales de SHINE, CarboN-IR et Sérac, tel que c'est le cas pour MIRAGE et IceBERG. À ce jour, seule CarboN-IR est contrôlée par l'ordinateur. Un contrôleur de température identique à celui de SHADOWS (LakeShore 336 Temperature Controller) a été ajouté dans la chaîne d'instruments. Les capteurs de température ont été remplacés par des neufs, la résistance chauffante a été laissée en place. Bien que la cellule permette des conditions cryogéniques,

son contrôle de température s'effectue par chauffage par la résistance chauffante, une méthode identique à MIRAGE. Pour CarboN-IR, le cryostat travaille à pleine puissance tout au long de l'expérience, et la résistance chauffante se bat contre ce cryostat pour réguler la température de la cellule. Un réglage minutieux de la puissance délivrable à la résistance, ainsi que des valeurs du PID a été effectué, pour permettre à la résistance de contrer le cryostat et permettre un maintien de toute température demandée, même proche de la température ambiante.

# 5

## LES CELLULES ENVIRONNEMENTALES

### 5.1 Présentation générale des cellules

Toujours en s'inspirant du matériel de SHINE, deux cellules environnementales ont été mises au point pour SHADOWS. MIRAGE, pour "*Mesure en InfraRouge sous Atmosphère Gazeuse et Etuvée*", permet le maintien de l'échantillon à haute température. IceBERG, pour "*Ice and Black samples Environment for the Reflectance Goniometer*", permet quant à elle la mesure de réflectance de l'échantillon en conditions cryogéniques. Les deux cellules permettent une mise sous vide secondaire de l'échantillon, ou le maintien d'une faible pression de gaz, principalement de l'azote, dans la chambre.

Ces deux cellules doivent assurer le maintien de l'échantillon sur le goniomètre ainsi que son réglage en hauteur. Les deux chambres sont fermées sur le dessus par des fenêtres saphir, transparentes jusqu'à  $5\mu\text{m}$  environ, pour permettre l'arrivée de la lumière sur l'échantillon et la mesure du signal réfléchi. La présence de la fenêtre saphir dans le trajet optique induit des pertes photométriques par la réflexion et la transmission non parfaite du cristal et limite la gamme de géométries disponibles. De plus, sa présence crée des réflexions multiples entre la fenêtre elle-même et la surface de l'échantillon.

Ce chapitre présente les designs et performances des deux cellules de SHADOWS, MIRAGE et IceBERG. Enfin, l'effet de la fenêtre saphir sur la photométrie est présentée, suivie des modifications à apporter dans le cas de mesures à géométries variables.

### 5.2 MIRAGE

MIRAGE est l'équivalent pour SHADOWS de SERAC, la cellule environnementale de SHINE [143, 139], mais permet des températures plus élevées. La cellule a été conçue afin de recréer les conditions de vide et de température de surfaces astéroïdales. Ceci a permis l'étude décrite au chapitre suivant concernant les signatures d'hydratation observées sur les météorites et les petits corps du Système Solaire.

#### 5.2.1 Design

Le design mécanique de MIRAGE est relativement simple (fig. 5.1). La cellule est composée d'une chambre circulaire en acier, fermée sur le dessus par une fenêtre en saphir posée sur un joint torique en silicone et portant 4 brides CF sur les côtés. Une des brides

permet l'accroche à un tube flexible relié à la pompe à vide, un autre porte le connecteur sur lequel est branché l'électronique interne de la cellule. À l'intérieur de la chambre, le porte-échantillon est vissé sur un support en laiton, matériau choisi pour sa conduction thermique. Ce support contient une résistance chauffante de  $25 \Omega$  et un capteur de température type diode PT100 pour le suivi thermique. L'ensemble de la cellule est maintenu sur une colonne, similaire à celle des porte-échantillons en condition nominale, et permettant l'ajustement en hauteur de la cellule.

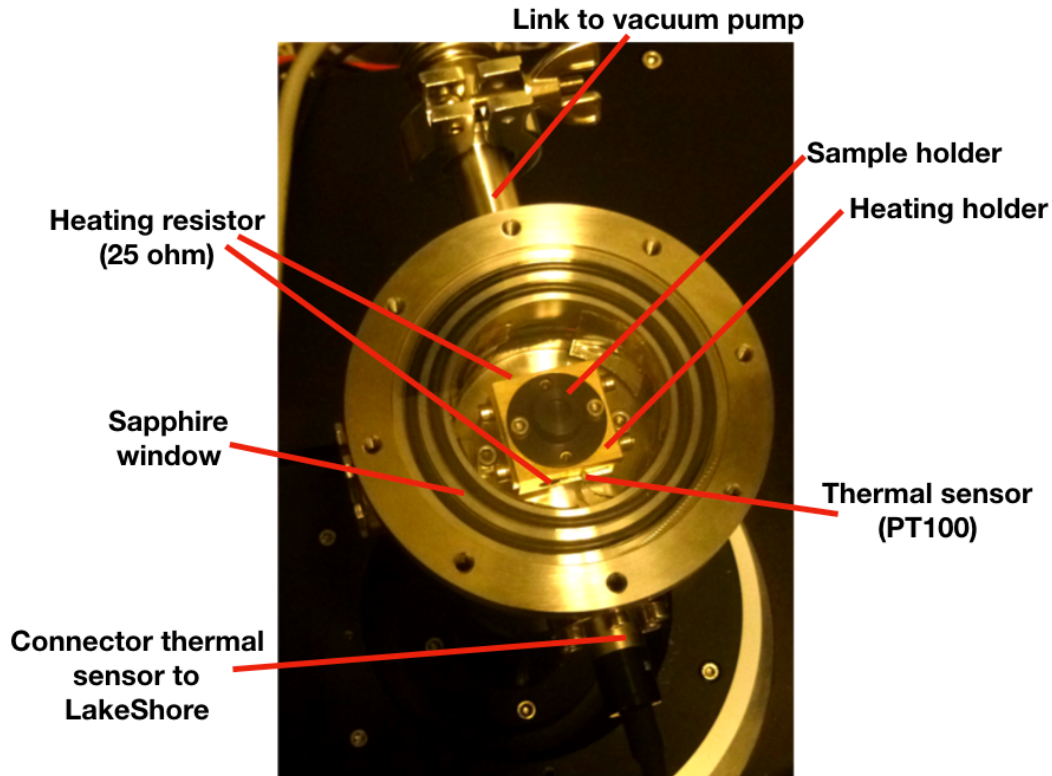


FIGURE 5.1 – Photographie annotée de MIRAGE présentant ses divers éléments.

Afin de supporter les températures supérieures à  $280^{\circ}\text{C}$ , température de fusion de l'étain des soudures, les connexions électriques dans la cellule ont été remplacées par des dominos en laiton. En effet, pendant des overshoot de température au-delà de  $280^{\circ}\text{C}$ , les soudures ont plusieurs fois lâché par fonte de l'étain. Le contrôleur de température détectait le circuit ouvert, et se mettait en sécurité en coupant l'alimentation de la résistance chauffante.

La diamètre complet de la cellule est de 11,5 cm, la rendant légère et facilement installable sur le goniomètre. La cellule est vissée sur une colonne coulissante, similaire à celle utilisée dans les conditions nominales, permettant son réglage en hauteur.

Une série de porte-échantillons de différentes tailles de creuset a été spécialement conçue pour se visser dans la cellule afin d'assurer un bon contact thermique entre le support chauffant et l'échantillon. Ces pièces ont été anodisées noires, cependant il est apparu que les pigments de ce revêtement supportaient mal les hautes températures et s'oxydaient au premier chauffage à  $250^{\circ}\text{C}$  (5.2). Aucun dégazage par le porte-échantillon

n'a été observé.

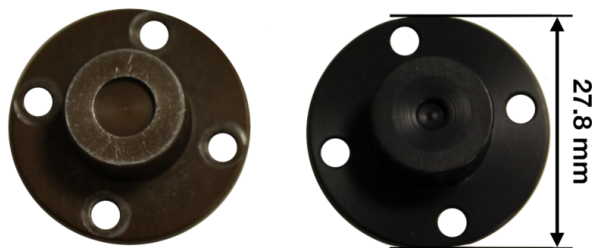


FIGURE 5.2 – Photographie de deux porte-échantillons de MIRAGE. Gauche : régulièrement utilisé et chauffé à 250°C (creuset de diamètre 7mm et profondeur 1mm). Droite : utilisé seulement sous vide et jamais chauffé (creuset de diamètre 1mm et profondeur 0,5mm).

## 5.2.2 Performances et limitations

### Vitesse de chauffe et stabilité thermique

La haute puissance injectée dans la résistance chauffante, le vide ambiant dans la chambre, ainsi que la faible masse des pièces mécaniques internes amène à un chauffage rapide de la cellule, ainsi qu'une stabilisation thermique quasi parfaite. Pendant un premier test de suivi, il est apparu que la cellule se stabilisait à la température de consigne, ici 450K, en 5 à 6 minutes (fig. 5.3).

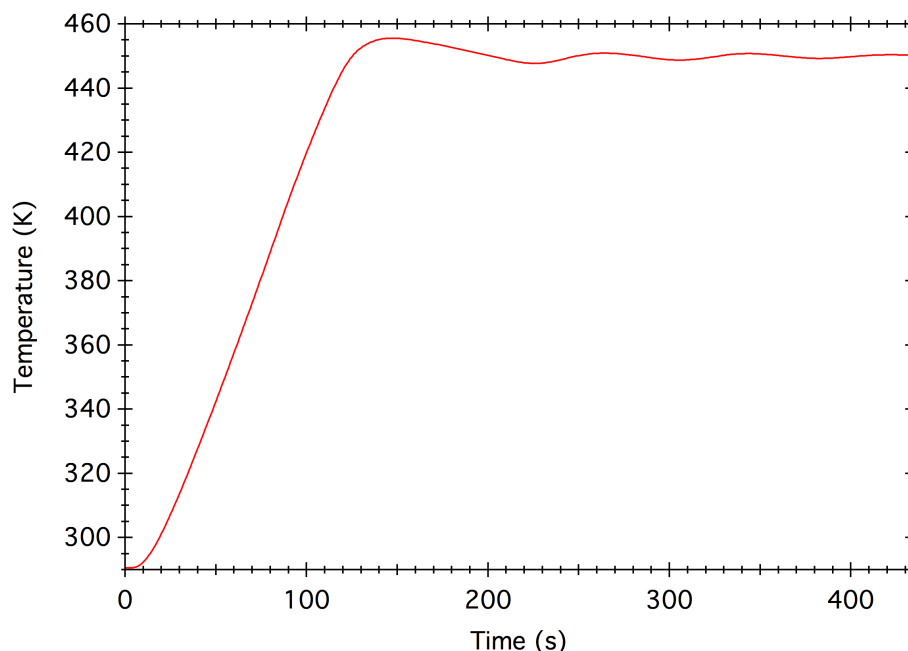


FIGURE 5.3 – Suivi de la montée en température de MIRAGE, de 290 K à 450 K avec une mesure par seconde. La cellule est totalement thermalisée en 5 à 6 minutes.

Lorsque la température de consigne est proche de la température ambiante, les variations thermiques après stabilisation sont inférieures à 1°C. Cette valeur a été observée à 0,005°C à 250°C (523K) pendant des séries de mesures. En effet, proche de la température



ambiante, la résistance chauffante est éteinte et applique des pulses de chauffage uniquement pour stabiliser la température. De plus, aucun système de refroidissement n'est prévu sur MIRAGE. Ainsi, si la température dépasse la température de consigne et que le peu d'inertie thermique de la cellule ne suffit pas à la faire redescendre, aucun contrôle n'est possible et les variations thermiques ne sont pas corrigées. À haute température, la résistance chauffante assure le maintien de la température en compensant les pertes par inertie thermique et par rayonnement infrarouge de la mécanique. Un overshoot de température est aisément compensable par un abaissement de l'alimentation de la résistance et donc de sa puissance de chauffage, laissant la cellule refroidir sur son inertie thermique. La régulation thermique dans la cellule est donc plus efficace à haute température.

### Température maximale mesurable

Lorsque la température dans la cellule est stabilisée, l'échantillon ainsi que ses supports sont également maintenus à la température de consigne. Ils rayonnent donc comme un corps noir, émettant dans l'infrarouge selon un spectre et une intensité dépendant de la température de consigne et du matériau utilisé pour leur fabrication. Les parois de la cellule elle-même sont chauffées uniquement par ces émissions thermiques en cas de mesure sous vide dynamique. En cas d'atmosphère d'azote, les parois de la cellule seront aussi chauffées par les échanges thermiques avec le gaz, également à la température de consigne. Ceci entraînera une augmentation de la puissance demandée à la résistance pour assurer la thermalisation de l'ensemble car la masse de mécanique à chauffer en est considérablement augmentée (d'une centaine de grammes à plus d'1 kg). De plus, la quantité de mécanique rayonnant dans l'infrarouge en sera également augmentée.

Le détecteur infrarouge possède une gamme spectrale allant jusqu'à  $5,5 \mu\text{m}$ , donc sensible au rayonnement thermique. Ainsi lors de mesures avec MIRAGE, le détecteur recevra les signaux scientifiques réfléchis par l'échantillon, les fonds lumineux et thermiques ambiants, ainsi que le rayonnement thermique émis par la mécanique de la cellule, et les détections synchrones devront isoler le signal scientifique de tout le reste. Cependant, le rayonnement thermique par la mécanique peut devenir trop important à haute température et amener le détecteur proche de sa saturation. Le signal renvoyé par le détecteur est fixe à sa valeur maximale, donc ne porte plus la composante modulée. La mesure de la lumière réfléchie tombe à 0 mV, et constitue la limite de détection du goniomètre. Cette valeur dépend néanmoins de l'échantillon, une surface sombre émettra fortement dans l'infrarouge thermique, en plus de réfléchir une faible partie de la lumière incidente. La détection synchrone aura donc plus de difficultés à isoler le signal scientifique sur une telle surface. Le détecteur visible en silicium n'est sensible qu'aux longueurs d'onde inférieures à 1100 nm et n'est donc pas concerné par le rayonnement thermique.

La saturation du détecteur infrarouge peut être évitée en limitant l'intensité lumineuse arrivant sur la cellule InSb. Ceci est possible par l'installation d'un diaphragme devant l'optique du tube détecteur. Un premier test de photométrie a été réalisé sur un échantillon de réflectance entre 20 et 40%. Le détecteur infrarouge a perdu le signal, noyé dans le bruit à 473K (200°C). La mise en place du diaphragme de 20 mm de diamètre permet de faire des spectres jusqu'à 523K (250°C) sur cet échantillon clair (fig. 5.4).

L'installation du diaphragme induit néanmoins une baisse du signal reçu d'un facteur 4, ce qui peut devenir limitant en cas de mesure nécessitant un SNR important. Ainsi, une autre option est en cours d'étude et propose d'installer un filtre passe-bas devant le détecteur infrarouge afin de couper une partie du rayonnement thermique. Un tel filtre, ayant une longueur d'onde de coupure entre 4500 nm et 5000 nm et une bonne transmission

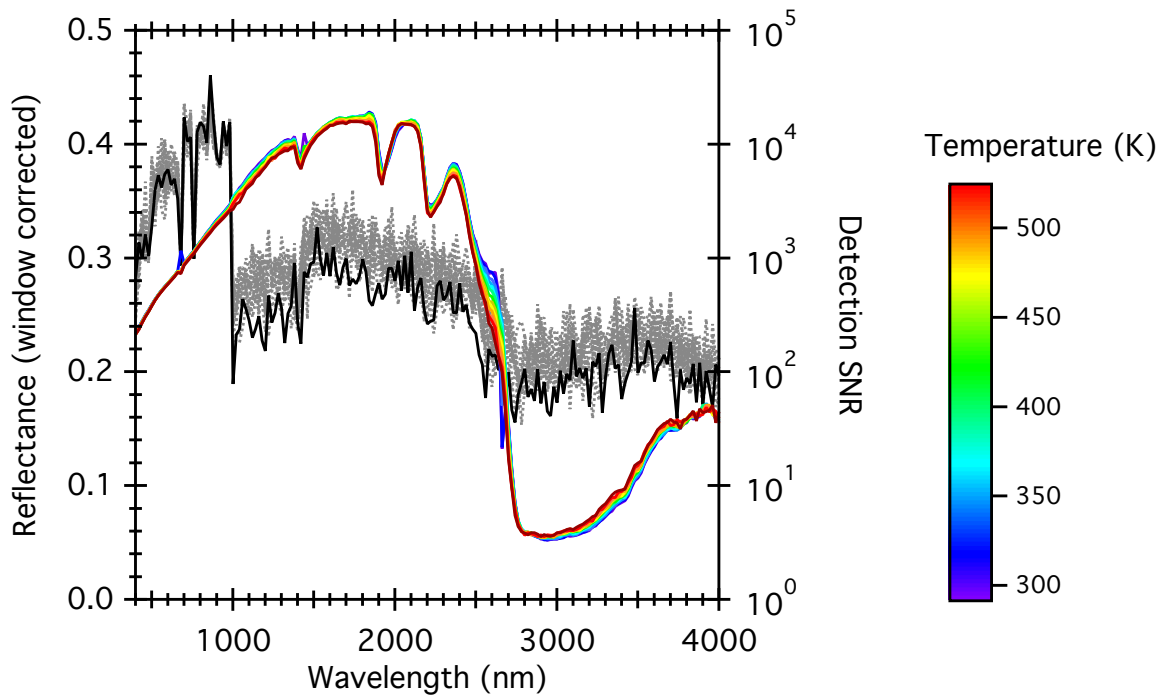


FIGURE 5.4 – Spectres du résidu industriel enregistrés entre 523K et la température ambiante et rapport signal-sur-bruit (gris) de chacun des spectres. Le rapport signal-à-bruit du spectre mesuré à 523K est indiqué en noir. Le diaphragme de 20 mm de diamètre est installé devant le détecteur infrarouge.

à partir de 1000 nm, na pour le moment pas été trouvé.

### Limitation par la puissance de la résistance chauffante

La résistance de MIRAGE est de  $25 \Omega$  et l'ampérage du contrôleur est fixé à 1,141 A. La puissance de chauffage est donc de 32,5 W. L'apport de chaleur par l'électronique et l'inertie thermique de la mécanique vont se compenser à une certaine température, représentant la limite de performance par la résistance. Cette température maximale a été mesurée à 378°C.

À cette température, le rayonnement de la mécanique interne est tel que les parois de la cellule commencent à chauffer. Une température de plus de 50°C a été mesurée sur l'extérieur de la cellule pendant que la température de consigne de la chambre était établie à 350°C. L'installation des ventilateurs initialement prévus pour IceBERG permet de faire redescendre la température de l'extérieur de la cellule au-dessous de 30°C.

### Dégâts sur la cellule

Si la cellule est mise sous atmosphère d'azote pour thermaliser l'échantillon, les parois de la cellule seront également à la température de l'échantillon, ce qui peut dégrader l'électronique interne si la température est trop élevée. Comme la cellule est généralement sous vide, les parois de la cellule sont toujours plus fraîches que le porte-échantillon, mais peuvent quand même chauffer à cause de l'émission thermique du porte-échantillon chauffé. La colle du scotch métallique maintenant les câbles sur les parois de la cellule commençait à lâcher à cause des cycles de chauffage à température maximale ainsi que de la rigidité des câbles. Ceci a décollé les câbles du bord de la cellule et créé un court-circuit sur la résistance chauffante. J'ai donc remplacé les scotchs métalliques par du kapton,

ayant une excellente accroche mais ne résistant pas à la chaleur. Une couche de scotch aluminium a été rajoutée par-dessus, afin de faire écran aux rayonnements thermiques et de protéger le kapton des hautes températures.

### Dégâts sur le détecteur infrarouge

L'importante émission thermique de la cellule à haute température amène à une augmentation du bruit du détecteur infrarouge à la limite de la saturation. Le rapport signal-sur-bruit du détecteur revient à sa valeur nominale dès que la cellule refroidit et que l'émission thermique se réduit. Cependant, en cas de mesure à haute température sur une longue durée, l'augmentation du bruit du détecteur peut être permanente. Ceci a notamment été le cas après une série d'acquisitions sur 24h à 250°C. Afin de faire redescendre le bruit, le détecteur doit être masqué puis éteint et réchauffé (extinction du cryostat interne au système) pendant plusieurs heures.

## 5.3 IceBERG

IceBERG est l'équivalent de CarboN-IR [144] sur SHINE. Elle permet le maintien du vide autour de l'échantillon ainsi que le contrôle de la température en conditions cryogéniques.

Au moment de la rédaction de mon manuscrit, la cellule est complète dans son design initial, permet la mise sous vide et la descente en conditions cryogéniques. Le contrôle de la cellule depuis le programme du goniomètre est finalisé, mais je n'ai cependant pas pu réaliser d'analyse scientifique avec cette cellule. L'écart de température trop important entre le doigt froid et l'échantillon nécessite une modification du design, actuellement en cours de finition, décrit à la fin de cette partie.

### 5.3.1 Design

Contrairement à MIRAGE et son design simple, IceBERG constitue un ensemble mécanique bien plus complexe (fig. 5.5). Les pièces composant le système doivent enfermer l'échantillon sous vide et dans un environnement jusqu'à 80K, tout en assurant le réglage de la hauteur et de l'horizontalité de la surface à étudier, évacuer la chaleur du cryostat et limiter les vibrations de ce dernier sur l'échantillon.

L'expérience gagnée par l'utilisation du cryostat de CarboN-IR a permis d'affiner les recherches quant au matériel à commander pour IceBERG. CarboN-IR est plus volumineuse qu'IceBERG qui, par conséquent, nécessitera un cryostat moins puissant, une puissance de 5W est suffisante. De plus, il est préférable que le système cryogénique complet, donc compresseur, système de refroidissement et doigt froid, soit installé près du goniomètre afin de limiter les percages dans le mur de la chambre froide et donc les risques d'entrée d'humidité. Une poudre en vibration induira une variation de photométrie à haute fréquence pouvant faire baisser le rapport signal-sur-bruit de la mesure, et pourra également se déplacer et sortir de la tache d'éclairement du goniomètre. Ainsi, il est important que les vibrations mécaniques soient limitées, voire inexistantes au niveau du porte-échantillon. Bien évidemment, le contrôleur du cryostat doit être facilement interfaçable afin d'être intégré au logiciel de contrôle de SHADOWS.

Tout d'abord le pulse-tube de type Stirling (Thalès Cryogenics LPT9310/25) est composé d'un compresseur et d'un doigt froid. Les deux parties sont reliées par un tuyau rigide dans lequel circule le gaz cryogénique assurant les cycles compression/détente nécessaires

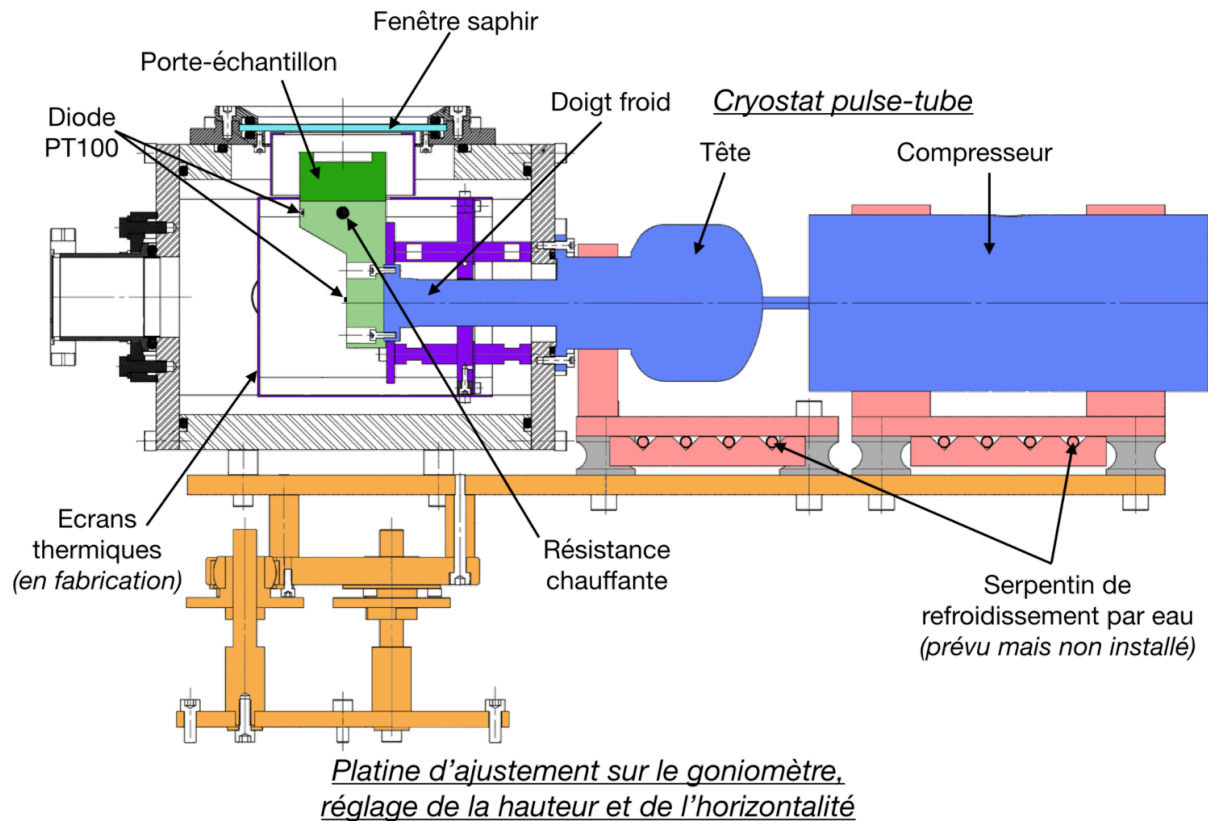


FIGURE 5.5 – Coupe verticale d'IceBERG annotée montrant les différentes parties de la cellule. Bleu : ensemble du cryostat (compresseur, tête et doigt froid), Rouge : mécanique de maintien du cryostat, servant également à l'évacuation de la chaleur générée lors du fonctionnement, Gris : plots en caoutchouc anti-vibration, Orange : mécanique d'accroche de la cellule sur le goniomètre et assurant le réglage en hauteur et en horizontalité, Violet : écrans thermiques, Vert : porte-échantillon et support contenant les capteurs de température et la résistance chauffante, Bleu clair : fenêtre saphir.

à la formation d'un écart de température entre la tête et le doigt froid. Le compresseur en fonctionnement génère des vibrations pouvant se propager dans la mécanique et jusqu'à l'échantillon. Le compresseur est découplé de la tête et du doigt froid par le tube rigide, et les supports mécaniques sont montés sur des pieds anti-vibration en caoutchouc. Les vibrations sont atténuées dès la tête du cryostat, et totalement absorbées par la mécanique au niveau du porte-échantillon.

La mécanique de la cellule elle-même est supportée par une platine s'adaptant sur le goniomètre et permettant le réglage en hauteur et en horizontalité de l'ensemble (fig. 5.6).

IceBERG est installée entre les bras du goniomètre sur le moteur d'azimut et tournera donc en cas de rotation du goniomètre sur cet axe. Afin d'éviter les chocs entre la cellule et les bras, les rotations en azimut sont désactivées lorsque l'une des cellules, MIRAGE ou IceBERG, est activée via le programme.

Le premier test de réglage de l'horizontalité avec la cellule a été un échec. Les trois rotules de la platine d'ajustement doivent assurer le réglage, mais également supporter les 20 kg de la cellule. La rotation des rotules s'est avérée très difficile à température ambiante, ce qui prévoyait d'être impossible avec la chambre froide activée et la contraction de la mécanique. L'ajout de graisse mécanique, et l'augmentation de la taille des jeux autour des rotules a permis de régler le problème.

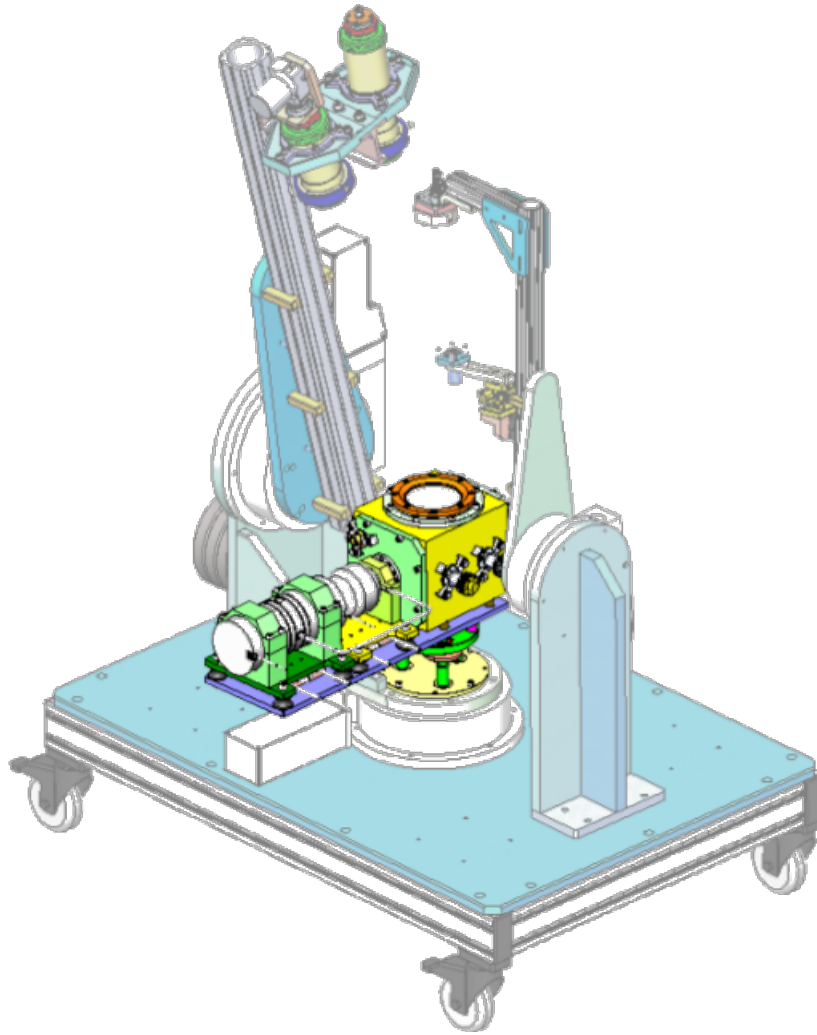


FIGURE 5.6 – Image SolidWorks de l'installation d'IceBERG sur le goniomètre

Le non-réglage de l'horizontalité de la cellule est immédiatement repéré par le décalage de la tache d'éclairage du gonio, qui se trouve en dehors du creuset du porte-échantillon. Moins d'un degré de décalage suffit à faire sortir le spot d'éclairage de l'échantillon.

L'intérieur de la cellule contient le doigt froid sur lequel est fixée l'entretoise supportant le porte-échantillon. Cette dernière porte également les capteurs de température type PT100 et la résistance chauffante nécessaire au contrôle de la cellule et à un réchauffage rapide (fig. 5.7). Les diodes de température sont différenciées par les noms *"control"*, correspondant à la diode reliée au cryostat et à la boucle d'asservissement nécessaire au contrôle de la température, et *"monitoring"* reliée au LakeShore pour la mesure de la température au niveau du porte-échantillons (fig. 5.7). L'installation d'écrans thermiques est possible afin de limiter le rayonnement de la mécanique pouvant réchauffer l'ensemble. Les tests de puissance ont montré que la cellule pouvait descendre sa température à 80K sans montrer des signes de faiblesse. Les écrans n'ont donc pas été usinés pour l'instant. Ils seront cependant nécessaires si la cellule doit descendre en dessous de 80K.

### 5.3.2 Refroidissement du compresseur et de la tête du cryostat

Le cryostat d'IceBERG est une technologie Pulse-Tube permettant un  $\Delta T$  de température entre le doigt froid et la tête du cryostat à l'extérieur de la cellule. L'évacuation de

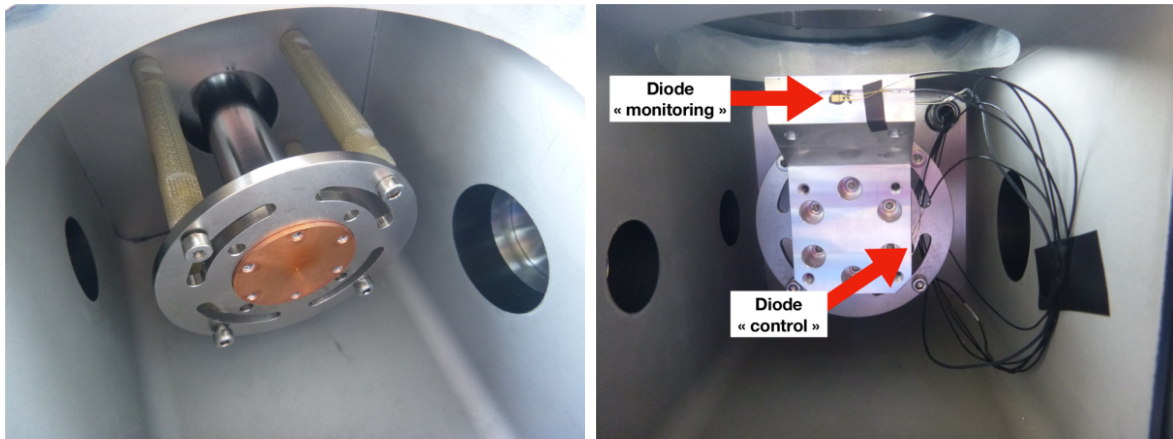


FIGURE 5.7 – Gauche : photographie du doigt froid du cryostat dans la chambre d’IceBERG et des traverses permettant le maintien des écrans thermiques. Droite : Entretoise de support des porte-échantillon montrant l’électronique câblée (deux diodes de température montrées par les flèches rouges et une résistance chauffante)

la chaleur du système est nécessaire pour éviter la surchauffe et les dégâts sur le système au-delà de  $75^{\circ}\text{C}$  (valeur limite à ne pas dépasser donnée par le constructeur) (fig. 5.8). La mécanique est prévue pour le passage d’un tuyau en cuivre sous les plaques maintenant le compresseur et le Pulse-Tube, et des premiers tests avec des ventilateurs d’appoint ont été effectués en premier lieu. L’évacuation de la chaleur est également assurée par les contacts créés par la mécanique sur le cryostat. Afin d’amplifier les échanges, de la pâte thermique a été appliquée sur les brides de support du cryostat.

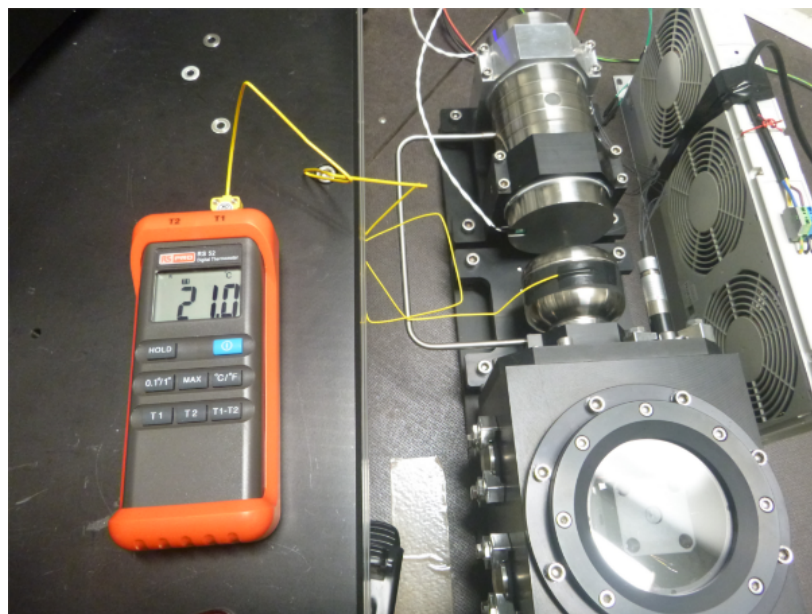


FIGURE 5.8 – Mesure de la température de la tête du cryostat pendant une descente en température de la cellule. L’évacuation de la chaleur générée sur la tête du cryostat est assurée par des ventilateurs.

Pendant une descente en température d’amplitude de  $40\text{K}$  et sans ventilateurs, la température de la tête est montée à  $41,2^{\circ}\text{C}$  en 10 minutes. L’allumage des ventilateurs a permis de refaire descendre la température et de la stabiliser à  $29,9^{\circ}\text{C}$ . À cause d’un oubli de ventilateurs pendant une descente de température à pleine puissance, la tête

du cryostat est monté à 75°C lorsque le doigt froid descendait en dessous de 170K. J'ai immédiatement installé les ventilateurs, et la température de la tête a chuté en quelques secondes à 50°C, puis s'est stabilisée vers 31°C en quelques minutes. J'ai ensuite mis en place pour IceBERG une check-list avant démarrage sur le programme de contrôle après cette erreur qui aurait pu être dangereuse pour le système.

Les risques de surchauffe sont importants lorsque la cellule travaille durant une longue période, typiquement pour descendre à sa température nominale de 80K, où le cryostat doit délivrer sa pleine puissance pendant 1h45. Des mesures avec les ventilateurs branchés en permanence dès l'allumage du cryostat ont montré que la température de la tête atteignait au maximum 39,5°C, avant de se stabiliser vers 31°C. L'ensemble de ces tests a été effectué à température ambiante.

Avec la chambre froide activée à -5°C, il a été observé que le froid environnant la cellule suffisait à évacuer la chaleur de la tête du cryostat en la limitant inférieure à 50°C, les ventilateurs ne sont donc pas nécessaires dans ce cas. La cellule est néanmoins légèrement chauffée, affichant une température de 3°C autour du doigt froid, et de 0°C sur la fenêtre en saphir. Ceci empêche la formation de givre sur la fenêtre, mais réchauffera l'échantillon par rayonnement thermique.

### 5.3.3 Descente sous vide

La première mise sous vide a pris plusieurs heures pour descendre jusqu'à  $10^{-3}$  mbar, mais ceci a été mis sur le compte du dégazage de toute la mécanique de la cellule. Le problème a persisté sur une dizaine d'essais de descente en pression. La pression minimale n'a jamais atteint  $10^{-5}$  mbars, et après chaque ouverture de la cellule par la fenêtre saphir, la pompe à vide n'arrivait pas à monter à une vitesse de rotation supérieure à 100Hz. Un serrage fort des vis sur la bride permettait à la pompe d'atteindre sa vitesse nominale de 1000Hz, mais la pression ne descendait pas à une valeur permettant la mise en froid.

Une inspection de la mécanique à la recherche de fuites a mis en évidence des apparents impacts sur la bride de la fenêtre et sur d'autres zones, toutes protégées par l'anodisation noire (fig.5.9). Lors du traitement de surface, ces pièces ont été sorties du bain d'acide et suspendues pour sécher. Mais des gouttes d'acide étaient encore sur la surface, continuant d'attaquer et créant des "trous" dans la pièce. Ces impacts étant au niveau du joint torique assurant normalement l'isolation de la cellule, ils formaient des entrées d'air et donc limitaient la mise sous vide.

De la graisse à vide spéciale cryogénie a été appliquée sur cette zone afin d'augmenter l'étanchéité de la cellule. Depuis, la pression dans la cellule a atteint les  $10^{-6}$  mbars, mais toujours au bout d'une dizaine d'heures.

Une inspection de la cellule à la recherche de sources de fuite a montré que le joint silicone placé sous la bride de la fenêtre n'était pas suffisamment épais. La bride devait être serrée par les vis à fond, au point parfois de ne pas pouvoir les déserrer. Ceci montre que la bride venait reposer sur la mécanique de la cellule, et non sur le joint silicone qui, du fait, n'était pas assez comprimé pour assurer l'étanchéité du système. Un serrage fort des vis du corps de la cellule peut assurer une étanchéité moyenne, mais leur déserrage sera impossible avec la chambre froide activée à cause de la contraction du métal avec le froid, une modification est donc à faire. Un nouveau joint plus épais est demandé.



FIGURE 5.9 – Photographie de la bride de maintien de la fenêtre saphir montrant les "impacts" dus à l'anodisation noire sur la surface (la luminosité et le contraste de l'image ont été augmentés afin de mieux discerner les traces d'acide).

Un passage de la cellule au détecteur de fuites a permis de mettre en évidence des fuites importantes sur les jointures de l'enceinte de la cellule, et faible autour de la fenêtre. L'inspection des joints n'a montré aucun problème mais la mécanique présentait des rayures de surface au niveau des joints, pouvant former des micro-fuites. Il faut également prendre en compte les différents temps de dégazage des parois de la cellule. La mécanique d'IceBERG est en aluminium avec l'intérieur de la chambre brute de découpe (jet d'eau), donc rugueux et pouvant facilement "se charger" en molécules lors de chaque remise à l'air. Le dégazage de la cellule peut être amélioré par un chauffage des parois, notamment par des cordons chauffants ce qui est actuellement le cas pendant l'utilisation de CarboN-IR, mais la forme cubique de la cellule rend l'installation d'un cordon chauffant difficile. Les deux plaques fermant l'enceinte de la cellule ont été repolies afin d'enlever les rayures et limiter l'accroche des molécules d'eau pendant la remise à l'air. Depuis, la cellule descend sous vide lentement, mais atteint dans une durée raisonnable une pression satisfaisante pour la mise en conditions cryogéniques.

### 5.3.4 Performances

#### Descente en température

La descente de 293K à 80K a été chronométrée en 105 minutes jusqu'à stabilisation de la température (fig.5.10). Ce monitoring a été effectué par mesure de la température au niveau du doigt froid.

Juste avant la stabilisation à 80K, la pente de la courbe n'est pas nulle, signe que la puissance du cryostat permet de descendre à une température encore plus basse avant d'atteindre sa limite. Au bout de 2h30, le doigt froid du cryostat a atteint 75K, et ce avec les parois de la cellule à température ambiante. Avec la chambre froide activée, la température minimale atteinte est de 66K. La vitesse globale de descente en température est également légèrement plus rapide, passant de 2,13K/min à chaud à 2,24K/min en



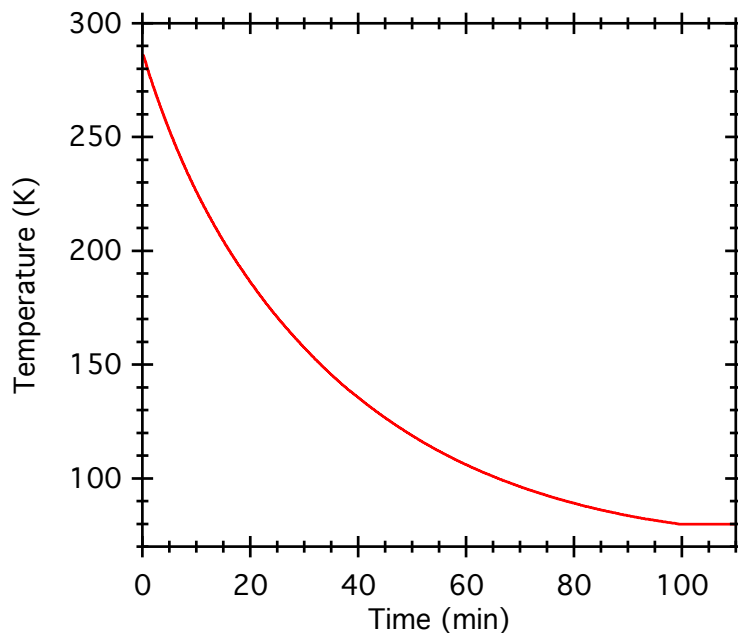


FIGURE 5.10 – Suivi de température de l'échantillon pendant la descente d'IceBERG (température de consigne 80K).

chambre froide activée.

### Thermalisation de l'échantillon

Le doigt froid du cryostat est situé à 52 mm de la surface inférieure du porte-échantillon, supporté par une entretoise en aluminium de 210 g. De plus, les portes-échantillons sont des cubes en aluminium d'environ 100 g taillés dans la masse, et évidés afin de créer les creusets recevant les échantillons. Les portes-échantillons constituent donc une masse en plus à refroidir pour le cryostat. Les deux capteurs de température sont fixés sur l'entretoise et non sur les porte-échantillons. Il peut donc exister un retard entre la stabilisation en température mesurée par les diodes et la thermalisation complète de l'échantillon à la température de consigne. Ce décalage constitue le temps nécessaire à laisser à la thermalisation de l'échantillon lors des paramétrages des séries en température. Cette durée va également dépendre de la capacité de l'échantillon à se thermaliser, qui peut par exemple être réduite si l'échantillon est constitué de grains, avec peu de surface de contact entre eux.

La thermalisation de l'échantillon à une température de consigne peut être déterminée comme le moment auquel sa réflectance ne varie plus. Ce principe est utilisé pour l'option de monitoring lors des séries thermiques (voir présentation du logiciel de contrôle). Le goniomètre éclaire l'échantillon à une longueur d'onde préalablement choisie, puis enregistre au cours du temps les variations de photométrie de la surface. Lorsque les variations de signal s'annulent, le logiciel considère l'échantillon comme thermalisé. Evidemment, il est nécessaire de choisir une longueur d'onde à laquelle la réflectance de l'échantillon est connue pour varier avec la température.

### Contrôle des remontées en température

Lors des remontées en température, le cryostat s'arrête, et la cellule est laissée sur son inertie. Cependant, il faut environ 15h à la cellule pour remonter de 80K à la tempéra-

ture ambiante (fig. 5.11). La résistance chauffante contrôlée depuis le LakeShore est donc utilisée comme une aide annexe au chauffage.

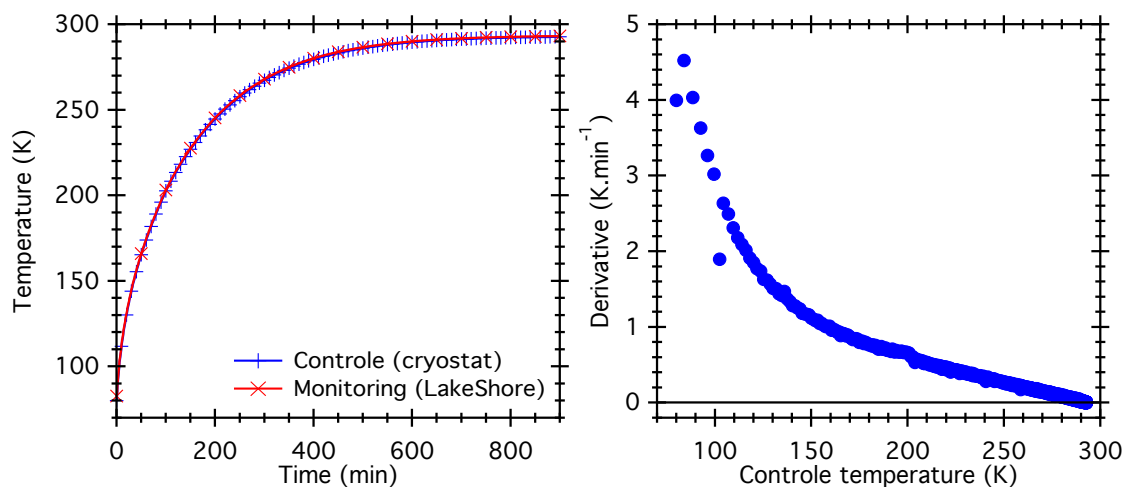


FIGURE 5.11 – Suivi de la remontée à température ambiante d’IceBERG et dérivée en  $K.min^{-1}$ .

La résistance chauffante ne s’activera que si la température remonte de moins d’ $1K.min^{-1}$  sur son inertie seule. Ainsi, jusqu’à une température de consigne de 150K, la cellule fonctionnera sur son inertie. Entre 150K et 250K, la résistance s’activera à puissance réduite afin de limiter les overshoots de température, et fonctionnera au-delà à pleine puissance pour aider à la remontée à température ambiante.

### 5.3.5 Modification du design

Les simulations de transfert thermiques par ANSYS ont montré que la différence de température entre le doigt froid et la surface du porte échantillon atteignait 12K (fig. 5.12).

Dans le cas d’une poudre ayant une faible capacité à se thermaliser, l’écart entre la température du doigt froid et la surface étudiée peut atteindre 50K. Étant donné les positions des capteurs de température dans la cellule, il est impossible avec le design actuel de connaître précisément la température de l’échantillon lui-même.

Une solution consiste à injecter du gaz dans la cellule afin d’augmenter les échanges thermiques entre l’échantillon et son environnement. Cette technique s’est montré efficace sur CarboN-IR [144], qui contient une cellule interne pouvant être partiellement remplie de gaz pendant une mesure. Cependant, les parois en aluminium de la cellule ont montré qu’ils adsorbent rapidement des molécules d’eau atmosphériques lors des remises à l’air, et dégazient lentement lors de la mise sous vide. Il est préférable, pour IceBERG de travailler sous vide dynamique, afin d’évacuer les molécules adsorbées dès leur dégazage, l’injection de gaz dans l’enceinte elle-même est donc déconseillée.

Un nouveau design a été mis en place, permettant l’injection de gaz autour de l’échantillon, tout en gardant la cellule elle-même sous vide dynamique (fig. 5.13).

Ce design comprend des écrans thermiques refroidis par le doigt froid du cryostat et plus resserrés autour de l’échantillon, ainsi qu’une deuxième fenêtre saphir posée au dessus

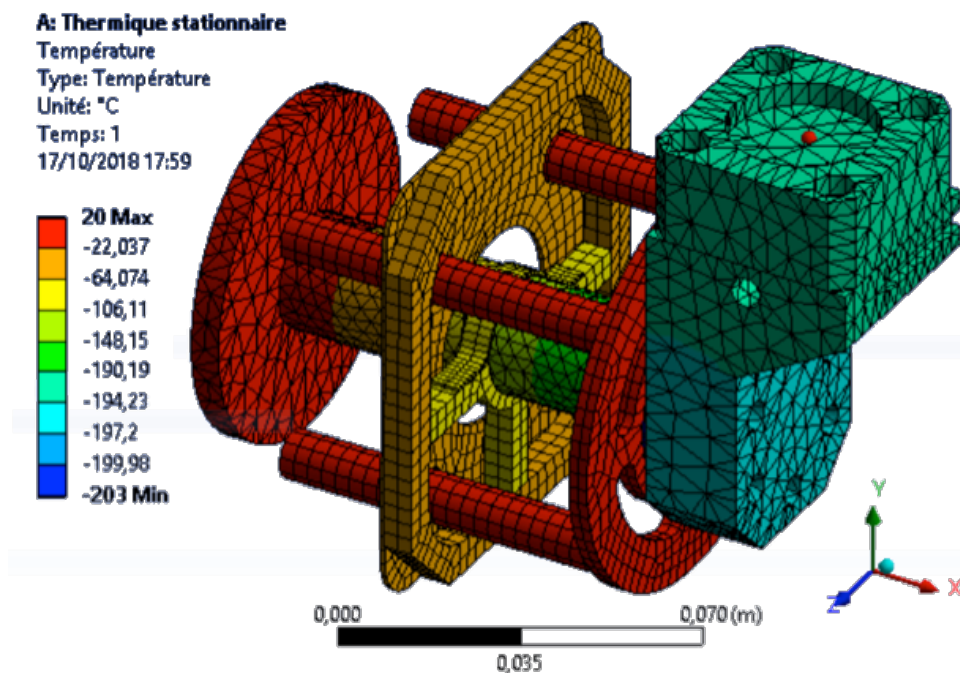


FIGURE 5.12 – Capture d’écran ANSYS de la simulation thermique du porte-échantillon et du doigt froid d’IceBERG. Le doigt froid est fixée à 70K, et la température est mesurée dans le fond du creuset, au niveau du point rouge.

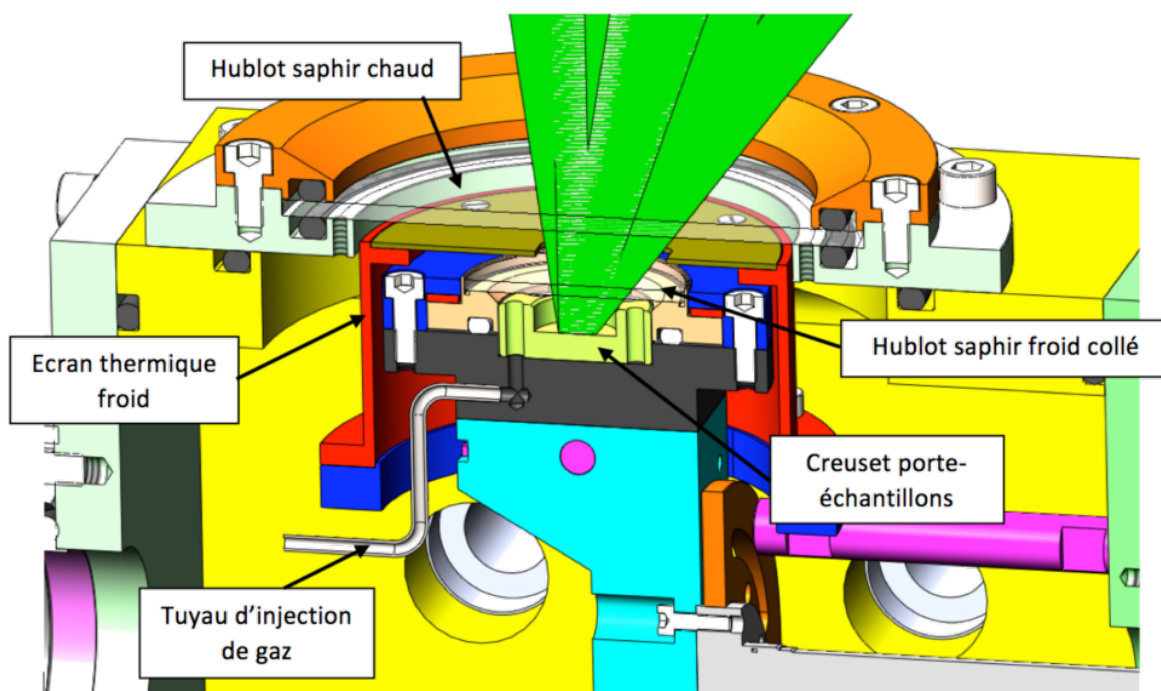


FIGURE 5.13 – Schéma SolidWorks montrant le nouveau design d’IceBERG, et l’enfermement de l’échantillon permettant l’injection de gaz

de la surface étudiée. Un tuyau relié à l’une des piqûres sur les flans de la cellule permet d’injecter du gaz entre l’échantillon et la deuxième fenêtre saphir. Ce design permet donc de mieux thermaliser l’échantillon à la température demandée, tout en maintenant la cellule sous vide dynamique.

## 5.4 Effet photométrique de la fenêtre saphir

### 5.4.1 Correction de la fenêtre dans les conditions nominales

La présence de la fenêtre saphir au dessus de l'échantillon génère des réflexions parasites entre la surface étudiée et la fenêtre elle-même. Ceci a déjà été étudié par Antoine Pommerol pendant sa thèse sur la mise en place de Sérac [139], la cellule chauffante de SHINE. La transmission de la fenêtre a été déterminée de manière empirique.

La quantité de lumière renvoyée hors de la cellule et captée par les détecteurs est déterminée par un schéma simple (fig. 5.14).

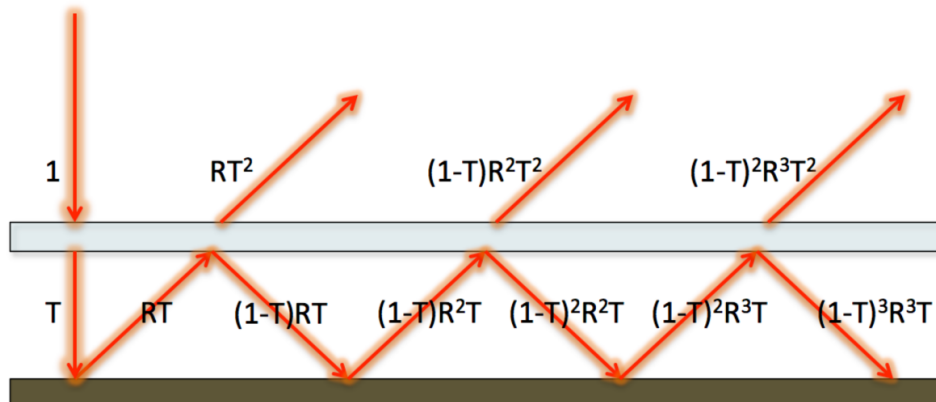


FIGURE 5.14 – Schéma des réflexions multiples entre la fenêtre et la surface de l'échantillon.

avec  $R$  la réflectance de la surface étudiée et  $T$  la transmission de la fenêtre saphir. On considère donc que la lumière réfléchiée par la fenêtre est de  $(1-T)$ . Ainsi, on peut déterminer que le flux lumineux capté par les détecteurs correspond à la somme de toutes les contributions sortantes de la cellule.

$$R_{measured} = T^2 \sum_{i=0}^{\infty} (1-T)^i R^{(i+1)} \quad (5.1)$$

Ce modèle simple permet néanmoins une correction précise de l'effet photométrique induit par la fenêtre saphir (fig. 5.15).

### 5.4.2 Extension aux géométries variables

Il a été vu lors des premiers spectres de MIRAGE une augmentation anormale de la réflectance mesurée dans le visible et dépendant de la géométrie (figs. 5.16 et 5.17).

Cette augmentation vient de la contribution de la lumière réfléchiée par la surface supérieure de la fenêtre elle-même captée par les détecteurs (fig. 5.18).

Il s'est avéré que l'état de surface des fenêtres de MIRAGE n'était pas suffisamment fin pour obtenir une réflexion primaire purement spéculaire. La réflectance mesurée par le goniomètre aux angles de phases faibles et jusqu'en configuration nominale (éclairage au nadir  $0^\circ$  et observation à  $30^\circ$ ) est contaminée la contribution de la BRDF de la fenêtre elle-même. Après renvoi des optiques chez le constructeur pour polissage, la fenêtre

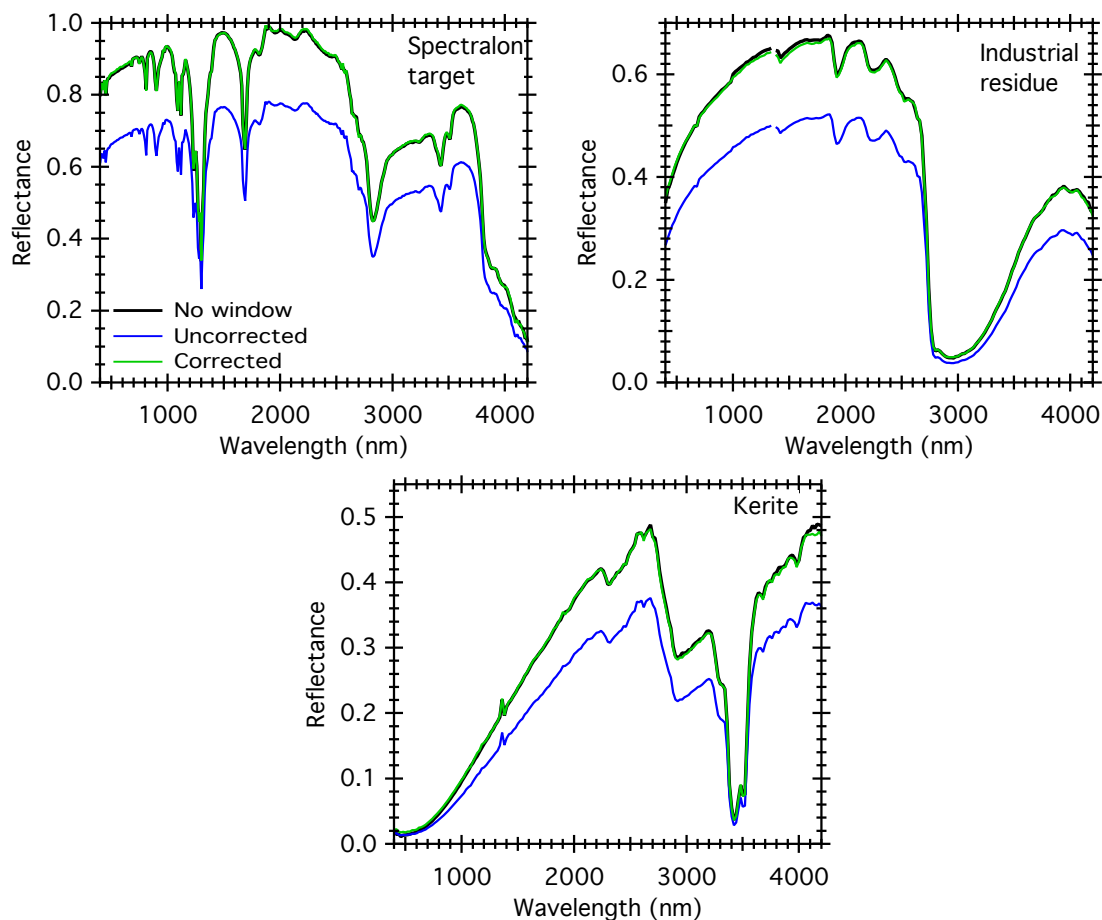


FIGURE 5.15 – Spectres en réflectance de plusieurs surfaces mesurées sans (noir) et avec (bleu) la fenêtre saphir, et spectre corrigé des effets photométriques induits par le saphir (vert).

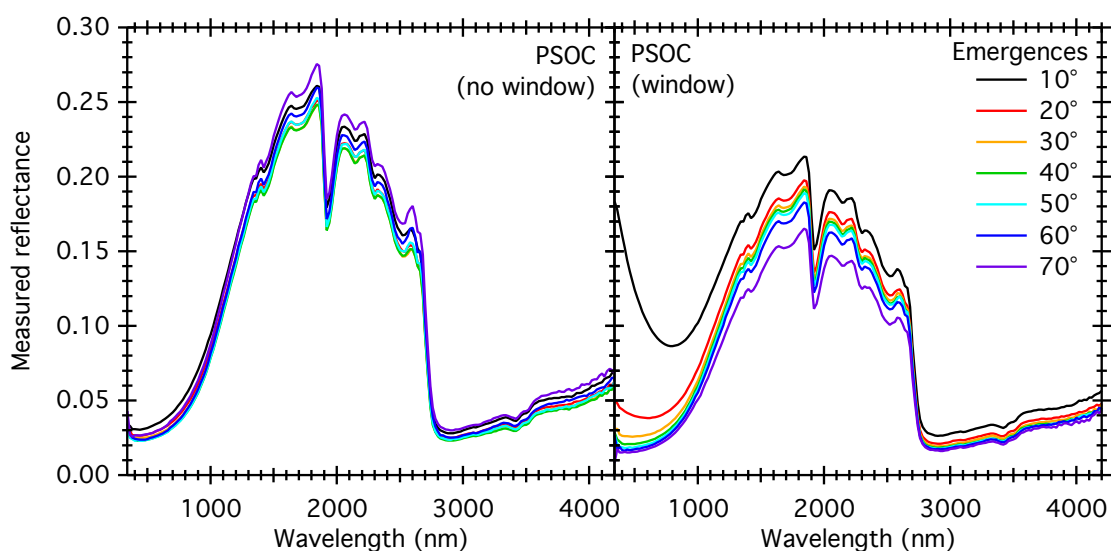


FIGURE 5.16 – Spectres du charbon PSOC mesurés sans (gauche) et avec (droite) fenêtre saphir pour différents angles d'émergence. Dans les deux cas, l'incidence a été fixée à  $0^\circ$ . Les effets photométriques n'ont pas été corrigés.

de MIRAGE et celles de recharge sont à présent parfaitement spéculaires, à condition

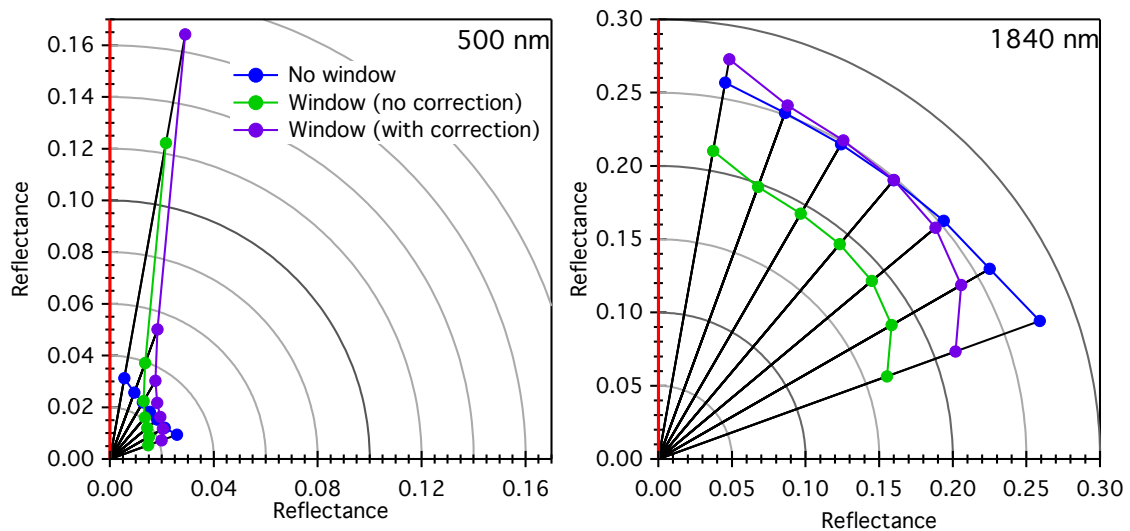


FIGURE 5.17 – BRDF du charbon PSOC pour  $\lambda = 500$  nm (gauche) et  $\lambda = 1840$  nm (droite) sans (bleu) et avec (vert) fenêtre sans correction photométrique. La ligne rouge représente la direction d’illumination, ici fixée à  $0^\circ$ .

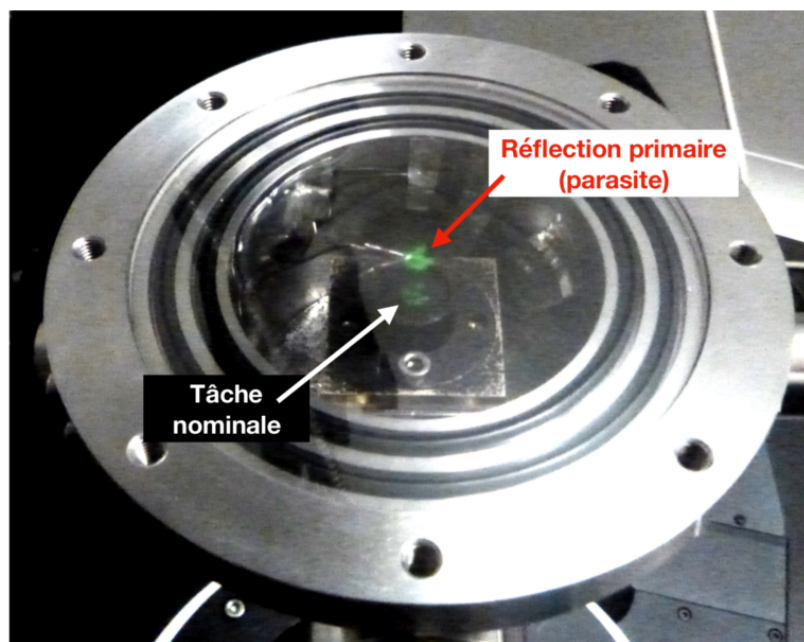


FIGURE 5.18 – Photographie de MIRAGE montrant la tache d’éclairage nominale sur la surface de l’échantillon (charbon PSOC) et la réflexion parasite sur la fenêtre avant repolissage (la luminosité et le contraste de l’image ont été augmentés pour discerner les deux taches).

que leur surfaces soient propres de toute poussière ou résidu d’échantillon. Les fenêtres d’IceBERG ont été commandées après cet incident sur MIRAGE, et leur état de surface *scratches and digs* (comparaison des tailles de rayures et creux à des valeurs normalisées) a été spécifié à 60/40 (qualité de précision optique) lors de la commande.

Dans l’infrarouge, on observe une baisse progressive de réflectance avec l’augmentation de l’angle d’émergence. Ce comportement n’apparaît pas sur les spectres du charbon type PSOC enregistrés sans fenêtre, et est donc dû à la fenêtre saphir. La fenêtre saphir est suffisamment fine (3 mm), son coefficient d’absorption suffisamment faible dans

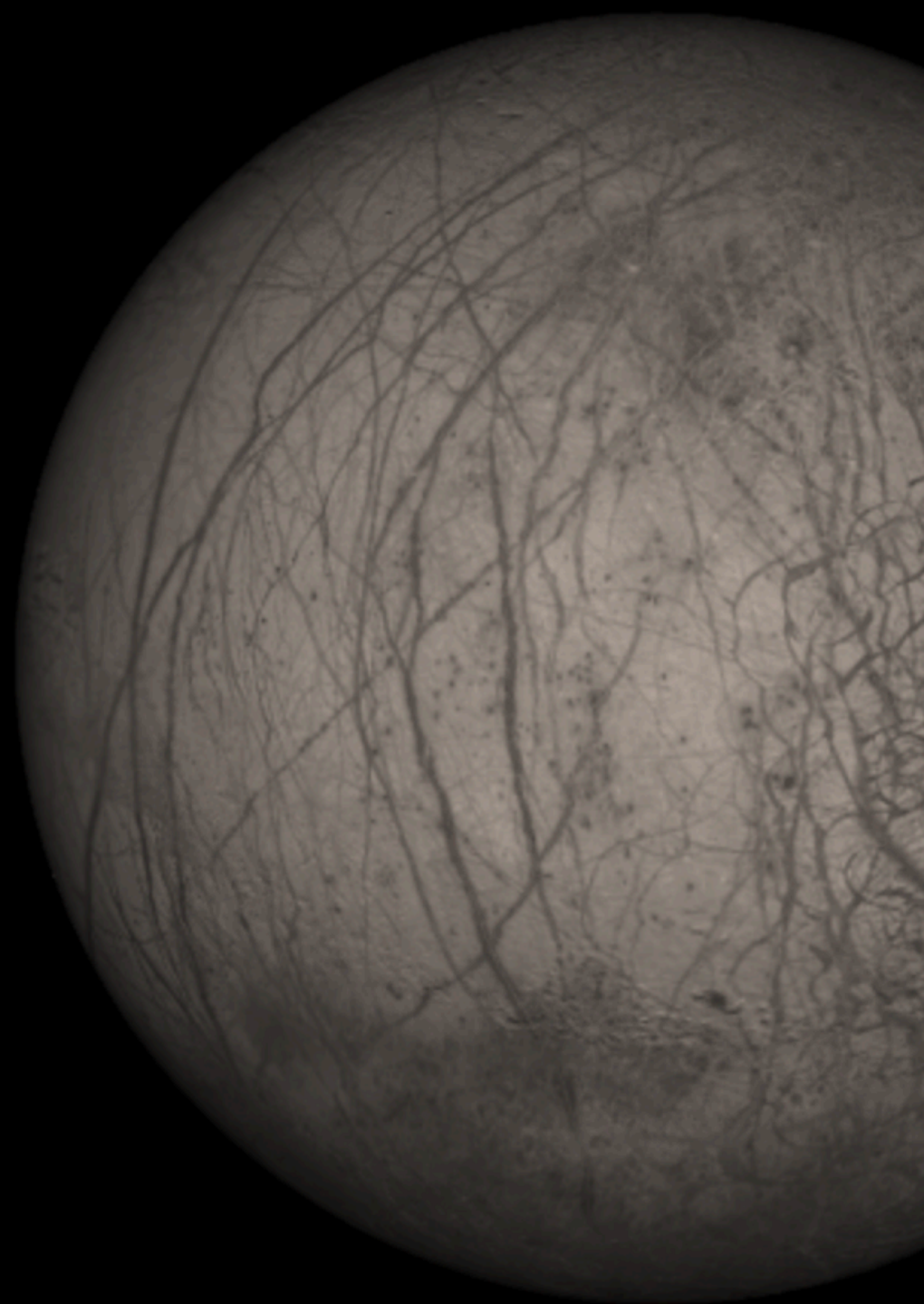
notre gamme de mesure, et les angles relativement faibles pour ne pas induire de baisse de transmission par augmentation du trajet optique des rayons dans la fenêtre lors du changement de géométrie. J'ai présenté précédemment la cartographie de la réponse des détecteurs de SHADOWS. Ainsi, le signal mesuré par les détecteurs va dépendre de la position du spot lumineux sur cette carte de réponse. Des variations de position et de taille du spot au niveau de l'échantillon induites par la présence de la fenêtre saphir dans le système vont donc impacter la photométrie de l'instrument. De part son large éclairage collimaté, SHINE n'est que très peu impacté par ces variations de sensibilité des détecteurs dans leur tache d'observation. En effet, la zone observée par SHINE est entièrement comprise dans la tache d'éclairage de 20 cm de diamètre. Un décalage de la position de cette tache n'aura qu'un impact négligeable sur la photométrie, due à sa faible inhomogénéité d'éclairage. Cependant pour SHINE en mode Gognito et pour SHADOWS, le spot d'éclairage est entièrement compris dans la zone observée, et la photométrie relevée par le goniomètre dépend de la réponse spatiale des deux détecteurs (voir précédemment la description du goniomètre). Le décalage en fonction des angles du spot d'éclairage dans sa tache d'observation au niveau de l'échantillon induira donc une baisse de photométrie, non représentative de l'échantillon.



## **PARTIE 3**

### ***Les variables de la réflectance***





# 6

## EFFET DE LA TEMPÉRATURE SUR LES SIGNATURES D'HYDRATATION

### 6.1 Intérêt de l'analyse

L'observation des signatures d'hydratation sur les astéroïdes et les météorites, ainsi que l'origine des différentes bandes détectées ont été présentés dans le premier chapitre. Il a également été suggéré dans le premier chapitre que tous les petits corps du Système Solaire ont subi un épisode plus ou moins important d'altération thermique lors de leur accrétion, ainsi qu'une déplétion d'astéroïdes hydratés parmi les géocroiseurs. Les surfaces de ces derniers présentent des températures supérieures à celles des astéroïdes de la Ceinture Principale, et ont pu subir d'intenses épisodes de chauffage, au-delà de 1500K, lors de leur approche du Soleil [145, 146, 16]. Ainsi, afin de mieux interpréter les signatures observées sur les astéroïdes, et d'apporter une hypothèse quant à la cause de la déplétion en géocroiseurs hydratés, il est nécessaire d'analyser les effets de la température sur les bandes d'hydratation dans le visible et le proche-infrarouge.

### 6.2 Les signatures d'hydratation dans le visible

La dépendance des bandes avec la température mesurée avec la météorite Mukundpura a été publiée dans un article [17] regroupant également l'analyse de la BRDF de la surface, et donc disponible au chapitre suivant.

#### 6.2.1 Les bandes du fer

L'hydratation des surfaces se traduit dans le domaine du visible par l'observation de 3 bandes faibles, à 700, 900 et 1100 nm, traduisant la présence de phyllosilicates porteurs d'ions fer [147]. La bande à 700 nm est due à un transfert de charge entre les ions  $\text{Fe}^{2+}$  et  $\text{Fe}^{3+}$  ( $\text{Fe}^{2+} + \text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{3+} + \text{Fe}^{2+}$ ) [26], tandis que les bandes à 900 et 1100 nm sont dues à des transitions énergétique au sein du champ cristallin  $\text{Fe}^{2+}$  [148].

Les distances inter-atomes dans les structures cristallines ainsi que les transferts de charge dépendent de la température [149, 148]. On s'attend donc à une dépendance des signatures spectrales à 700, 900 et 1100 nm avec la température imposée à l'échantillon. Il a notamment été observé une augmentation de la bande des transferts de charges à basse température [150], ainsi qu'une disparition de ces signatures à haute température [151].

### 6.2.2 Les signatures dans l'ultra-violet

L'acquisition des spectres avec SHADOWS peut commencer vers 350-400 nm et donc ne permet qu'une détection partielle de l'absorption dans l'ultraviolet. Cette absorption peut être due à un transfert de charge métal-O dans les minéraux oxydés [152] ou encore au carbone présent dans la matière organique de l'échantillon [153]. Cependant, l'incapacité du goniomètre à détecter avec précision le minimum de réflectance dans la bande (donc sa position), rend impossible la détermination de la cause de cette absorption. Cette bande doit néanmoins être prise en compte dans l'analyse des spectres, surtout pour leur modélisation, car elle va également varier avec la température imposée à l'échantillon.

### 6.2.3 Modélisation des spectres

Les bandes d'absorption dans le visible peuvent être modélisés afin de déterminer avec précision la variation avec la température de leurs paramètres. Sunshine et al. [154] présentent un profil gaussien modifié montrant un meilleur ajustement au spectre comparé au profil gaussien standard. Ce modèle gaussien modifié "*Modified Gaussian Model*" (MGM) est défini par la formule suivante :

$$MGM(\lambda) = A \exp\left(\frac{-(\lambda^n - P^n)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (6.1)$$

avec  $\lambda$  la longueur d'onde, A, P et  $\sigma$  respectivement l'amplitude, position et FWHM du profil gaussien. La valeur de n peut être déterminée empiriquement. Ce facteur induit une modification de la symétrie du profil, en jouant sur les pentes au niveau des ailes droite et gauche de la bande.

Afin de modéliser le spectre en entier, j'ai donc utilisé ce profil MGM pour chacune des signatures spectrales détectées dans le visible. Ainsi, le modèle complet de fit correspond à une somme de profils MGM et du continuum, considéré linéaire :

$$Ref(\lambda) = S\lambda + O + \sum_{i=1}^m MGM(\lambda, A_i, P_i, \sigma_i) \quad (6.2)$$

avec S et O respectivement la pente et l'offset appliqués au continuum linéaire,  $\lambda$  la longueur d'onde,  $A_i$ ,  $P_i$  et  $\sigma_i$  respectivement l'amplitude (appelée par la suite "*band depth*" BD), position (P) et FWHM du profil MGM. Enfin, m correspond au nombre de profils MGM injectés dans le modèle. Dans le cas de Mukundpura, présenté dans la partie suivante et dans l'article [17] du chapitre suivant, seuls 3 MGM suffisent, représentant les bandes d'absorption à 700 et 900 nm ainsi que celle dans l'UV. Nous verrons par la suite qu'il peut être nécessaire d'ajouter un quatrième profil MGM autour de 500 nm afin de modéliser correctement les spectres de certains échantillons.

### 6.2.4 Dépendance avec la température

Pendant cette analyse, le design d'IceBERG n'était pas encore démarré. J'ai donc utilisé SHINE et CarboN-IR pour mesurer la réflectance de Mukundpura à basse température. Les spectres à température ambiante et à haute température ont été mesurés avec SHADOWS et MIRAGE, qui venait juste d'être finalisée.

Les mesures ont été réalisées sous vide secondaire dans MIRAGE, et avec quelques millibars d'azote gazeux dans CarboN-IR afin d'assurer la thermalisation de l'échantillon. L'analyse se limite pour le moment au visible, avec un pas fin de 10 nm afin de détecter

des variations faibles. Les spectres obtenus ont ensuite été modélisés pour mettre en évidence les profils des bandes d'absorption (fig. 6.1).

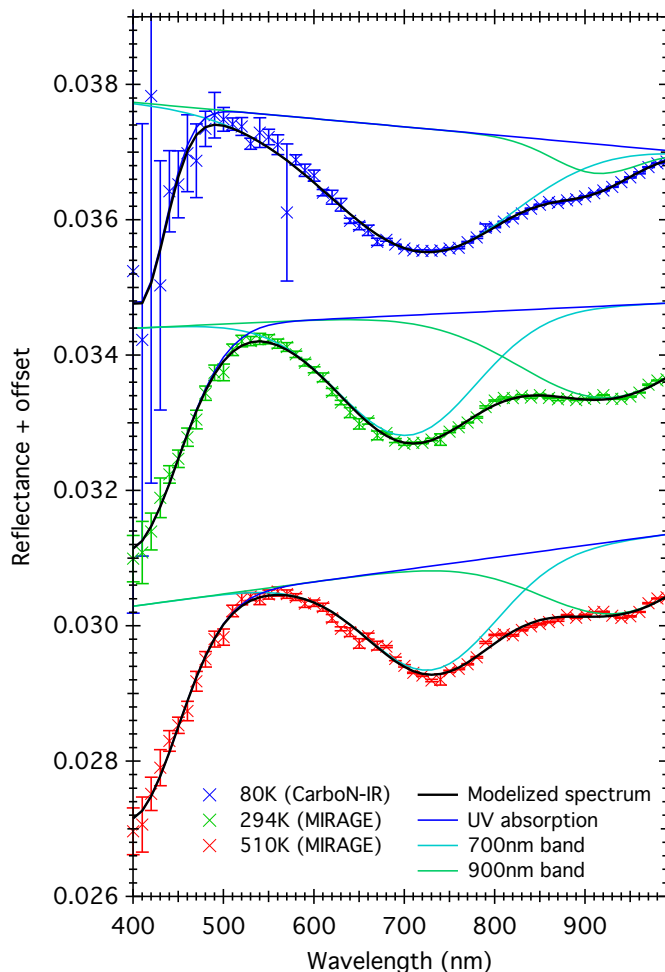


FIGURE 6.1 – Spectres en réflectance de la météorite Mukundpura (poudre) acquis sous différentes températures : 80K (bleu), 294K (vert) et 510K (rouge). Les spectres ont été modélisés afin de mettre en évidence les profils des bandes : Noir : spectres modélisés, Bleu : absorption UV, Cyan : bande à 700nm, Vert : bande à 900 nm.

Grâce à la modélisation des spectres, j'ai pu déterminer avec précision les modifications des paramètres des bandes des spectres avec la température (table 6.1).

L'augmentation de la température entraîne un rougissement des spectres, mis en évidence par le spectre acquis à 80K présentant une pente négative (spectre bleu), alors que les spectres acquis à température ambiante ou à 510K présentent une pente positive (spectres rouges). Dans le même temps, on observe une baisse du niveau de réflectance du continuum, passant de 0,0352 à 80 K à 0,0326 à 510 K.

La bande à 700 nm se décale de 20 nm vers les grandes longueurs d'onde avec la baisse de température. De plus, cette bande augmente en amplitude d'un facteur 1,2, tandis que sa FWHM gagne près de 100 nm. Il est intéressant de noter que l'effet inverse se produit pour la bande à 900 nm, mis à part pour la position de la bande. De 510 K à 80 K, la bande se décale de 30 nm vers les courtes longueurs d'onde, son amplitude est réduite d'un facteur 2,5 et sa FWHM est réduite d'environ 130 nm.

Les variations combinées du continuum ainsi que des 3 bandes détectées dans le

	80K	294K	510K
S ( $nm^{-1}$ )	$-1,210.10^{-6}$	$6,299.10^{-7}$	$1,797.10^{-6}$
O	0,0352	0,0341	0,0326
$A_{UV}$ (%)	0,298	0,327	0,314
$P_{UV}$ (nm)	404	394	396
$\sigma_{UV}$ (nm)	105	176	171
$A_{700nm}$ (%)	0,183	0,177	0,153
$P_{700nm}$ (nm)	710	702	730
$\sigma_{700nm}$ (nm)	330	252	239
$A_{900nm}$ (%)	0,043	0,136	0,107
$P_{900nm}$ (nm)	910	926	940
$\sigma_{900nm}$ (nm)	167	327	298
Max. de réflectance	0,0344	0,0342	0,0334
Position du max. (nm)	491	539	560

TABLE 6.1 – Paramètres du continuum et des bandes détectées dans le visible pour les températures analysées.

spectres amènent à un apparent décalage du maximum de réflectance de près de 70 nm, ainsi qu'une légère baisse de sa valeur.

Cette analyse met en évidence deux effets. Tout d'abord, les modifications de la structure de l'échantillon avec la température, majoritaires entre 80K et 294K, et enfin l'altération par la haute température entre 294K et 510K. Les modifications de structure sont également présentes dans cette gamme thermique, mais les deux effets sont indissociables.

### 6.2.5 Altération irréversible à haute température

Je me concentre ici sur les effets à haute température. Afin de mettre en évidence de possibles variations spectrales pendant le chauffage, mais également après refroidissement de l'échantillon, j'ai donc mesuré une série de spectres, toujours avec Mukundpura, pendant des rampes thermiques montantes et descendantes (fig. 6.2). Les spectres ont été acquis avec MIRAGE sous vide secondaire.

Cette série met en évidence l'écart des spectres entre les haute et basse températures, ainsi que le caractère irréversible des modifications induites sur l'échantillon par la haute température. Par exemple, les deux spectres acquis à la température ambiante 294K montrent une apparente baisse de réflectance, un rougissement du spectre, ainsi qu'un décalage de la bande à 700 nm vers les grandes longueurs d'onde. Cependant, les écarts observés entre les spectres avant et après chauffage correspondent à une combinaison des variations du continuum, ainsi que de chacune des bandes du spectre (fig. 6.3).

Il est difficile de voir sur seulement deux spectres l'aspect réversible ou non des modifications induites dans l'échantillon par la haute température. J'ai donc réalisé le fit de chacun des spectres de la série, en chauffage et pendant le refroidissement, et analysé individuellement les paramètres spectraux du continuum et des bandes (fig. 6.4).

Il est visible sur cette analyse que le continuum ainsi que les 3 bandes d'absorption montrent une altération irréversible par la haute température. On peut observer sur la fig. 6.4 une augmentation de la pente du continuum de  $6,3010^{-7}nm^{-1}$  à  $3,1810^{-6}nm^{-1}$ , couplé à une baisse de la réflectance, représenté par l'offset du continuum, de 0,0341 à 0,0319.

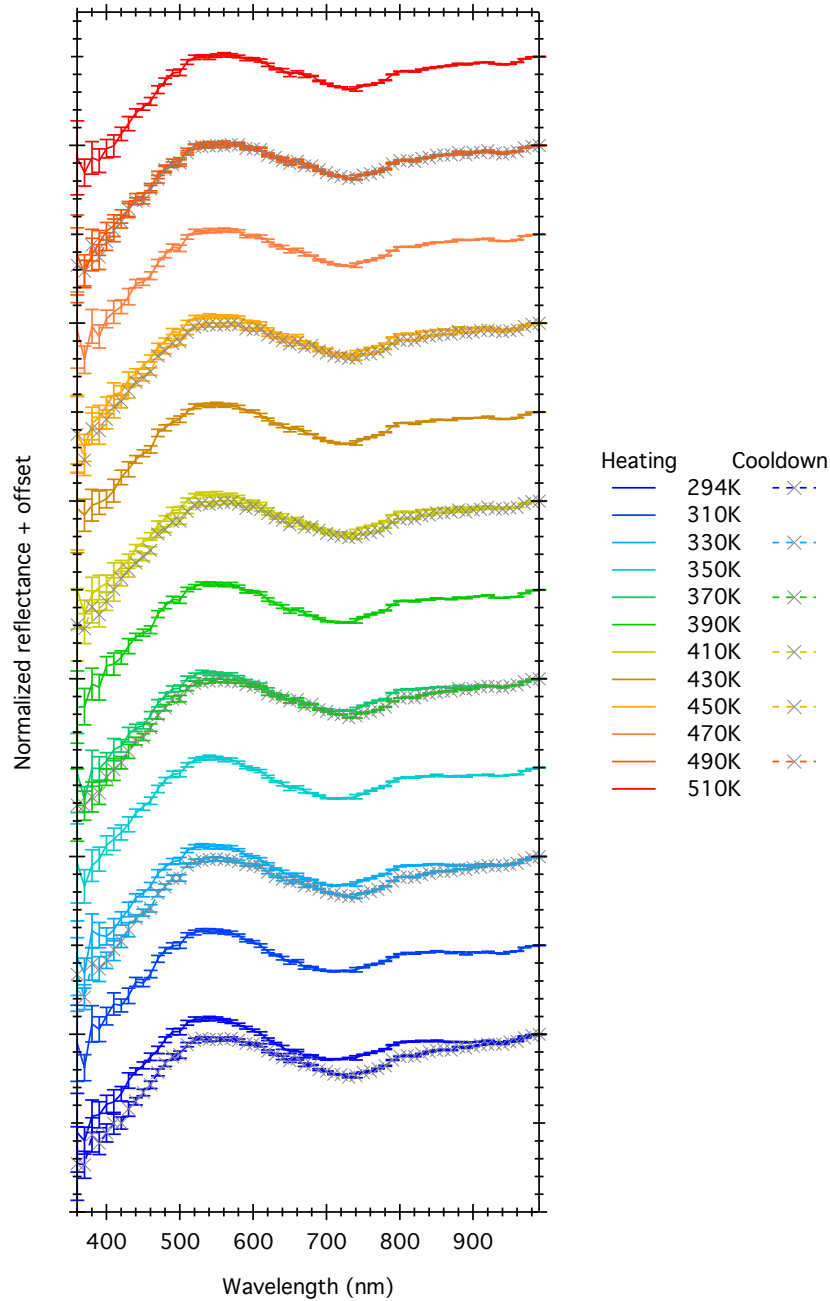


FIGURE 6.2 – Spectres en réflectance de Mukundpura acquis à plusieurs températures de la température ambiante 294K à 510K. Les mesures ont été effectuées pendant les rampes de température montante puis descendante. Les offsets ont été appliqués pour faciliter la lecture et sont identiques pour deux spectres acquis à la même température.

Avec l'augmentation de la température, l'amplitude de la bande à 700 nm augmente puis diminue à partir de 430K, sa FWHM diminue et la bande se décale vers les grandes longueurs d'onde. Pendant le refroidissement, son amplitude change peu et retourne à une valeur proche mais sensiblement plus basse qu'avant chauffage (0,163% contre 0,177%). Pendant le chauffage, la position de la bande est fortement modifiée, avec un décalage de 703 à 730 nm. Elle retourne à 720 nm pendant le refroidissement. Ainsi, la position de la bande à 700 nm n'est pas réversible avec la température. Ceci peut être expliqué par des procédés d'oxydo-réduction dans les phyllosilicates pendant le chauffage.

L'amplitude de la bande à 900 nm diminue avec l'augmentation de la température de 0,130% à 0,107%, tandis que sa position se décale de 926 à 941 nm. Cependant et à l'in-

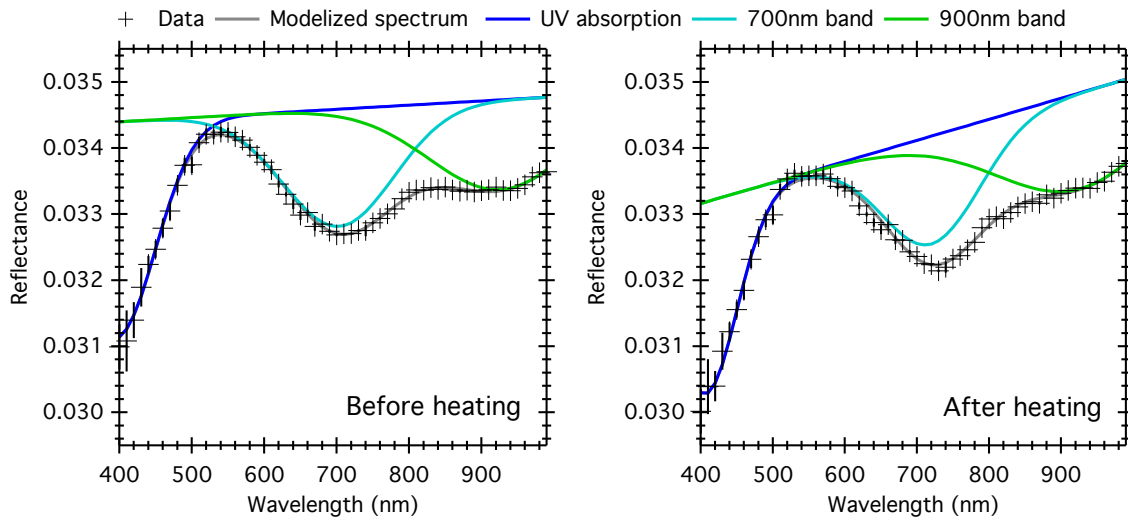


FIGURE 6.3 – Spectres en réflectance de Mukundpura avant et après chauffage (correspondant au premier et dernier spectres de la figure 6.2), modélisés par une somme de MGM. Noir : mesures, Gris : spectre modélisé, Bleu : absorption UV, Cyan : bande à 700nm, Vert : bande à 900 nm.

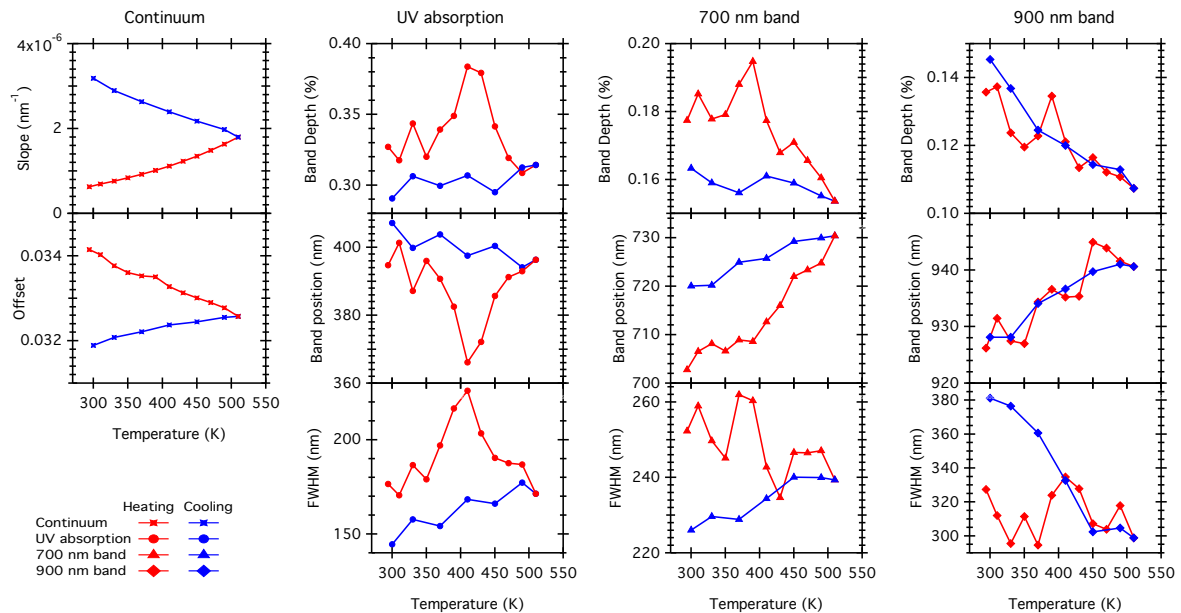


FIGURE 6.4 – Variation des paramètres spectraux de Mukundpura avec la température pendant le chauffage (rouge) et refroidissement (bleu) de l'échantillon.

verse de ce qui est observé sur la bande à 700 nm, ces variations sont réversibles pendant le refroidissement de l'échantillon. Seule l'augmentation de la FWHM garde un aspect irréversible. Ce résultat est attendu comme cette bande à 900 nm est due à une transition des champs cristallins ainsi qu'à un transfert de charges, dépendante et réversible avec la température [148].

La combinaison de chacune de ces variations induisent un déplacement apparent du maximum de réflectance de 530 nm à 558 nm après les rampes thermiques, ainsi qu'une légère baisse de réflectance de 0,0342 à 0,0335.

Ceci amène donc à une question : à quelle température l'altération irréversible par la haute température prend-elle le dessus sur les modifications structurales ?

### 6.2.6 Phénomène d'hystérésis

Cette analyse se base sur le fait que les modifications de structure cristalline dues à la température sont réversibles. J'ai donc mis en place le protocole suivant afin d'essayer de mettre en évidence le passage du régime réversible à irréversible, donc de déterminer la température à partir de laquelle l'échantillon est altéré.

Les spectres sont réalisés en utilisant MIRAGE sous vide ( $10^{-5} - 10^{-6}$  mbars). Des oscillations de température sont imposées, correspondant à une augmentation de 40 K, puis un refroidissement de 20K (fig. 6.5). Une acquisition est réalisée à chaque pas thermique après 30 minutes de thermalisation. Après les mesures à 523 K et 503 K, l'échantillon est lentement refroidi, avec un spectre acquis tous les 50K jusqu'à température ambiante.

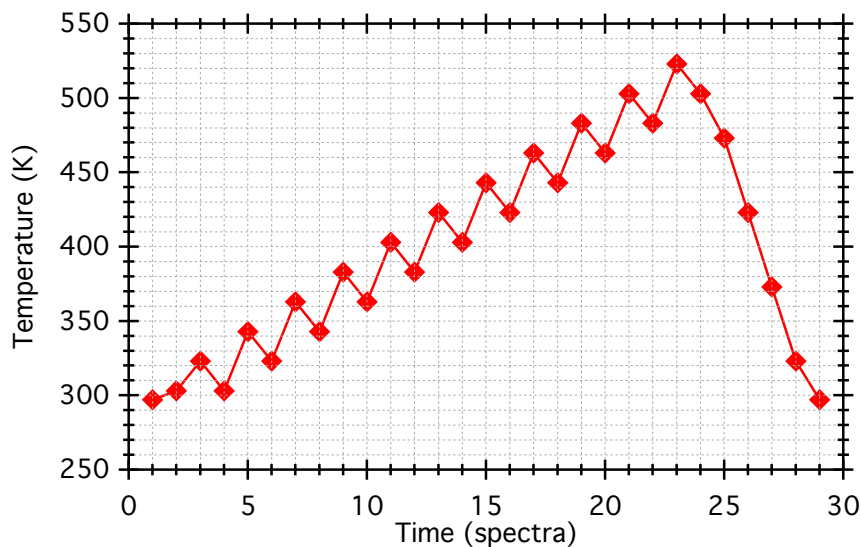


FIGURE 6.5 – Présentation de l'enchaînement des températures pour l'analyse d'hystérésis

Les amplitudes thermiques entre chaque pas, et donc chaque spectre, sont relativement faibles. Ainsi, les variations spectrales à détecter le seront encore plus. Une telle analyse sera difficile à réaliser sur des surfaces faiblement altérées par l'eau, présentant des bandes faibles et des variations limitées avec la température. Cette rampe de température a été appliquée à la cronstedtite (une serpentine riche en fer de formule  $(\text{Fe}, \text{Mg})_3(\text{Fe}, \text{Si})_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  [29]) ainsi qu'à deux météorites fortement altérées : ALH 83100 (CM1) et GRO 95577 (CR1).

Le modèle de fit n'est pas suffisamment précis pour détecter des variations aussi fines sur tous les paramètres des bandes. J'ai donc analysé ici les variations de la crête de réflectance vers 520 nm, entre l'absorption UV et la bande à 700 nm (fig. 6.6). Les spectres ont été modélisés afin d'obtenir une meilleure précision sur la position de la crête que le pas spectral de la mesure.

Les trois échantillons analysés montrent des variations irréversibles par la série de températures imposée. Leur niveau de réflectance est abaissé, couplé à un décalage de la position du maximum de réflectance vers les grandes longueurs d'onde. La cronstedtite présente les plus grandes variations, avec une perte de 0,0136 de réflectance ainsi qu'un décalage de plus de 85 nm. Vient ensuite la CR1 GRO 95577 avec une perte de 0,0045 de réflectance et un décalage de près de 20 nm. Enfin, la réflectance de la CM1 ALH 83100 est diminuée de 0,0024, couplé à un décalage d'un peu plus de 10 nm. La cronstedtite est



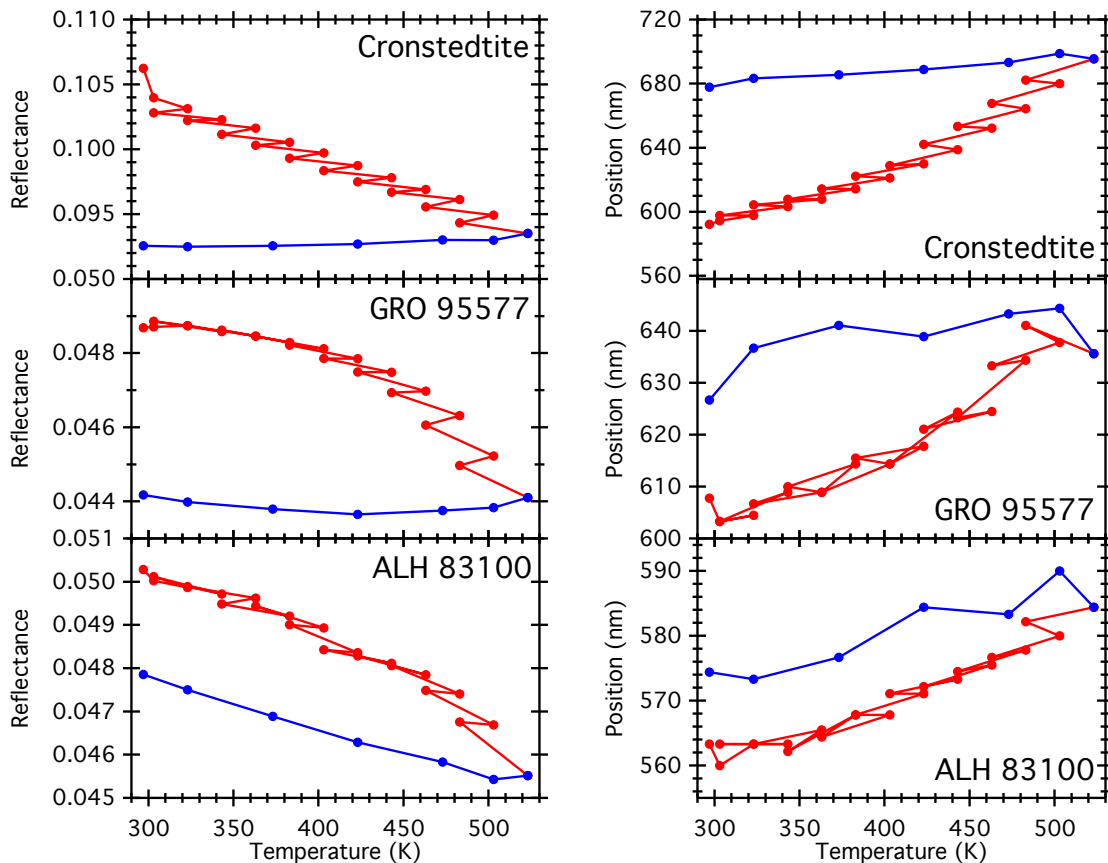


FIGURE 6.6 – Réflectance et position de la crête pour les trois échantillons pendant l'analyse d'hystérésis. Rouge : mesures pendant la rampe de température, Bleu : mesures pendant le refroidissement de l'échantillon.

très riche en fer, la météorite GRO 95577 contient entre 5 et 7 vol.% de métal [155], et de la cronstedtite a été détectée dans la météorite ALH 83100 [156]. On remarque ainsi que plus l'échantillon est riche en fer, plus les variations sont importantes, mais ce résultat n'est pas étonnant.

On remarque sur la figure 6.6 que les effets de la température sur la cronstedtite sont immédiatement irréversibles, et ce même à basse température. Les variations sur les deux météorites sont réversibles jusqu'à 360 K pour ALH 83100 et 420 K pour GRO 95577. On distingue donc sur ces deux surfaces les deux effets de la température : les déformations de la maille cristalline et les transferts de charges induisant les variations réversibles, puis l'altération structurelle irréversible à haute température. Ceci est notamment visible sur les résultats de la météorite GRO 95577 où les oscillations de température permettent de retrouver les même valeurs et position de maximum de réflectance jusqu'à 420 K. Au-delà, les variations induites sont irréversibles et de plus en plus importantes, jusqu'à la température maximale mesurée et le refroidissement de l'échantillon.

### 6.3 Les signatures d'hydratation dans le proche-infrarouge

L'infrarouge contient les signatures de l'eau et des minéraux hydratés, notamment inclus dans la bande d'absorption intense autour de  $3\mu\text{m}$ . Les causes de cette bande ont été décrites dans le premier chapitre présentant en détail l'altération aqueuse des surfaces. Je

rappellerai juste que cette signature spectrale traduit la présence de minéraux hydratés portant des groupes -OH et/ou des molécules d'eau [27, 157, 158]. Il a également été proposé que la formation de ces groupes -OH pouvait provenir de l'altération de la surface par les vents solaires [159, 23, 160]

### 6.3.1 Les analyses précédentes sur la bande globale

Par une analyse en transmission, Beck et al. [161, 162] a montré une augmentation de l'intensité de la bande, un décalage de sa position et de son barycentre vers les hautes fréquences, donc courtes longueur d'ondes, ainsi qu'un affinement de la bande avec l'altération aqueuse. Ce décalage a été également observé en spectroscopie en réflectance diffuse [157, 27, 158] (fig. 6.7).

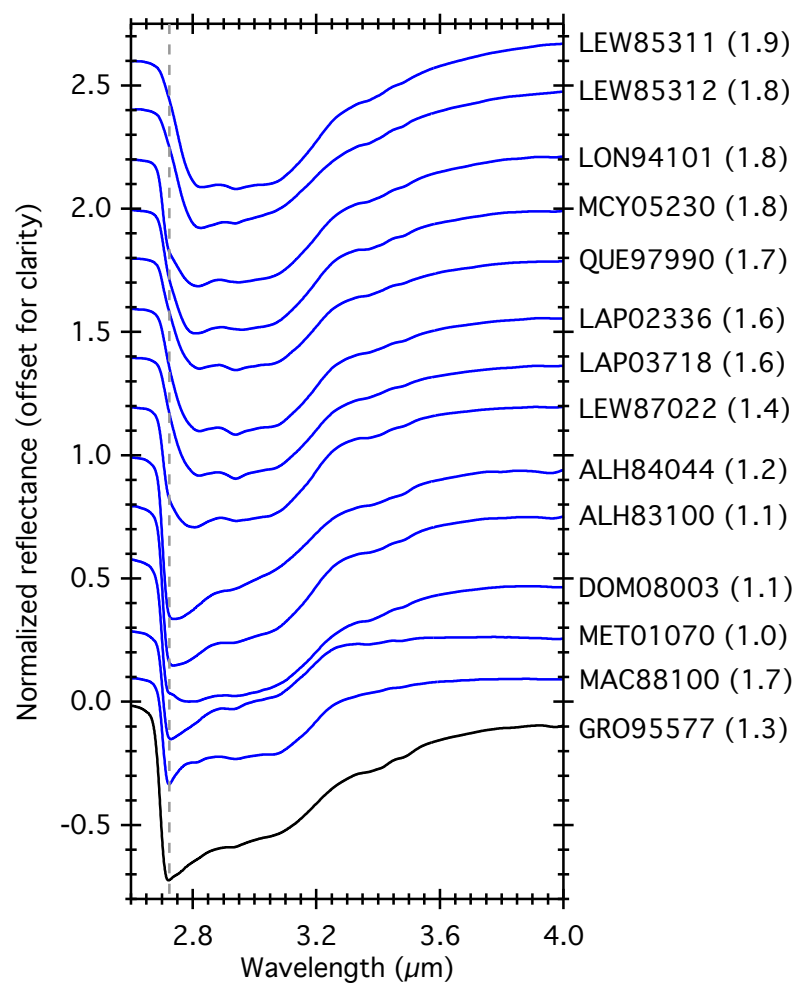


FIGURE 6.7 – Spectres en réflectance de plusieurs météorites de degrés d'altération aqueuse différents (mesure sous vide). Bleu : CM, Noir : CR. Le type pétrographique selon l'échelle de Rubin et al. [87] est noté entre parenthèses. La ligne grise montre la position du minimum de réflectance dans la bande à 3- $\mu\text{m}$  de la météorite la plus altérée. Données de [158].

Cet effet peut être expliqué par l'augmentation avec l'altération aqueuse du taux de Mg-phylosilicates ayant un pic d'absorption autour de 2,7 $\mu\text{m}$ . Garenne et al. [31] a confirmé ceci par une analyse de thermogravimétrie (TGA), en montrant la corrélation linéaire entre la proportion de phylosilicates et l'échelle pétrologique d'Alexander et al. [88].

Cette signature spectrale peut aisément être contaminée par des molécules d'eau atmosphérique adsorbée sur la surface analysée. L'analyse sous vide et en étuve permet de retirer cette contribution, déformant fortement la bande. Il a notamment été montré une diminution importante de l'aire de la bande par perte d'une composante centrée vers  $3\mu\text{m}$  [161] (fig. 6.8).

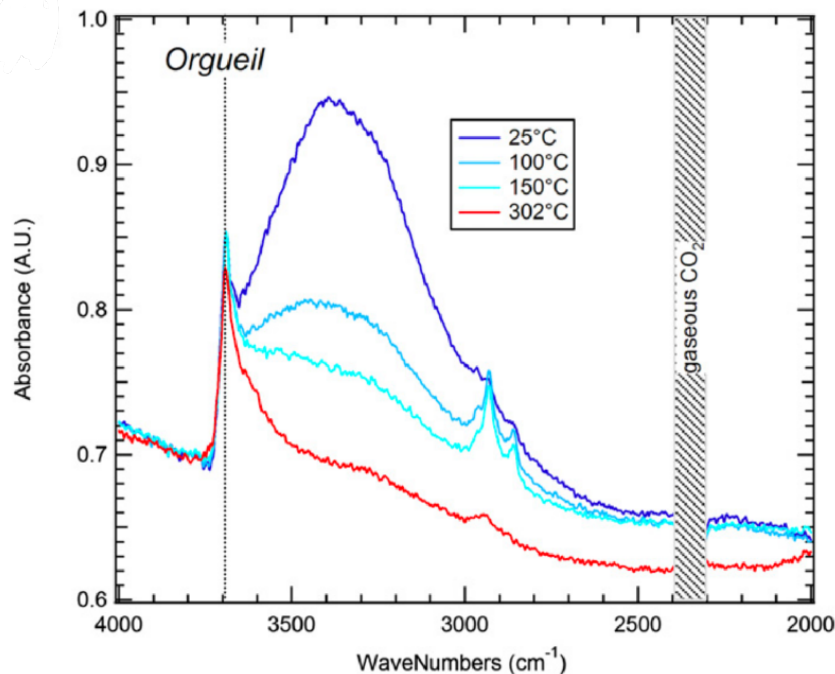


FIGURE 6.8 – Spectres en transmission de la météorite CI Orgueil centrés autour de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  acquis à différentes températures. La ligne verticale marque la composante à  $2.7\mu\text{m}$ . Figure tirée de [161].

Le passage des conditions atmosphériques terrestres aux conditions astéroïdales génère une forte modification de la forme générale de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$ , que ce soit en transmission (fig. 6.8) ou en réflectance [163]. La signature spectrale passe d'une forme large et globalement ronde à une forme fine et piquée après passage sous vide et à haute température. Ceci est expliqué par la perte par l'échantillon de l'eau atmosphérique et de son eau adsorbée, montrant une large composante autour de  $3\mu\text{m}$ , et responsables des premiers pics de pertes de masse observés en TGA [31].

### 6.3.2 Décomposition de la bande à $3\text{-}\mu\text{m}$

Tous les travaux précédents analysent la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  dans sa globalité. Cependant, les effets mis en évidence précédemment (décalage de la bande avec l'altération aqueuse, modification de la forme par la haute température) traduisent la présence de multiples composantes dont la combinaison aboutit à la forme complexe de cette signature spectrale.

Des analyses précédentes réalisées sur des argiles ont mis en évidence les principales composantes de cette bande :

- Une composante fine et fortement asymétrique est due aux modes de vibration des groupes  $\text{-OH}$  fixés aux minéraux hydratés comme les phyllosilicates. Cette signature spectrale est présente entre  $2700\text{ nm}$  et  $2800\text{ nm}$ , et est responsable du décalage de la bande vers les courtes longueurs d'onde avec l'altération aqueuse de la surface,

couplé à un renforcement de la pente de l'aile gauche. Elle est notamment visible sur les spectres acquis sous vide et après chauffage à haute température (par exemple le spectre d'Orgueil chauffée à 302°C sur la fig. 6.8).

- Une faible composante peut être présente autour de 2760 nm. Elle correspond aux modes de vibrations des molécules d'eau interfoliaires fortement liées dans les argiles. Cette bande est aisément saturable, et il a été montré que son intensité restait constante autour de 7 % même en cas d'humidité variable [164, 165]. Cependant, cette signature spectrale est difficilement distinguable car noyée dans la composante des minéraux hydratés.
- Deux composantes dues aux vibrations des molécules d'eau peuvent être séparées, chacune correspondant aux vibrations symétriques et antisymétriques de différentes molécules d'eau. La première autour de 2800 nm trace la présence d'eau adsorbée, donc faiblement liée à l'échantillon. La seconde vers 3100 nm témoigne de molécules d'eau fortement liées à la surface, par exemple retenues entre les cristaux, en solution autour de cations interstructuraux, ou autour d'oxydes. Les paramètres spectraux des deux dernières composantes sont directement reliés au nombre de molécules présentes dans l'échantillon. En effet, il a été montré qu'en diminuant l'humidité de l'échantillon, donc en retirant des molécules d'eau, ces composantes perdaient en intensité et se déplaçaient vers les courtes longueurs d'onde [117, 166, 167, 168]. Dans sa thèse [117], Schultz explique ce décalage d'un point de vue énergétique : lors de la réduction du nombre de molécules d'eau dans l'échantillon, l'énergie de liaison hydrogène diminue, permettant donc aux groupes -OH de vibrer à une fréquence plus élevée, induisant donc un décalage de la bande observée vers les longueurs d'onde courtes.

Sans pour autant être définitivement séparées, ces composantes sont responsables des différents pics de pertes de masse observées dans les analyses TGA [31].

En résumé, la première composante reliée aux minéraux hydratés se décale en longueur d'onde avec l'altération aqueuse de l'échantillon, tandis que les positions des deux bandes des molécules d'eau sont directement reliées à l'humidité de la surface. En combinant les informations retenues dans les composantes, il est donc possible d'établir l'histoire thermique de l'échantillon en utilisant seulement la bande des -OH autour de 3- $\mu$ m. Ceci constitue l'analyse majeure de ma thèse, publiée dans deux articles : le premier présente une nouvelle méthode de déconvolution de cette bande d'absorption [165], le second présente l'analyse via cette bande de l'histoire thermique des météorites avec application aux astéroïdes [60]. Les deux articles sont présentés ci-après.

### 6.3.3 Méthode de déconvolution de la bande à 3 $\mu$ m : le programme HADeS

Afin de réaliser une analyse précise de cette bande, il est nécessaire de séparer les diverses composantes qui la forme. En effet, ces 3 ou 4 contributions (metal-OH, eau interfeuille, adsorbée et structurelle) apportent chacune une information différente sur la nature et l'histoire d'altération de l'échantillon analysé.

La bande globale peut donc être modélisée comme la somme des porteurs des groupes -OH. La déconvolution de bandes s'effectue généralement à l'aide de profils Gaussiens, ou de Gaussiennes modifiées (MGM) [154]. Cependant, l'utilisation de ces deux profils ne permettaient pas une modélisation satisfaisante de la forme de l'absorption, notamment sur le bord des ailes proches du retour au continuum, ainsi que dans le fond de la bande.

La majeure partie des contraintes sur l'ajustement vient de la chute brutale de réflectance sur l'aile gauche de la bande (aux courtes longueurs d'onde). Dans le cas d'ajustements par des profils gaussiens ou MGM, les deux étant symétriques, cette chute brutale n'est modélisable que par une composante de faible largeur (fig. 6.9).

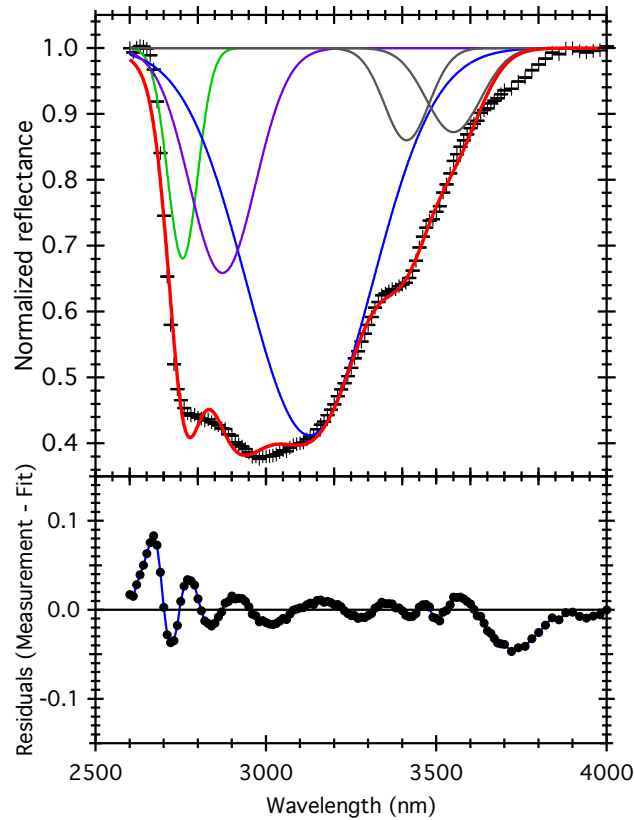


FIGURE 6.9 – Ajustement de la bande à  $3\mu\text{m}$  par des profils gaussiens (haut) et écart entre les données mesurées et modélisées (bas) sur la météorite Tagish Lake. Noir : réflectance mesurée, Rouge : réflectance modélisée, Vert, Violet, Bleu : composantes gaussiennes, Gris : organiques.

Ces modèles sont clairement améliorables, mais la forme complexe et la largeur de la bande de Tagish Lake montrent la présence de plusieurs composantes et donc rend les essais difficiles. Des spectres en réflectance d'astéroïdes mesurés par le satellite AKARI ont montré une bande d'absorption plus fine et de forme triangulaire (fig. 6.10), pouvant être le signe d'une bande ne contenant qu'une seule composante mais impossible à ajuster comme tel avec les modèles gaussiens standards.

Afin d'améliorer l'ajustement de ces bandes avec un nombre limité de composantes, j'ai donc testé la modélisation de la bande à  $3\mu\text{m}$  en utilisant un profil asymétrique, une Gaussienne modifiée par une exponentielle [169] ("*Exponentially Modified Gaussian*" *EMG*) :

$$EMG(\lambda, h, \mu, \sigma, \tau) = \frac{h\sigma}{\tau} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \exp\left[\frac{1}{2}\left(\frac{\sigma}{\tau}\right)^2 - \frac{\lambda - \mu}{\tau}\right] \text{erfc}\left[\frac{1}{\sqrt{2}}\left(\frac{\sigma}{\tau} - \frac{\lambda - \mu}{\sigma}\right)\right] \quad (6.3)$$

avec  $\lambda$  la longueur d'onde,  $h$ ,  $\mu$  et  $\sigma^2$  respectivement l'amplitude, la moyenne et la variance de la gaussienne,  $\tau$  le facteur de relaxation de l'exponentielle et  $\text{erfc}(x)$  la fonction erreur complémentaire :

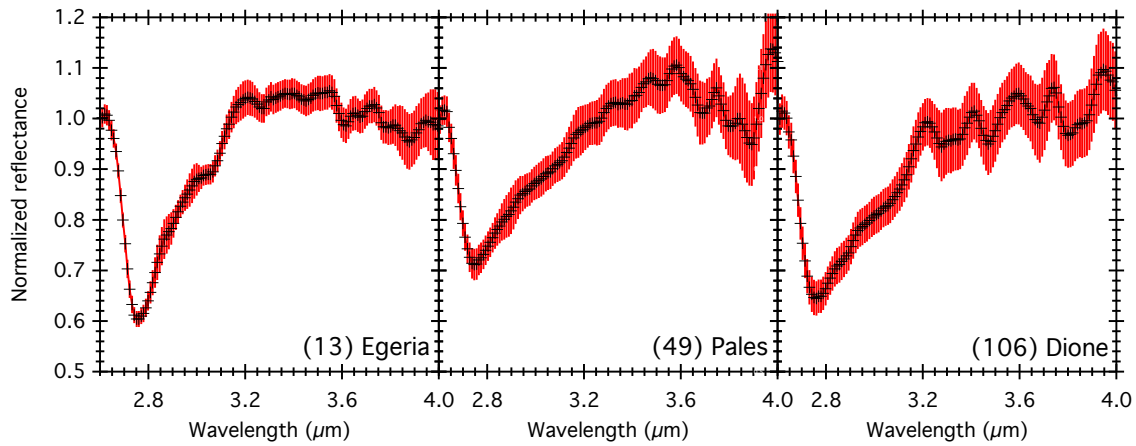


FIGURE 6.10 – Spectres en réflectance des astéroïdes (13) Egeria, (49) Pales et (106) Dione mesurés par le satellite AKARI. Ces objets présentent une bande fine et de forme triangulaire, typique d'une seule composante. Les spectres sont tirés de [63]

$$erfc(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_x^{\infty} \exp(-t^2) dt \quad (6.4)$$

Ce modèle est couramment utilisé pour la modélisation de pics en chromatographie liquide. Le modèle a rendu une modélisation fidèle de la forme de la bande de Tagish Lake (fig. 6.11) avec seulement 3 composantes d'hydratation et 2 composantes pour les signatures des organiques.

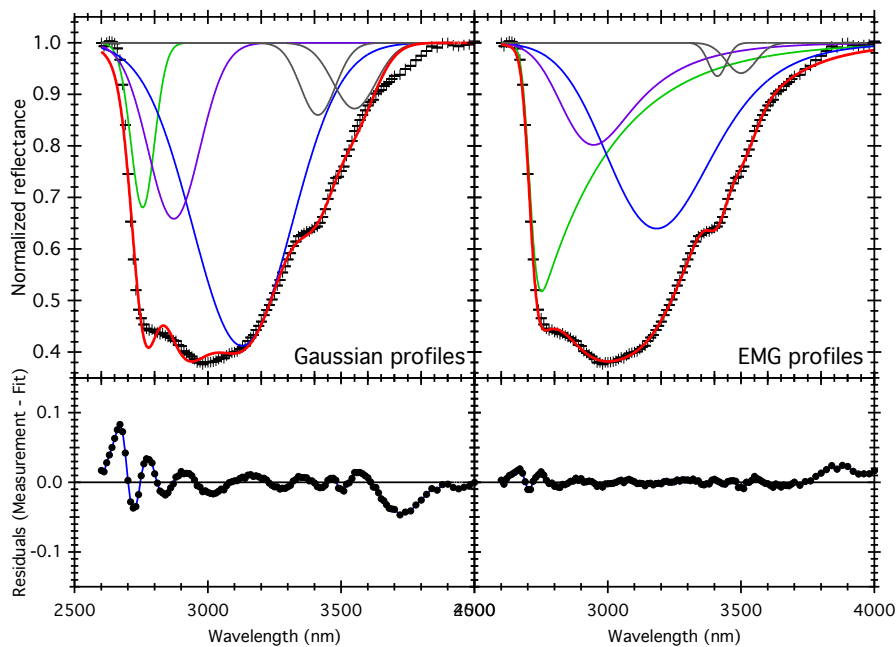
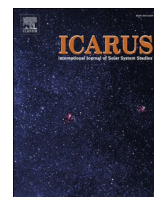


FIGURE 6.11 – Comparaison du fit utilisant des profils gaussiens (gauche) et des EMGs (droite) sur la bande de la météorite Tagish Lake. Les écarts entre la réflectance mesurée et modélisée sont présentés sous les figures correspondantes. Noir : réflectance mesurée, Rouge : réflectance modélisée, Vert, Bleu, Violet : composantes de la bande d'hydratation, Gris : signatures des organiques.

La modélisation utilisant des profils EMGs permet une reproduction fidèle de la forme

de la bande à  $3\mu\text{m}$ , tout en permettant une justification scientifique des composantes. De plus, si aucune contrainte n'est appliquée lors du fit, ce profil peut également reproduire une forme de gaussienne symétrique. J'ai donc adopté ce modèle afin de séparer les diverses composantes de la bande à  $3\mu\text{m}$  des spectres de météorites et d'astéroïdes. La comparaison de ce modèle avec ceux régulièrement utilisés (gaussiennes et polynômes) est présenté dans l'article [165] suivant.

Les paramètres d'un profil EMG sont corrélés entre eux. Le calcul de l'erreur du modèle par dérivation de l'équation est donc impossible dans ce cas. Le calcul d'erreur de modèles complexes est basé sur l'erreur des données ajustées elles-mêmes et utilise une méthode statistique appelée *bootstrap* [170]. Le calcul d'erreur est également décrit dans [165].



# A model of the 3- $\mu$ m hydration band with Exponentially Modified Gaussian (EMG) profiles: Application to hydrated chondrites and asteroids

S. Potin<sup>a,\*</sup>, S. Manigand<sup>b</sup>, P. Beck<sup>a,c</sup>, C. Wolters<sup>a</sup>, B. Schmitt<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Université Grenoble Alpes, CNRS, IPAG, 414 rue de la Piscine, 38400 Saint-Martin d'Hères, France

<sup>b</sup> Niels Bohr Institute & Centre for Star and Planet Formation, University of Copenhagen, Øster Voldgade 5–7, DK-1350 Copenhagen K., Denmark

<sup>c</sup> Institut Universitaire de France, Paris, France

## ABSTRACT

We present here a new method to model the shape of the 3- $\mu$ m absorption band in the reflectance spectra of meteorites and small bodies. The band is decomposed into several OH/H<sub>2</sub>O components using Exponentially Modified Gaussian (EMG) profiles, as well as possible organic components using Gaussian profiles when present. We compare this model to polynomial and multiple Gaussian profile fits and show that the EMGs model returns the best rendering of the shape of the band, with significantly lower residuals. We also propose as an example an algorithm to estimate the error on the band parameters using a bootstrap method. We then present an application of the model to two spectral analyses of smectites subjected to different H<sub>2</sub>O vapor pressures, and present the variations of the components with decreasing humidity. This example emphasizes the ability of this model to coherently retrieve weak bands that are hidden within much stronger ones.

## 1. Introduction

Spectroscopic evidences of hydration are common among asteroids and meteorites. The most direct evidence is the presence of a strong absorption feature detected around 2.7–3.0  $\mu$ m, corresponding to vibration modes of –OH groups in hydrated minerals and H<sub>2</sub>O molecules on the surface of the small bodies (Rivkin, 2003; Usui et al., 2019). The shape of this feature is sometimes used as a classification tool for asteroid observations (Takir and Emery, 2012; Usui et al., 2019).

Several methods are already used to retrieve the shape of this hydration band. The absorption feature can be modeled with radiative transfer models using laboratory reflectance spectra of pure phases. In that case, the proportion of each is set as free parameter as well as the grain size, and sometimes its distribution (De Sanctis et al., 2015). Without using pure analogues spectra, a high-order polynomial fit can return the positions of existing components (Rivkin et al., 2019) as was used for the position of the hydrated silicates band (Fornasier et al., 2014).

We present here a new model to reconstruct the shape of the 3  $\mu$ m band that is motivated by the desire to better characterize the different contributors to this complex feature and understand the nature of hydration among the small bodies population.

## 2. Presentation of the model

### 2.1. The Exponentially Modified Gaussian profile

The Exponentially Modified Gaussian (EMG) profile, presented by Grushka (1972) is currently used to model asymmetrical chromatography peaks and is described by the following equation:

$$\text{EMG}(\lambda, h, \mu, \sigma, \tau) = \frac{h\sigma}{\tau} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \exp\left[\frac{1}{2}\left(\frac{\sigma}{\tau}\right)^2 - \frac{\lambda - \mu}{\tau}\right] \text{erfc}\left[\frac{1}{\sqrt{2}}\left(\frac{\sigma}{\tau} - \frac{\lambda - \mu}{\sigma}\right)\right]$$

with  $\lambda$  the wavelength,  $h$ ,  $\mu$  and  $\sigma^2$  the amplitude, mean and variance of the Gaussian respectively,  $\tau$  the exponent relaxation factor, and  $\text{erfc}(x)$  the complementary error function:

$$\text{erfc}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_x^\infty e^{-t^2} dt$$

The EMG profile is a convolution of a Gaussian profile and an exponential decay, thus the amplitude, peak position, width and skewness of the resulting shape are not directly given by the values of  $h$ ,  $\mu$ ,  $\sigma$  and  $\tau$  injected in the model. Fig. 1 presents the effect of all parameters of the EMG profile on the resulting shape.

The resulting shape is a combination of all parameters, as it is easily seen on Fig. 1. For example, the amplitude of the component depends on the parameters  $h$ ,  $\sigma$  and  $\tau$ , and the peak position is dependent of  $\tau$  and  $\mu$ . It is also important to note that even with  $\mu$  set to 0, the position of the

\* Corresponding author.

E-mail address: [sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr) (S. Potin).



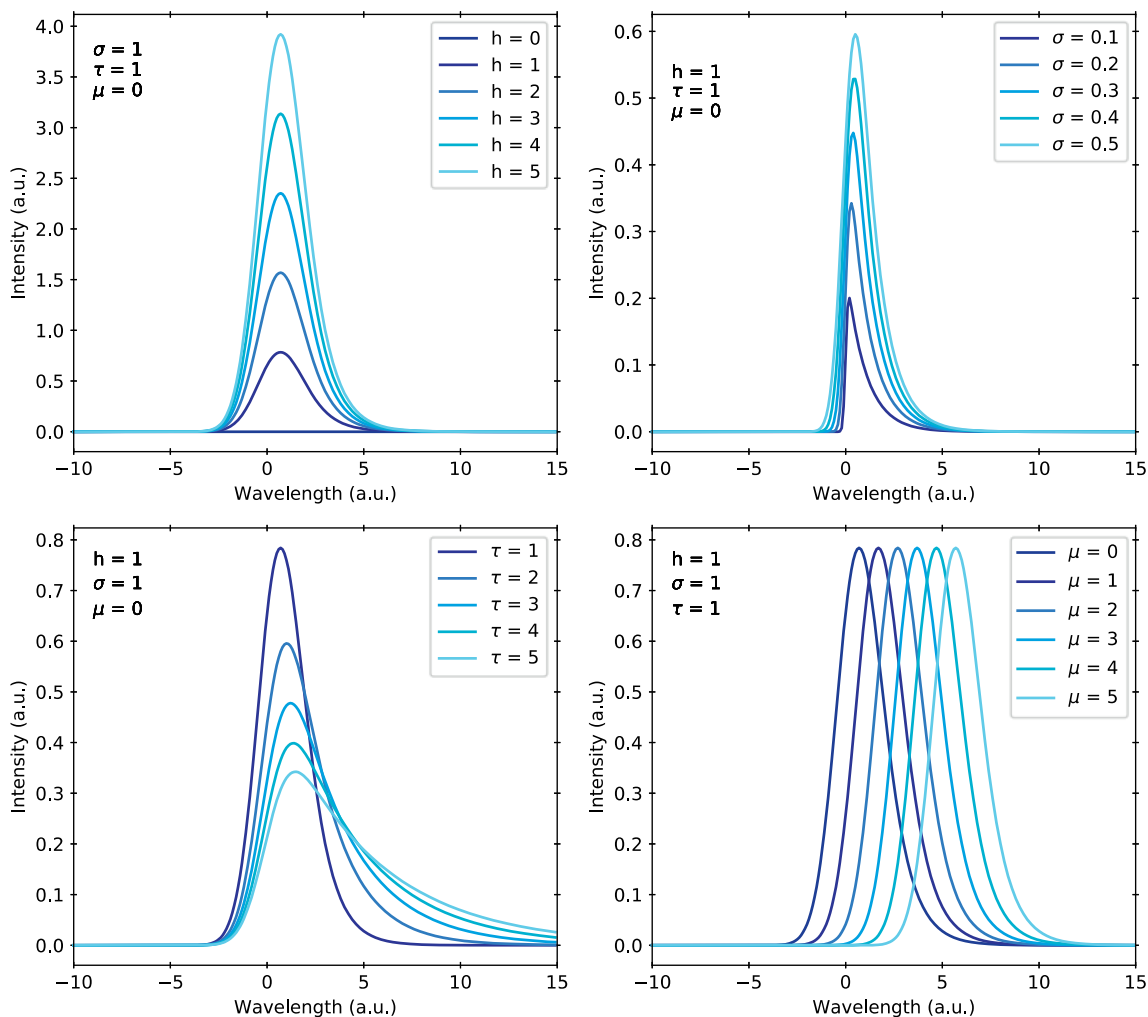


Fig. 1. Variations of the band shape resulting from the EMG model with each individual parameter. For each panel, the fixed parameters are set to 1 for  $h$ ,  $\sigma$  and  $\tau$  and to 0 for  $\mu$ .

maximum of the peak is not at 0. This function become more symmetrical, close to a Gaussian profile when the ratio  $\tau/\sigma$  tends to 0 (Gladney et al., 1969; Grushka, 1972).

### 2.2. Shape of the -OH band

In order to obtain the rendering of the complete band shape, we must take into account the different carriers of the -OH groups. Bishop et al. (1994), Frost et al. (2000) and Kuligiewicz et al. (2015) highlighted the

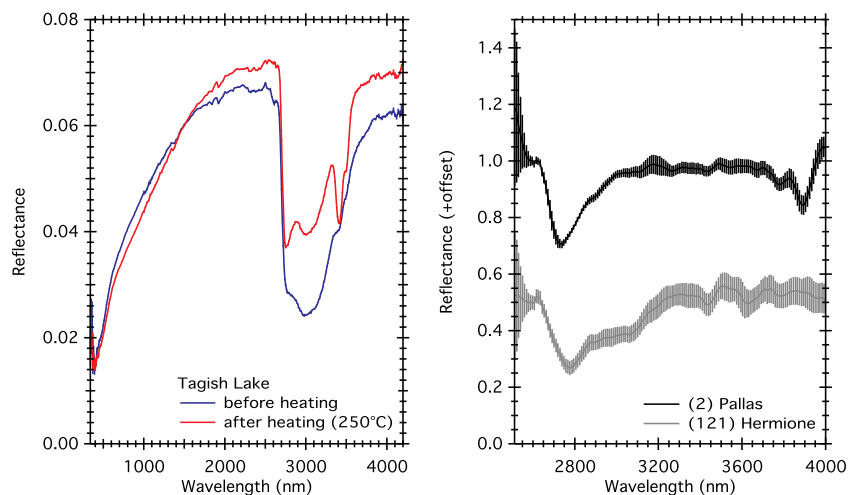
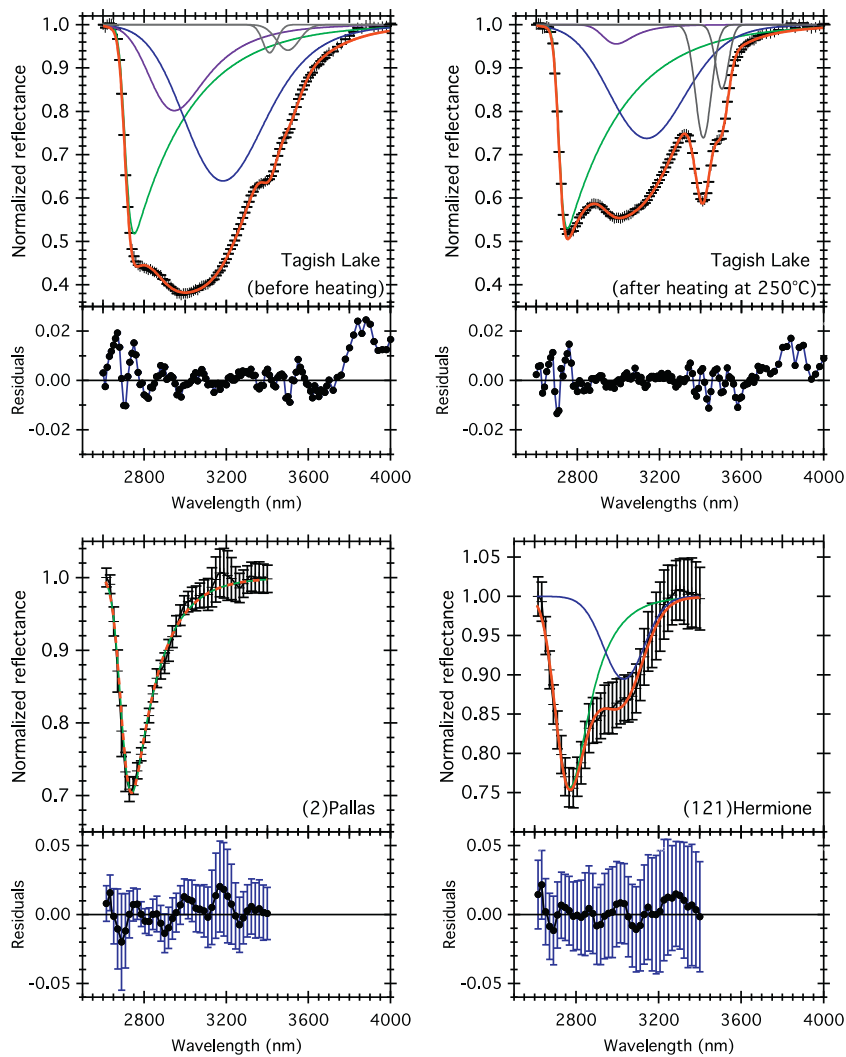


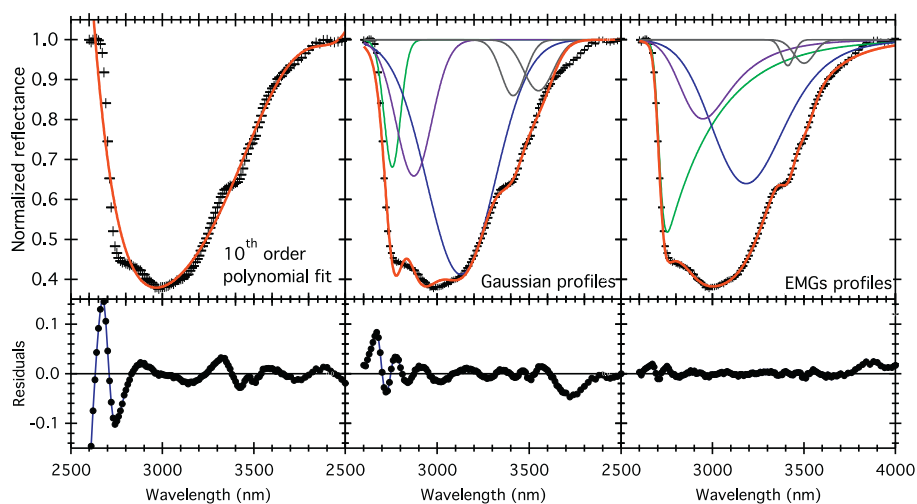
Fig. 2. Left: reflectance spectra of the Tagish Lake meteorite before (blue) and after (red) heating at 250 °C. Right: reflectance spectra of the asteroids (2) Pallas and (121) Hermione. A negative offset of 0.5 has been applied to the spectrum of (121) Hermione for clarity. Shaded area correspond to spectral ranges with high calibration errors, as described in (Usui et al., 2019). (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)



**Fig. 3.** Modeled reflectance spectra of Tagish Lake before heating (top left), after heating at 250 °C (top right), and the asteroids (2) Pallas (bottom left) and (121) Hermione (bottom right). Black crosses with error bars: reflectance data. Red: resulting multiple EMGs model fit. Green: -OH stretching mode in hydrated minerals. Purple: H<sub>2</sub>O stretching modes in weakly bound adsorbed water. Blue: H<sub>2</sub>O stretching modes in strongly bound water molecules. Grey: organic features. Note that the fit of the reflectance spectrum of (2) Pallas uses only the hydrated minerals component. (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

**Table 1**  
Parameters of the modeled EMGs profiles derived from the model and corresponding band parameters.

			Tagish Lake (unheated)	Tagish Lake (heated)	Pallas	Hermione
First component	Fit values	h	2.823	3.096	0.694	0.404
		$\sigma$	24.283	21.186	36.491	54.220
		$\tau$	292.859	299.631	131.528	106.456
	Derived components parameters	$\mu$	2706.502	2709.251	2691.400	2714.935
		Band depth (%)	48.5	46.5	29.6	24.5
		Position (nm)	2752.1	2750.5	2739.5	2769.4
		FWHM (nm)	263.1	261.0	172.7	202.9
Second component	Fit values	h	0.464	0.318	–	0.107
		$\sigma$	154.565	160.991	–	98.680
		$\tau$	169.074	123.288	–	2.927
	Derived components parameters	$\mu$	3072.097	3034.698	–	3025.928
		Band depth (%)	35.4	26.9	–	9.9
		Position (nm)	3185.9	3129.0	–	3034.9
		FWHM (nm)	456.8	439.8	–	216.2
Third component	Fit values	h	0.347	0.0569	–	–
		$\sigma$	94.589	33.898	–	–
		$\tau$	185.225	74.129	–	–
	Derived components parameters	$\mu$	2851.987	2942.692	–	–
		Band depth (%)	20.9	3.2	–	–
		Position (nm)	2947.3	2978.6	–	–
		FWHM (nm)	336.5	126.0	–	–



**Fig. 4.** Spectral modeling of the 3  $\mu\text{m}$  band of the meteorite Tagish Lake (unheated) with a 10th order polynomial fit (left), a sum of Gaussian profiles (center), and with the EMGs profiles (right). Representation is the same as Fig. 3.

presence of 3 different types of fundamental vibration bands composing the 3- $\mu\text{m}$  feature:

- vibrations of hydroxyl groups in hydrated minerals around 2.7–2.8  $\mu\text{m}$ , with a tenuous contribution of weakly bound interlayer water molecules weakly bound to  $\text{SiO}_4$  (Kuligiewicz et al., 2015)
- symmetric and asymmetric stretching vibrations of the adsorbed (weakly bound)  $\text{H}_2\text{O}$  molecules around 2.9  $\mu\text{m}$ .
- stretching vibrations of the structural  $\text{H}_2\text{O}$  molecules bound into interlayer cations (strongly bound) around 3.1  $\mu\text{m}$ .

These components trace the presence of water and hydrated minerals in the sample, but the model must of course be adapted to the nature of each analyzed sample. For example, another component can be added to the model in case of the presence of a shoulder on the left wing of the 3- $\mu\text{m}$  band (Bishop et al., 1994; Takir et al., 2013).

The exact position of each component depends on the chemical composition of the carrier (Bishop et al., 1994 and references therein). The number of components injected in the fit model must be chosen according to the nature of the sample, (e.g. dehydrated or rich in adsorbed water), and given which fit option returns the lowest residuals.

We present hereafter the modeling of several typical spectra, from both laboratory measurements and ground-based observations. The reflectance spectra of the meteorite Tagish Lake, before and after heating at 250  $^\circ\text{C}$  (Potin and Beck, 2019), were acquired at IPAG with the spectro-gonio radiometer SHADOWS (Potin et al., 2018), while telescopic observations of the asteroids (2) Pallas and (121) Hermione were taken from the AKARI space telescope data collection (Usui et al., 2019). The spectra are presented in Fig. 2.

For each spectrum, the reflectance has been normalized by the continuum, considering a linear continuum between the two inflexion points on both wings of the band. Obviously, the shape given to the continuum must be adapted to each case. A linear continuum is appropriate for relatively dry samples where the reflectance returns to the continuum on each side of the band. In case of humid samples, or complex samples with a major contribution of organics or carbonates around 4  $\mu\text{m}$ , the 3- $\mu\text{m}$  band will present a shoulder on the low-wavelength wing, and the reflectance will not reach the continuum after the low-wavelength wing. In these cases, the use of a linear continuum is not appropriate, and will change the shape the band after its removal. A linear continuum could be used in each of our spectra presented here.

Absorption bands of  $-\text{CH}_2$  and  $-\text{CH}_3$  groups in carbonaceous

**Table 2**

Band parameters of the components derived from the models using Gaussians or EMGs profiles.

		Gaussians	EMGs
First component	Band depth (%)	31.913 ± 0.011	48.556 ± 0.017
	Position (nm)	2755.353 ± 0.017	2752.064 ± 0.027
	FWHM (nm)	104.4961 ± 0.046	263.11 ± 0.13
Second component	Band depth (%)	58.758 ± 0.006	35.386 ± 0.018
	Position (nm)	3127.971 ± 0.052	3185.96 ± 0.11
	FWHM (nm)	435.75 ± 0.10	456.77 ± 0.26
Third component	Band depth (%)	34.127 ± 0.010	20.989 ± 0.026
	Position (nm)	2872.211 ± 0.050	2947.31 ± 0.12
	FWHM (nm)	228.052 ± 0.046	336.47 ± 0.15

materials can be detected on the reflectance spectra around 3.4 μm and thus on the right wing of the 3-μm band. Choice can be made of simply removing these bands from the data, but as an example we decided to take their absorptions into account. Note that the feature of the organic compounds is generally composed of 4 or 5 absorption bands (Orthous-Daunay et al., 2013), but in the case of Tagish Lake, the spectral resolution of the goniometer does not allow the distinction of all components and thus we assimilated them as two Gaussians profiles. The complete model of the band contains one EMG model for each components of the 3-μm band, and Gaussian profiles for the organics absorption bands:

$$\text{FIT}(\lambda) = 1 - \left[ \sum_{i=1}^{i=N} \text{EMG}(\lambda, h_i, \mu_i, \sigma_i, \tau_i) + \text{Gaussian}(\lambda, A_{\text{orga } 1}, \sigma_{\text{orga } 1}, \lambda_{0 \text{ orga } 1}) + \text{Gaussian}(\lambda, A_{\text{orga } 2}, \sigma_{\text{orga } 2}, \lambda_{0 \text{ orga } 2}) \right]$$

with N number of the components carrying the -OH groups, and with:

$$\text{Gaussian}(\lambda, A_{\text{orga}}, \sigma_{\text{orga}}, \lambda_{0 \text{ orga}}) = A_{\text{orga}} \frac{1}{\sigma_{\text{orga}} \sqrt{2\pi}} \exp \left[ -\frac{(\lambda - \lambda_{0 \text{ orga}})^2}{2\sigma_{\text{orga}}^2} \right]$$

with  $A_{\text{orga}}$ ,  $\sigma_{\text{orga}}$  and  $\lambda_{0 \text{ orga}}$  the amplitude, broadness and center of the Gaussian profile for the organics respectively. If the reflectance spectrum is not normalized, the 1 at the beginning of the model (previous equation) can be changed to a linear continuum  $A\lambda + B$  with A the value of the spectral slope and B the reflectance of the continuum.

For each point, the residuals are calculated as:

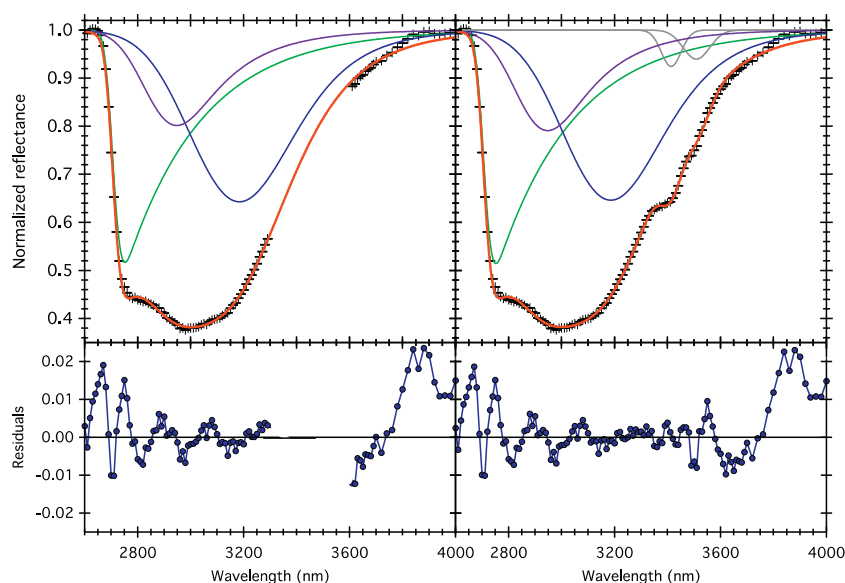
$$\text{Residuals}(\lambda) = \text{Refl}(\lambda) - \text{FIT}(\lambda)$$

with  $\text{FIT}(\lambda)$  the modeled reflectance calculated using the multiple EMGs model and  $\text{Refl}(\lambda)$  the measured reflectance at the wavelength  $\lambda$ .

Fig. 3 presents the best fit models of the reflectance spectra of the meteorite Tagish Lake before and after heating at 250 °C and the asteroids (2) Pallas and (121) Hermione. For each fit, the residuals, difference between the observed reflectance and the model, are plotted underneath.

The parameters  $h$ ,  $\sigma$ ,  $\tau$  and  $\mu$  of the modeled EMGs profiles are presented in Table 1. The corresponding band parameters of the components are also given.

The multiple EMGs model results in a good description of the whole 3-μm band shape of each studied spectra, with only one, two or three components. For all these fits, the residuals are lower than ±0.02 of the original measurement, and centered around 0. For Tagish Lake, the deviation of the fit in the outer wing at wavelengths higher than 3700 nm can be due to the continuum normalization and does not affect the



**Fig. 5.** Modeled spectrum and corresponding residuals of the meteorite Tagish Lake (unheated). Right: after removal of the spectral range of the organic features, Left: taking into account the organic features.

**Table 3**

Band parameters of the complete absorption band of the Tagish Lake meteorite (unheated) and the different components derived from the modeled spectrum with and without taking into account the organic features.

		Complete band	First component	Second component	Third component	Organic 1	Organic 2
Without organics	Band depth (%)	61.8029 ± 0.0032	48.301 ± 0.015	35.716 ± 0.018	13.838 ± 0.016	–	–
	Position (nm)	3000.877 ± 0.085	2751.910 ± 0.028	3183.872 ± 0.088	2947.18 ± 0.10	–	–
	FWHM (nm)	679.54 ± 0.060	261.66 ± 0.14	470.36 ± 0.21	340.79 ± 0.12	–	–
With organics	Band depth (%)	61.7749 ± 0.0031	48.556 ± 0.017	35.386 ± 0.018	20.898 ± 0.026	7.562 ± 0.011	6.042 ± 0.011
	Position (nm)	3000.13 ± 0.10	2752.064 ± 0.027	3185.96 ± 0.11	2947.31 ± 0.12	3413.606 ± 0.081	3508.90 ± 0.15
	FWHM (nm)	740.98 ± 0.045	263.11 ± 0.13	456.77 ± 0.26	336.47 ± 0.15	87.58 ± 0.19	117.74 ± 0.21

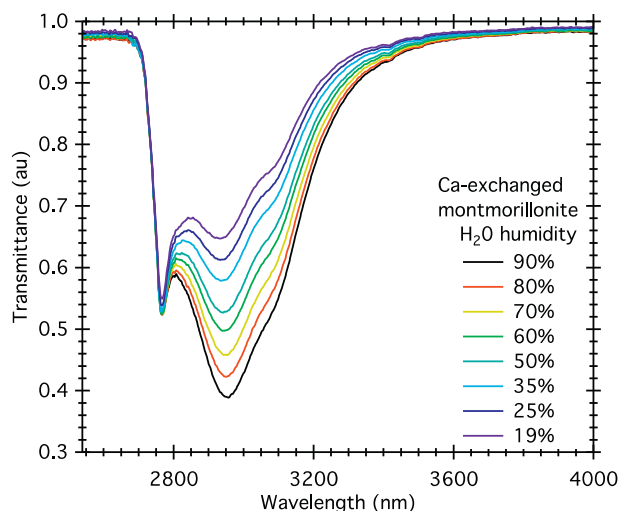


Fig. 6. Transmission spectra of the Ca-exchanged montmorillonite under varying H<sub>2</sub>O humidity levels. Data from Kuligiewicz et al. (2015), available in the LSD @ SSHADE database (Kuligiewicz et al., 2014a).

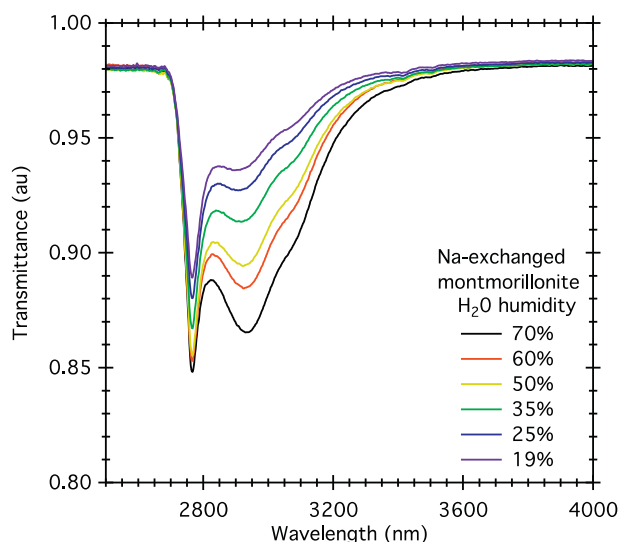


Fig. 7. Transmission spectra of the Na-exchanged montmorillonite under varying H<sub>2</sub>O humidity levels. Data from Kuligiewicz et al. (2015), available in the LSD @ SSHADE database (Kuligiewicz et al., 2014b).

best-fit solution of the complete band. It is important to note that this model can also be used for transmission spectroscopy, switching from absorption feature to absorbance peak.

To compare the multiple EMGs model with existing methods, Fig. 4 presents the spectral modeling of the meteorite Tagish Lake spectrum, using a polynomial profile and a sum of Gaussian profiles.

The derived band parameters of each component are presented in Table 2.

The high order polynomial model can reproduce the shape of the band but only over a limited spectral range. Though the right wing and the bottom of the band are rather well defined, a tenth order polynomial fit cannot model the whole feature satisfyingly. In addition, the resulting parameters of the polynomial model have no physical interpretation. On the other hand, both Gaussians and EMGs profiles return band parameters for the components, but their values are different and the representation of the three OH/H<sub>2</sub>O components as Gaussian profiles does not accurately reproduce the steep left wing and the bottom of the band. More than three Gaussian components would be necessary to model the

whole feature, which tends to disagree with the spectroscopic interpretation of the band.

If the 3- $\mu$ m band is wide enough to include the organics features, as it is the case for Tagish Lake spectra, these absorption bands will contribute to the shape of the complete band. Fig. 5 presents the modeled spectrum of Tagish Lake (unheated) with and without taking into account the organic features.

The derived parameters of the components are presented in Table 3.

The removal of the organic features in the model does not induce significant changes in the derived components, only the FWHM of the second component and the amplitude of the third are impacted. The FWHM of the second component is reduced from 470 nm to 457 nm, and the amplitude of the third component increases from 14% to 21%.

Removing a range of the spectrum results in a less constrained model, thus a relatively different rendering of the shape. If possible, all features impacting the 3- $\mu$ m band must be modeled to ensure a proper rendering of the shape.

### 2.3. Band parameters and errors calculations

Asteroids are classified according to the shape of their reflectance spectra, and astronomical observations permit the precise determination of the position of the minimum of the 3- $\mu$ m band, its amplitude and sometimes its shape (Ammannito et al., 2016; Beck et al., 2010; Berg et al., 2016). Spectral modeling with the multiple EMGs model enables a precise determination of each band parameters, namely the minimum position, the amplitude and the FWHM, and their respective errors. As the shape of the whole 3- $\mu$ m band is a combination of up to three EMGs components (plus two Gaussian profiles if the organic features are detected), their band parameters (depth, width and wavelength at minimum) can be retrieved from the EMG model parameters.

The combination of the EMG model fitting and the band parameters calculation makes the errors estimation difficult to set. Here we propose an example of algorithm using a statistical method called bootstrap. This method consists in reproducing the fit and calculating the components parameters a large number of times on the original data to whom a small random fluctuation is added, based on the error of the data. This produces a large sample of each component parameters, which distribution is centered on the most probable value, thus the best fit, with a FWHM corresponding to the error on the component parameter.

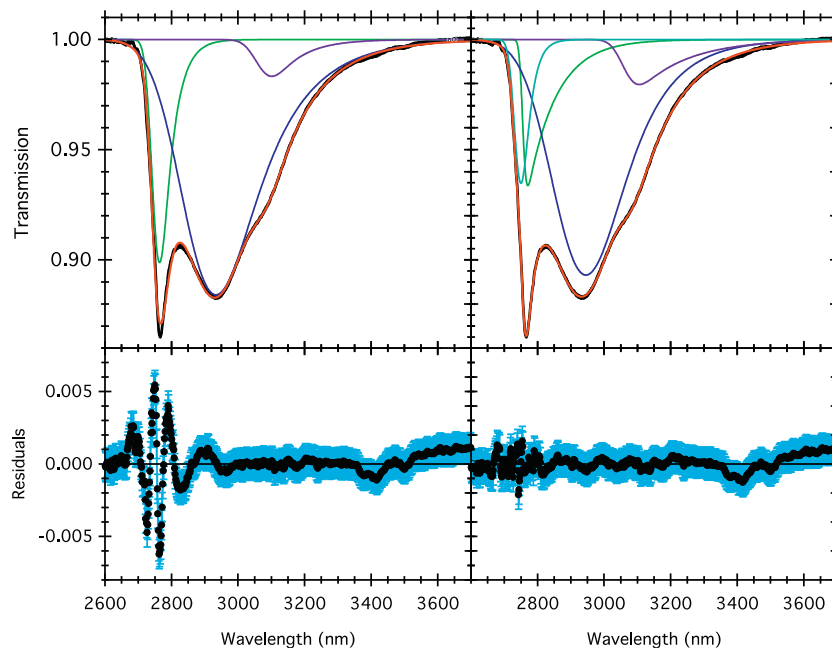
### 3. Example of application

We applied the model to spectroscopic data published in Kuligiewicz et al., (2015). They performed infrared transmission measurements centered on the 3- $\mu$ m band on smectites saturated with H<sub>2</sub>O under varying humidity (ratio of the partial vapor pressure of H<sub>2</sub>O surrounding the sample by the saturation vapor pressure at 25 °C). The complete sets of spectra are presented in Fig. 6 and Fig. 7. In order to retrieve an error on the component parameters, we fixed the error on the measured transmission to 0.001.

For each spectrum, we tried several numbers of components for the model. We kept the option that returned the least residuals. An example is shown in Fig. 8.

The presence of three inflexions in the spectrum, around 2760 nm, 2940 nm and 3120 nm first led to a model using three components. However, this option returned an inaccurate fit of the 2760 nm band, with residuals peaking to more than  $\pm 0.006$ . Adding a fourth component to the model, representing the weakly bound interlayer water molecules close to the metal-OH component, returned a significantly better modeled spectrum. The residuals are lower than  $\pm 0.002$  over the whole spectral range. For this set of spectra, the option of 4 component was selected and kept for the analysis.

Fig. 9 and Fig. 10 show the deconvolution of the 3- $\mu$ m band into four components, for both Ca-exchanged and Na-exchanged montmorillonite.



**Fig. 8.** Transmission spectrum of Na-exchanged montmorillonite with 70% H<sub>2</sub>O humidity, modeled with 3 (left) and 4 (right) EMGs components in the model. Black: measured transmission. Red: modeled spectrum. Green, Cyan, Blue and Purple: components of the model. (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

### 3.1. Interaction between the components

The measured absorption band corresponds to the sum of the absorption of each component. All of them participate in the global shape of the feature. A shift is observed between the detected minima and inflexion points of the band, and the fit position of the components, as seen in Fig. 11.

It is noticeable on Fig. 11 that the positions of the detected minima and of the modeled components do not match. Table 4 compares their positions.

These shifts can be explained by the fact that the absorption band is a convolution of several components close to one another, the minimum of a component can coincide with the wing of another. The increasing or decreasing of absorption along the wing of a component, added to the minimum of transmission of another, create an apparent minimum of transmission shifted by a few tens of nanometers from the actual component, in the direction of the other component.

### 3.2. Evolution of the components with decreasing H<sub>2</sub>O humidity

Having separated the components using the EMGs model, we can now analyze their evolution versus H<sub>2</sub>O humidity. For both series, Na-exchanged and Ca-exchanged montmorillonites, the variation of the band depth and minimum position for each component are presented in Fig. 12 and Fig. 13.

On both series, we observe an increase of the band depth of the adsorbed and structural water components coupled with a shift toward longer wavelengths. This result is expected and consistent with Bishop et al. (1994), Frost et al. (2000), and Kuligiewicz et al. (2015). Schultz (1957) explained this effect as increase in H-bonding of the H<sub>2</sub>O molecules with increasing humidity, thus number of water molecules inside the sample. This induces a lowering of the vibrating frequency, and so a shift of the component toward longer wavelengths. The hydrated minerals and weakly bound water components do not show significant variations, with a maximum shift of less than 2 nm for the Ca-exchanged, and within the error bars for the Na-exchanged montmorillonite. This is exactly what is expected for the behavior of both components. In particular our deconvolution of the band, which only constrain the

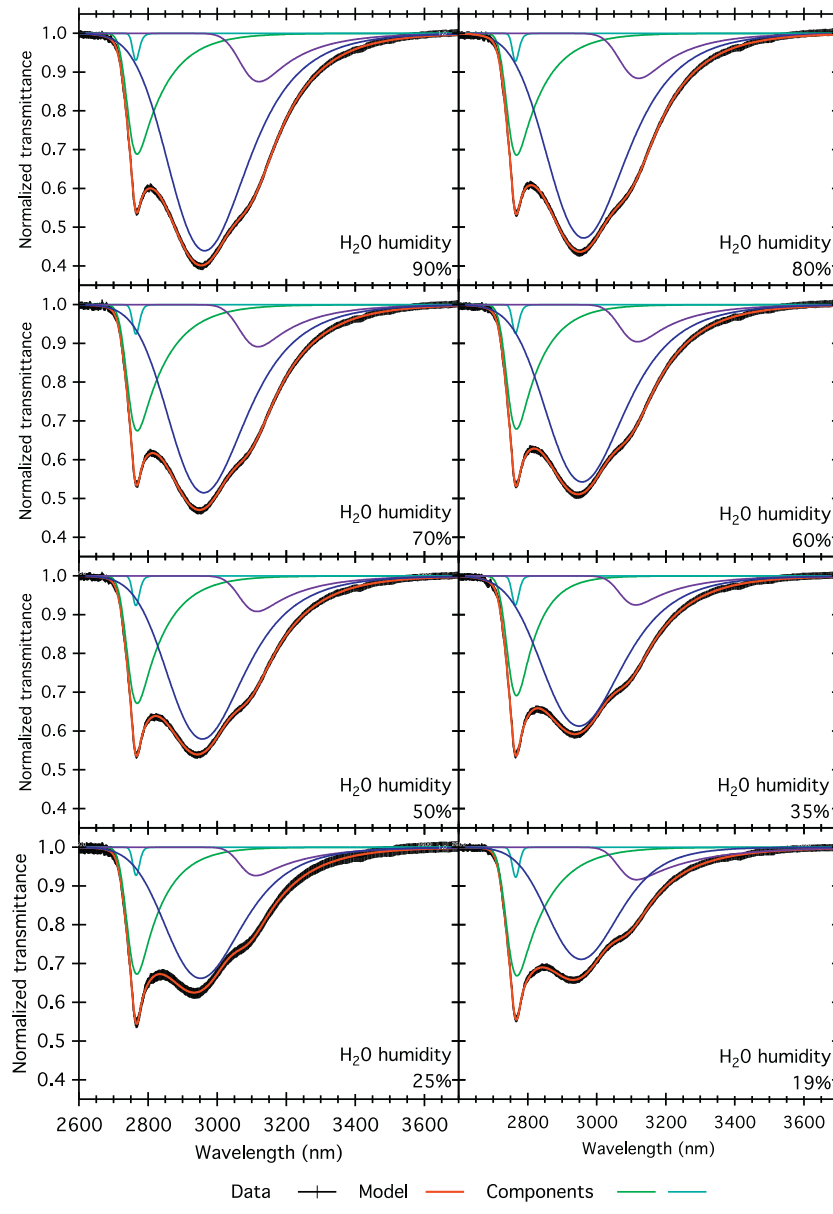
number of components, allows the detection of the presence of a weak component in Ca-exchanged montmorillonite with stable position and intensity whatever is the humidity. This ‘hidden’ component of water has been recently identified in D<sub>2</sub>O experiments as due to a population of water molecules located in the immediate vicinity of the siloxane surface and interacting very weakly with it (Kuligiewicz et al., 2015). Its position for H<sub>2</sub>O was expected around  $2755 \pm 12$  nm, well within the range of positions, 2746–2764 nm, we found for this component in both montmorillonites.

## 4. Limitations of the model

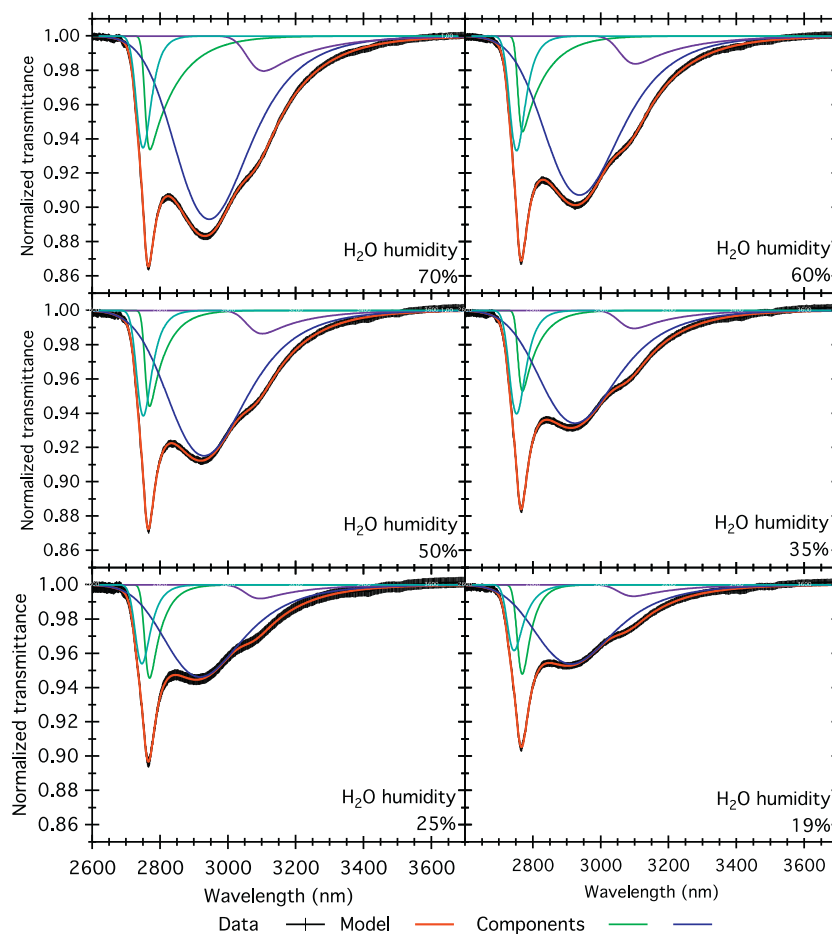
In case of ground-based observations of small bodies, the detection of the sharp low wavelength fall of the 3- $\mu$ m band is impossible due to the atmospheric absorption between 2500 and 2850 nm (Rivkin et al., 2019). The left wing and the minimum of reflectance of the first component are missing from the spectrum, while its right wing still contributes to the complete band, along with the other components if any. The sharp fall represented by the left wing of the band strongly constrains the model, as it determines the asymmetric shape of the first component, as well as its minimum position. Fig. 14 presents the modeled spectrum of (121) Hermione using the complete data, and on a partial spectrum simulating atmospheric window for ground based observations. In this last case, a first model was run with a constraint on the position of the first component: an upper limit of 2650 nm has been applied to  $\mu$  in order to fix its position at a wavelength shorter than 2800 nm. A second model was then run without this constraint.

For each model, the parameters of the components are presented in Table 5.

As expected, the lack of a part of the band due to the atmospheric absorption induces significant errors on the amplitude and position of the first component, as well as on those of the complete band. Without constraints, the model does not return a component close to 2770 nm, but uses the first available data point as minimum of reflectance, and therefore fixes the position of the first component there. Constraining the model to place the first component below 2800 nm returns an apparent well-defined band, but of course its position and amplitude, and thus of complete band, bears significant errors. The error on the



**Fig. 9.** Modeled spectra of Ca-exchanged montmorillonite at different humidity levels. Black: original measurement, Red: modeled spectrum, Green, Cyan, Blue and Purple: components of the model. (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)



**Fig. 10.** Modeled spectra of Na-exchanged montmorillonite at different humidity levels. Black: original measurement, Red: modeled spectrum, Green, Cyan, Blue and Purple: components of the model. (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

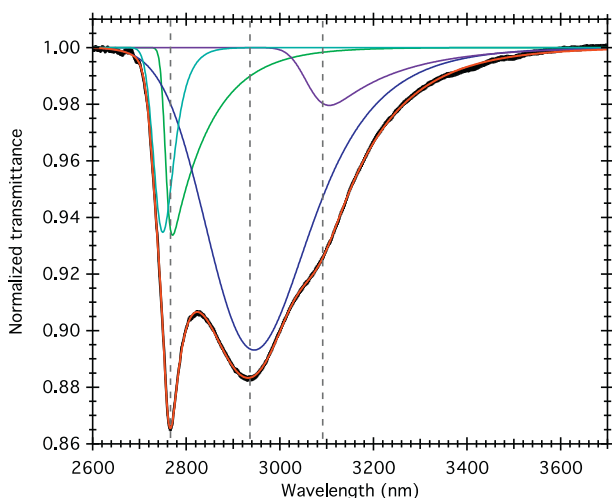
amplitude of the complete band is multiplied by an order of magnitude compared to the model on the full spectrum. The position of the feature is coupled with an error of 50 nm for the constrained model, but of only 7.2 nm with the full spectrum.

However, a constrained model cannot be considered anymore as

representative of the composition of the studied surface. It can be only used to render the shape of the band in the spectral range lacking measurements, but is not to be considered as relevant in a scientific analysis of the composition of the studied sample or surface.

**5. Conclusion**

Multiple EMG profiles enable a good rendering of the shape of the 3- $\mu$ m band. Each EMG profile traces the presence of a different type of hydration (hydrated mineral, strongly or weakly bound water molecules) though the precise cause of the skewness is still to be explained. This model uses no other data than the spectrum to fit and can be associated with other profiles and continua on a wider spectral range. Full band parameters such as amplitude, minimum position and broadness can be easily retrieved from the modeled spectrum, taking into account the data errors. It showed its ability to coherently retrieve weak bands that are hidden within much stronger ones. This general



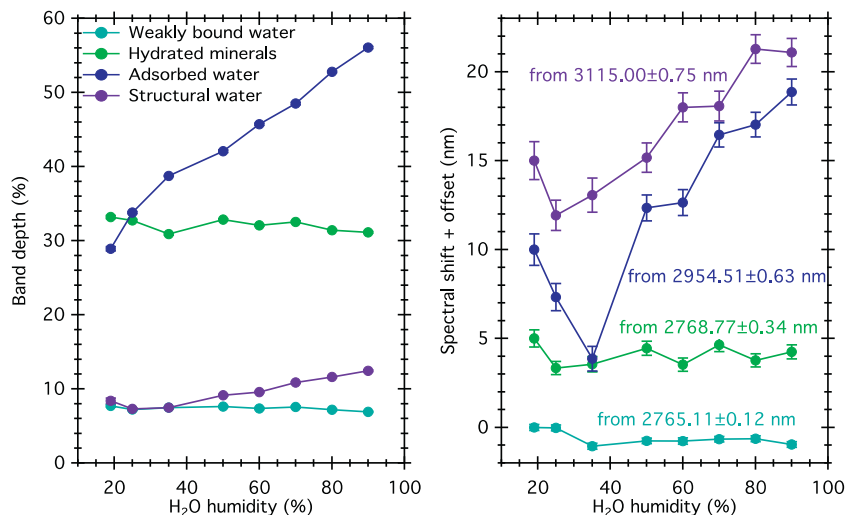
**Fig. 11.** Transmission spectrum of Na-exchanged montmorillonite with 70% of H<sub>2</sub>O humidity. The color code is similar to Fig. 10. The grey dotted lines represent the position of the detected minima and inflexion points of the global absorption band.

**Table 4**

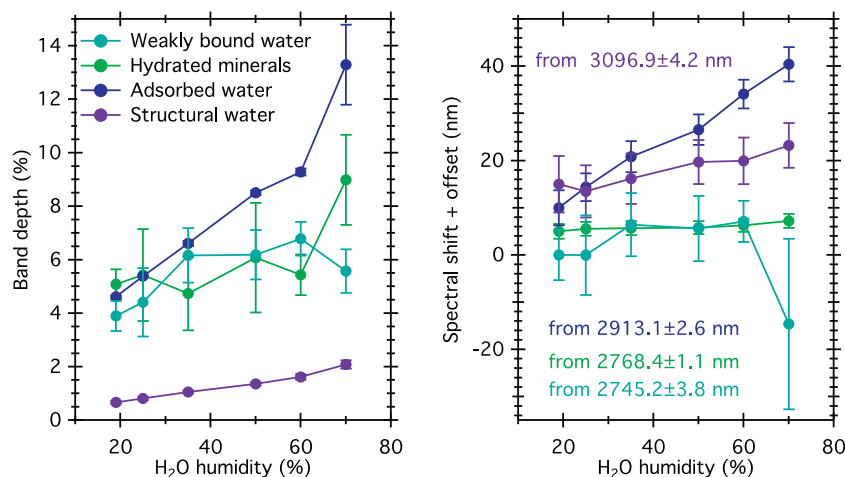
Minima of transmission detected on the complete band (measured on the spectrum), compared to the position of the modeled components. The spectral step of the measurement is taken as the error on the position. The errors on the modeled components are computed assuming an error of 0.001 in transmission on each measurement point. The position of the third inflexion point of the global band has been determined using the derivative.

Detected on complete band	2765.6 $\pm$ 1.5	2929.6 $\pm$ 1.7	3093.9 $\pm$ 1.8
Modeled components	2730 $\pm$ 17	2943.5 $\pm$ 2.5	3105.1 $\pm$ 2.2
	2770 $\pm$ 1		

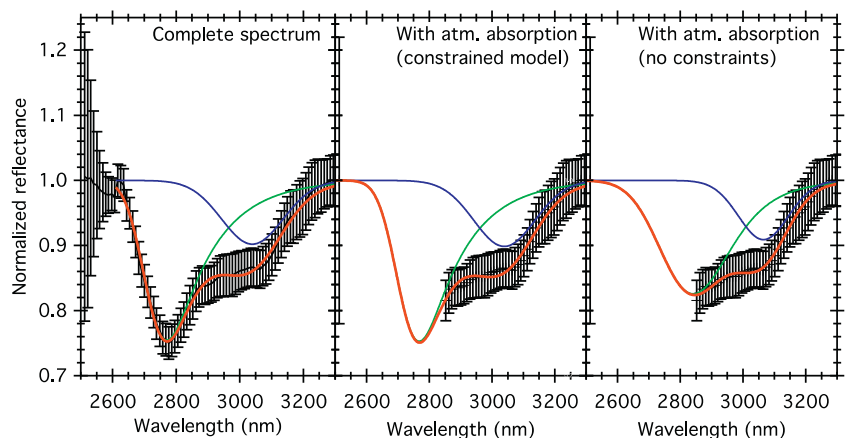




**Fig. 12.** Variations of the band depth and shift of the position of the minimum with varying H<sub>2</sub>O humidity for each component of the 3-μm band of Ca-exchanged montmorillonite. The colors of each component are similar to Fig. 9. The shift is calculated from the position derived from spectrum acquired at the lowest humidity, noted on the figure. The errorbars on the left panel are smaller than the size of the markers.



**Fig. 13.** Variations of the band depth and shift of the position of the minimum with varying H<sub>2</sub>O humidity for each component of the 3-μm band of Na-exchanged montmorillonite. The colors of each component are similar to Fig. 10. The shift is calculated from the position derived from spectrum acquired at the lowest humidity, noted on the figure.



**Fig. 14.** Modeled reflectance of (121) Hermione with the complete spectrum (left) and with reduced data range simulating the atmospheric window (absorption between 2500 and 2850 nm), with a constraint applied on the position of the first component (middle), and without any constraint (right).

**Table 5**

Amplitude and minimum position of the complete band and of the components derived from the complete spectrum and the reduced data range to simulate the atmospheric window, with and without constraints on the first component.

Data		Complete band	First component	Second component
Full spectrum	Band depth (%)	24.84 ± 0.99	24.5 ± 1.2	10.1 ± 2.6
	Position (nm)	2771.5 ± 7.2	2768.9 ± 8.3	3037 ± 28
With atm. abs. (constrained)	Band depth (%)	20.6 ± 9.9	20.1 ± 6.2	10.0 ± 3.2
	Position (nm)	2756 ± 50	2755 ± 54	3040 ± 23
With atm. abs. (free)	Band depth (%)	17.8 ± 2.5	17.5 ± 2.2	10.2 ± 4.2
	Position (nm)	2869 ± 43	2866 ± 41	3062 ± 29

model can be used on laboratory measurements, reflectance and transmission, as well as astronomical observations.

### Acknowledgements

The authors would like to thank the two anonymous reviewers whose comments and suggestions significantly improved the strength of this paper.

This research is based on observations with AKARI, a JAXA project with the participation of ESA. SP is supported by the Université Grenoble Alpes (UGA) (IRS IDEX/UGA). SM is supported by the H2020 European Research Council (ERC) (grant agreement No 646908) through ERC Consolidator Grant "S4F". Research at Centre for Star and Planet Formation is funded by the Danish National Research Foundation. PB acknowledges funding from the H2020 European Research Council (ERC) (SOLARYS ERC-CoG2017\_771691). CW acknowledges a PhD fellowship from Centre National d'Etudes Spatiales (CNES)/Agence Nationale de la Recherche (ANR) (ANR-16-CE29-0015 2016-2021). The instrument SHADOWS was founded by the OSUG@2020 Labex (Grant ANR10 LABX56), by 'Europlanet 2020 RI' within the European Union's Horizon 2020 research and innovation program (grant N° 654208) and by the Centre National d'Etudes Spatiales (CNES).

### References

- Ammannito, E., Desantolis, M.C., Ciarniello, M., Frigeri, A., Carozzo, F.G., Combe, J.-P., Ehlmann, B.L., Marchi, S., Mcsween, H.Y., Raponi, A., Toplis, M.J., Tosi, F., Castillo-Rogez, J.C., Capaccioni, F., Capria, M.T., Fonte, S., Giardino, M., Jaumann, R., Longobardo, A., Joy, S.P., Magni, G., McCord, T.B., McFadden, L.A., Palomba, E., Pieters, C.M., Polansky, C.A., Rayman, M.D., Raymond, C.A., Schenk, P.M., Zambon, F., Russell, C.T., 2016. Distribution of phyllosilicates on the surface of Ceres. *Science* (80-. ). 353, aaf4279. doi:<https://doi.org/10.1126/science.aaf4279>
- Beck, P., Quirico, E., Montes-herandez, G., Bonal, L., Bollard, J., Orthous-daunay, F., Howard, K.T., Schmitt, B., Brissaud, O., Deschamps, F., Wunder, B., Guillot, S., 2010. Hydrous mineralogy of CM and CI chondrites from infrared spectroscopy and their relationship with low albedo asteroids. *Geochim. Cosmochim. Acta* 74, 4881–4892. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2010.05.020>.

- Berg, B.L., Cloutis, E.A., Beck, P., Vernazza, P., Bishop, J.L., Takir, D., Reddy, V., Applin, D., Mann, P., 2016. Reflectance spectroscopy (0.35–8µm) of ammonium-bearing minerals and qualitative comparison to Ceres-like asteroids. *Icarus* 265, 218–237. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2015.10.028>.
- Bishop, J.L., Pieters, C.M., Edwards, J.O., 1994. Infrared spectroscopic analyses on the nature of water in montmorillonite. *Clay Clay Miner.* 42, 702–716. <https://doi.org/10.1346/CCMN.1994.0420606>.
- De Sanctis, M.C., Ammannito, E., Raponi, A., Marchi, S., McCord, T.B., Mcsween, H.Y., Capaccioni, F., Capria, M.T., Carozzo, F.G., Ciarniello, M., Longobardo, A., Tosi, F., Fonte, S., Formisano, M., Frigeri, A., Giardino, M., Magni, G., Palomba, E., Turrini, D., Zambon, F., Combe, J.-P., Feldman, W., Jaumann, R., McFadden, L.A., Pieters, C.M., Prettyman, T., Toplis, M., Raymond, C.A., Russell, C.T., 2015. Ammoniated phyllosilicates with a likely outer solar system origin on (1) Ceres. *Nature* 528, 241–244. <https://doi.org/10.1038/nature16172>.
- Fornasier, S., Lantz, C., Barucci, M.A., Lazzarin, M., 2014. Aqueous alteration on main belt primitive asteroids: results from visible spectroscopy. *Icarus* 233, 163–178. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2014.01.040>.
- Frost, R.L., Ruan, H., Theo Klopogge, J., Gates, W., 2000. Dehydration and dehydroxylation of nontronites and ferruginous smectite. *Thermochim. Acta* 346, 63–72. [https://doi.org/10.1016/s0040-6031\(99\)00366-4](https://doi.org/10.1016/s0040-6031(99)00366-4).
- Gladney, H.M., Dowden, B.F., Swalen, J.D., 1969. Computer-assisted gas-liquid chromatography. *Anal. Chem.* 41, 883–888.
- Grushka, E., 1972. Characterization of exponentially modified Gaussian peaks in chromatography. *Anal. Chem.* 44, 1733–1738. <https://doi.org/10.1021/ac60319a011>.
- Kuligiewicz, A., Derkowski, A., Gionis, V., Chryssikos, G.D., 2014a. Mid-infrared attenuated total reflectance experiment with Ca<sup>+</sup> exchanged less 1µm size fraction of montmorillonite (Sca-3) equilibrated with H<sub>2</sub>O vapor under variable relative humidity. SSHADE/LSD (OSUG Data Center) Dataset/Spectral Data. doi:10.26302/SSHADE/EXPERIMENT\_AK\_20141123\_1.
- Kuligiewicz, A., Derkowski, A., Gionis, V., Chryssikos, G.D., 2014b. Mid-infrared attenuated total reflectance experiment with Na<sup>+</sup> exchanged less 1µm size fraction of montmorillonite (Sca-3) equilibrated with H<sub>2</sub>O vapor under variable relative humidity. SSHADE/LSD (OSUG Data Center) Dataset/Spectral Data. doi:10.26302/SSHADE/EXPERIMENT\_AK\_20141102\_1.
- Kuligiewicz, A., Derkowski, A., Szczerba, M., Gionis, V., Chryssikos, G.D., 2015. Revisiting the infrared spectrum of the water-smectite interface. *Clay Clay Miner.* 63, 15–29. <https://doi.org/10.1346/CCMN.2015.0630102>.
- Orthous-Daunay, F.R., Quirico, E., Beck, P., Brissaud, O., Dartois, E., Pino, T., Schmitt, B., 2013. Mid-infrared study of the molecular structure variability of insoluble organic matter from primitive chondrites. *Icarus* 223, 534–543. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2013.01.003>.
- Potin, S., Brissaud, O., Beck, P., Schmitt, B., Magnard, Y., Correia, J.-J., RAbou, P., Jocu, L., 2018. SHADOWS: a spectro-gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogs. Design, calibrations, and performances on challenging surfaces. *Appl. Opt.* 57, 8279–8296. doi:<https://doi.org/10.1364/AO.57.008279>
- Rivkin, A.S., 2003. Spectroscopy of impacted serpentine : implications for asteroid surfaces, in: Lunar and Planetary Science Conference Proceedings. p. 1716.
- Potin, S., Beck, P., 2019. NIR reflectance spectrum (i=0°, e=30°) of bulk CM, CR, CI and C-ung chondrites under vacuum at room temperature before and after a heating cycle. SSHADE/GhosST (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. [https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT\\_LB\\_20191216\\_001](https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_LB_20191216_001).
- Rivkin, A.S., Howell, E.S., Emery, J.P., 2019. Infrared spectroscopy of large, low-albedo asteroids: are Ceres and Themis archetypes or outliers? *J. Geophys. Res. Planets* 124, 1393–1409. <https://doi.org/10.1029/2018JE005833>.
- Schultz, J.W., 1957. On the Raman spectra of water and concentrated aqueous solutions of alkali halides. Ph.D. thesis, Brown University. In: Department of Chemistry.
- Takir, D., Emery, J.P., 2012. Outer Main Belt asteroids: identification and distribution of four 3-µm spectral groups. *Icarus* 219, 641–654. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.02.022>.
- Takir, D., Emery, J.P., Mcsween, H.Y., Hibbitts, C.A., Clark, R.N., Pearson, N., Wang, A., 2013. Nature and degree of aqueous alteration in CM and CI carbonaceous chondrites. *Meteorit. Planet. Sci.* 48, 1618–1637. <https://doi.org/10.1111/maps.12171>.
- Usui, F., Hasegawa, S., Ootsubo, T., Onaka, T., 2019. AKARI/IRC near-infrared asteroid spectroscopic survey: AcuA-spec. *Publ. Astron. Soc. Japan* 71, 1–41. <https://doi.org/10.1093/pasj/psy125>.

J'ai donc mis au point un programme Python surnommé HADeS pour "*Hydration Absorption band Deconvolution Software*" permettant l'ajustement des données de réflectance de SHADOWS, AKARI ou autre, mais également de transmission. Il effectue le calcul des paramètres spectraux de la bande globale ainsi que de chacune des composantes, avec des calculs similaires à ceux effectués dans le cas d'un profil gaussien. Les valeurs des longueurs d'onde et de réflectance utilisés pour ces calculs sont présentés sur le schéma suivant (fig. 6.12).

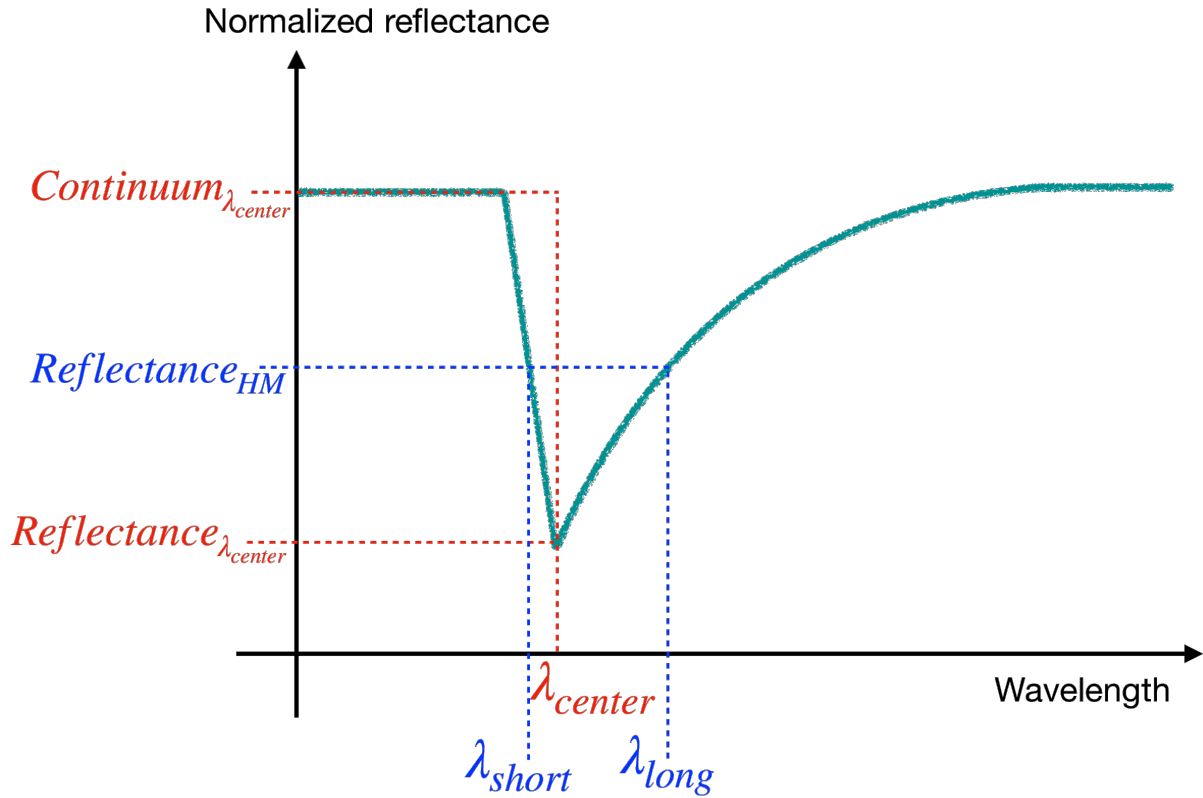


FIGURE 6.12 – Schéma d'une bande avec un profil d'EMG annoté des longueurs d'onde et valeurs de réflectance utilisés pour les calculs des paramètres spectraux.  $\lambda_{center}$  correspond à la position du minimum de réflectance, et  $Reflectance_{HM}$  à la valeur de réflectance calculée à mi-hauteur de la bande.

On définit donc les paramètres spectraux suivants : l'amplitude ou profondeur de bande (BD), la largeur à mi-hauteur (FWHM), la position, et le facteur de symétrie (Sym). Ces paramètres sont calculés comme suit :

$$BD = 1 - \frac{Refl_{\lambda_{center}}}{Continuum_{\lambda_{center}}} \quad (6.5)$$

$$FWHM = \lambda_{long} - \lambda_{short} \quad (6.6)$$

$$Sym = \frac{\lambda_{center} - \lambda_{short}}{\lambda_{long} - \lambda_{center}} \quad (6.7)$$

$$Position = \lambda_{center} \quad (6.8)$$

Ainsi, un facteur de symétrie de 1 signifie une bande symétrique comme l'est un profil gaussien, tandis qu'un facteur proche de 0 indique une chute brutale de réflectance sur l'aile gauche de la bande, et donc un profil fortement piqué et asymétrique.

Le programme HADeS permet également le calcul de l'erreur associée au spectre modélisé, basé sur la méthode du bootstrap, et fonctionne selon une séquence d'actions spécifiques :

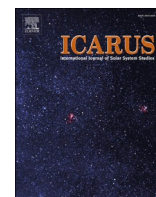
1. Le programme isole la gamme spectrale correspondante à la bande et normalise la réflectance par le continuum, en considérant ce dernier linéaire. Les longueurs d'onde prises en compte pour le calcul du continuum doivent être fixées avant le lancement.
2. Le fit est réalisé en utilisant une exploration des paramètres libres et minimisation du  $\chi^2$ , comme indiqué par la méthode de Levenberg-Marquardt [171, 172]. Le nombre de composantes de la bande, ainsi que la prise en compte ou non des organiques sont fixés par avance.
3. Les paramètres spectraux de la bande globale ainsi que de chaque composante sont calculés.
4. Dans le cas d'un fit avec calcul d'erreur, le programme génère un grand nombre de spectres fictifs (typiquement entre 500 et 1000), chacun correspondant au spectre mesuré auquel a été ajouté une fluctuation aléatoire de l'ordre de l'erreur des mesures.
5. HADeS effectue ensuite les étapes 1 à 3 pour chacun des spectres générés par l'étape précédente. Ceci résulte en une liste de paramètres spectraux (amplitude, position, FWHM et symétrie) pour la bande complète et chacune des composantes.
6. La densité de probabilité de chaque paramètre est représenté par un histogramme, centré sur la valeur la plus probable, donc la valeur retenue pour ce paramètre, et ayant une FWHM correspondant à l'erreur sur ce paramètre.

Le nombre de paramètres libres du modèle peut rapidement devenir important, car chaque profil EMG nécessite 4 paramètres, auxquels il faut ajouter 3 paramètres pour chacune des composantes des organiques. Il a été montré dans l'article précédent que les capacités du modèle étaient limitées sur les observations avec un masquage partiel de la bande par l'absorption atmosphérique. Il en va de même pour les spectres ayant un pas spectral relativement large. En effet, plus le nombre de points de mesure est important, plus le modèle est contraint et convergera rapidement. Pour les données de SHADOWS, un pas spectral de 10 nm amène à une convergence rapide du spectre, en moins d'une seconde même sur des bandes complexes à 3 composantes et 2 organiques. Un pas spectral de 20 nm converge toujours, mais avec des erreurs plus importantes.

#### 6.3.4 Évolution de l'hydratation des météorites en conditions astéroïdales et application aux observations des petits corps

La bande à 3- $\mu\text{m}$  observée sur les astéroïdes est souvent comparée à celles mesurées en laboratoire, afin de trouver une composition similaire à la surface astéroïdale parmi les météorites connues. Cependant, toutes les analyses précédentes utilisent la forme de la bande globale, or une seule des composantes de cette signature spectrale est directement reliée à la composition de la surface. Je propose donc une nouvelle méthode d'analyse des bandes observées sur les astéroïdes et mesurées sur les météorites, basée sur la comparaison des composantes de la bande à 3- $\mu\text{m}$ .

Cette analyse utilise des spectres en réflectance de CM, CI et CR acquis avec la cellule MIRAGE, et des observations des astéroïdes C-complexes par le satellite japonais AKARI. Ceci fait l'objet d'une publication en review chez Icarus [60], et est présentée ci-après.



## Style and intensity of hydration among C-complex asteroids: A comparison to desiccated carbonaceous chondrites

S. Potin<sup>a,\*</sup>, P. Beck<sup>a</sup>, F. Usui<sup>b</sup>, L. Bonal<sup>a</sup>, P. Vernazza<sup>c</sup>, B. Schmitt<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Université Grenoble Alpes, CNRS, Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble (IPAG), 414 rue de la Piscine, 38400 Saint-Martin d'Hères, France

<sup>b</sup> Center for Planetary Science, Graduate School of Science, Kobe University, 7-1-48 Minatogima-Minamimachi, Chuo-Ku, Kobe 650-0047, Japan

<sup>c</sup> Laboratoire d'Astrophysique de Marseille (LAM), 38 rue Frédéric Joliot-Curie, 13388 Marseille, France

### ARTICLE INFO

#### Keywords:

Spectroscopy  
Meteorites  
Asteroids  
Surfaces  
Thermal alteration

### ABSTRACT

Here we report a comparison between reflectance spectroscopy of meteorites under asteroidal environment (high vacuum and temperature) and Main Belt and Near Earth Asteroids spectra. Focusing on the –OH absorption feature around 3  $\mu\text{m}$ , we show that the asteroidal environment induces a reduction of depth and width of the band, as well as a shift of the reflectance minimum. We then decompose the –OH feature into several components with a new model using Exponentially Modified Gaussians. Unlike previous studies, we confirm the link between these components, the aqueous alteration history and the amount of water molecules inside of the sample, using the shape of this spectral feature only. We then apply this deconvolution model to asteroids spectra which were obtained with a space-borne telescope and two space probes, and find a strong similarity with the components detected on meteorites, and among asteroids from a same type. Based on the conclusions drawn from our meteorites experiment, we suggest to use the 3- $\mu\text{m}$  band as a tracer of the alteration history of the small bodies. Using the 3- $\mu\text{m}$  band only, we show that Ryugu has been heavily altered by water, which is consistent with its parent body being covered with water ice, then went through a high temperature sequence, over 400 °C. We also point out that the 3- $\mu\text{m}$  band of Bennu shows signs of its newly discovered surface activity.

### 1. Introduction

C-complex asteroids represent around 60% of the mass of all known Main Belt Asteroids (MBAs) (DeMeo and Carry, 2013), taking Ceres into account for 35% of the mass of the belt (Vernazza and Beck, 2017). These objects are currently under high scrutiny by the planetary science community, and are often considered as primitive given their resemblance to laboratory spectra of carbonaceous chondrites. Among C-types asteroids, some objects show evidence of oxidized iron in the visible (Vilas, 1994) and the presence of an –OH related absorption feature in the 3- $\mu\text{m}$  region (Rivkin et al., 2002). This fraction of C-type (Cg-, Ch-) appears to be strongly connected to CM chondrites (Fornasier et al., 2014; Rivkin et al., 2015b; Vernazza et al., 2016) or some CR chondrites (Beck et al., 2018). In addition, a significant fraction of C-type asteroids do not show any absorption band in the visible and only a weak or absent 3- $\mu\text{m}$  band. A first explanation to the lack of hydration signature is the occurrence of a thermal event on these objects leading to dehydration (Hiroi and Pieters, 1996; Hiroi and Zolensky, 1999). However, an alternative hypothesis is also proposed, that these objects were never

hydrated, and are related to Interplanetary Dust Particles (IDPs) (Bradley et al., 1996; Vernazza and Beck, 2017).

When looking at objects from the Near-Earth Asteroids (NEAs) population, spectral signatures of hydration seem to be rare (Rivkin et al., 2015a). Using Near Earth Objects delivery models, Rivkin and DeMeo (2019) calculated the theoretical amount of hydrated Ch-type asteroids among the NEAs population to be  $17 \pm 3\%$ , but observations revealed only  $6 \pm 3\%$  of Ch-type among NEAs. Two space missions are orbiting C-type NEAs at the time of this writing: the OSIRIS-REx space probe around (101955) Bennu (Lauretta et al., 2017) and the Hayabusa2 mission around (162173) Ryugu (Sugita et al., 2019). Interestingly, these two missions targets are strikingly different in their visible to near-infrared spectra: a clear 3- $\mu\text{m}$  hydration feature seen by OSIRIS-REx on Bennu (Hamilton et al., 2019) and a tenuous feature seen by Hayabusa2 on Ryugu (Kitazato et al., 2019). These two missions might then be probing two different types of C-complex NEAs.

Thermal alteration was a major process among early accreted small bodies. It could have been induced by radioactive decay of  $^{26}\text{Al}$  (Keil, 2000; Neveu and Vernazza, 2019) and impacts (Bland et al., 2014).

\* Corresponding author.

E-mail address: [sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr) (S. Potin).

<https://doi.org/10.1016/j.icarus.2020.113826>

Received 30 October 2019; Received in revised form 17 April 2020; Accepted 20 April 2020

Available online 11 May 2020

0019-1035/© 2020 Elsevier Inc. All rights reserved.

Finally, the solar irradiation, decreasing with increasing distance from the Sun, represents the main difference between MBAs and NEAs (Marchi et al., 2009). Because of their close distance to the Sun and chaotic trajectories, NEAs present a surface temperature higher than MBAs: between 150 K and 350 K around 1 au, and up to 1500 K during the closest possible approach to the Sun (Delbo and Michel, 2011; Dunn et al., 2013; Marchi et al., 2009).

In the present paper we focus on the comparison of hydration signatures between carbonaceous chondrites and C-type asteroids. In order to address the influence of asteroidal environment on the infrared signatures, meteorite samples were studied in laboratory under vacuum and with increasing temperature. We compare these laboratory data to those obtained on MBAs by the AKARI space telescope during the AKARI/IRC near-infrared asteroid spectroscopic survey: AcuA-spec (Usui et al., 2019), and on NEAs by the OSIRIS-REx and Hayabusa2 space probes. Finally, we discuss about the alteration history of the studied asteroids with a highlight on Ryugu and Bennu.

## 2. Samples and methods

### 2.1. Selection of carbonaceous chondrites

The experiment was performed on a selection of 12 carbonaceous chondrites: 10 CM, 1 CR and 1 CI. The studied samples are presented in Table 1. Murchison and Orgueil have been obtained through museum loans (Beck et al., 2012a) and the others from the NASA collection (Meteorites Working Group).

### 2.2. Reflectance spectroscopy under asteroid-like conditions

Reflectance spectroscopy was performed using the spectro-gonio radiometer SHADOWS (Spectrophotometer with cHanging Angles for the Detection Of Weak Signals) (Potin et al., 2018) at IPAG (Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble, Grenoble, France). In this instrument, a monochromatic beam is focused on the sample and two detectors capture the reflected light. The spectra were acquired from 340 nm to 4200 nm. The spectral step was fixed at 10 nm from 340 to 1000 nm, and from 2600 nm to 3700 nm to have a better spectral sampling inside the absorption bands. The spectral step was then relaxed to 20 nm in the continuum between 1020 nm and 2600 nm, and after 3720 nm. The spectral resolution of the goniometer varies over the whole spectrum, and is described in Table 2. The illumination and emergence angles were set respectively to 0° and 30° from the normal of the surface.

The MIRAGE (Mesures en InfraRouge sous Atmosphère Gazeuse et Etuvée) environmental cell was developed to perform reflectance

**Table 2**

Spectral resolution of the reflectance spectra.

Spectral range	Spectral resolution
340 nm – 679 nm	4.86 nm – 4.75 nm
680 nm – 1429 nm	9.71 nm – 9.42 nm
1430 nm – 2649 nm	19.42 nm – 19.00 nm
2650 nm – 4200 nm	38.85 nm – 38.56 nm

measurements with SHADOWS while simulating the high vacuum and warm environment of NEAs around the sample, from room temperature around 293 K to 523 K. MIRAGE consists of a circular vacuum chamber and a sample holder whose temperature is controlled by a 30 W heating resistor. Around 40 mg of material is needed to fill the sample holder and perform the experiment. The temperature is measured under the sample holder with a PT100 diode. A LakeShore™ Model 336 temperature controller provides the control and stabilization of the temperature inside the cell.

The top of the cell is closed by a sapphire window, enabling the light from the goniometer to be diffusely reflected by the sample, but also inducing parasitic reflections between the sample and the sapphire window itself (Pommerol et al., 2009). The photometric effects of these reflections have been calibrated and are removed during data reduction.

MIRAGE is connected to a high vacuum pump maintaining a pressure between  $10^{-7}$  and  $10^{-6}$  mbar. It is possible to inject a few millibars of gaseous nitrogen inside the cell to provide a better thermalization of the sample, but the choice was made to keep working under dynamic vacuum because of the targeted temperature up to 523 K.

### 2.3. Sample preparation and measurement protocol

The samples were first manually powdered into an agate mortar but not sieved to keep a large distribution of grain sizes. The sample holder was then filled with the obtained powder and installed in the chamber. The experiment started when the pressure inside the cell was lower than  $10^{-4}$  mbar to remove the contribution of the possibly adsorbed terrestrial water. Spectra were acquired around room temperature 297 K, 373 K to ensure the removal of all adsorbed atmospheric molecules in the sample, the highest reachable temperature 523 K, and again at 297 K to check for any potential, macroscopic physico-chemical changes in the sample. For each thermal step, the sample was kept at the desired temperature during 30 min for the sample to thermalize, then the reflectance acquisition started for 1 h. The temperature of the sample was monitored during the whole acquisition. Variations of <1 K were observed when at room temperature, and these variations weakened down to 0.005 K at 523 K.

### 2.4. Deconvolution of the 3- $\mu$ m band

The 3- $\mu$ m band corresponds to vibration modes of –OH groups. Bishop et al. (1994) and Frost et al. (2000) presented a description of the 3- $\mu$ m band as a convolution of 3 components:

- vibrations of –OH groups typical of hydrated minerals around 2.7–2.8  $\mu$ m (hereafter called metal-OH component). Weakly bonded interlayer water can also provide a tenuous contribution to this component around 2.75  $\mu$ m (Kuligiewicz et al., 2015).
- symmetric and asymmetric stretching vibrations around 3.1  $\mu$ m of ‘bulk’ H<sub>2</sub>O molecules strongly bound to cations within the mineral, crystal structure or inside clay layers (hereafter called low frequency water LFW, or structural water component)
- symmetric and asymmetric stretching vibrations around 2.9  $\mu$ m of H<sub>2</sub>O molecules adsorbed on the surface of the grains, or trapped into mesopores (hereafter called high frequency water HFW, or adsorbed water component)

**Table 1**

List of the studied carbonaceous chondrites and their petrographic grade. ALH = Allan Hills, DOM = Dominion Range, EET = Elephant Moraine, GRO = Grosvenor Mountains, MET = Meteorite Hill, MIL = Miller Range, QUE = Queen Alexandra Range, WIS = Wisconsin Range. Petrologic types from Rubin et al. (2007) and Alexander et al. (2013) under parenthesis.

Meteorite name	Classification and petrologic types
ALH 83100	CM1/2 (1.1)
MET 01070	CM1 (1.0)
DOM 08003	CM2 (1.1)
Murchison	CM2 (1.6)
QUE 97990	CM2 (1.7)
ALH 84033	CM2 (heated)
EET 96029	CM2 (heated)
MAC 88100	CM2 (heated)
MIL 07700	CM2 (heated)
WIS 91600	CM2 (heated)
Orgueil	CI1
GRO 95577	CR1

In order to study the different contributions of the 3- $\mu$ m band in all spectra and their evolution with temperature, the complete absorption feature was decomposed into two or three components. The description of the model, the error calculations and the comparison with existing models are described in Potin et al. (2020).

### 3. Results

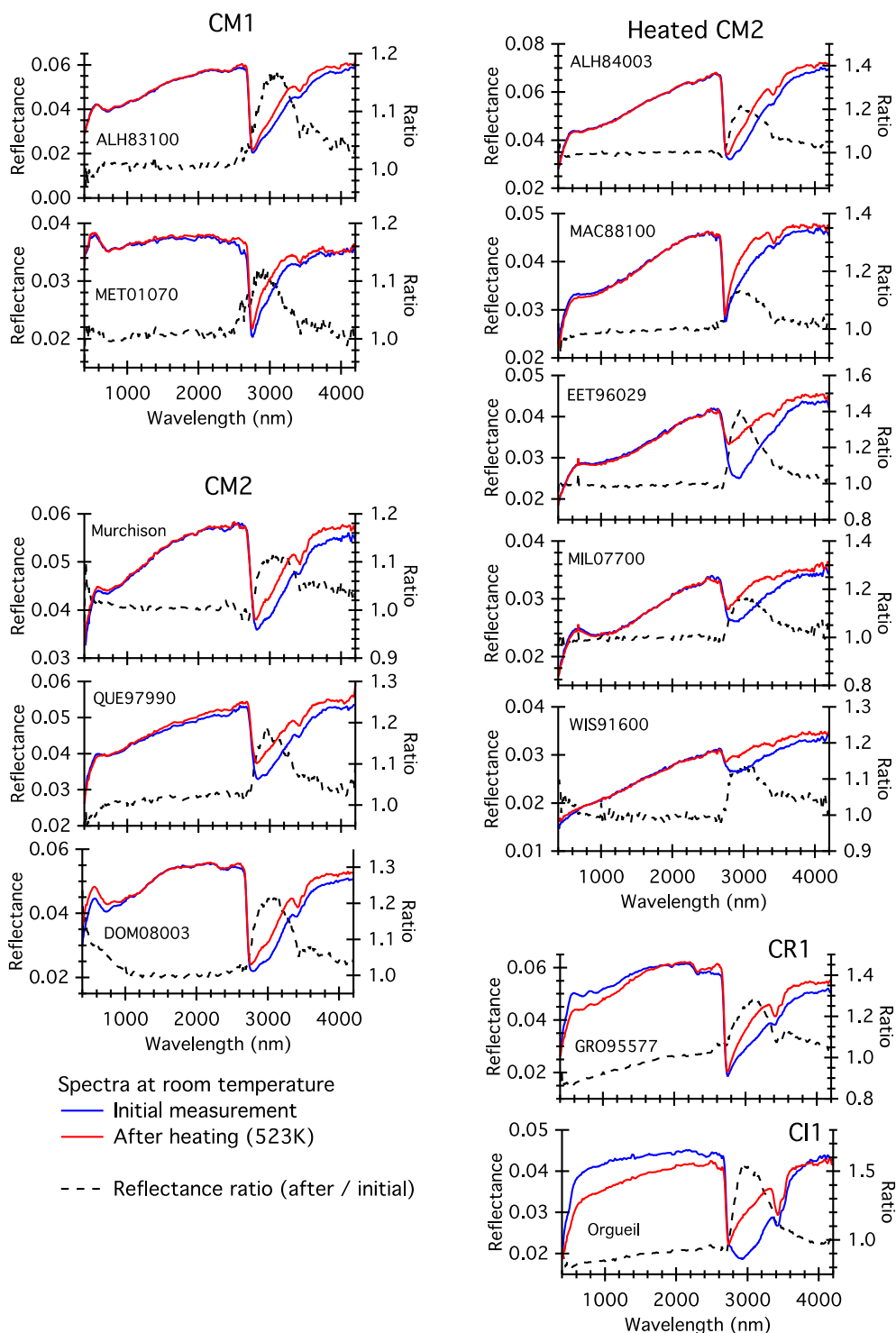
The reflectance spectra acquired at room temperature before and after the heating experiment are presented in Fig. 1. The reflectance

ratio between the last spectra acquired after the heating and the first is also shown for each sample.

#### 3.1. The effect of heating on the hydration 3- $\mu$ m feature

We use four parameters to analyze the global shape of the 3- $\mu$ m band: the amplitude, the broadness (represented by the Full Width at Half Maximum FWHM), the position of the minimum of reflectance and a symmetry factor.

The amplitude of the band, or band depth, is calculated at the min-



**Fig. 1.** Reflectance spectra acquired at room temperature, before and after heating experiment, of the selected chondrites. Blue: spectra at the beginning of the heating experiment (297 K). Red: last spectra of the experiment after heating at 523 K once the sample has cooled down to 297 K. Black: reflectance ratio between the last (after heating) and initial (before heating) spectra. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

imum of reflectance  $\lambda_{\text{center}}$  assuming a linear continuum between 2600 and 4000 nm (Clark and Roush, 1984):

$$\text{Amplitude} = 1 - \frac{\text{Refl}_{\lambda_{\text{center}}}}{\text{Continuum}_{\lambda_{\text{center}}}}$$

with  $\text{Refl}_{\lambda_{\text{center}}}$  the value of reflectance and  $\text{Continuum}_{\lambda_{\text{center}}}$  the calculated value of the continuum at the position  $\lambda_{\text{center}}$ .

The symmetry factor is calculated as

$$\text{Sym} = \frac{\lambda_{\text{center}} - \lambda_A}{\lambda_B - \lambda_{\text{center}}}$$

with  $\lambda_{\text{center}}$  the position of the band minimum and  $\lambda_A$  and  $\lambda_B$  the position of the band taken at half maximum. A symmetry factor of 0 characterizes a sharp left wing of the band while a symmetry factor of 1 represents a perfectly symmetrical band.

The band parameters before and after heating at 523 K are presented in Fig. 2. All calculated parameters can be found in the Appendix.

In all spectra, we report a decrease of the amplitude and FWHM of the 3- $\mu\text{m}$  band, along with a shift of the minimum position toward short wavelengths. The two studied CM1 and the CR chondrites show the least variations (a loss of <2% in amplitude and a shift of 10 nm), while the heated CM2 present drastic variations during the temperature experiment: a wavelength shift up to 205 nm, a loss of amplitude up to 20% and of width up to 330 nm.

Phyllosilicates are the result of the aqueous alteration of silicates (Beck et al., 2014; Brearley, 2006; Ikeda and Prinz, 1993; Keil, 2000) which are a major constituent of heavily altered chondrites. Phyllosilicates in CM, CR and CI chondrites are de-hydroxylated by temperatures over 680 K (Garenne et al., 2014; King et al., 2015) and so cannot be altered by our heating experiment. Therefore, the heavily altered chondrites mainly composed of phyllosilicates will present only weak variations during the heating. Other components such as adsorbed molecular water, mesopore water, interlayer or structural water, however, can be altered by temperatures lower than 523 K and thus their evolution is detected during our experiment.

We now separate the different components of the 3- $\mu\text{m}$  band, as well as the organic features. The result is displayed in Fig. 3 for Orgueil. Though we expect 4 or 5 components to contribute to the organic bands between 3.35 and 3.50  $\mu\text{m}$ , corresponding to the various stretching modes in CH, CH<sub>2</sub> and CH<sub>3</sub> groups (Orthous-Daunay et al., 2013), only two are modeled here, as they are not all resolved at our spectral resolution. The decomposed spectra of all studied meteorite samples are available in the Appendix.

The metal-OH phyllosilicates component in Fig. 3 peaking at 2740 nm is present in the spectra of each sample, before and after the heating sequence. The reduction of the LFW (structural and interlayer water) and disappearance of the HFW (adsorbed water) components by the increasing temperature leaves the hydroxyl feature as a major contributor to the band. The minimum of reflectance shifts from 2930 nm toward 2750 nm as shown in Fig. 2 and the round band changes to a sharp triangular shape. All components of the 3- $\mu\text{m}$  band are affected, at varying degrees, by the high temperature.

The different parameters (band depth, minimum position, FWHM and symmetry factor) for all meteoritic samples, before and after the heating experiment, are available in the Appendix. The variations of these parameters during the heating experiment are presented in Fig. 4.

Before presenting the effects of the increasing temperature, it is important to note that the initial parameters of the components directly depend on the hydration state of the sample. With increasing aqueous alteration, the metal-OH component deepens and shifts toward the short wavelengths. Aqueous alteration induces the formation of Mg-bearing phyllosilicates, which are characterized by an absorption feature around 2.71  $\mu\text{m}$  in carbonaceous chondrites (Beck et al., 2010). The most aqueously altered chondrites will present a first component around 2.7  $\mu\text{m}$ , while it will be detected at longer wavelengths for the least

altered meteorites.

The second and third components, respectively due to the HFW and LFW molecules, depend on the number of water molecules inside the sample. An increase in the concentration of H<sub>2</sub>O molecules in the sample will increase the H-bonding between water molecules, so inducing a lowering of the stretching frequency of the OH bonds (Kuligiewicz et al., 2015; Schultz, 1957). This lowered vibration frequency induces a shift of the absorption band toward longer wavelengths. The increase of amplitude and width of the bulk water and adsorbed component is a direct effect of the increase of the number of water molecules in the sample (Bertie et al., 1989). Half of the samples (ALH 83100 (CM1), GRO 95577 (CR1), MAC 88100 (heated CM2), MET 01070 (CM1), Murchison (CM2), QUE 97990 (CM2) and WIS 91600 (heated CM2)) do not show the second component (HFW) before heating, indicating that the water is part of the mineral structure rather than adsorbed on the grains. Four out of six others samples have lost this component after heating.

The broadness and symmetry factor of the metal-OH component are significantly affected by the heating experiment. As phyllosilicates are not dehydroxylated at 523 K, the position and amplitude of this component are not significantly altered. However, the thinning of the band of half of the samples could be explained by the dehydration of the low amount, or traces, of others -OH-bearing minerals, or by the removal of the small 2.75  $\mu\text{m}$  contribution of interlayer water. With increasing temperature, the amount of water molecules, bound to cations and adsorbed, decreases until full dehydration. Most of the adsorbed water is removed from the sample, as can be seen by the disappearance of the HFW component on most samples. With increasing temperature, the LFW component shifts toward the short wavelengths. This can be explained by a decrease of the abundance of water molecules inside the sample, also explaining the loss of the amplitude and width, which reduces the H-bonding between the H<sub>2</sub>O molecules (Schultz, 1957).

### 3.2. Reflectance ratio

We calculated the ratio of two separated reflectance values, as the method used in Usui et al. (2019):

$$\text{Ratio} = \frac{R_{2.45}}{R_{0.55}}$$

with  $R_{2.45}$  and  $R_{0.55}$  respectively the reflectance measured at 2.45  $\mu\text{m}$  and 0.55  $\mu\text{m}$ . The modification of the reflectance ratio during the heating experiment is presented in Fig. 5.

In Fig. 5, one can notice that the heated carbonaceous chondrites tend to increase their reflectance ratio (i.e. to become "redder") compared to the corresponding unheated samples. Regarding the effect of temperature, no general trend is seen in Fig. 5, as 6 out of 10 chondrites show an increase of the ratio, 2 samples are characterized by a decrease and 4 by no obvious change, independently of the petrographic grade.

In Fig. 5, it is interesting to note the negative trend between the ratio of the reflectance spectrum and the depth of the 3- $\mu\text{m}$  band. Based on heating experiments performed on the Murchison meteorite, such a correlation is not expected. Indeed, heated Murchison samples show only minor changes in slope, except at the highest temperature (>1000 K) where the sample becomes bluer (Hiroi et al., 1996). However, in our study, the slope of heated CM chondrites appears to be higher in general than non-heated CM-chondrites. Such a slope change could be related to a progressive change in the structure of the macromolecular carbonaceous compounds (Kaluna et al., 2017; Lantz et al., 2015).

### 3.3. Alteration of the carbonaceous matter

The reflectance spectra measured after heating reveal an increase of



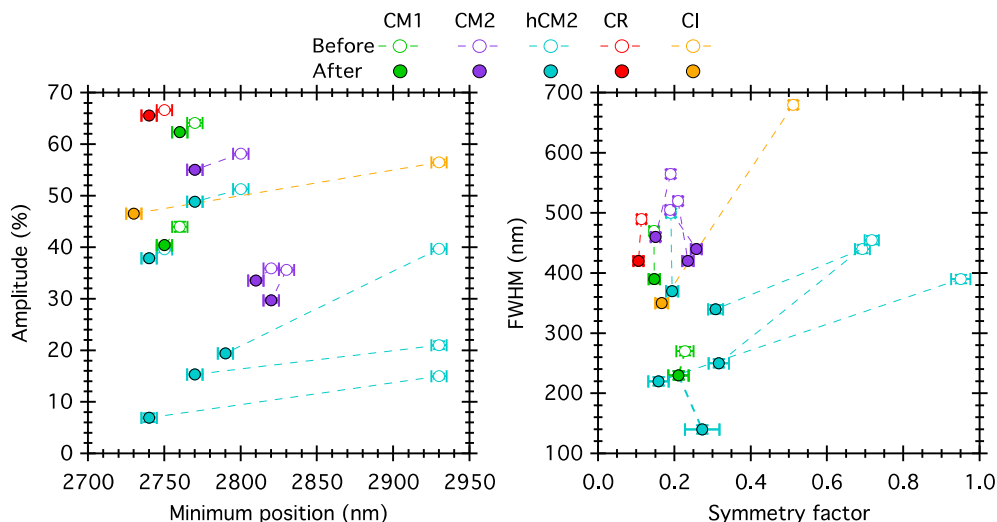


Fig. 2. Variation of the amplitude, position, FWHM and symmetry factor of the 3- $\mu$ m band before and after heating at 523 K. Open circles: parameters before heating. Filled circles: parameters after heating.

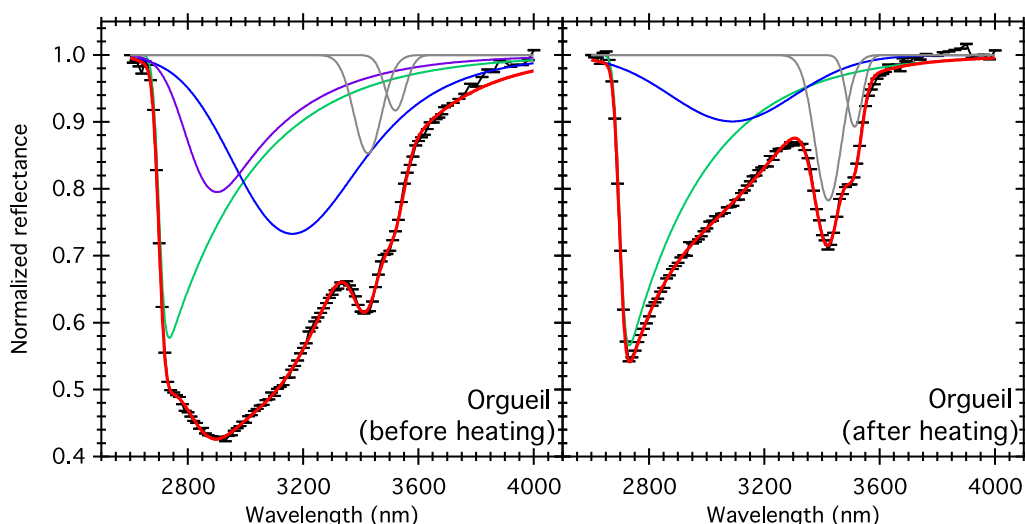


Fig. 3. Example of mathematical decomposition of the components of the 3- $\mu$ m band in the case of the CI chondrite Orgueil before (left) and after (right) heating at 523 K. Black dots: measurement data; Red: modeled spectrum; Green: hydrated minerals component (metal-OH); Purple: HFW component (adsorbed water); Blue: LFW component (structural and inter-layer water); Grey: organic features. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

the depth and width of the organics features when exposed to high temperature. It is important to note that these organic features are easily detectable in all spectra after the heating sequence, even if the initial measurement show no or weak signs of the 3.42–3.51  $\mu$ m bands. The organics features are located on the right wing of the 3- $\mu$ m deep hydration band, which gets thinner during our heating experiment. The partially or fully hidden organic features on the initial spectra can then be revealed, which can induce an apparent increase of the bands. However, the spectral modeling of the complete feature, -OH and -CH<sub>2</sub>/-CH<sub>3</sub> combined (Fig. 3), shows a clear increase of the depth of the organic bands. In the case of Orgueil, the organic component at 3420 nm deepens from 16.3% to 21.6%, and the other at 3510 nm from 9% to 11.5%.

#### 4. Comparison with asteroids and discussion

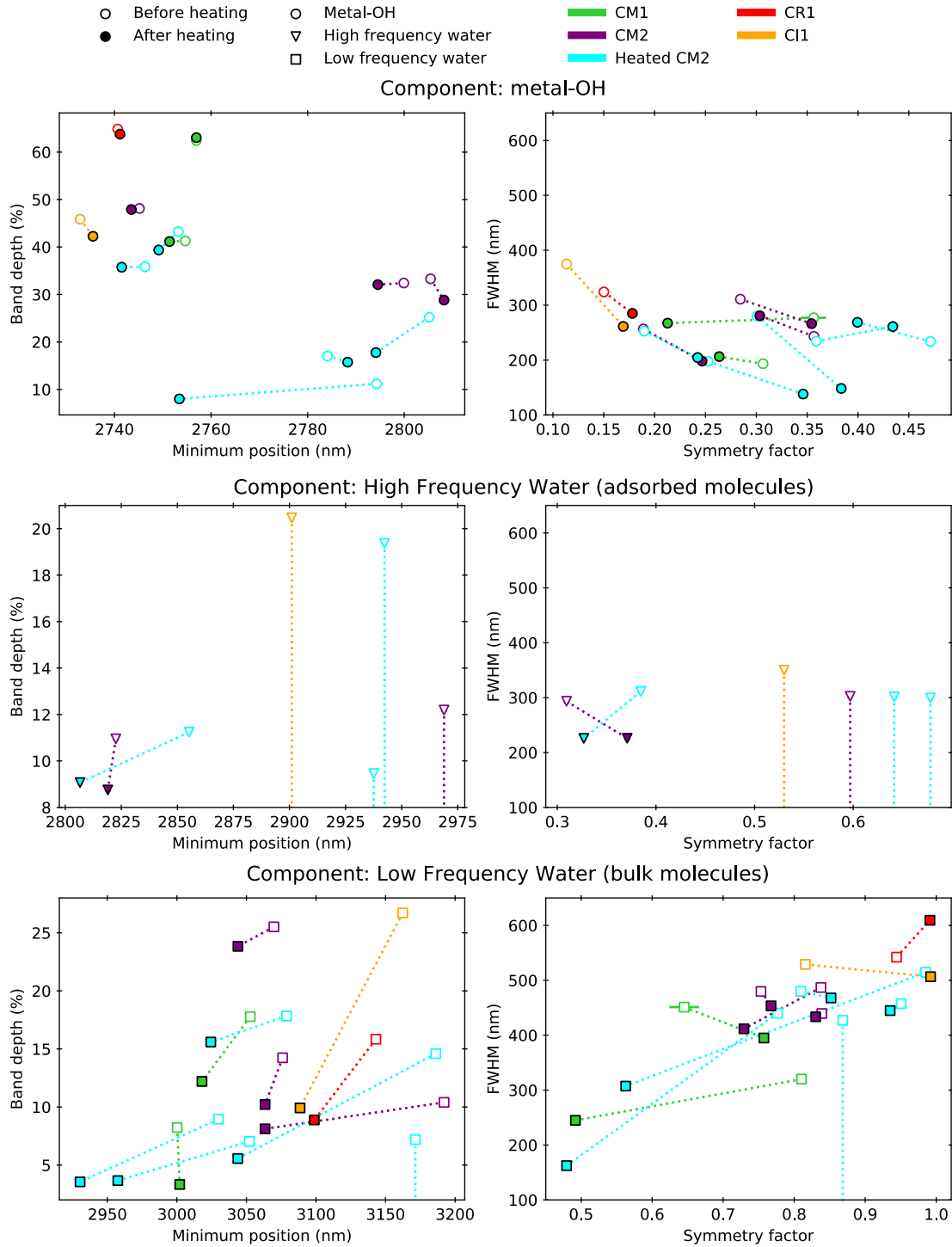
The observations with the AKARI telescope and the associated data

processing are described in Usui et al. (2019), where the reflectance spectra of 64 MBAs are provided.<sup>1</sup> With up to 12 parameters, the model decomposing the 3- $\mu$ m band can have some difficulties to converge on noisy spectra. To avoid misinterpretation of spectral features, we selected only those spectra showing a well-defined 3- $\mu$ m band, with small error bars along the short wavelength wing. The 11 selected spectra are shown in Fig. 6. The reflectance spectra of the NEAs Ryugu and Bennu have been digitalized respectively from Kitazato et al. (2019) and Hamilton et al. (2019), and are presented in Fig. 7.

The disk integrated measurements from AKARI were obtained at solar phase angle between 16° and 25° (Usui et al., 2019) and Bennu at approximately 5.2° (Hamilton et al., 2019) also integrated over the whole surface of the small body. The spectrum of Ryugu used in this study was also acquired near opposition but during an equatorial scan and thus covering a small part of the surface of the asteroid (Kitazato et al., 2019).

In this section, we will compare spectra from AKARI, OSIRIS-Rex and

<sup>1</sup> The corrected spectra of the AKARI data base are available to the public on the JAXA archive: <http://www.ir.isas.jaxa.jp/AKARI/Archive/>.



**Fig. 4.** Variations of the components of the 3- $\mu\text{m}$  band during heating up to 523 K. Top panels (circles): component due to the metal-OH, Middle panels (triangles): component of high frequency water molecules, Bottom panels (squares): component of low frequency water molecules. Open markers: component parameters before heating at 523 K, Filled markers: component parameters after heating. Components disappearing due to the temperature are noted with a dotted line without a filled marker at the end.

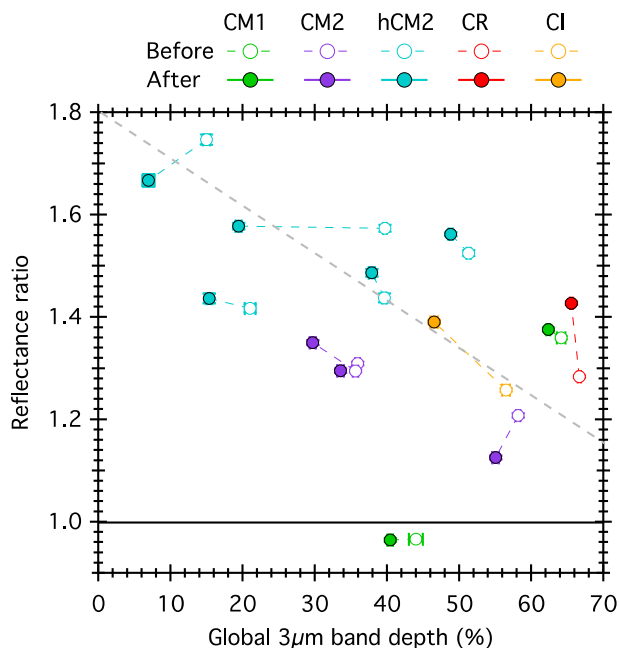
Hayabusa2 to our meteorites measured in asteroid-like conditions. For clarity, only the parameters calculated on the spectra measured after the heating (i.e. under asteroid-like conditions) are displayed on the following figures.

#### 4.1. Shape of the 3- $\mu\text{m}$ band

In a first step, the global parameters of the complete 3- $\mu\text{m}$  band

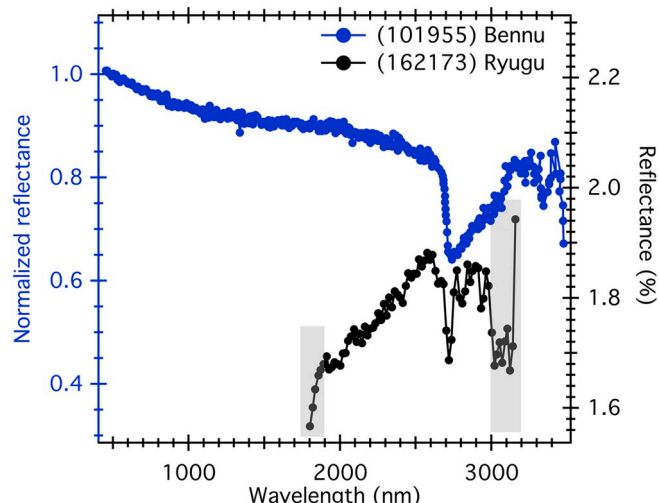
(amplitude, position, FWHM and symmetry factor) of the asteroids spectra are calculated using the same method as described earlier for the meteorite spectra. Fig. 8 compares the shape of the 3- $\mu\text{m}$  band on the asteroids and meteorites spectra (after heating at 523 K).

Previous analyses pointed out the strong dependence of the shape of the reflectance spectra with the observation geometry (Pommerol and Schmitt, 2008; Potin et al., 2019; Schröder et al., 2014). It has been shown that the amplitude of the detected absorption band decreases



**Fig. 5.** Variation of the reflectance ratio compared to the global 3- $\mu\text{m}$  band depth during the heating experiment. The black line marking a ratio of 1 separates the blue spectra (decreasing reflectance with increasing wavelength) from red spectra (increasing reflectance with increasing wavelength). The dotted grey line indicates the negative trend between the reflectance ratio and band depth. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

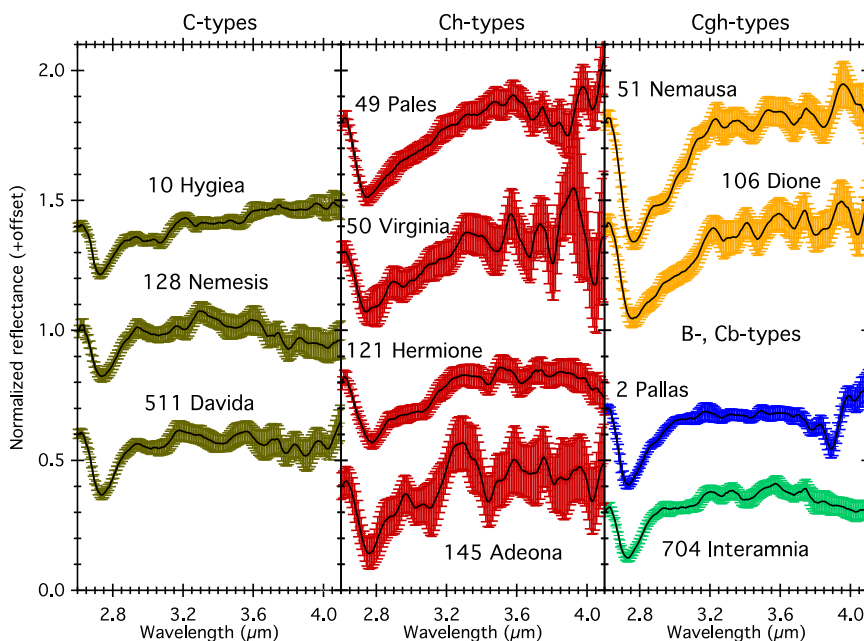
with increasing phase angle. No effects on the width and position of the bands have been previously detected. As the AKARI spectra were acquired with a phase angle similar to our experiment ( $30^\circ$ ) and the NEAs near opposition, we do not expect a noticeable effect of the geometry when comparing asteroids and meteorites spectra. However, the texture of the surface itself also plays a role on the detected absorption bands,



**Fig. 7.** Reflectance spectra of the NEA Ryugu (absolute reflectance values) and Benu (reflectance normalized at 550 nm). The spectra have been digitalized from Hamilton et al. (2019) for Benu and Kitazato et al. (2019) for Ryugu. The shaded area on the Ryugu spectrum indicates the region with large calibration residuals, as described in Kitazato et al. (2019).

where a macroscopic chip of meteorite will present weaker features than the same samples crushed into a powder (Potin et al., 2019). Our experiment uses powdered samples with a large distribution of grains sizes, which is not necessarily representative of the surface texture of asteroids with fine and/or coarse regolith and boulders.

The minimum positions of the bands on the asteroidal spectra are consistent with most of our measurements on carbonaceous chondrites after heating. However, only the amplitudes of the bands on both Cg-type asteroids are also consistent with these measurements. The Ch-, C-, Cb- and B-types, as well as both NEAs show weaker 3- $\mu\text{m}$  absorption band compared to 7 of our meteorites spectra. The other 5 meteorite spectra either display a strongly shifted band or a much weaker absorption, but none have both the position and amplitude of most of the



**Fig. 6.** Selected AKARI spectra of C-complex asteroids. Black: reflectance observations, colors: error bars. The colors given to the different asteroid types will be similar in the following figures. The spectra have been normalized to 2.55  $\mu\text{m}$ .

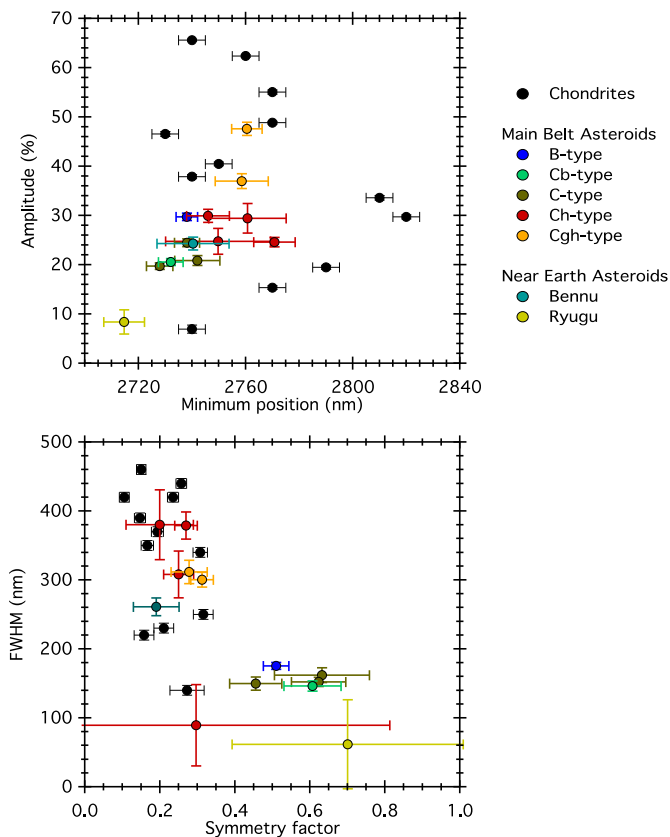


Fig. 8. Comparison between the shape of the complete 3- $\mu$ m band of the asteroids (MBAs and NEAs) spectra (colored circles) and chondrites after the heating experiment (black circles).

observed spectra. This could be an effect of the difference of texture between our powdered meteorites and the surface of the asteroids. The FWHM and symmetry factor of the Ch- types (except Adeona), Cgh- types and Bennu correspond to the values derived from our meteorites spectra. But the C-, B-, Cb- types, Adeona and Ryugu show thinner and more symmetrical absorption features compared to our meteorites. Though the texture of the sample could induce variations in the depth of the 3- $\mu$ m band, its impact on the FWHM and symmetry of the feature is yet to be determined. Moreover, [Matsuoka et al. \(2015\)](#) analyzed the effect of space weathering on the reflectance spectra of Murchison and found a decrease of amplitude of the 3- $\mu$ m band of nearly 35% with increasing irradiation. The difference of amplitude between the asteroidal spectra and some of our measurements could thus be due to the space weathering occurring on the surface of the small bodies, compared to our unaltered meteorites.

We then compare the decomposition of the 3- $\mu$ m band of asteroids spectra with our measurements on meteorites. All the modeled spectra are presented in the Appendix.

All the meteorites spectra can be modeled using two well-defined components: the metal-OH and a water component. For two asteroids spectra, this second component is absent, leaving only the metal-OH components to appear as it is the case for Pallas and Ryugu.

We hereafter present an investigation of the alteration history of C-complex asteroids based on the spectral variations of the 3- $\mu$ m band components. [Fig. 9](#) presents the parameters (band depth, FWHM, minimum position and symmetry factor) of the metal-OH and water component derived from the asteroids and meteorites spectra (after heating at 523 K).

First, it is important to note that asteroids from the same type present roughly the same components, sign of a similar alteration history among

them.

As for the global 3  $\mu$ m band, the metal-OH components detected on asteroids tend to be weaker than the ones detected on meteorites, but the positions of their minimum match the values found on most of the meteorites. The metal-OH components of asteroids are also thinner and more symmetrical than for meteorites, but as it can be seen in [Fig. 9](#), this component follows the same trend of increasing symmetry with decreasing width as seen on our series of meteorites. Both the amplitude and position of the water component of asteroids are consistent with the studied carbonaceous chondrites. However, like the metal-OH component, the water feature is thinner on the asteroids spectra. This water component on asteroids seems perfectly symmetrical while meteorites show a correlation between its symmetry and width. However, this difference is most probably due to the large error bars in the asteroids spectra around this component, lowering the constraints on the asymmetry parameter in the fit model.

The different effects of aqueous and thermal alteration highlighted by the meteorites experiment can then be applied to the asteroids.

- (2) Pallas and (704) Interamnia are classified as B-type and Cb-type, respectively. They present a well-defined metal-OH component from hydrated minerals, centered at  $2738 \pm 4$  nm for Pallas and  $2732 \pm 4$  nm for Interamnia. This is consistent with the component detected on our most aqueously altered chondrites: the CR1 GRO95577 (centered at  $2741.15 \pm 0.05$  nm) and the CI1 Orgueil (centered at  $2731.76 \pm 0.02$  nm). This reflects a heavy alteration by water on the surface of the asteroids, though the absence of detection of structural water molecules on the spectrum of Pallas suggests a strong dehydration by exogenic process as was proposed by [Schmidt and Castillo-Rogez \(2012\)](#). Interamnia presents the shallowest water component of the asteroids group, with a band depth of  $3.8 \pm 0.9\%$  and centered at  $3069 \pm 24$  nm. As seen from the heating experiment, a shift of the LFW component toward longer wavelengths suggests an increase of the number of structural water molecules inside the minerals, but this is incoherent with the small amplitude of the component. This could be the effect of a different surface composition, and thus mineralogical structure on Interamnia, gathering the water molecules together and shifting the position of this water component.
- The components detected on the spectra of the C-types (10) Hygiea, (128) Nemesis and (511) Davida are similar to those detected on (2) Pallas and (704) Interamnia. Their metal-OH components are centered between  $2728 \pm 5$  nm for Hygiea and  $2742 \pm 8$  nm for Nemesis. This traces a strong alteration of the surface, stronger than the studied Ch- and Cgh- types, and similar to what is observed on the CR1 GRO95577 and the CI1 Orgueil. The three C-types present a second component due to LFW molecules, slightly deeper than the component detected on Interamnia.
- (49) Pales, (50) Virginia, (121) Hermione and (145) Adeona are classified as Ch-type asteroids. Their metal-OH components are centered from  $2744 \pm 9$  nm for Pales to  $2769 \pm 8$  nm for Hermione. This is consistent with type 1 and 2 carbonaceous chondrites, like the CR1 GRO95577 (centered at 2741 nm) and the CM2 Murchison (centered at  $2794.53 \pm 0.03$  nm). All studied Ch-type asteroids present a second component due to structural water molecules. The minimum position and amplitude of their components are similar to those typical of LFW molecules observed on meteorites spectra. The general trend of increasing amplitude with shift toward longer wavelengths is also observed. We can suggest an increasing amount of structural water molecules in the studied Ch- types, starting from Pales (amplitude of  $7.3 \pm 2.4\%$  at  $3000 \pm 40$  nm) to Adeona (amplitude of  $13.04 \pm 4.3\%$  at  $3074 \pm 51$  nm).
- The metal-OH components are detected on the Cgh-type asteroids (51) Nemausa and (106) Dione respectively at  $2756 \pm 7$  nm and  $2753 \pm 10$  nm. This falls between the two studied CM1 chondrites ALH 83100 (component centered at  $2756.96 \pm 0.03$  nm) and MET 01070 (component centered at  $2751.01 \pm 0.03$  nm). Both asteroids

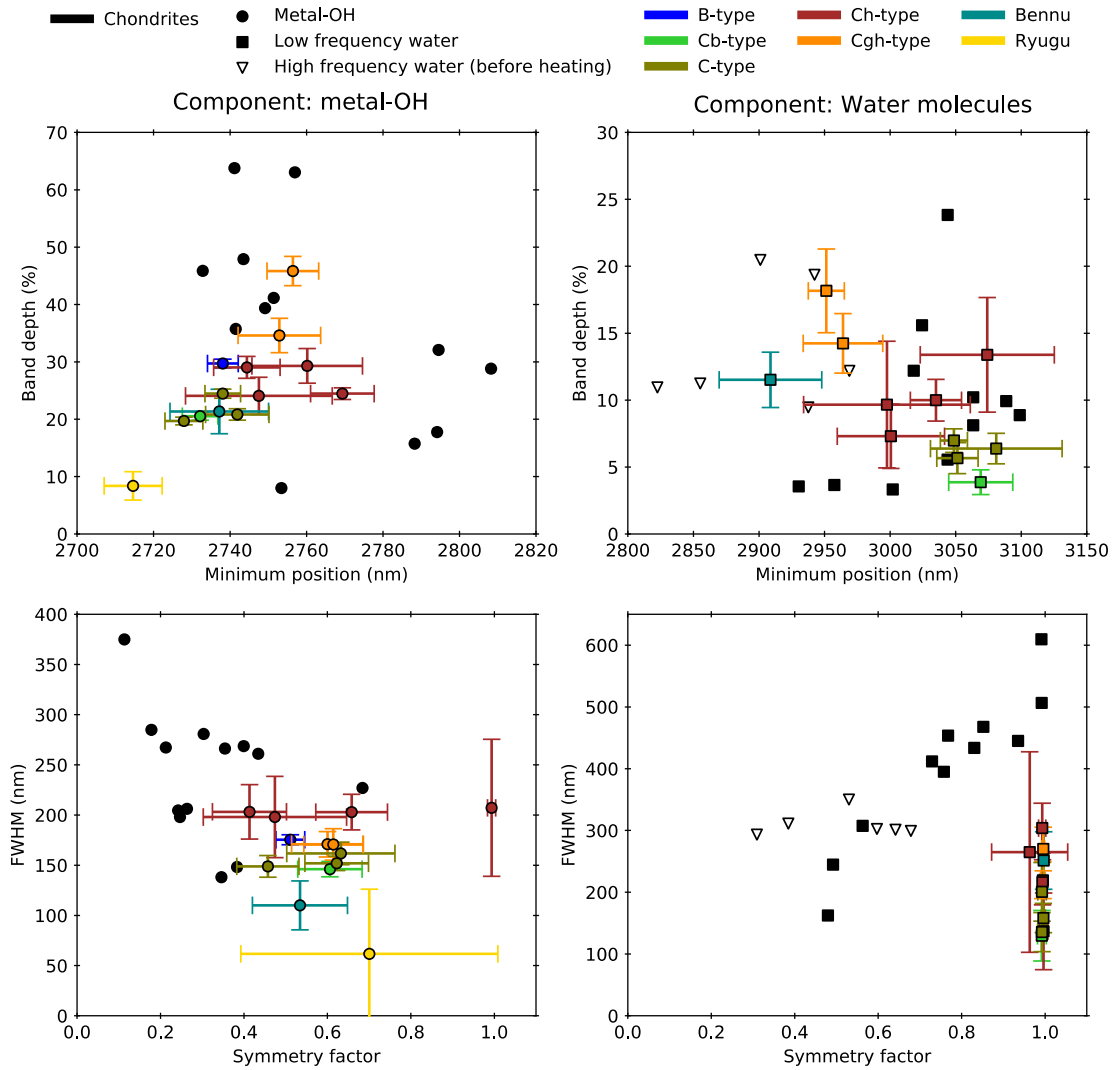


Fig. 9. Comparison of the parameters of the metal-OH (left) and LFW/HWF (right) components of the 3- $\mu$ m band between asteroids observations (colored symbols) and meteorites spectra (this study, in black).

present the deepest metal-OH component of the asteroid group, with an amplitude of  $45 \pm 2\%$  for Nemausa and  $34 \pm 3\%$  for Dione. Their reflectance spectra also present a water component, centered respectively at  $2951 \pm 13$  nm and  $2964 \pm 30$  nm, with an amplitude of  $18 \pm 3\%$  and  $14 \pm 2\%$ . These second components are similar in terms of amplitude and minimum position to the component due to HFW (adsorbed water) detected on meteorites spectra. Taking into account the extremely low pressure at the surface of the small bodies, the detection of adsorbed water molecules is surprising. Moreover, this is at odd with what has been observed during our experiment with meteorites where the LFW is always observed, and the component due to adsorbed water frequently disappearing after heating under vacuum. As Dione was proposed as an active asteroid (Clark et al., 2008), we can make the hypothesis that the position of this band corresponds to the detection of adsorbed water molecules on the surface of the body as a consequence of this activity. Given the position and band depth of the component, we can also suggest a possible surface activity on Nemausa.

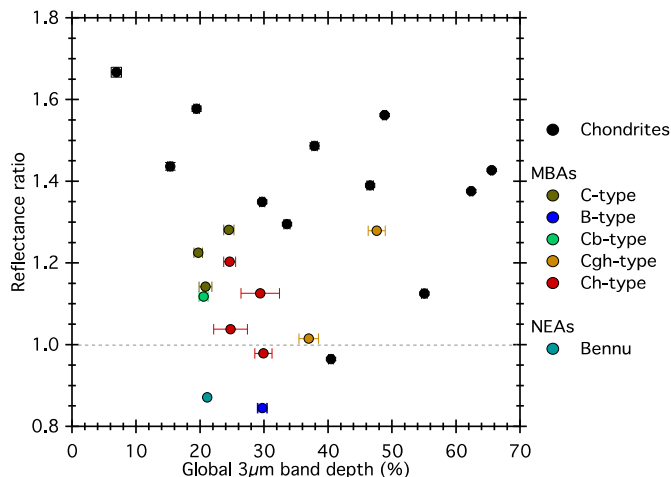
- The reflectance spectrum of Bennu presents a metal-OH component at  $2737 \pm 12$  nm that traces a strong aqueous alteration of the surface. A second component due to water molecules is detected on the reflectance spectrum of Bennu (Fig. 7). Its minimum position and amplitude is similar to the HFW component derived from meteorites measurements. This could indicate the presence of adsorbed water

molecules on the surface of the asteroid, a consequence of the newly discovered activity of the surface (Connolly et al., 2019).

- Ryugu is the most aqueously altered object of this analysis, with its hydrated component centered at  $2714 \pm 7$  nm. This is consistent with the suggestion that Ryugu has been produced from a parent body containing water ice (Sugita et al., 2019). If we consider Ryugu similar to CM or CI chondrites (Kitazato et al., 2019; Sugita et al., 2019), this band position corresponds to the one observed for  $Mg_3OH$  in saponite (Kuligiewicz et al., 2015), and thus suggests a surface composition almost exclusively made of phyllosilicates. However, the small amplitude of this component,  $8.3 \pm 2.5\%$  and the absence of detected water molecules are in favor of an important thermal alteration over 680 K. At this temperature, all water molecules and hydroxyls in the surface minerals, however strongly bound, are released. The phyllosilicates are desiccated, reducing the metal-OH component to barely detectable. Analyses of the boulders, impact craters and regolith on the surface of Ryugu by Sugita et al., (2019) suggested that this strong thermal alteration could have occurred on an older and larger parent body, before the catastrophic disruption forming Ryugu.

#### 4.2. Reflectance ratio ( $R_{2.45}/R_{0.55}$ )

Fig. 10 compares the reflectance ratio of all the studied objects,



**Fig. 10.** Comparison of the reflectance ratio and 3- $\mu\text{m}$  band depth from asteroids (AKARI and OSIRIS-REX data) and meteorites (present work, after heating at 523 K). MBAs ratio from Usui et al. (2019), the ratio value for Benu has been calculated from the digitalized spectrum. No data is available for Ryugu. The dotted grey line marking a ratio of 1 separates the blue spectra (decreasing reflectance with increasing wavelength) from red spectra (increasing reflectance with increasing wavelength). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

meteorites and asteroids. Values of the ratio of the reflectance spectra of asteroids are taken from Usui et al. (2019). The value for Benu has been calculated using the same reflectance ratio as before on the digitalized spectrum from Hamilton et al. (2019). As the Ryugu spectrum published by Kitazato et al. (2019) covers only the infrared range, the reflectance ratio of this small body has not been calculated.

For the same amplitude of the 3- $\mu\text{m}$  band, the asteroids show bluer spectra (i.e., lower ratio) compared to the meteorite spectra. The average of all ratio values calculated on the meteorites spectra reaches  $1.35 \pm 0.24$ , for  $1.09 \pm 0.15$  on the asteroid spectra. Three effects can lead to this difference of <25%:

- Observation geometry has a strong effect on the slope of the reflectance spectra. The strengthening of the spectral slope with increasing phase angle, called phase reddening, has been observed on asteroids (Binzel et al., 2015; Blanco and Catalano, 1979; Clark et al., 2002; Gehrels et al., 1970; Sanchez et al., 2012) and in laboratory on meteorites (Beck et al., 2012b; Potin et al., 2019; Schröder et al., 2014). In this study, all our measurements are made with a 30° phase angle, while the observations in Usui et al. (2019) are measured with phase angle varying for each asteroid, all of them around 20°. A difference of 10° in the phase angle between the observations and our measurements is too small to explain the redder slope seen in our meteorites.
- It has been shown during laboratory measurements that reflectance spectra of compacted surface appear bluer than those obtained on powders (Britt and Pieters, 1988; Cloutis et al., 2011; Potin et al., 2019). Binzel et al., (2015) found a variation of around 16% of the spectral slope value due to varying grain size of the sample. Our samples were manually ground into a powder to simulate the regolith-covered surface of Main Belt Asteroids, thus the difference in texture could explain the slope difference in the case of surfaces lacking regolith.
- Space weathering induces alteration of the minerals on the surface of asteroids and is intensely studied in the laboratory as its effects strongly depend on the initial composition of the sample and the dose of irradiation. Reddening, as well as bluing, of the spectra have been observed after laboratory irradiation of meteorites (Brunetto et al.,

2014; Lantz et al., 2015, 2018; Matsuoka et al., 2015; Moroz et al., 2002; Strazzulla et al., 2005). Lantz et al. (2018) found that space weathering on CI- or CM chondrite-like material can induce a blue slope on their reflectance spectra, with >60% of variation for the highest irradiation fluences (Lantz et al., 2017). Kaluna et al. (2017) explained this blue slope by the production of large organic-like particles. Space weathering can thus be an explanation for the spectral slope difference between the irradiated surfaces of asteroids and our samples protected from any irradiation during the experiment.

#### 4.3. The missing organics

Our experiments have shown that a 90 minute-long heating at 523 K induces an appearance or increase of the amplitude of the 3.4–3.5  $\mu\text{m}$  organic bands. These organic features should thus be clearly detectable on reflectance spectra of asteroids, especially NEAs, taking into account their age and surface temperature.

However, so far, organics features were never detected among C-complex asteroids, with the exception of local signatures detected at the surface of Ceres (DeSanctis et al., 2017). Given the high-quality data available on the largest objects as well as on objects visited by space missions, if present at the level found in meteorites, organics should have been observed in asteroid spectra. Long-term heating experiments on the insoluble organic matter and bulk of the meteorite Murchison have shown an instability of the aliphatic C–H bonds, so CH<sub>2</sub> and CH<sub>3</sub>. According to calculations by Kebukawa et al. (2010), all aliphatic bonds are lost in approximately 200 years if placed at 373 K, and in 90s at 773 K. This instability could explain the lack of organic signatures in the reflectance spectra of heated small bodies such as NEAs. Several other possibilities can explain this lack of organic signatures in the reflectance spectra of MBAs.

A first explanation is that carbonaceous chondrites are not representative of C-type asteroids. This is a strong possibility for the least hydrated C-types (Vernazza and Beck, 2017) but more difficult to imagine the case of Ch- and Cgh-types. Indeed, there are three spectral features (0.7, 0.9 and 3  $\mu\text{m}$ ) that are seen in both these asteroids types and CM chondrites, which imposes a strong connection.

It has also been shown that organics signatures (–CH<sub>2</sub> and –CH<sub>3</sub>) can be destroyed by a space weathering process. Lantz et al. (2015) studied the effect of irradiation with high-energy ions on carbonaceous chondrites, simulating the effect of solar wind and cosmic rays on the surface of asteroids. They showed that irradiation by the solar wind leads to an amorphization of the poly-aromatic structure of the organics. The amorphization process may induce a loss of hydrogen and consequently a change in the infrared signatures at 3.4–3.5  $\mu\text{m}$ . However, Lantz et al. (2017) showed that solar wind irradiation should also destroy the 3- $\mu\text{m}$  band. A disappearance of the organics feature should thus be associated to a disappearance of the 3- $\mu\text{m}$  band.

If solar wind weathering fails to explain the disappearance of the organic feature, other type of space weathering might affect the surface optical properties. Galactic Cosmic Rays could play a role in the destruction of the organic signatures, as well as micrometeorites impacts. Still, these two processes are also expected to affect both the 3- $\mu\text{m}$  band and the organic signatures.

A last and favored possibility is the impact of intense UV irradiation from the Sun. This process offers an interesting possibility since organic compounds tend to have high absorption coefficients in the UV, while water molecules will be less affected. When exposed to UV radiation, the loss of hydrogen and carbon (in the form of CH<sub>4</sub>) has been shown in the case of the Murchison meteorite (Keppler et al., 2012), which could result in a decrease of the organic features at 3.4–3.5  $\mu\text{m}$ . Still, this mechanism needs to be validated by laboratory experiments.

## 5. Conclusions

Our results show that an asteroid-like environment induces irreversible alterations to carbonaceous chondrites. Because of the dehydration of the sample, the 3- $\mu\text{m}$  absorption band becomes shallower, thinner and sharper. Interestingly, the most aqueously altered chondrites show the smallest spectral variations, and this can be explained by their high abundance of phyllosilicates that are unaltered at temperatures up to 523 K. We detected an increase of the amplitude of the organics features around 3.4  $\mu\text{m}$  and 3.5  $\mu\text{m}$  on the heated samples.

The 3- $\mu\text{m}$  absorption bands detected by AKARI on MBAs are coherent with those observed on our heated samples. All bands are centered around 2.75  $\mu\text{m}$ , but the band depths are generally weaker and less dispersed than the meteorites. This difference can be explained by the irradiation of the surface of the small bodies as well as the difference of texture between the asteroids and our powdered samples. Moreover, the band is thinner and presents a more symmetrical shape on the asteroids spectra compared to the bands detected on the meteorites. The duration of the heating in our experiment can be the cause of such a difference, and further analyses on the effects of long-term heating are needed. We also highlighted that the asteroids spectra are generally bluer than the meteorites spectra, though this could be due to an effect of the space weathering of the small bodies surfaces, and a difference of surface texture between our powdered chondrites and possibly lacking regolith asteroids.

The deconvolution of the 3- $\mu\text{m}$  band in both meteorites and asteroids spectra highlighted the effect of aqueous and thermal alteration on the

surfaces. Consistency between the components reaffirms the link between the CM, CR and CI carbonaceous chondrites and C-complex asteroids. As for meteorites, a metal-OH component is always detected in the 3- $\mu\text{m}$  band of asteroids, and most of them show signs of water molecules. However, the components detected on the asteroids spectra tend to be weaker than on our meteorites measurements. It has been observed that asteroids from the same group present roughly the same components. Focusing on the NEAs, the 3- $\mu\text{m}$  band of Ryugu shows the scars of a heavy aqueous alteration followed by a heating episode, while Bennu presents also an aqueously altered surface as well as hints of its surface activity through the potential presence of adsorbed water. We also found that the asteroid Dione, found to be active, also displays adsorbed water and it is anticipated that the other Cgh-type asteroid studied, Nemausa, may be also active.

## Acknowledgements

This research is based on observation with AKARI, a JAXA project with the participation of ESA. SP is supported by Université Grenoble Alpes (UGA) (IRS IDEX/UGA). PB acknowledges funding from the European Research Council under the grant SOLARYS ERC-CoG2017-771691. FU is supported by JSPS KAKENHI (Grants-in-Aid for Scientific Research, Grants N° JP17K05636 and JP19H00725). The instrument SHADOWS was founded by the OSUG@2020 Labex (Grant ANR10 LABX56), by 'Europlanet 2020 RI' within the European Union's Horizon 2020 research and innovation program (Grant N° 654208) and by the Centre National d'Etudes Spatiales (CNES).

## Appendix A. Modeled spectra of meteorites

The modeled spectra of the meteorites are presented in this section, before heating at 523 K on the left, after on the right.

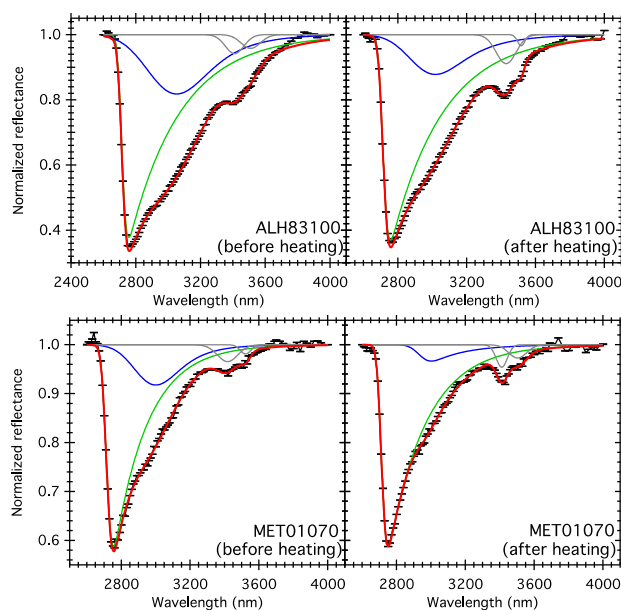
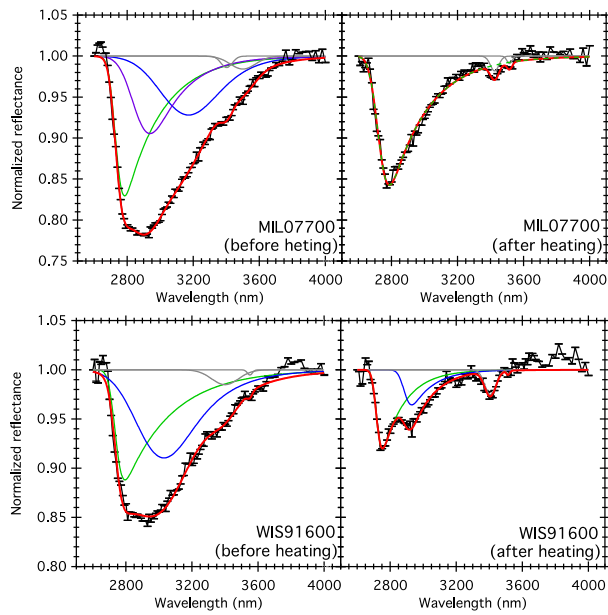
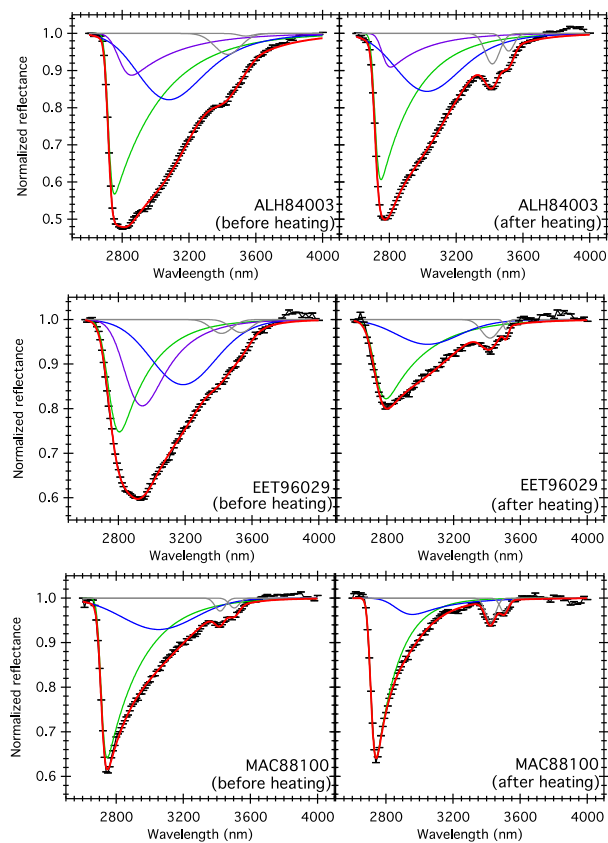


Fig. 11. Modeled spectra of the CM1 chondrites. Black: reflectance measurement, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: structural/interlayer water molecules component. Grey: organic bands.

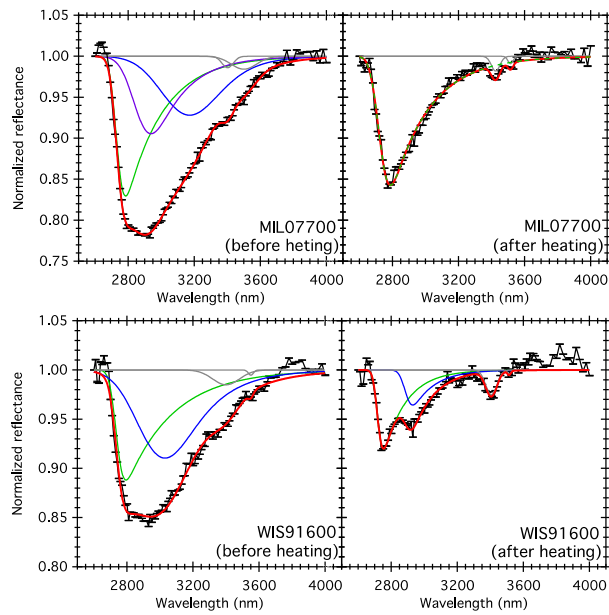


**Fig. 12.** Modeled spectra of the CM2 chondrites. Black: reflectance measurement, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: structural/interlayer water molecules component. Grey: organic bands.

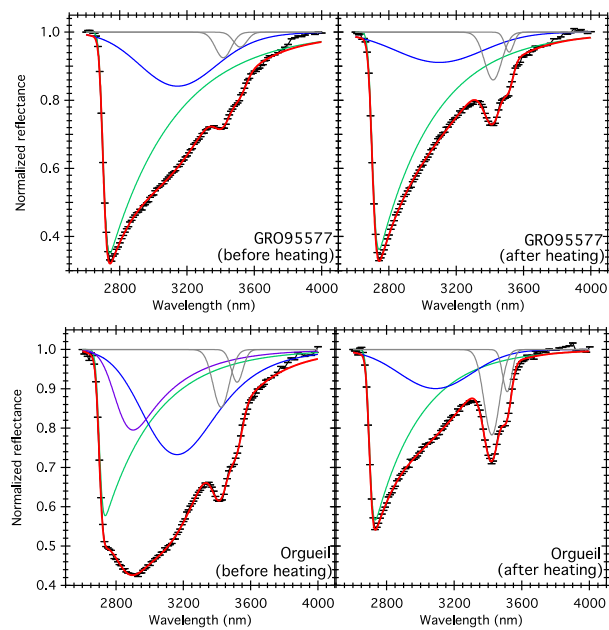


**Fig. 13.** Modeled spectra of the heated CM2 chondrites. Black: reflectance measurement, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: structural/interlayer water molecules component. Grey: organic bands.





**Fig. 14.** (end): Modeled spectra of the heated CM2 chondrites. Black: reflectance measurement, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: structural/interlayer water molecules component. Grey: organic bands.



**Fig. 15.** Modeled spectra of the CR1 chondrite GRO 95577 and the CI1 Orgueil. Black: reflectance measurement, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: structural/interlayer water molecules component. Grey: organic bands.

Appendix B. Modeled spectra of asteroids

The modeled spectra of the asteroids are presented in this section.

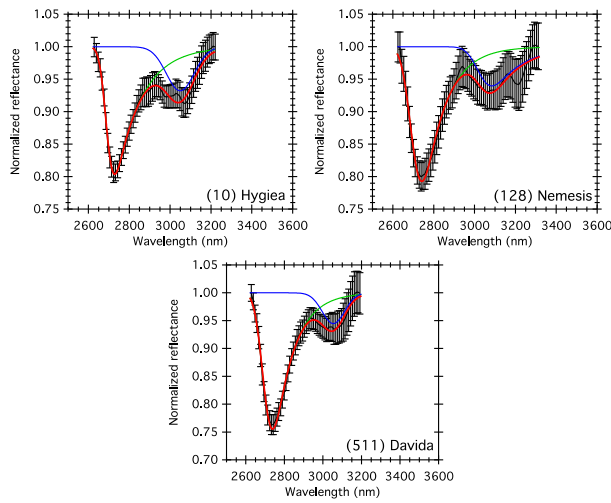


Fig. 16. Modeled spectra of the C-type asteroids. Black: observation data, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: water molecules component.

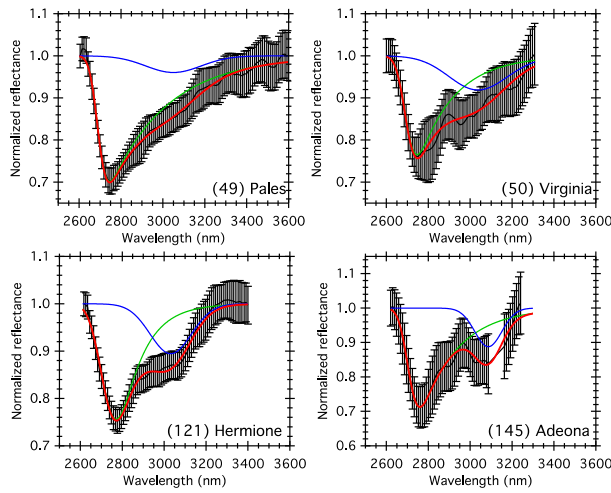


Fig. 17. Modeled spectra of the Ch-type asteroids. Black: observation data, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: water molecules component.

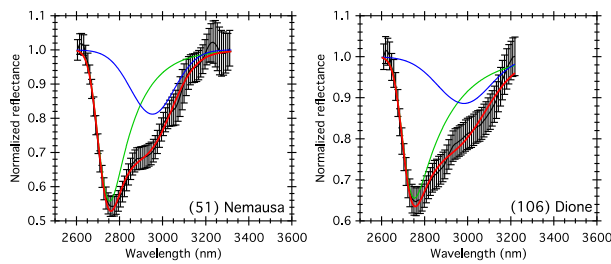


Fig. 18. Modeled spectra of the Cgh-type asteroids. Black: observation data, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: water molecules component.

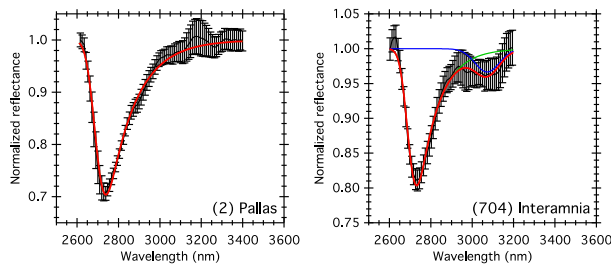


Fig. 19. Modeled spectra of the B-type asteroid (2) Pallas and Cb-type (704) Interamnia. Black: observation data, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: water molecules component.

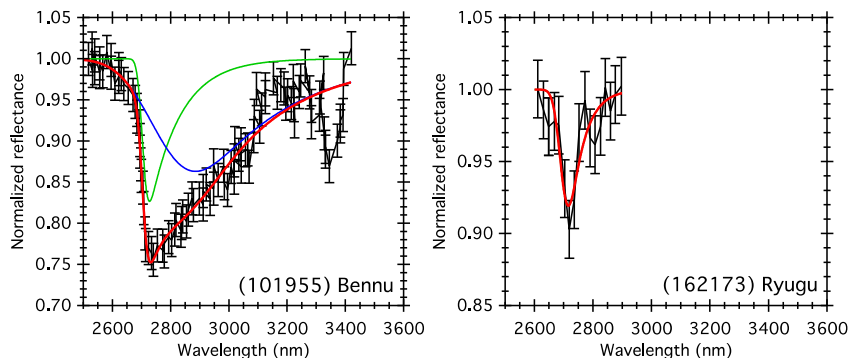


Fig. 20. Modeled spectra of the NEAs. Black: observation data, Red: modeled spectrum, Green: metal-OH component, Blue: water molecules component.

Appendix C. Parameters of the metal-OH, HFW and LFW components of asteroids and meteorites derived from the modeled spectra

Table 3

Parameters of the metal-OH, HFW and LFW components derived from the asteroid spectra. The minus sign indicates that the component is not detected.

Asteroids	Type		Complete band	Metal-OH	LFW	HFW
(2) Pallas	B	Band depth (%)	29.7 ± 0.8	29.7 ± 0.8	–	–
		Position (nm)	2738 ± 4	2738 ± 4	–	–
		FWHM (nm)	175 ± 5	175 ± 5	–	–
		Symmetry factor	0.511 ± 0.03	0.511 ± 0.03	–	–
(10) Hygeia	C	Band depth (%)	19.70 ± 0.67	19.7 ± 0.7	7.0 ± 0.9	–
		Position (nm)	2727.9 ± 4.9	2728 ± 5	3049 ± 10	–
		FWHM (nm)	149.7 ± 9.5	149 ± 11	158 ± 24	–
		Symmetry factor	0.455 ± 0.070	0.457 ± 0.07	0.996 ± 0.005	–
(49) Pales	Ch	Band depth (%)	29.9 ± 1.3	29.0 ± 1.9	7.3 ± 2.4	–
		Position (nm)	2746 ± 8	2744 ± 9	3001 ± 41	–
		FWHM (nm)	308 ± 34	203 ± 27	304 ± 40	–
		Symmetry factor	0.25 ± 0.04	0.413 ± 0.09	0.993 ± 0.009	–
(50) Virginia	Ch	Band depth (%)	24.7 ± 2.6	24.1 ± 3.2	9.7 ± 4.7	–
		Position (nm)	2749 ± 20	2748 ± 19	2998 ± 64	–
		FWHM (nm)	380 ± 51	207 ± 68	265 ± 162	–
		Symmetry factor	0.199 ± 0.090	0.994 ± 0.01	0.963 ± 0.091	–
(51) Nemausa	Cgh	Band depth (%)	47.6 ± 1.3	45.8 ± 2.6	–	18.2 ± 3.1
		Position (nm)	2760.5 ± 5.7	2756 ± 7	–	2951 ± 14
		FWHM (nm)	300 ± 11	171 ± 13	–	219 ± 30
		Symmetry factor	0.29 ± 0.03	0.600 ± 0.09	–	0.9947 ± 0.0052
(106) Dione	Cgh	Band depth (%)	37.0 ± 1.5	34.6 ± 3.0	–	14.2 ± 2.2
		Position (nm)	2758.6 ± 9.9	2753 ± 11	–	2964 ± 30
		FWHM (nm)	311 ± 17	171 ± 16	–	270 ± 35
		Symmetry factor	0.278 ± 0.048	0.614 ± 0.07	–	0.9955 ± 0.0033
(121) Hermione	Ch	Band depth (%)	24.60 ± 0.94	24.5 ± 1.0	10.0 ± 1.6	–
		Position (nm)	2770.8 ± 7.7	2769 ± 8	3035 ± 19	–
		FWHM (nm)	379 ± 19	203 ± 18	216 ± 36	–
		Symmetry factor	0.27 ± 0.03	0.658 ± 0.09	0.994 ± 0.007	–
(128) Nemesis	C	Band depth (%)	20.84 ± 0.99	20.8 ± 1.0	6.4 ± 1.1	–
		Position (nm)	271.90 ± 8.4	2742 ± 8	3081 ± 50	–
		FWHM (nm)	161 ± 10	162 ± 11	201 ± 47	–
		Symmetry factor	0.63 ± 0.12	0.632 ± 0.13	0.993 ± 0.010	–
(145) Adeona	Ch	Band depth (%)	29.4 ± 3.0	29.3 ± 3.0	13.4 ± 4.3	–
		Position (nm)	2640 ± 14	2760 ± 14	3074 ± 51	–
		FWHM (nm)	89 ± 59	198 ± 40	137 ± 62	–

(continued on next page)

Table 3 (continued)

Asteroids	Type		Complete band	Metal-OH	LFW	HFW
(511) Davida	C	Symmetry factor	0.29 ± 0.52	0.474 ± 0.17	0.996 ± 0.010	–
		Band depth (%)	24.46 ± 0.79	24.5 ± 0.8	5.7 ± 1.2	–
		Position (nm)	2738.1 ± 4.7	2738 ± 5	3051 ± 16	–
		FWHM (nm)	151.9 ± 6.6	152 ± 7	136 ± 32	–
(704) Interamnia	Cb	Symmetry factor	0.623 ± 0.073	0.622 ± 0.08	0.993 ± 0.010	–
		Band depth (%)	20.53 ± 0.69	20.5 ± 0.7	3.9 ± 0.9	–
		Position (nm)	2732.1 ± 4.6	2732 ± 5	3069 ± 24	–
		FWHM (nm)	146.1 ± 7.5	146 ± 8	130 ± 41	–
(101955) Bennu	NEA	Symmetry factor	0.607 ± 0.076	0.606 ± 0.08	0.992 ± 0.011	–
		Band depth (%)	24.3 ± 1.3	21.4 ± 3.9	–	11.5 ± 2.1
		Position (nm)	2740 ± 13	2737 ± 13	–	2909 ± 39
		FWHM (nm)	261 ± 13	110 ± 24	–	251 ± 47
(162173) Ryugu	NEA	Symmetry factor	0.190 ± 0.061	0.534 ± 0.11	–	0.9966 ± 0.0004
		Band depth (%)	8.4 ± 2.5	8.4 ± 2.5	–	–
		Position (nm)	2715 ± 8	2715 ± 8	–	–
		FWHM (nm)	62 ± 62	62 ± 62	–	–
		Symmetry factor	0.701 ± 0.31	0.701 ± 0.31	–	–

Table 4

Parameters of the metal-OH, HFW and LFW components derived from the meteorite spectra. The minus sign indicates that the component is not detected.

Meteorites	Type		Complete band		Metal-OH		LFW		HFW	
			Before	After	Before	After	Before	After	Before	After
ALH 83100	CM1	Band depth (%)	64.14 ± 0.59	62.37 ± 0.27	62.448 ± 0.008	63.048 ± 0.012	17.786 ± 0.008	12.200 ± 0.015	–	–
			Position (nm)	2770 ± 5	2760 ± 5	2756.95 ± 0.02	2756.96 ± 0.03	3052.77 ± 0.06	3018.05 ± 0.08	–
		FWHM (nm)	470.0 ± 7.1	390.0 ± 7.1	277.04 ± 0.07	267.25 ± 0.12	451.15 ± 0.11	395.97 ± 0.30	–	–
			Symmetry factor	0.146 ± 0.012	0.147 ± 0.015	0.35647 ± 0.01213	0.21277 ± 0.00014	0.64511 ± 0.02078	0.75728 ± 0.00062	–
MET 01070	CM1	Band depth (%)	43.994 ± 0.95	40.45 ± 0.36	41.281 ± 0.009	41.155 ± 0.005	8.230 ± 0.013	3.332 ± 0.011	–	–
			Position (nm)	2760 ± 5	2750 ± 5	2754.67 ± 0.03	2751.41 ± 0.03	3000.17 ± 0.08	3002.00 ± 0.21	–
		FWHM (nm)	270.0 ± 7.1	230 ± 7.7	193.29 ± 0.11	206.22 ± 0.12	320.06 ± 0.24	244.86 ± 0.72	–	–
			Symmetry factor	0.227 ± 0.023	0.211 ± 0.026	0.30668 ± 0.00031	0.26352 ± 0.00024	0.81029 ± 0.00083	0.49185 ± 0.00177	–
DOM 08003	CM2	Band depth (%)	64.14 ± 0.59	55.04 ± 0.44	48.123 ± 0.039	47.907 ± 0.106	25.512 ± 0.017	23.834 ± 0.036	10.950 ± 0.033	8.753 ± 0.086
			Position (nm)	2770 ± 5	2770 ± 5	2745.16 ± 0.04	2743.50 ± 0.08	3069.73 ± 0.07	304,387 ± 0.09	2822.58 ± 0.19
		FWHM (nm)	470.0 ± 7.1	460.0 ± 7.1	256.59 ± 0.16	197.98 ± 0.25	479.85 ± 0.14	453.54 ± 0.19	293.33 ± 0.19	225.83 ± 0.61
			Symmetry factor	0.146 ± 0.012	0.150 ± 0.013	0.18891 ± 0.00020	0.24667 ± 0.00048	0.75325 ± 0.00031	0.76749 ± 0.00044	0.30938 ± 0.00040
Murchison	CM2	Band depth (%)	35.9 ± 0.32	33.57 ± 0.47	32.411 ± 0.010	32.087 ± 0.010	14.238 ± 0.009	10.212 ± 0.012	–	–
			Position (nm)	2820 ± 5	2810 ± 5	2799.91 ± 0.04	2794.53 ± 0.03	3076.00 ± 0.10	3063.38 ± 0.09	–
		FWHM (nm)	505.0 ± 7.1	440.0 ± 7.1	310.88 ± 0.12	266.23 ± 0.15	486.93 ± 0.17	411.75 ± 0.20	–	–
			Symmetry factor	0.188 ± 0.012	0.257 ± 0.015	0.28430 ± 0.00022	0.35438 ± 0.00033	0.83760 ± 0.00048	0.72917 ± 0.00098	–
QUE 97990	CM2	Band depth (%)	35.62 ± 0.39	29.69 ± 0.42	33.294 ± 0.018	28.814 ± 0.007	10.399 ± 0.016	8.120 ± 0.008	12.190 ± 0.015	–
			Position (nm)	2830 ± 5	2820 ± 5	2805.44 ± 0.04	2808.23 ± 0.04	3192.05 ± 0.24	3063.35 ± 0.15	2968.89 ± 0.13
		FWHM (nm)	52.0 ± 7.1	420.0 ± 7.1	243.17 ± 0.13	280.73 ± 0.11	439.61 ± 0.27	433.66 ± 0.17	302.38 ± 0.34	–
			Symmetry factor	0.209 ± 0.012	0.235 ± 0.015	0.35665 ± 0.00035	0.30342 ± 0.00026	0.83892 ± 0.00068	0.83031 ± 0.00068	0.59697 ± 0.00081
ALH84003 (h)	CM2	Band depth (%)	51.31 ± 0.31	48.82 ± 0.31	43.267 ± 0.018	39.364 ± 0.096	17.833 ± 0.016	15.592 ± 0.012	11.239 ± 0.015	9.068 ± 0.088
			Position (nm)	2800 ± 5	2770 ± 5	2753.21 ± 0.03	2749.15 ± 0.07	3078.80 ± 0.22	3024.41 ± 0.10	2855.25 ± 0.34
		FWHM (nm)	500.0 ± 7.1	370.0 ± 7.1	252.61 ± 0.11	204.53 ± 0.11	479.87 ± 0.16	467.82 ± 0.15	311.24 ± 0.25	225.74 ± 0.27
			Symmetry factor	0.190 ± 0.012	0.194 ± 0.016	0.18978 ± 0.00017	0.24231 ± 0.00031	0.80938 ± 0.00038	0.85190 ± 0.00041	0.38468 ± 0.00121
EET 96029 (h)	CM2	Band depth (%)	39.70 ± 0.27	19.44 ± 0.42	25.207 ± 0.019	17.7638 ± 0.008	14.591 ± 0.015	5.559 ± 0.008	19.369 ± 0.014	–
			Position (nm)	2930 ± 5	2790 ± 5	–	–	–	–	–

(continued on next page)

Table 4 (continued)

Meteorites	Type		Complete band		Metal-OH		LFW		HFW	
			Before	After	Before	After	Before	After	Before	After
MAC 88100	CM2 (h)				2805.17 ± 0.06	2794.13 ± 0.07	3186.17 ± 0.24	3043.76 ± 0.26	2942.39 ± 0.13	
		FWHM (nm)	440.0 ± 7.1	340.0 ± 7.1	233.93 ± 0.14	268.68 ± 0.14	457.58 ± 0.24	444.93 ± 0.21	299.28 ± 0.16	–
		Symmetry factor	0.692 ± 0.019	0.308 ± 0.019	0.47134 ± 0.00049	0.39943 ± 0.00044	0.95073 ± 0.00032	0.93515 ± 0.00065	0.67837 ± 0.00052	–
		Band depth (%)	39.63 ± 0.28	37.87 ± 0.42	35.833 ± 0.009	35.742 ± 0.006	7.035 ± 0.012	3.660 ± 0.025	–	–
		Position (nm)	2750 ± 5	2740 ± 5	2746.30 ± 0.05	2741.50 ± 0.02	3052.20 ± 0.17	2957.46 ± 0.37	–	–
		FWHM (nm)	230.0 ± 7.1	140.0 ± 7.1	197.72 ± 0.13	138.06 ± 0.19	514.68 ± 0.36	307.46 ± 0.46	–	–
MIL 07700	CM2 (h)				0.25249 ± 0.00030	0.34602 ± 0.00064	0.98515 ± 0.00023	0.56267 ± 0.00104	–	–
		Symmetry factor	0.210 ± 0.026	0.273 ± 45	0.00030	0.00064	0.00023	0.00104	–	–
		Band depth (%)	21.02 ± 0.75	15.34 ± 0.39	17.039 ± 0.013	15.748 ± 0.004	7.192 ± 0.012	–	9.457 ± 0.010	–
		Position (nm)	2930 ± 5	2780 ± 5	2784.10 ± 0.06	2788.28 ± 0.06	3171.43 ± 0.28	–	2937.59 ± 0.19	–
		FWHM (nm)	455.0 ± 7.1	260.0 ± 7.1	234.49 ± 0.22	260.99 ± 0.08	427.12 ± 0.30	–	301.26 ± 0.23	–
		Symmetry factor	0.717 ± 0.019	0.316 ± 0.026	0.35899 ± 0.00051	0.43426 ± 0.00041	0.86839 ± 0.00062	–	0.64158 ± 0.00077	–
WIS 91600	CM2 (h)				8.001 ± 0.005	8.001 ± 0.005	8.953 ± 0.009	3.555 ± 0.008	–	–
		Band depth (%)	14.97 ± 0.49	6.92 ± 0.81	11.186 ± 0.009	8.001 ± 0.005	8.953 ± 0.009	3.555 ± 0.008	–	–
		Position (nm)	2930 ± 5	2740 ± 5	2794.32 ± 0.22	2753.43 ± 0.07	3029.91 ± 0.23	2930.00 ± 0.14	–	–
		FWHM (nm)	390.0 ± 7.1	220.0 ± 7.1	280.17 ± 0.20	148.22 ± 0.29	440.20 ± 0.18	162.42 ± 0.44	–	–
		Symmetry factor	0.950 ± 0.025	0.157 ± 0.026	0.30053 ± 0.00092	0.38351 ± 0.00112	0.77655 ± 0.00083	0.47944 ± 0.00167	–	–
		Band depth (%)	66.64 ± 0.21	65.56 ± 0.20	64.857 ± 0.007	63.781 ± 0.008	15.846 ± 0.008	8.881 ± 0.008	–	–
GRO 95577	CR1				2740.67 ± 0.02	2741.156 ± 0.05	3143.04 ± 0.08	3098.81 ± 0.16	–	–
		Position (nm)	2740 ± 5	2740 ± 5	2740.67 ± 0.02	2741.156 ± 0.05	3143.04 ± 0.08	3098.81 ± 0.16	–	–
		FWHM (nm)	490.0 ± 7.1	420.0 ± 7.1	324.09 ± 0.08	284.91 ± 0.07	542.16 ± 0.16	609.49 ± 0.32	–	–
		Symmetry factor	0.113 ± 0.011	0.105 ± 0.013	0.15011 ± 0.00004	0.17816 ± 0.00024	0.94418 ± 0.00031	0.99130 ± 0.00016	–	–
		Band depth (%)	56.51 ± 0.53	46.55 ± 0.49	45.864 ± 0.004	42.264 ± 0.018	26.717 ± 0.020	9.926 ± 0.008	20.473 ± 0.018	–
		Position (nm)	2930 ± 5	2730 ± 5	2732.87 ± 0.03	2735.56 ± 0.03	3162.43 ± 0.11	3088.52 ± 0.09	2901.05 ± 0.09	–
Orgueil	CI1				374.94 ± 0.08	261.26 ± 0.19	528.96 ± 0.23	506.53 ± 0.24	350.18 ± 0.15	–
		FWHM (nm)	680.0 ± 7.1	350.0 ± 7.1	374.94 ± 0.08	261.26 ± 0.19	528.96 ± 0.23	506.53 ± 0.24	350.18 ± 0.15	–
		Symmetry factor	0.511 ± 0.011	0.166 ± 0.017	0.11341 ± 0.00014	0.16914 ± 0.00019	0.81571 ± 0.00034	0.99200 ± 0.00005	0.52994 ± 0.00040	–
		Band depth (%)	56.51 ± 0.53	46.55 ± 0.49	45.864 ± 0.004	42.264 ± 0.018	26.717 ± 0.020	9.926 ± 0.008	20.473 ± 0.018	–
		Position (nm)	2930 ± 5	2730 ± 5	2732.87 ± 0.03	2735.56 ± 0.03	3162.43 ± 0.11	3088.52 ± 0.09	2901.05 ± 0.09	–
		FWHM (nm)	680.0 ± 7.1	350.0 ± 7.1	374.94 ± 0.08	261.26 ± 0.19	528.96 ± 0.23	506.53 ± 0.24	350.18 ± 0.15	–

## References

- Alexander, C.M.O.D., Howard, K.T., Bowden, R., Fogel, M.L., 2013. The classification of CM and CR chondrites using bulk H, C and N abundances and isotopic compositions. *Geochim. Cosmochim. Acta* 123, 244–260. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2013.05.019>.
- Beck, P., Quirico, E., Montes-herandez, G., Bonal, L., Bollard, J., Orthous-daunay, F., Howard, K.T., Schmitt, B., Brissaud, O., Deschamps, F., Wunder, B., Guillot, S., 2010. Hydrous mineralogy of CM and CI chondrites from infrared spectroscopy and their relationship with low albedo asteroids. *Geochim. Cosmochim. Acta* 74, 4881–4892. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2010.05.020>.
- Beck, P., De Andrade, V., Orthous-Daunay, F.R., Veronesi, G., Cotte, M., Quirico, E., Schmitt, B., 2012a. The redox state of iron in the matrix of CI, CM and metamorphosed CM chondrites by XANES spectroscopy. *Geochim. Cosmochim. Acta* 99, 305–316. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2012.04.041>.
- Beck, P., Pommerol, A., Thomas, N., Schmitt, B., Moynier, F., Barrat, J.A., 2012b. Photometry of meteorites. *Icarus* 218, 364–377. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2011.12.005>.
- Beck, P., Garenne, A., Quirico, E., Bonal, L., Montes-Hernandez, G., Moynier, F., Schmitt, B., 2014. Transmission infrared spectra (2–25 μm) of carbonaceous chondrites (CI, CM, CV-CK, CR, C2 ungrouped): mineralogy, water, and asteroidal processes. *Icarus* 229, 263–277. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2013.10.019>.
- Beck, P., Maturilli, A., Garenne, A., Vernazza, P., Helbert, J., Quirico, E., Schmitt, B., 2018. What is controlling the reflectance spectra (0.35–150 μm) of hydrated (and dehydrated) carbonaceous chondrites? *Icarus* 313, 124–138. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2018.05.010>.
- Bertie, J.E., Ahmed, M.K., Eysel, H.H., 1989. Infrared intensities of liquids. 5. Optical and dielectric constants, integrated intensities, and dipole moment derivatives of water and water-d2 at 22.degree.C. *J. Phys. Chem.* 93, 2210–2218. <https://doi.org/10.1021/j100343a008>.
- Binzel, R.P., DeMeo, F.E., Burt, B.J., Cloutis, E.A., Rozitis, B., Burbine, T.H., Campins, H., Clark, B.E., Emery, J.P., Hergenrother, C.W., Howell, E.S., Lauretta, D.S., Nolan, M. C., Mansfield, M., Pietrasz, V., Polishook, D., Scheeres, D.J., 2015. Spectral slope variations for OSIRIS-REx target Asteroid (101955) Bennu: possible evidence for a fine-grained regolith equatorial ridge. *Icarus* 256, 22–29. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2015.04.011>.
- Bishop, J.L., Pieters, C.M., Edwards, J.O., 1994. Infrared spectroscopic analyses on the nature of water in montmorillonite. *Clay Clay Miner.* 42, 702–716. <https://doi.org/10.1346/CCMN.1994.0420606>.
- Blanco, C., Catalano, S., 1979. UVB photometry of Vesta. *Icarus* 40, 350–363. [https://doi.org/10.1016/0019-1035\(79\)90028-9](https://doi.org/10.1016/0019-1035(79)90028-9).
- Bland, P.A., Collins, G.S., Davison, T.M., Abreu, N.M., Ciesla, F.J., Muxworthy, A.R., Moore, J., 2014. Pressure-temperature evolution of primordial solar system solids during impact-induced compaction. *Nat. Commun.* 5, 1–13. <https://doi.org/10.1038/ncomms6451>.
- Bradley, J.P., Keller, L.P., Brownlee, D.E., Thomas, K.L., 1996. Reflectance spectroscopy of interplanetary dust particles. *Meteorit. Planet. Sci.* 31, 394–402. <https://doi.org/10.1111/j.1945-5100.1996.tb02077.x>.
- Brearley, A.J., 2006. The action of water. In: *Meteorites and the Early Solar System II*, pp. 587–624. <https://doi.org/10.1039/AN9214600270>.
- Britt, D.T., Pieters, C.M., 1988. Bidirectional reflectance properties of iron-nickel meteorites. In: *Proceedings of the 18th LPSC*, pp. 503–512.
- Brunetto, R., Lantz, C., Ledu, D., Baklouti, D., Barucci, M.A., Beck, P., Delauche, L., Dionnet, Z., Dumas, P., Duprat, J., Engrand, C., Jamme, F., Oudayer, P., Quirico, E., Sandt, C., Dartois, E., 2014. Ion irradiation of Allende meteorite probed by visible,

- IR, and Raman spectroscopies. *Icarus* 237, 278–292. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2014.04.047>.
- Clark, R.N., Roush, T.L., 1984. Reflectance spectroscopy: quantitative analysis techniques for remote sensing applications. *J. Geophys. Res.* 89, 6329–6340. <https://doi.org/10.1029/JB089iB07p06329>.
- Clark, B.E., Helfenstein, P., Bell, J.F., Peterson, C., Veverka, J., Izenberg, N.I., Domingue, D., Wellnitz, D., McFadden, L., 2002. NEAR infrared spectrometer photometry of asteroid 433 Eros. *Icarus* 155, 189–204. <https://doi.org/10.1006/icar.2001.6748>.
- Clark, R.N., Curchin, J.M., Jaumann, R., Cruikshank, D.P., Brown, R.H., Hoefen, T.M., Stephan, K., Moore, J.M., Buratti, B.J., Baines, K.H., Nicholson, P.D., Nelson, R.M., 2008. Compositional mapping of Saturn's satellite Dione with Cassini VIMS and implications of dark material in the Saturn system. *Icarus* 193, 372–386. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2007.08.035>.
- Cloutis, E.A., Hiroi, T., Gaffey, M.J., Alexander, C.M.O.D., Mann, P., 2011. Spectral reflectance properties of carbonaceous chondrites: 1. CI chondrites. *Icarus* 212, 180–209. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2010.12.009>.
- Connolly, H.C., Jawin, E.R., Ballouz, R.L., Walsh, K.J., McCoy, T.J., DellaGiustina, D.N., Burke, K.N., Biehaas, E.B., Rizk, B., D'Aubigny, C., Hamilton, V.E., Bottke, W.F., Dwokin, J.P., Delbo', M., Tachibana, S., Yurimoto, H., Nolan, M.C., Lauretta, D.S., 2019. OSIRIS-REX sample science and the geology of active asteroid Bennu. In: *82nd Annu. Meet. Meteorit. Soc.* 2019, p. 6209 (LPI Contrib. No. 2157).
- Delbo, M., Michel, P., 2011. Temperature history and dynamical evolution of (101955) 1999 RQ 36: a potential target for sample return from a primitive asteroid. *Astrophys. J. Lett.* 728, 1–5. <https://doi.org/10.1088/2041-8205/728/2/L42>.
- DeMeo, F.E., Carry, B., 2013. The taxonomic distribution of asteroids from multi-filter all-sky photometric surveys. *Icarus* 226, 723–741. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2013.06.027>.
- DeSanctis, M.C., Ammannito, E., Mcsween, H.Y., Raponi, A., Marchi, S., Capaccioni, F., Capria, M.T., Carrozzo, F.G., Ciarniello, M., Fonte, S., Formisano, M., Frigeri, A., Giardino, M., Longobardo, A., Magni, G., McFadden, L.A., Palomba, E., Pieters, C.M., Tosi, F., Zambon, F., Raymond, C.A., Russell, C.T., 2017. Localized aliphatic organic material on the surface of Ceres. *Science* (80-). 355, 719–722. <https://doi.org/10.1126/science.aaj2305>.
- Dunn, T.L., Burbine, T.H., Bottke, W.F., Clark, J.P., 2013. Mineralogies and source regions of near-Earth asteroids. *Icarus* 222, 273–282. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.11.007>.
- Fornasier, S., Lantz, C., Barucci, M.A., Lazzarin, M., 2014. Aqueous alteration on main belt primitive asteroids: results from visible spectroscopy. *Icarus* 233, 163–178. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2014.01.040>.
- Frost, R.L., Ruan, H., Theo Klopogge, J., Gates, W., 2000. Dehydration and dehydroxylation of nontronites and ferruginous smectite. *Thermochim. Acta* 346, 63–72. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(99\)00366-4](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(99)00366-4).
- Garenne, A., Beck, P., Montes-Hernandez, G., Chiriac, R., Toche, F., Quirico, E., Bonal, L., Schmitt, B., 2014. The abundance and stability of “water” in type 1 and 2 carbonaceous chondrites (CI, CM and CR). *Geochim. Cosmochim. Acta* 137, 93–112. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2014.03.034>.
- Gehrels, T., Roemer, E., Taylor, R.C., Zllner, B., 1970. Minor planets and related objects. IV. Asteroid (1566) Icarus. *Astron. J.* 75, 186–195.
- Hamilton, V.E., Simon, A.A., Christensen, P.R., Reuter, D., Clark, B.E., Barucci, M.A., Bowles, N.E., Boynton, W.V., Brucato, J.R., Cloutis, E.A., Connolly Jr., H.C., Donaldson Hanna, K.L., Emery, J.P., Enos, H.L., Fornasier, S., Haberle, C.W., Hanna, R.D., Howell, E.S., Kaplan, H.H., Keller, L.P., Lantz, C., Li, J.-Y., Lim, L.F., McCoy, T.J., Merlin, F., Nolan, M.C., Praet, A., Rozitis, B., Sandford, S.A., Schrader, D.L., Thomas, C.A., Zou, X.-D., Lauretta, D.S., the OSIRIS-REX Team, 2019. Evidence for widespread hydrated minerals on asteroid (101955) Bennu. *Nat. Astron.* 3, 332–340. <https://doi.org/10.1038/s41550-019-0722-2>.
- Hiroi, T., Pieters, C.M., 1996. Reflectance spectra (UV–3 μm) of heated Ivuna (CI) meteorite and newly identified thermally metamorphosed CM chondrites. In: *27th Lunar Planet. Sci. Conf.* pp. 551–552.
- Hiroi, T., Zolensky, M.E., 1999. UV-VIS-NIR absorption features of heated phyllosilicates as remote-sensing clues of thermal histories of primitive asteroids. In: *Antarct. Meteor. Res. - 23rd Symp. Antarct. Meteorites*, 12, pp. 108–116.
- Hiroi, T., Zolensky, M.E., Pieters, C.M., Lipschutz, M.E., 1996. Thermal metamorphism of the C, G, B, and F asteroids seen from the 0.7 μm, 3 μm, and UV absorption strengths in comparison with carbonaceous chondrites. *Meteorit. Planet. Sci.* 31, 321–327. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>.
- Ikeda, Y., Prinz, M., 1993. Petrologic study of the Belgica 7904 carbonaceous chondrite: hydrous alteration, oxygen isotopes, and relationship to CM and CI chondrites. *Geochim. Cosmochim. Acta* 57, 439–452. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(93\)90442-Y](https://doi.org/10.1016/0016-7037(93)90442-Y).
- Kaluna, H.M., Ishii, H.A., Bradley, J.P., Gillis-Davis, J.J., Lucey, P.G., 2017. Simulated space weathering of Fe- and Mg-rich aqueously altered minerals using pulsed laser irradiation. *Icarus* 292, 245–258. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2016.12.028>.
- Kebukawa, Y., Nakashima, S., Zolensky, M.E., 2010. Kinetics of organic matter degradation in the Murchison meteorite for the evaluation of parent-body temperature history. *Meteorit. Planet. Sci.* 45, 101–115. <https://doi.org/10.1111/j.1945-5100.2009.01008.x>.
- Keil, K., 2000. Thermal alteration of asteroids: evidence from meteorites. *Planet. Space Sci.* 48, 887–903. [https://doi.org/10.1016/S0032-0633\(00\)00054-4](https://doi.org/10.1016/S0032-0633(00)00054-4).
- Keppler, F., Viganò, I., McLeod, A., Ott, U., Fröchtel, M., Röckmann, T., 2012. Ultraviolet-radiation-induced methane emissions from meteorites and the Martian atmosphere. *Nature* 486, 93–96. <https://doi.org/10.1038/nature11203>.
- King, A.J., Solomon, J.R., Schofield, P.F., Russell, S.S., 2015. Characterising the CI and CI-like carbonaceous chondrites using thermogravimetric analysis and infrared spectroscopy. *Earth, Planets Sp* 67, 198. <https://doi.org/10.1186/s40623-015-0370-4>.
- Kitazato, K., Milliken, R.E., Iwata, T., Abe, M., Ohtake, M., Matsuura, S., Arai, T., Nakachi, Y., Nakamura, T., Matsuoka, M., Senshu, H., Hirata, N., Hiroi, T., Pilorget, C., Brunetto, R., Poulet, F., Riu, L., Bibring, J.-P., Takir, D., Domingue, D.L., Vilas, F., Barucci, M.A., Perna, D., Palomba, E., Galiano, A., Tsumura, K., Osawa, T., Komatsu, M., Nakato, A., Arai, T., Takato, N., Matsunaga, T., Takagi, Y., Matsumoto, K., Kouyama, T., Yokota, Y., Tatsumi, E., Sakatani, N., Yamamoto, Y., Okada, T., Sugita, S., Honda, R., Morota, T., Kameda, S., Sawada, H., Honda, C., Yamada, M., Suzuki, H., Yoshioka, K., Hayakawa, M., Ogawa, K., Cho, Y., Shirai, K., Shimaki, Y., Hirata, N., Yamaguchi, A., Ogawa, N., Terui, F., Yamaguchi, T., Takei, Y., Saiki, T., Nakazawa, S., Tanaka, S., Yoshikawa, M., Watanabe, S., Tsuda, Y., 2019. The surface composition of asteroid 162173 Ryugu from Hayabusa2 near-infrared spectroscopy. *Science* (80-.) eaav7432. <https://doi.org/10.1126/science.aav7432>.
- Kuligiewicz, A., Derkowski, A., Szczerba, M., Gionis, V., Chrysoskos, G.D., 2015. Revisiting the infrared spectrum of the water-smectite interface. *Clay Clay Miner.* 63, 15–29. <https://doi.org/10.1346/CCMN.2015.0630102>.
- Lantz, C., Brunetto, R., Barucci, M.A., Dartois, E., Duprat, J., Engrand, C., Godard, M., Ledu, D., Quirico, E., 2015. Ion irradiation of the Murchison meteorite: visible to mid-infrared spectroscopic results. *a&a* 577, 41. <https://doi.org/10.1051/0004-6361/201425398>.
- Lantz, C., Brunetto, R., Barucci, M.A., Fornasier, S., Baklouti, D., Bourçois, J., Godard, M., 2017. Ion irradiation of carbonaceous chondrites: a new view of space weathering on primitive asteroids. *Icarus* 285, 43–57. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2016.12.019>.
- Lantz, C., Binzel, R.P., DeMeo, F.E., 2018. Space weathering trends on carbonaceous asteroids: a possible explanation for Bennu's blue slope? *Icarus* 302, 10–17. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2017.11.010>.
- Lauretta, D.S., Beshore, E., Boynton, W.V., Drouet, C., Goddard, N., Flight, S., 2017. OSIRIS-REX: sample return from asteroid (101955) Bennu. *Space Sci. Rev.* 212, 925–984. <https://doi.org/10.1007/s11214-017-0405-1>.
- Marchi, S., Delbo', M., Morbidelli, A., Paolicchi, P., Lazzarin, M., 2009. Heating of near-Earth objects and meteoroids due to close approaches to the Sun. *Mon. Not. R. Astron. Soc.* 400, 147–153. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2966.2009.15459.x>.
- Matsuoka, M., Nakamura, T., Kimura, Y., Hiroi, T., Nakamura, R., Okumura, S., Sasaki, S., 2015. Pulse-laser irradiation experiments of Murchison CM2 chondrite for reproducing space weathering on C-type asteroids. *Icarus* 254, 135–143. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2015.02.029>.
- Moroz, L.V., Arnold, G., Korochantsev, A.V., Wäsch, R., 2002. Natural solid bitumens as possible analogs for cometary and asteroid organics. *Icarus* 134, 253–268. <https://doi.org/10.1006/icar.1998.5955>.
- Neveu, M., Vernazza, P., 2019. IDP-like asteroids formed later than 5 Myr after Ca–Al-rich inclusions. *Astrophys. J.* 875, 30. <https://doi.org/10.3847/1538-4357/ab0d87>.
- Orthous-Daunay, F.R., Quirico, E., Beck, P., Brissaud, O., Dartois, E., Pino, T., Schmitt, B., 2013. Mid-infrared study of the molecular structure variability of insoluble organic matter from primitive chondrites. *Icarus* 223, 534–543. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2013.01.003>.
- Pommerol, A., Schmitt, B., 2008. Strength of the H2O near-infrared absorption bands in hydrated minerals: effects of measurement geometry. *J. Geophys. Res. E Planets* 113, E12008. <https://doi.org/10.1029/2008JE003197>.
- Pommerol, A., Schmitt, B., Beck, P., Brissaud, O., 2009. Water sorption on martian regolith analogs: thermodynamics and near-infrared reflectance spectroscopy. *Icarus* 204, 114–136. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2009.06.013>.
- Potin, S., Brissaud, O., Beck, P., Schmitt, B., Magnard, Y., Correia, J.-J., RAbou, P., Jocou, L., 2018. SHADOWS: a spectro-gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogs. Design, calibrations, and performances on challenging surfaces. *Appl. Opt.* 57, 8279–8296. <https://doi.org/10.1364/AO.57.008279>.
- Potin, S., Beck, P., Schmitt, B., Moynier, F., 2019. Some things special about NEAs: geometric and environmental effects on the optical signatures of hydration. *Icarus* 333, 415–428. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2019.06.026>.
- Potin, S., Manigand, S., Beck, P., Wolters, C., Schmitt, B., 2020. A model of the 3-μm hydration band with Exponentially Modified Gaussian (EMG) profiles: application to hydrated chondrites and asteroids. *Icarus* 343, 113686. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2020.113686>.
- Rivkin, A.S., DeMeo, F.E., 2019. How many hydrated NEOs are there? *J. Geophys. Res. Planets* 124, 128–142. <https://doi.org/10.1029/2018JE005584>.
- Rivkin, A.S., Howell, E.S., Vilas, F., Lebofsky, L.A., 2002. Hydrated minerals on asteroids: the astronomical record. In: *Asteroids III*, pp. 235–253. <https://doi.org/10.1086/300495>.
- Rivkin, A.S., Campins, H., Emery, J.P., Howell, E.S., Licandro, J., Takir, D., Vilas, F., 2015a. Astronomical observations of volatiles on asteroids. In: *Asteroids IV*. [https://doi.org/10.2458/azu\\_uapress.9780816532131\\_ch004](https://doi.org/10.2458/azu_uapress.9780816532131_ch004).
- Rivkin, Andrew S., Thomas, C.A., Howell, E.S., Emery, J.P., 2015b. THE Ch-class asteroids: connecting a visible taxonomic class to a 3 μm band shape. *Astron. J.* 150, 198–212. <https://doi.org/10.1088/0004-6256/150/6/198>.
- Rubin, A.E., Trigo-Rodríguez, J.M., Huber, H., Wasson, J.T., 2007. Progressive aqueous alteration of CM carbonaceous chondrites. *GCA* 71, 2361–2382. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2007.02.008>.
- Sanchez, J.A., Reddy, V., Nathues, A., Cloutis, E.A., Mann, P., Hiesinger, H., 2012. Phase reddening on near-Earth asteroids: implications for mineralogical analysis, space weathering and taxonomic classification. *Icarus* 220, 36–50. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.04.008>.

- Schmidt, B.E., Castillo-Rogez, J.C., 2012. Water, heat, bombardment: the evolution and current state of (2) Pallas. *Icarus* 218, 478–488. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2011.11.019>.
- Schröder, S.E., Grynko, Y., Pommerol, A., Keller, H.U., Thomas, N., Roush, T.L., 2014. Laboratory observations and simulations of phase reddening. *Icarus* 239, 201–216. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2014.06.010>.
- Schultz, J.W., 1957. *On the Raman Spectra of Water and Concentrated Aqueous Solutions of Alkali Halides*. Brown University.
- Strazzulla, G., Dotto, E., Binzel, R., Brunetto, R., Barucci, M.A., Blanco, A., Orofino, V., 2005. Spectral alteration of the meteorite Epinal (H5) induced by heavy ion irradiation: a simulation of space weathering effects on near-Earth asteroids. *Icarus* 174, 31–35. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2004.09.013>.
- Sugita, S., Honda, R., Morota, T., Kameda, S., Sawada, H., Tatsumi, E., Yamada, M., Honda, C., Yokota, Y., Kouyama, T., Sakatani, N., Ogawa, K., Suzuki, H., Okada, T., Namiki, N., Tanaka, S., Iijima, Y., Yoshioka, K., Hayakawa, M., Cho, Y., Matsuoka, M., Hirata, N., Hirata, N., Miyamoto, H., Domingue, D., Hirabayashi, M., Nakamura, T., Hiroi, T., Michikami, T., Michel, P., Ballouz, R.-L., Barnouin, O.S., Ernst, C.M., Schröder, S.E., Kikuchi, H., Hemmi, R., Komatsu, G., Fukuhara, T., Taguchi, M., Arai, T., Senshu, H., Demura, H., Ogawa, Y., Shimaki, Y., Sekiguchi, T., Müller, T.G., Hagermann, A., Mizuno, T., Noda, H., Matsumoto, K., Yamada, R., Ishihara, Y., Ikeda, H., Araki, H., Yamamoto, K., Abe, S., Yoshida, F., Higuchi, A., Sasaki, S., Oshigami, S., Tsuruta, S., Asari, K., Tazawa, S., Shizugami, M., Kimura, J., Otsubo, T., Yabuta, H., Hasegawa, S., Ishiguro, M., Tachibana, S., Palmer, E., Gaskell, R., Le Corre, L., Jaumann, R., Otto, K., Schmitz, N., Abell, P.A., Barucci, M.A., Zolensky, M.E., Vilas, F., Thuillet, F., Sugimoto, C., Takaki, N., Suzuki, Y., Kamiyoshihara, H., Okada, M., Nagata, K., Fujimoto, M., Yoshikawa, M., Yamamoto, Y., Shirai, K., Noguchi, R., Ogawa, N., Terui, F., Kikuchi, S., Yamaguchi, T., Oki, Y., Takao, Y., Takeuchi, H., Ono, G., Mimasu, Y., Yoshikawa, K., Takahashi, T., Takei, Y., Fujii, A., Hirose, C., Nakazawa, S., Hosoda, S., Mori, O., Shimada, T., Soldini, S., Iwata, T., Abe, M., Yano, H., Tsukizaki, R., Ozaki, M., Nishiyama, K., Saiki, T., Watanabe, S., Tsuda, Y., 2019. The geomorphology, color, and thermal properties of Ryugu: implications for parent-body processes. *Science* (80-) 364, eaaw0422. <https://doi.org/10.1126/science.aaw0422>.
- Usui, F., Hasegawa, S., Ootsubo, T., Onaka, T., 2019. AKARI/IRC near-infrared asteroid spectroscopic survey: AcuA-spec. *Publ. Astron. Soc. Japan* 71, 1–41. <https://doi.org/10.1093/pasj/psy125>.
- Vernazza, P., Beck, P., 2017. Composition of solar system small bodies. In: *Planetesimals: Early Differentiation and Consequences for Planets*, pp. 269–297.
- Vernazza, P., Marsset, M., Beck, P., Binzel, R.P., Birlan, M., Cloutis, E.A., DeMeo, F.E., Dumas, C., Hiroi, T., 2016. Compositional homogeneity of Cm parent bodies. *Astron. J.* 152, 54–64. <https://doi.org/10.3847/0004-6256/152/3/54>.
- Vilas, F., 1994. A cheaper, faster, better way to detect water of hydration on solar system bodies. *Icarus* 111, 456–467.

## 6.4 Ouverture - Effets de la température sur la structure des minéraux

L'éjection des molécules d'eau structurale sous l'effet de la chaleur peut déformer la structure même des minéraux composant l'échantillon. J'ai pu effectuer une semaine de mesure de diffraction de rayons X (appelée par la suite DRX) sur des échantillons météoritiques et analogues avant et après chauffage. Les résultats obtenus ont permis d'ouvrir une collaboration avec E. Cloutis et M. Applin de l'Université de Winnipeg au Canada et M. Izawa de l'université d'Okayama au Japon, afin d'analyser toutes les météorites chauffées disponibles ainsi que des matériaux analogues. Cette analyse étant actuellement en cours, je présente ici les premiers résultats obtenus.

### 6.4.1 Principe de la DRX

La DRX permet de déterminer les distances inter-atomiques des minéraux sous forme cristalline. Cette technique donc permet une caractérisation minéralogique de l'échantillon analysé par sa structure elle-même. Cette technique est notamment régulièrement utilisée pour la caractérisation de l'altération aqueuse d'un échantillon [29, 30]. Cependant, la DRX ne permet pas de caractériser des phases amorphes.

Un faisceau de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  est envoyé sur l'échantillon à analyser selon un angle  $\theta$ . La répétition de la structure cristalline va induire un déphasage entre les différents rayons diffractés par les atomes, générant ainsi des interférences entre eux (fig. 6.13).

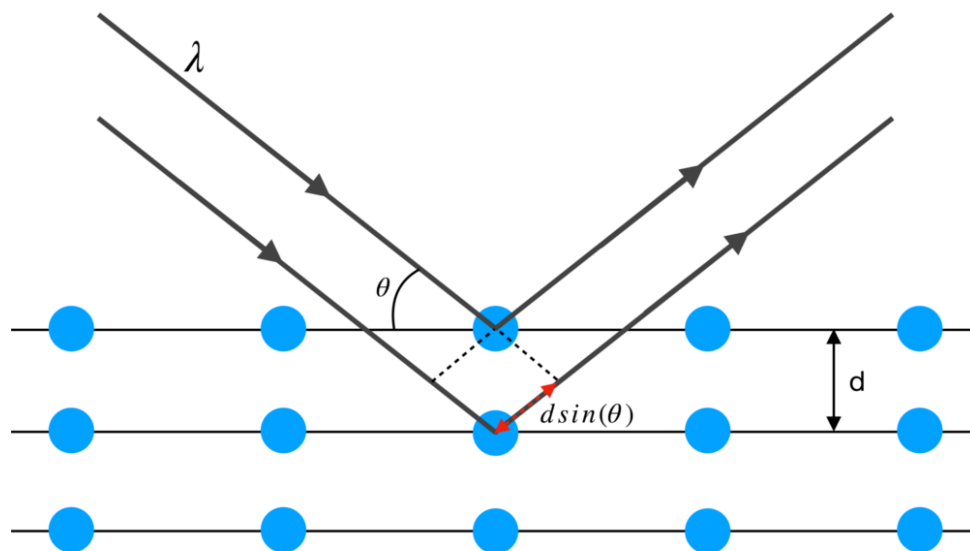


FIGURE 6.13 – Schéma de principe de la diffraction par rayon X permettant de remonter à la distance inter-atomique.

Les interférences constructrices induisant les pics de diffraction mesurés ne sont possibles que lorsque le déphasage entre les rayons est proportionnel à  $n$  fois la longueur d'onde, avec  $n$  un entier (fig. 6.14). On peut donc remonter à la distance inter-atomique avec la position des pics de diffraction mesurés via la loi de Bragg :  $2d \sin(\theta) = n\lambda$ . La comparaison avec les figures de diffraction de standards permet de remonter à la composition de l'échantillon analysé.



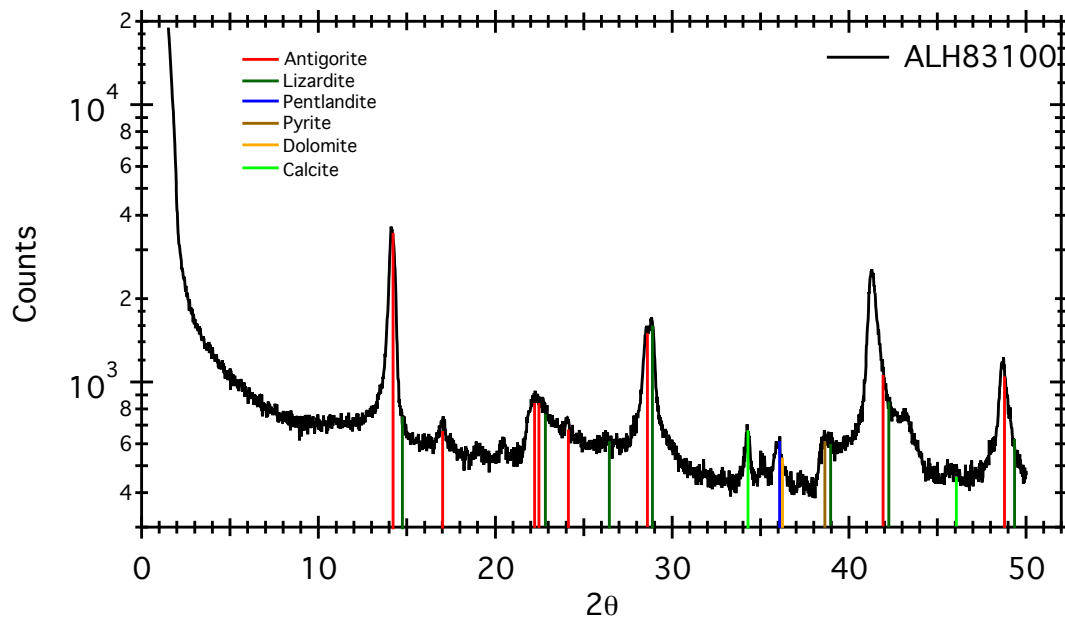


FIGURE 6.14 – Figure de diffraction de la CM AHL83100 (avant chauffage). Les positions des pics principaux des standards sont indiqués par les lignes colorées. Rouge : Antigorite ( $Mg_3(Si_2O_5)(OH)_4$ ), Vert foncé : Lizardite ( $3MgO \cdot 2(SiO_2) \cdot 2H_2O$ ), Bleu : Pentlandite ( $FeNiS_2$ ), Marron : Pyrite ( $FeS_2$ ), Orange : Dolomite ( $CaMg(CO_3)_2$ ), Vert clair : Calcite ( $CaCO_3$ ).

Aux faibles valeurs de  $2\theta$ , le faisceau de rayons X est directement envoyé dans le détecteur, induisant la forte augmentation de signal, non caractéristique de l'échantillon.

### 6.4.2 Effets de la température

Afin de mettre en évidence des possibles variations structurales dues à la température, une mesure de DRX est effectuée sur des échantillons issus de l'analyse précédente, avant et après chauffage : greenalite, cronstedtite, ALH77003 et ALH83100 dont une partie a été chauffée à  $250^\circ C$  pendant 1h30 et une autre à  $150^\circ C$  pendant 24h (fig. 6.15). Les mesures sont réalisées de  $5$  à  $60^\circ$  ( $2\theta$ ) grâce à un Bruker D8 Advance doté d'un goniomètre automatisé de type DaVinci. Un tube rayon X de cobalt est utilisé comme source de rayonnement collimaté sur l'échantillon. Les rayons diffractés sont ensuite collectés tous les  $0.02^\circ$  ( $2\theta$ ) avec un temps d'intégration de 23 sec par pas.

La position du maximum et la FWHM des pics sont directement liés à la distribution des distances inter-atomiques d'un même composant, ce qui nous intéresse ici pour évaluer l'effet de la température. L'intensité du pic dépend du nombre de diffractions à l'angle étudié, donc de la proportion de maille cristalline correspondante. Cependant, ceci dépend également de la quantité d'échantillon sur la plaque et diverses inhomogénéités dans la composition de la météorite elle-même. Ainsi, la comparaison directe de l'amplitude des pics de diffraction avant et après chauffage est biaisée.

Ces données sont encore en traitement afin de mettre en évidence des variations de position et de FWHM des pics. Mais on observe aux premiers abords des différences entre les figures de diffraction d'un même échantillon avant et après chauffage. En analysant l'effet du chauffage sur la structure des échantillons, on observe par exemple la disparition de certains pics ( $18.7^\circ$  pour ALH77003,  $12.74^\circ$ ,  $17.28^\circ$ ,  $18.1^\circ$  pour la cronstedtite),

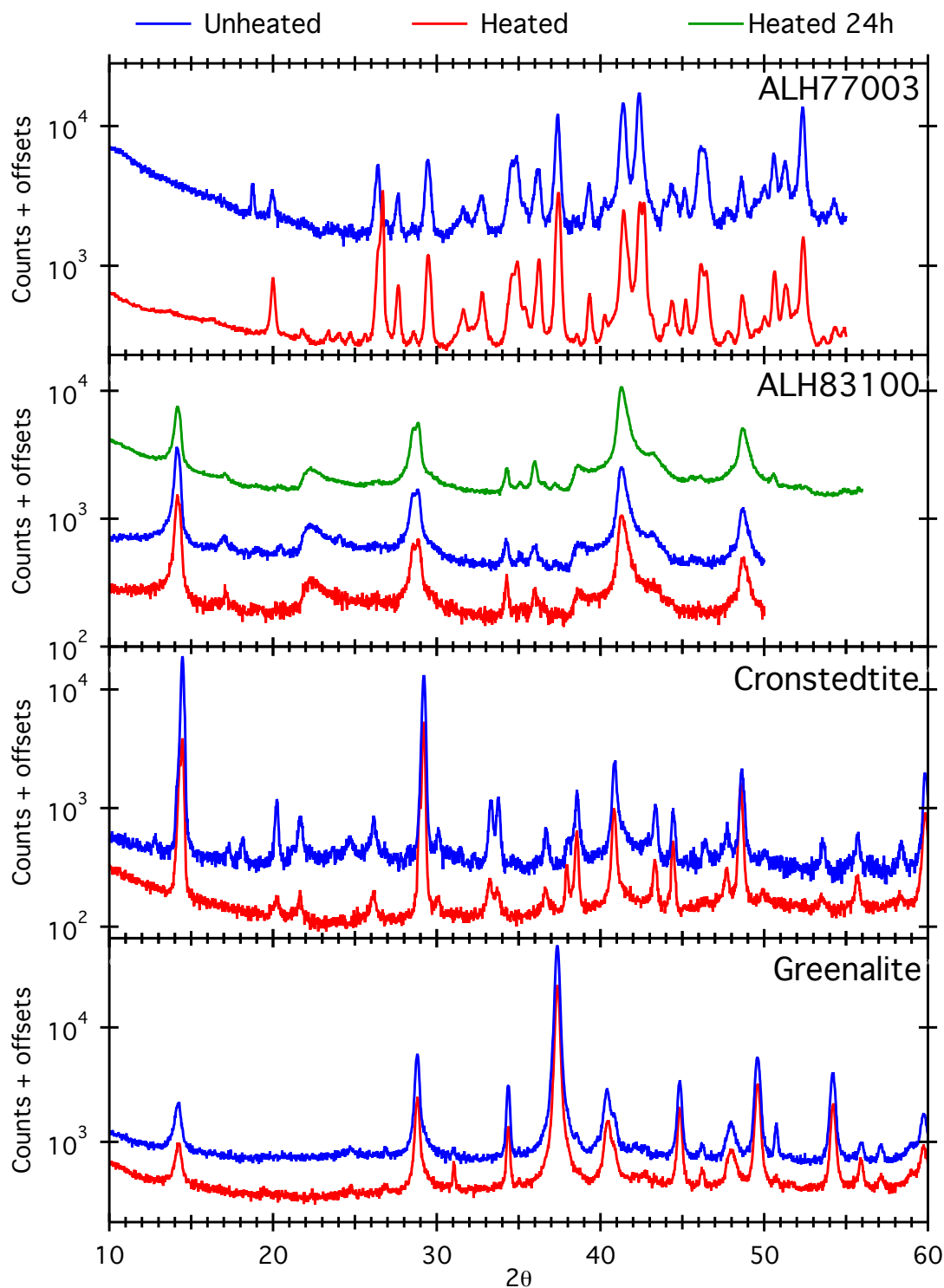


FIGURE 6.15 – Figures de diffraction des échantillons analysés avant (bleu) et après (rouge) chauffage. Un troisième échantillon d’ALH83100 a été chauffé pendant 24h. Les ordonnées sont en échelle logarithmique.

leur apparition (entre  $21.7$  et  $25.6^\circ$  pour ALH77003), ou encore le décalage angulaire de quelques dizaines de degrés pour certains pics. Toutes ces variations montrent une modification de la structure de l’échantillon, voire la formation de nouveaux minéraux sous l’effet de la température [173]. Ces variations de composition vont influencer sur les résultats spectroscopiques, tout comme les changements de structure cristalline, au même niveau que la perte des molécules d’eau de l’échantillon.

Les bandes d'absorption détectées dans le visible autour de 700 et 900 nm sont dues respectivement à un transfert de charge entre les ions  $\text{Fe}^{2+}$  et  $\text{Fe}^{3+}$  et à une transition du champ cristallin par les ions  $\text{Fe}^{2+}$  [155]. Ainsi, la position de ces signatures spectrales va dépendre de la distance entre ces atomes et leurs FWHMs de la dispersion de cette distance inter-atomique. Des modifications structurales autour des  $\text{Fe}^{2+}$  et  $\text{Fe}^{3+}$  détectées par DRX le seront également en spectroscopie en réflectance. Le principe est identique dans le cas de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$ , les vibrations des groupes -OH reliés aux minéraux hydratés ou des molécules d'eau (structurales ou absorbées) peuvent être impactées par les atomes environnant, notamment leurs distances.

## 6.5 Conclusion et perspectives

Les signatures d'hydratation détectées dans les spectres en réflectance des météorites et des astéroïdes sont directement impactées par leur histoire d'altération aqueuse et thermique. Nous avons montré ici que la haute température induisait des modifications irréversibles de composition et de structure cristalline des surfaces étudiées. En particulier, la forme de la bande d'absorption traçant l'hydratation de la surface autour de  $3\text{-}\mu\text{m}$  peut fortement varier durant un épisode de chauffage. La séparation des différentes composantes de cette bande ainsi que l'analyse séparée de leur comportement avec la température peuvent permettre de remonter à l'histoire thermique de l'échantillon étudié.

L'analyse de l'effet de la température sur la structure cristalline effectuée par diffraction des rayons X sera étendue sur une plus grande collection d'échantillons météoritiques, de phase pures, ainsi que d'échantillons ayant subi des histoires thermiques différentes, comme un chauffage longue durée, sous vide ou dans un milieu oxydant.



# IMPACT DE LA GÉOMÉTRIE SUR LES SPECTRES EN RÉFLECTANCE

L'effet de l'angle de phase sur la réflectance des corps planétaires est un effet connu depuis des décennies [174, 175, 176]. Les évolutions de l'albédo ainsi que de la pente spectrale avec l'angle de phase sont étudiées depuis l'installation des premiers spectromètres aux foyers optiques des télescopes. Cependant, la plupart des analyses, même récentes, ne prennent en compte que l'angle de phase comme paramètre représentant la géométrie. Un goniomètre tel que SHADOWS permet l'analyse de la dépendance de la réflectance d'une surface avec tous les angles définissant la géométrie de mesure (incidence, émergence et azimuth).

Je présente dans ce chapitre les dépendances avec la géométrie des paramètres spectraux des surfaces : la réflectance, la pente spectrale ainsi que les signatures d'absorption. Je présente tout d'abord dans les détails l'effet de la géométrie et de la texture de surface sur la réflectance bidirectionnelle d'une météorite. Dans une seconde partie, je présente les résultats obtenus sur une série de surfaces, météoritiques ou analogues, afin de mettre en évidence de possibles comportements typiques d'une texture ou composition.

## 7.1 Effet de la texture et de la géométrie sur les spectres en réflectance

L'analyse complète de l'effet de la géométrie et de la texture sur la spectroscopie d'une surface a été réalisée après la chute de la météorite Mukundpura en juin 2018 [177]. Les résultats ont été publiés dans le journal Icarus [17], inclus ci-après.



## Some things special about NEAs: Geometric and environmental effects on the optical signatures of hydration

S. Potin<sup>a,\*</sup>, P. Beck<sup>a,b</sup>, B. Schmitt<sup>a</sup>, F. Moynier<sup>c</sup>

<sup>a</sup> Université Grenoble Alpes, CNRS, Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble (IPAG), 414 rue de la Piscine, 38400 Saint-Martin d'Hères, France

<sup>b</sup> Institut Universitaire de France, Paris, France

<sup>c</sup> Institut de Physique du Globe de Paris (IPGP), 1 Rue Jussieu, 75005 Paris, France



### ABSTRACT

Here we report on a laboratory study aiming to reproduce specificities of near-Earth Asteroid. We study how the elevated surface temperature, their surface roughness (rock or regolith), as well as observation geometry can affect the absorption features detected on asteroids. For that purpose, we selected a recent carbonaceous chondrite fall, the Mukundpura CM2 chondrite which fell in India in June 2017. Bidirectional reflectance spectroscopy was performed to analyze the effect of the geometrical configuration (incidence, emergence and azimuth angle) on the measurement. Our results show that reflectance spectra obtained under warm environment (NEA-like) tends to show shallower absorption bands compared to low-temperature conditions (MBA-like), but still detectable in our experiments under laboratory timescales. Irreversible alteration of the sample because of the warm environment (from room temperature to 250 °C) has been detected as an increase of the spectral slope and a decrease of the band depths (at 0.7 μm, 0.9 μm and 2.7 μm). Comparing the meteoritic chip and the powdered sample, we found that surface texture strongly affects the shape of the reflectance spectra of meteorites and thus of asteroids, where a dust-covered surface presents deeper absorption features. We found that all spectral parameters, such as the reflectance value, spectral slope and possible absorption bands are affected by the geometry of measurement. We observed the disappearance of the 0.7 μm absorption feature at phase angle larger than 120°, but the 3 μm band remains detectable on all measured spectra.

### 1. Introduction

Many meteorite groups record the action of water at some point of their geological history (Brearley, 2006). Fingerprints of aqueous alteration have been identified in the form of secondary minerals such as carbonates, phyllosilicates or iron oxides. Asteroids, which are the astronomical counterpart of meteorites, also display evidence of aqueous alteration. A first evidence, derived from visible ground-based optical observations, is the presence of absorption bands at 0.7 and 0.9 μm, which can be attributed to Fe bearing phyllosilicates (Vilas, 2008). A more direct evidence of the presence of hydrated or hydroxylated minerals at the surface of asteroids is the presence of an absorption band around 3-μm. For main-belt asteroids (MBAs), observations in this spectral region are only possible for the brightest objects (Vilas, 1994; Takir and Emery, 2012). Spectral surveys have shown that objects with an absorption band at 0.7 μm always show the presence of a 3-μm feature, but that the reciprocal is not true (Usui et al., 2019; Vilas, 1994).

Two space missions are presently orbiting possibly volatile-rich near-Earth asteroids (NEAs): Hayabusa-2 (Kitazato et al., 2019) and OSIRIS-Rex (Hamilton et al., 2019). While hydration seems to be a general process among the MBAs population (Fornasier et al., 2014),

evidence of hydrated near-Earth asteroid is scarce (Rivkin et al., 2002). Rivkin and DeMeo (2018) calculated the theoretical amount of hydrated NEAs according to their spectral group and found  $17 \pm 3\%$  for the Ch-group and  $43 \pm 6\%$  corresponding to C-complex bodies. However, observations from Stuart and Binzel (2004) and Carry et al. (2016) resulted in the statistics of  $6 \pm 3\%$  of NEAs showing signs of Ch asteroids, and  $16 \pm 7\%$  showing signatures of C-complex asteroids. While NEAs are certainly more accessible for sample-return purposes, it is not known today whether they experienced specific, or more intense, geological processes when compared to main-belt asteroids. First, it has been shown that the orbital evolution of the NEA (101955) Bennu, the target of the OSIRIS-REx mission, could have led to a significant heating of the surface (over 500 K (Delbo and Michel, 2011)) by absorption of solar radiation, which is much higher than the surface temperature experienced in the main-belt (Schorghofer, 2008). Second, many NEAs seem to exhibit a rubble pile structure. These rubble-pile asteroids are interpreted as re-agglomerated fragments of a prior object that was catastrophically destroyed following a hypervelocity collision (Michel et al., 2003, 2004). Last, small NEAs visited by space missions appear devoid of a significant amount of dust-like regolith (Fujiwara et al., 2006), which is at odd with larger objects visited by space missions (Veverka et al., 1997).

\* Corresponding author.

E-mail address: [sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:sandra.potin@univ-grenoble-alpes.fr) (S. Potin).

<https://doi.org/10.1016/j.icarus.2019.06.026>

Received 14 February 2019; Received in revised form 12 June 2019; Accepted 27 June 2019

Available online 02 July 2019

0019-1035/ © 2019 Elsevier Inc. All rights reserved.

In this article, we investigate how the environment of NEAs and the observations themselves can influence the signatures of aqueous alteration. For that purpose, we selected a freshly fallen aqueously altered meteorite, the Mukundpura CM2 chondrite. The impact of thermal processing on the infrared signature has been studied in situ using a high-temperature, high-vacuum reflectance cell. The effect of observation geometry and the impact of surface texture (comparison between rock and dust no larger than a few hundreds of microns) have been investigated using a custom-made reflectance-goniometer (Potin et al., 2018).

## 2. Sample and methods

### 2.1. Meteorite sample

The Mukundpura meteorite fell in India on June 6, 2017 (Tripathi et al., 2018) and was immediately collected by the authorities, reducing the risk of post-fall alteration. The first petrographic observations of the newly fallen meteorite were performed using a Zeiss polarizing microscope and electron microprobe (Ray and Shukla, 2018) and characterized the meteorite as belonging to the CM group.

Mukundpura presents a dark matrix and several millimeter-size bright inclusions (see Fig. 1). The sample used in this study was taken from the exterior of the whole meteorite and thus showed a smooth fusion crust on one of its side. Only the interior of the sample, the side opposite to the crust, was studied in reflectance spectroscopy.

This sample was first studied as a chip of the meteorite, then powdered to investigate the effect of texture on the reflectance spectra.

### 2.2. Bidirectional reflectance spectroscopy

#### 2.2.1. Definition and methods for bidirectional reflectance spectroscopy under fixed geometry, room temperature and atmospheric pressure

Reflectance spectroscopy studies are conducted using the custom-made bidirectional reflectance goniometers SHINE (SpectroHotometer with variable Incidence and Emergence) (Brissaud et al., 2004) and SHADOWS (Spectrophotometer with cHanging Angles for the Detection Of Weak Signals) (Potin et al., 2018), whose methods of measurement are quite similar. The goniometer illuminates the sample with a monochromatic light between 340 nm and 5000 nm and under a specific direction (incidence angle). Table 1 summarizes the different spectral resolutions over the whole spectral range.

The reflected light is measured under fixed values of emergence and azimuth angles. All three parameters, incidence, emergence and

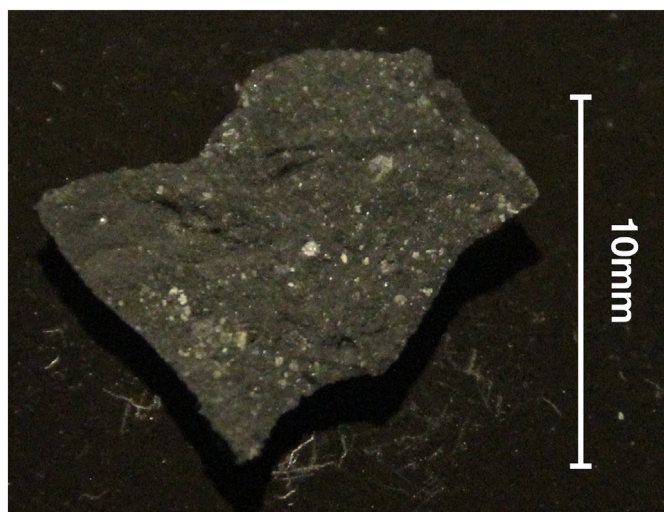


Fig. 1. Picture of the Mukundpura meteorite sample used in this study (interior side showing).

**Table 1**  
Spectral resolution of the reflectance spectrum.

Spectral range	Spectral resolution
400 nm–679 nm	4.85 nm–4.75 nm
680 nm–1499 nm	9.71 nm–9.38 nm
1500 nm–2999 nm	19.42 nm–18.73 nm
3000 nm–5000 nm	38.84 nm–38.44 nm

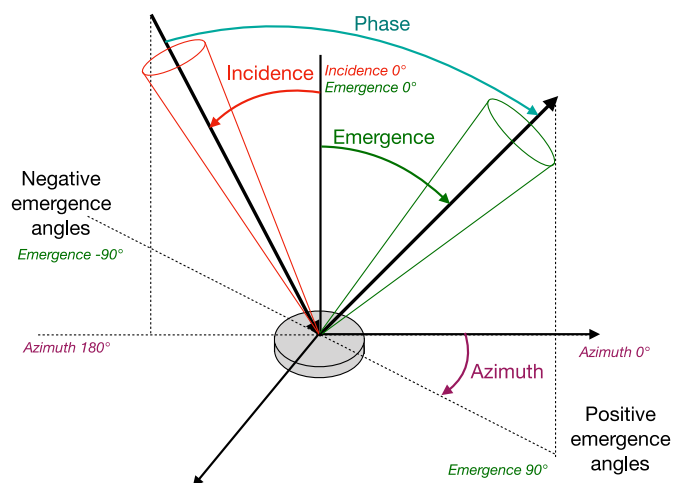


Fig. 2. Schematic definition of the geometrical configuration, incidence, emergence and azimuth angles, for the reflectance spectroscopy. Picture from Potin et al. (2018).

azimuth angles, constitute the geometrical configuration under which the spectra will be recorded. Fig. 2 presents a schematic view of the reflectance measurement and the different angles involved.

Nominal configuration for a “single spectrum” reflectance spectroscopy study consists of a nadir illumination (incidence angle of  $0^\circ$ ) and an emergence angle of  $30^\circ$  in the principal plane (azimuth  $0^\circ$ ). The angular resolutions are  $\pm 2.9^\circ$  for the incidence angle and  $\pm 2.05^\circ$  for the emergence and azimuth angles.

#### 2.2.2. Reflectance spectroscopy under asteroidal conditions

Low-temperature reflectance spectra are acquired using SHINE coupled with the double environmental chamber CarboN-IR (Beck et al., 2015; Grisolle et al., 2014). The outer cell is put under vacuum while gaseous nitrogen is injected inside the inner cell to increase the thermal exchanges and ensure thermalization of the sample. This technique reduces the thermal gradient inside the meteorite but needs two sapphire windows to close the outer and inner cells. The light passing through these two windows creates reflections between the sample and the inner cell window, but also between the windows themselves. The small absorption of the sapphire added to the multiples reflections reduce the contrast of reflectance measured on a sample. To evaluate the effect of the two windows on the measurement, reflectance spectra of a calibration target were acquired, with and without the sapphire windows. Using these spectra, the effects of the windows have been removed from the meteorite data. The spectra were acquired, with a nadir illumination and emergence angle of  $30^\circ$ , from 80 K to room temperature 290 K every 10 K, and from 400 nm to 1000 nm with a 10 nm spectral sampling.

Reflectance spectroscopy at high temperature can be conducted with SHADOWS using a heating vacuum cell, nicknamed MIRAGE (Mesures en InfraRouge sous Atmosphère Gazeuse et Etuvée) (see Fig. 3).

This cell only needs one sapphire window, and the presence of reflections between the window and the sample has already been

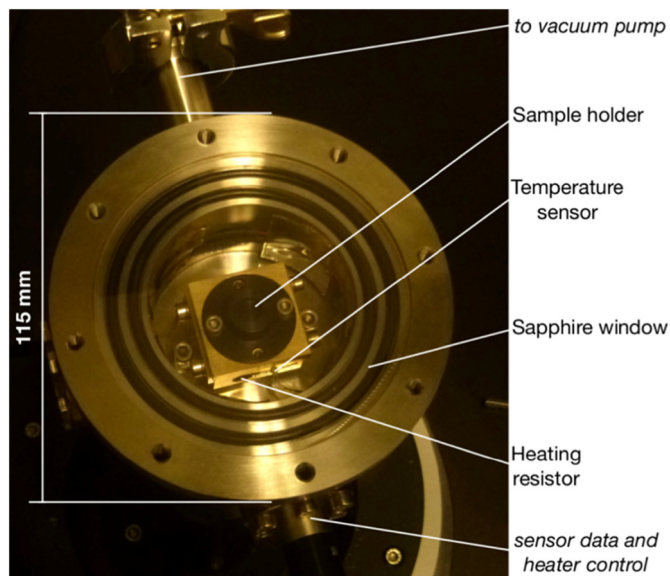


Fig. 3. Annotated picture of the MIRAGE cell.

investigated and corrected through the work on the SERAC cell (Spectroscopie En Réflexion sous Atmosphère Contrôlée) (Pommerol et al., 2009). Other sources of error need to be taken into account with MIRAGE, but were previously unknown on SERAC, due to the difference between the illumination methods of the two setups. To remove all these effects, reflectance spectra of Mukundpura were acquired with and without the sapphire window, and used to correct the instrumental biases due to the cell on all the acquisitions. The spectra were acquired from 360 nm to 1200 nm every 10 nm in order to analyze the shape of the 700 nm and 900 nm bands. Acquisitions are set from room temperature (294 K) to 510 K every 20 K during the increase of temperature, and from 490 K to room temperature every 40 K when the cell is cooling down. The illumination is fixed at nadir, and the observation at 30°.

### 2.2.3. Bidirectional Reflectance Distribution Function (BRDF)

To simulate observations from a spacecraft orbiting its target or from a ground-based observatory, one has to take into account the scattering geometry of the system: the angle of the light illuminating the surface, as well as the angle from which the spectra are acquired. In the laboratory, bidirectional reflectance spectra were acquired with SHADOWS for 70 different geometrical configurations: incidence, emergence and azimuth angles. The incidence angle was set from nadir to grazing illumination (0° to 60° with a 20° step), and for each incidence, spectra were acquired at several measurement angles from -70° to 70°, corresponding to grazing emergence respectively in the backscattering and forward scattering directions in the principal plane, with a 10° step. To analyze the lateral scattering of the sample, spectra at incidence 20° with the same list of emergence angles were taken with a 30° azimuth angle outside the principal plane. The SHADOWS goniometer cannot measure light reflected at a phase angle lower than 5° so opposition spectra are absent from the dataset. The spectral resolution is identical to the resolutions displayed in Table 1. The angular resolutions are  $\pm 2.9^\circ$  for the incidence angle and  $\pm 2.05^\circ$  for the emergence and azimuth angles.

The series of spectra has been first acquired on the chip. The studied surface originated from a broken piece of a larger sample and therefore was not horizontal when placed on the goniometer (tilt of about 5°). This was taken into account during the analysis and photometric corrections were applied to the data. The same set of reflectance spectra have been acquired after manual grinding of the meteorite, to compare the photometric and spectral variations due to surface texture.

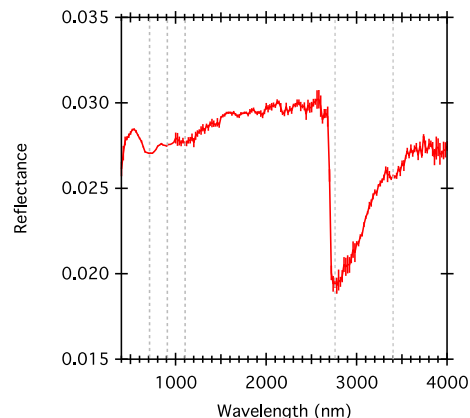


Fig. 4. Reflectance spectrum of the Mukundpura meteorite (powder) with a nadir illumination and an emergence angle of 30°. The grey dotted lines mark the position of the typical CM absorption bands at 700 nm, 900 nm, 1100 nm, 2760 nm and 3400 nm.

## 3. Reflectance spectroscopy

### 3.1. Spectral features of the Mukundpura CM chondrite

The reflectance spectrum of the powdered meteorite is displayed on Fig. 4. A first series of spectra was acquired under vacuum, starting at room temperature then at 60 °C. There was no evidence of degassing of the sample.

The reflectance spectrum shows all characteristics of CM chondrites (Cloutis et al., 2011b): (1) a low reflectance value, < 3% over the whole spectral range, (2) the  $\text{Fe}^{3+}$ - $\text{Fe}^{2+}$  charge-transfer band at 700 nm (Tomeoka et al., 1989), (3) the  $\text{Fe}^{2+}$  crystal field transition bands at 900 and 1100 nm, (4) organics features at 3400 nm and (5) the -OH stretching band at 2750 nm related to the presence of Mg-OH bearing phyllosilicates.

The beginning of a strong UV absorption feature is visible shortwards of 500 nm, though it is not possible to analyze this band with the current data starting at 400 nm. This absorption feature is likely due to metal-O charge transfer (Cloutis et al., 2008).

The detection of both the iron features (700 nm and 900 nm) and the Mg-rich phyllosilicates band at 2750 nm indicates an extensive aqueous alteration of the meteorite on the parent body (Takir et al., 2013; Beck et al., 2010).

### 3.2. Assessing the impact of regolithisation: comparison between the chip and the powdered sample

Reflectance spectroscopy of the meteoritic chip was conducted under the same geometrical configuration as the powder. The sample was placed on its fusion crust on the sample holder so that the studied surface was revealing the interior of the meteorite. Both spectra are presented in Fig. 5.

The major difference between the two sets of spectra is the reflectance value of the continuum, around 4.2% in the case of the raw meteorite and around 2.8% for the powder. This behavior is distinct from the “standard” behavior observed for pure material when the grain size is decreased, which is to observe an increase in reflectance with decreasing grain size (Pommerol and Schmitt, 2008b). Several possible explanations emerge. The first explanation is related to petrography: the surface of the raw meteorite is heterogeneous due to the presence of mm-sized chondrules and bright inclusions, while the powder has all the elements finely mixed into a rather homogeneous volume. Opaques “hidden” beneath the surface will be more visible in the powder spectra, lowering the global amount of reflected light. The model developed by Hapke (1981) states that the reflectance of an

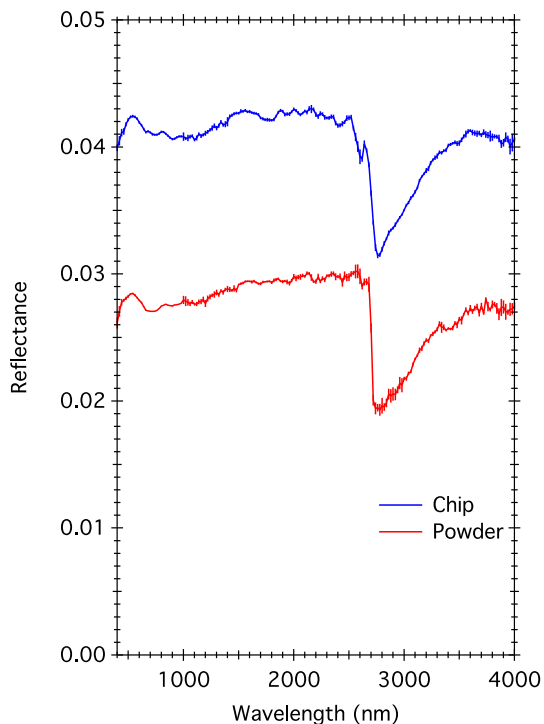


Fig. 5. Reflectance spectra of the raw meteorite (blue) and after manual powdering (red). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

intimate mixtures depends on the viewing geometry and properties of the particles in the mixtures such as single scattering albedo, diameters, porosity and mass fraction. The spectra of mixtures composed of materials with contrasted absorption properties will depend on the style of the mixture. In the case of a spatial mixture of two spectral endmembers, the resulting spectrum is a linear mix of the endmember spectra, weighted by their surface area. The spectra of the raw meteorite, where the size of the bright and dark patches are  $< 1 \text{ mm}^2$  can be interpreted by a linear mixture of the bright and dark endmembers. When powdering the meteorite, the style of mixture between the dark and bright materials will change, since it will become an intimate mixture. In that case, mixtures are expected to be linear in single scattering albedo space, and therefore the mixture of the spectra becomes highly non-linear. For the same amount of bright and dark material, the intimate mixture (powder) will be darker than in the case of a geographic mixture (chip) (Pommerol and Schmitt, 2008b).

The second explanation could be the difference of porosity between the two samples. Theory and laboratory measurements agree that increasing the porosity of a sample lowers the general reflectance (Hapke, 2008; Cloutis et al., 2018; Shepard and Helfenstein, 2011; Cloutis et al., 2011a) The presence of bright inclusions coupled with the differences in both grain size and porosity between the samples can explain the higher reflectance of the raw meteorite.

Both samples present the same absorption features, but with different band depth and broadness. Relative band depths are calculated considering a linear continuum between the two inflexion points of the bands and using the following formula:

$$BD = 1 - \frac{R_{band}^c}{R_{continuum}^c}$$

where  $c$  is the central wavelength of the absorption band,  $R_{band}^c$  and  $R_{continuum}^c$  are respectively the measured reflectance of the sample and the interpolated reflectance of the continuum at wavelength  $c$ . The depth of the UV absorption band is calculated as the ratio between the reflectance measured at 540 nm and 400 nm:

$$UV \text{ ratio} = \frac{R^{540nm}}{R^{400m}}$$

Table 2 presents the calculated band depths of the UV absorption, the  $\text{Fe}^{2+}$  700 nm band, the phyllosilicates  $3 \mu\text{m}$  feature and the organics band around 3400 nm.

We found that grinding of the sample affects the absorption features, resulting in a deepening of the bands. Again, the size of the grains will affect the depth of the absorption features, following the general trend where band depth increases with increasing grain size. It should be noted that all absorption bands are detectable in both reflectance spectra. This implies that even in the absence of a well developed fine-grained regolith, as seems to be the case for some near-earth objects (Benner et al., 2008; Hasegawa et al. 2008), the water-related features should be detectable. In order words, the lack of dust-size regolith does not explain the scarcity of water-related absorption signatures among the NEAs population.

#### 4. Effects of temperature on the optical absorptions

Several processes may warm the surface of small bodies, NEAs included. First, the initial decay of extinct radionuclide such as  $^{26}\text{Al}$ , could have been strong enough to heat up and differentiate small bodies (Grimm and Mccween, 1993,1989; Mahan et al., 2018), but this process was not efficient for km-size objects (Ghosh et al., 2006). Secondly, impacts can generate enough heat to locally metamorphose or even melt the surface (Bland et al., 2014), though the models cannot describe a global increase of the temperature of the object. This is consistent with some of the heated meteorites showing foliation or shock-induced deformations (Nakamura, 2006). The initial accretion process is based on low energy impacts and thus can be disregarded as a source of heating for the small bodies (Nakamura, 2005). Then, electromagnetic induction due to solar winds during the early T Tauri phase can induce enough heat to alter the mineralogy of asteroids. But as the solar winds usually occur on the poles of the stars, they are unlikely to have produced enough heat in the mid-plane where the small bodies are concentrated (Mahan et al., 2018). Last but not least, the relatively close distance between the Sun and the NEAs over their lifetime induces an increased sunlight flux on the surface, and so warming up the small body. This process depends on albedo, surface roughness and thermal inertia. An elevated thermal inertia will reduce the difference of temperature between the direct sub-solar surface (strongly heated) and the rest of the body (rather cool) and the rotation period, as well as the pole position, of the asteroid will also have an impact on the temperature at the surface. In the case of a slow-rotating body or an asteroid oriented so that its rotation axis is near the orbital plane with a pole facing towards the Sun, the sub-solar point will accumulate a lot of heat and will reach higher temperatures than the night-side, and the whole surface of the body will present a wide range of temperatures that strongly vary with time. On the contrary, fast-rotating asteroids, or with their rotation axis almost perpendicular to the orbital plane, will present a rather

Table 2

Band depths of the Vis-NIR absorption features and UV ratio calculated for the chip and powdered samples.

	UV ratio	700 nm band	$3 \mu\text{m}$ band	Organics
Chip	$1.0618 \pm 0.0074$	$0.0139 \pm 0.0037$	$0.1992 \pm 0.0090$	$0.0080 \pm 0.0061$
Powdered meteorite	$1.089 \pm 0.018$	$0.0306 \pm 0.0017$	$0.3252 \pm 0.0009$	$0.0281 \pm 0.0088$



homogeneous and moderate temperature on their surface. For example, according to models, (101955) Bennu could have undergone temperatures as high as 500 K (Delbo and Michel, 2011), while other NEAs could have experienced temperatures over 1500 K during a close approach to the Sun (Marchi et al., 2009). Note however that Dunn et al. (2013) calculated that the temperature of 72 NEAs is distributed between 143 and 300 K.

Reflectance spectra of asteroids can be affected by surface temperature, an effect which was studied for S-type asteroids and ordinary chondrites, but which is much less known for C-type asteroids. In this section, we present the spectral variations of the powdered Mukundpura meteorite under a wide range of environmental conditions, from cryogenic to high temperature. We focus on the iron features in the visible range.

To characterize the spectral variations across changes in temperature, the reflectance spectra are adjusted using a linear continuum and three modified Gaussian profiles (Sunshine et al., 1990) representing the UV, 700 nm and 900 nm absorption bands. The modified Gaussian model (MGM) includes a correction factor acting on the symmetry of the left and right wings of the profile. Its value can be fixed empirically. The least residual errors were achieved with a correction factor of 1.12. For each MGM, so for each absorption feature, the amplitude, band position and full width at half maximum (FWHM) are set as free parameters. The resulting model is as follows:

$$R(\lambda) = A\lambda + B + \text{MGM}(\lambda, a_{UV}, p_{UV}, \sigma_{UV}) + \text{MGM}(\lambda, a_{700\text{nm}}, p_{700\text{nm}}, \sigma_{700\text{nm}}) + \text{MGM}(\lambda, a_{900\text{nm}}, p_{900\text{nm}}, \sigma_{900\text{nm}})$$

with  $R(\lambda)$  the calculated reflectance at the wavelength  $\lambda$ , A and B respectively the slope and offset of the continuum, and  $a_x$ ,  $p_x$  and  $\sigma_x$  the amplitude, position and FWHM (linked to  $\sigma$ ) of the band X. The model parameters for the UV absorption may differ from reality, as the data cover less than half the band.

#### 4.1. Variations from cryogenic to high temperatures

In order to highlight the effect of temperature on the sample, Fig. 6 presents a comparison between the extreme spectra, obtained at 80 K and 510 K, and the acquisition at room temperature.

In Fig. 6, subtle variations of the spectra related to temperature can be observed. The fit parameters for each spectrum are compared in Table 3.

The increase of temperature induces a modification of the continuum slope, as seen by the spectrum at 80 K having a negative (blue) slope, while the spectra acquired at room temperature and 510 K present a positive (red) slope. A decrease of reflectance of the continuum is observed at 510 K, representing 7.4% relative to the initial value at 80 K. Variations of the absorption features as well as the continuum induce an apparent displacement and decrease of the maximum of reflectance, from 0.0344 of reflectance at 491 nm in the spectrum acquired at 80 K, to a reflectance of 0.0334 at 539 nm for the spectrum at 510 K. The reflectance maximum also decreases with increasing temperature, losing 0.001 of reflectance between the two extreme spectra.

In the case of the low temperature measurements, a blue shift of nearly 20 nm of the position of the 700 nm band can be observed when compared to the high temperature measurement. The band gets broader and deeper, as the FWHM gains around 97 nm and the depth increases by a factor 1.2. It is interesting to note that opposite effects occur in the case of the 900 nm band, except for the position: with decreasing temperature, the band is shifted by 30 nm towards shorter wavelengths, the band depth is reduced by a factor 2.5 and its FWHM is reduced by approximately 130 nm.

Fe-related absorptions can be expected to be sensitive to temperature (Hinrichs and Lucey, 2002). The 700 nm feature in CM chondrites is interpreted by  $\text{Fe}^{2+}$ - $\text{Fe}^{3+}$  charge transfer ( $\text{Fe}^{2+} + \text{Fe}^{3+}$

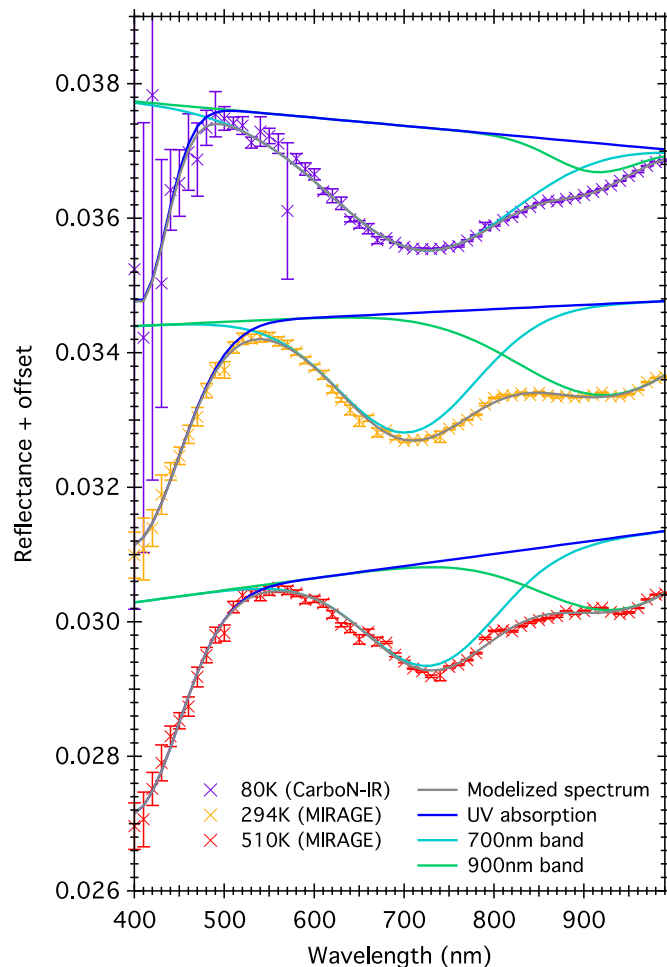


Fig. 6. Comparison between the reflectance spectra of the powdered Mukundpura meteorite acquired at 80 K (purple), room temperature (orange) and 510 K (red). The modeled spectra (grey) and the different modeled absorption bands, UV (navy blue), 700 nm (blue), and 900 nm (green) are also presented. An offset of +0.003 and -0.003 has been added respectively to the 80 K and 510 K spectra. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

Table 3  
Parameters of the modeled spectra at each temperature.

	80 K	294 K	510 K
Continuum slope ( $\text{nm}^{-1}$ )	$-1.210 \cdot 10^{-6}$	$6.299 \cdot 10^{-7}$	$1.797 \cdot 10^{-6}$
Continuum offset	0.0352	0.0341	0.0326
BD <sub>700nm</sub> (%)	0.183	0.177	0.153
P <sub>700nm</sub> (nm)	710	702	730
FWHM <sub>700 nm</sub> (nm)	330	252	239
BD <sub>900nm</sub> (%)	0.043	0.136	0.107
P <sub>900nm</sub> (nm)	910	926	940
FWHM <sub>900 nm</sub> (nm)	167	327	298
BD <sub>UV</sub> (%)	0.298	0.327	0.314
P <sub>UV</sub> (nm)	404	394	396
FWHM <sub>UV</sub> (nm)	105	176	171
Reflectance max	0.0344	0.0342	0.0334
Position of the max (nm)	491	539	560

–  $\text{Fe}^{3+} + \text{Fe}^{2+}$ ) within a phyllosilicate structure. Charge transfer bands in -OH bearing silicates generally display an increase of their intensity under low-temperature, as observed by Smith (1977). As measured in transmission (absorbance), the intensity of the  $\text{Fe}^{2+}$ - $\text{Fe}^{3+}$  charge transfer band of chlorite and biotite has been measured to increase by a factor of 2 when cooling the sample to liquid helium

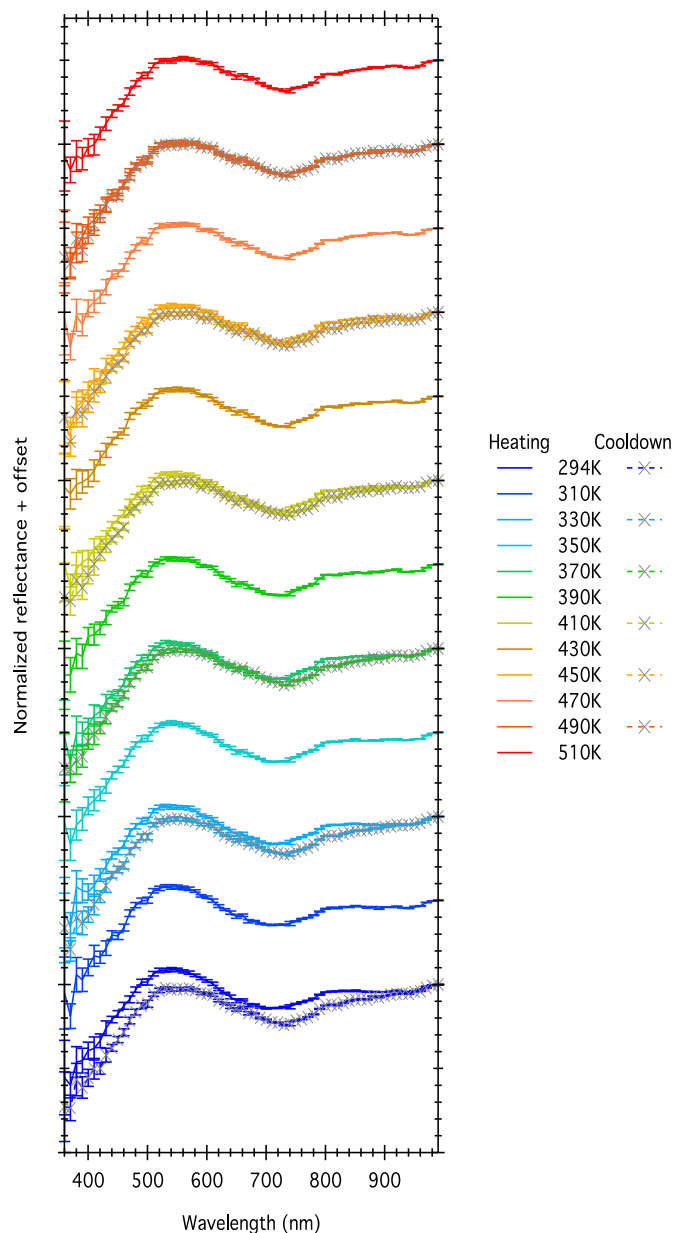


Fig. 7. Normalized reflectance spectra of the powdered Mukundpura meteorite acquired during the increase of temperature from 294 K to 510 K (solid lines) and during cooling (dashed lined and grey markers). The different offsets have been added for clarity but are identical for spectra acquired at the same temperature.

temperature (5.5 K), and by about 25% when cooling the sample to 80 K. This effect was interpreted by a depopulation of one or more electronic levels close to the ground state of the  $\text{Fe}^{2+} + \text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{3+} + \text{Fe}^{2+}$  transition (Smith, 1977). While our lowest temperature measurements are not as low as liquid helium, they are cold enough to induce a significant increase in the depth of the 0.7  $\mu\text{m}$  feature. Note that a broadening of the 700 nm band was also observed by Smith (1977) study, which could explain the change in the position of the visible maxima from around 539 nm (room temperature) to 491 nm (80 K), when added to a possible displacement and broadening of the UV absorption.

#### 4.2. Irreversible alteration at high temperatures

Reflectance spectra of Mukundpura were recorded during a high

temperature experiment. Spectra were acquired during a heating and cooling cycle of the sample and are presented in Fig. 7.

The high temperature experiments reveal irreversible alterations of the sample, as seen when comparing the two spectra taken at 294 K, at the beginning and at the end of the experiment. The oxidation of the sample by ambient air is not relevant in our measurements as they were performed under secondary vacuum.

The difference between the two spectra is a combination of variations in the continuum of the spectrum and in the 3 detectable absorptions bands. The differences involve an apparent reddening of the sample as the spectrum acquired after heating presents a stronger spectral slope compared to the initial measurement, an apparent displacement of the 700 nm band to longer wavelengths, and both a shift and decrease of the reflectance maximum around 550 nm. The whole series of spectra are adjusted using the model described above. Resulting modeled spectra of the first and last measurements of the experiment are presented in Fig. 8.

The variation the model parameters calculated for the spectra measured during the heating and cooling cycle, is presented in Fig. 9.

Based on this analysis, the continuum slope and all the three absorption features show an irreversible alteration due to temperature. In the case of Mukundpura, the temperature cycle up to 510 K and down leads to an increase of the continuum slope, from  $6.30 \cdot 10^{-7} \text{ nm}^{-1}$  to  $3.18 \cdot 10^{-6} \text{ nm}^{-1}$  after the thermal ramp, coupled with a decrease of the general reflectance level represented by the continuum offset, from 0.0341 to 0.0319.

With increasing temperature, the 700 nm band first increases and then decreases in amplitude, while getting narrower and shifting towards longer wavelengths. During cooling, the amplitude of this feature only marginally changes and returns to a value only slightly lower than prior heating (0.163% against 0.177%). Upon heating, the position of the 700 nm band changes significantly. When heating to 520 K the maxima of absorption shifts from 703 to 730 nm, and upon cooling it returns to a value of 720 nm. The position of the 700 nm band is thus not reversible upon heating. This effect could be interpreted by the occurrence of redox process ( $\text{Fe}^{3+}$  reduction of  $\text{Fe}^{2+}$  oxidation) within the phyllosilicates occurring upon heating, since the oxygen fugacity is sensitive to temperature.

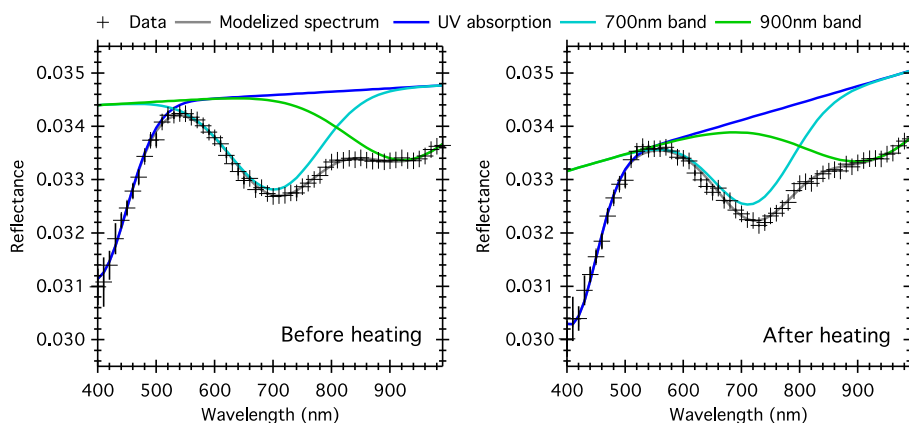
The 900 nm also reveals some variability with temperature but in a different way than the 700 nm band. The amplitude of the band decreases upon heating from 0.130% to 0.107% while the position shifts to higher wavelength by about 15 nm (from 926 to 941 nm). Unlike the 700 nm band, these changes are reversible when returning to ambient temperature (except the FWHM which significantly increases upon cooling). The 900 nm band is interpreted as a crystal field band, which are known to shift, broaden and change in intensity with temperature (Burns, 1993), in a reversible manner.

The combined spectral variations due to temperature induce the apparent displacement of the maximum of reflectance from 530 nm to 558 nm at the end of the thermal cycle. The value of the maximum reflectance has been altered as well, slightly decreasing from 0.0342 to 0.0335 after the experiment.

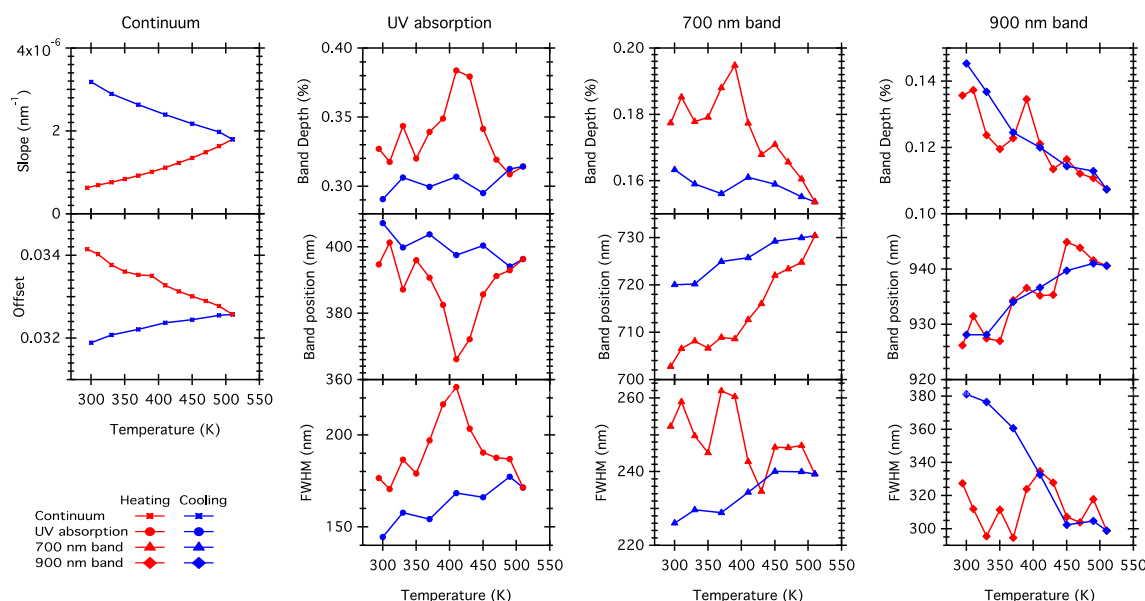
Irreversible alterations also occurred outside the visible spectral range. To compare the different effects observed, the same thermal cycle was imposed on 2 other CM chondrites. Fig. 10 presents the reflectance spectra over the whole spectral range of the 3 samples before and after the experiment. As the spectroscopy measurements on the whole spectral range was conducted after the temperature ramp, the samples were prepared into another sample holder, the surfaces have slightly changed between the two experiments. To remove this photometry effect, the spectra are normalized at 560 nm.

The thermal experiment resulted in another alteration, this time of the 3  $\mu\text{m}$  absorption band. Table 4 presents the band depth and width of the 3  $\mu\text{m}$  band before and after the thermal cycle for the 3 chondrites.

For each sample, the thermal heating reduces both the depth and width of the band. A faint displacement of the band is also detected,



**Fig. 8.** Reflectance spectra of powdered Mukundpura meteorite at room temperature (294 K) before (left) and after (right) warming to 510 K, as well as the MGM fit to the data (Navy blue: continuum and UV absorption. Blue: continuum and 700 nm band, Green: continuum and 900 nm band). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)



**Fig. 9.** Variations of the continuum and absorption bands during the heating (red) and cooling (blue) cycle of the sample. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

which can be explained by the faster reduction of one of the component of the band compared to the others. The alteration of the 3 μm band can be due to the release of the absorbed water molecules, and the water contained in (oxy)hydroxide minerals (Garenne et al., 2014).

The present analysis of the reflectance spectra obtained under NEA-like temperatures for CM chondrites reveals that, at laboratory time-scale, the presence and so the detection of 700 nm, 900 nm and 3 μm bands is not affected by temperature, though the bands can be strongly weakened. Still, a shift of the 700 nm band and a narrowing of the 3 μm feature can be predicted for objects that experienced significant thermal processing. Conversely, the shape and mostly the position of the 700 nm and 3 μm features could potentially be used as a criterion of primitiveness of Ch and Cgh asteroids.

### 5. Bidirectional reflectance spectroscopy: effects of observation geometry

During a flyby or when orbiting around an asteroid, the observation geometry is very variable (incidence, observation and azimuth angles), and differ from the observation geometry under which laboratory data are typically obtained. This geometry depends on the incidence angle of the sunlight on the surface, and the position of the spacecraft. Fig. 11 presents the resulting spectra of the powdered Mukundpura meteorite.

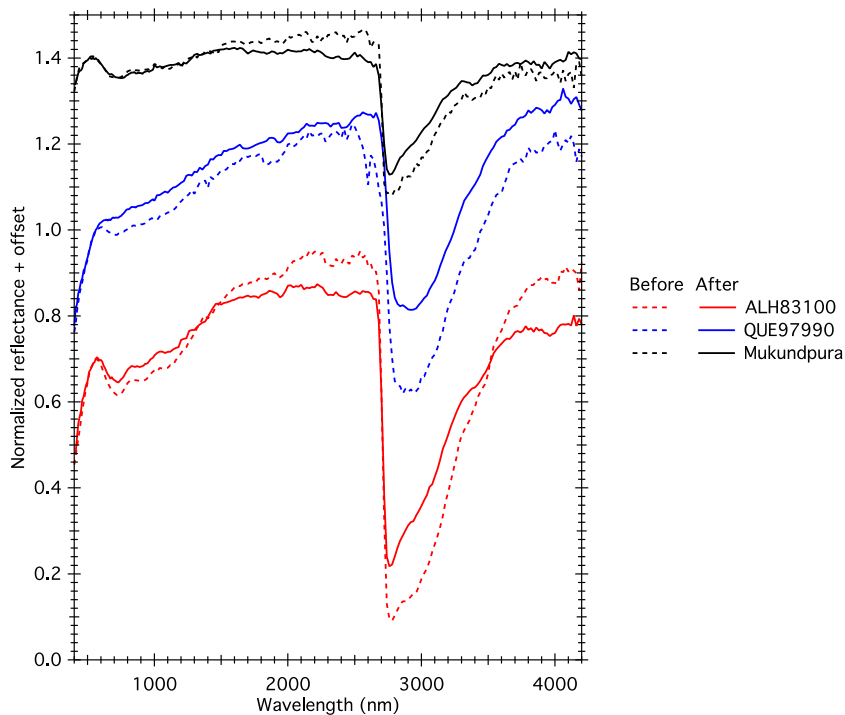
The same set of spectra was also acquired on the meteoritic chip.

The dependence of the reflectance spectra to the geometrical configuration is easily seen on Fig. 11. Spectra acquired with an incidence angle of 0° present the same slope, and the photometric level stays between 2 and 4% of reflectance, whatever the emergence angle. But spectra acquired under an incidence angle of 60° show drastic variations according to emergence angle. The reflectance value at 4 μm spreads from 2 to 11%, and an increase of the spectral slope is observed with increasing phase angle, an effect called phase reddening.

In this section, we investigate the different variations of the reflectance spectra when the geometrical configuration is changed. As the two samples, the chip and powder have been analyzed under the same set of geometrical configurations, variations due to the texture of the sample can also be analyzed.

#### 5.1. Photometric dependence with the geometry

The bidirectional reflectance distribution function (BRDF) presented on Fig. 12 displays the measured reflectance values at different emergence angles for several incidence angles. The polar representation of a BRDF enables a quick overview of the distribution of the reflected light (see Fig. 12). In this representation, the BRDF of a perfectly lambertian surface would appear as a half circle.



**Fig. 10.** Normalized reflectance spectra of the CM chondrites ALH83100 (red), QUE97990 (blue) and Mukundpura (black) acquired before (dotted line) and after (solid line) a thermal cycle at 520 K. The spectra are normalized at 560 nm and offset for clarity,  $-0.3$  and  $+0.4$  respectively for ALH83100 and Mukundpura. All samples were manually powdered before the experiment. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

**Table 4**

Band depth and FWHM of the  $3\ \mu\text{m}$  band before and after the thermal cycle for the 3 CM chondrites.

	Band depth (%)		FWHM (nm)	
	Before	After	Before	After
Mukundpura	$32.52 \pm 0.08$	$26.17 \pm 0.30$	410	370
ALH83100	$66.86 \pm 0.39$	$54.27 \pm 0.17$	560	490
QUE97990	$49.43 \pm 0.57$	$35.21 \pm 0.15$	650	530

For all geometrical configurations investigated, the chip presents a higher reflectance than the powder. The causes of this effect have been already discussed in 3.2.

The BRDFs shows an increase in reflectivity around the incidence direction (backscattering) and towards high phase angles (forward scattering). It is important to note that both samples show these two behaviors, being more marked when the incidence is close to grazing ( $60^\circ$ ) and more pronounced on the powder.

Irregularities in the shape, composition, and refractive index of the particle will broaden the forward and backward scattering (Hapke, 2002).

This increase of reflectance with decreasing phase angle (backscattering) is due to a combination of two effects. First, the shadows hiding opposition effect (SHOE) where, at phase angle close to  $0^\circ$ , the shadow of one particle over the others around is the smallest, resulting in a strong increase of reflectance in the incidence direction (Hapke, 1986). The second process is the coherent backscattering opposition effect (CBOE) describing constructive interferences of the light scattered coherently backward (Hapke, 2002). However, this effect only occurs at very low phase angle, not observable in our experiment.

To make the powder, the original sample was manually powdered but not sieved, leaving a large distribution of grain sizes. The surface texture of the powder can then be seen as rougher than the chip. The SHOE effect is weaker in case of the meteoritic chip as the sample is compact, with little porosity, limiting shadowing of one particle over another. The variation of the BRDF with grain size has already been investigated (Dozier et al., 1981; Pommerol and Schmitt, 2008a; Reddy

et al., 2015).

Backward scattering has been observed on several small bodies of the Solar System and is often linked to the study of the surface regolith (Belskaya and Shevchenko, 2000). Conversely, the study of the bidirectional scattering behavior of a small body, more importantly the strength of the forward scattering and backscattering lobes, can be used to determine the texture, more importantly the presence of dust on the surface.

## 5.2. Bidirectional dependence of the absorption features

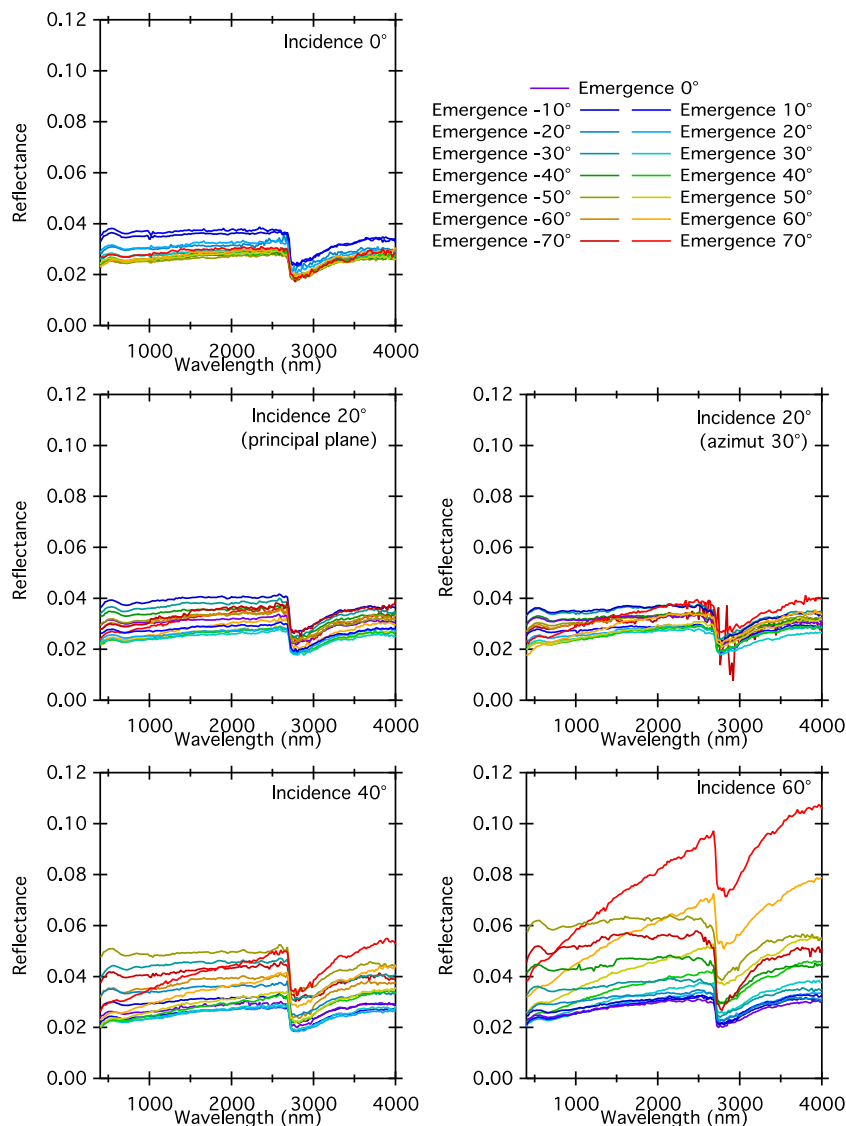
The presence of absorption bands in the reflectance spectra of asteroids is, with the spectral slope, commonly used as a criterion to classify small bodies. For example, C-types asteroids exhibits hydration related features around  $0.7\ \mu\text{m}$  and  $3\ \mu\text{m}$  (Takir and Emery, 2012). In this section, we present the influence of observation geometry on the detection and depth of absorption features in the bidirectional reflectance spectra of Mukundpura.

For both the chip and powdered samples, the band depths of the 700 nm and 2760 nm features are calculated according to the formula in Section 3.2. The results are presented in Fig. 13.

First, it is important to note that the absorption features detected on the meteoritic chip are generally fainter than for the powdered sample's spectra, in all observation geometries studied. Previous laboratory measurements have shown variation in the band depth of absorption features as a function of geometrical configurations, mostly the decrease of band depth at larger phase angles (Pommerol and Schmitt, 2008a; Beck et al., 2012, 2011). This effect is generally explained by an increase of the relative number of photons scattered out of the sample before entering any of the grains. Radiative transfer modeling confirms this hypothesis (Pommerol and Schmitt, 2008a).

But several behaviors are observed with our measurements, depending on the incidence angle, not only the phase angle. For illuminations near nadir, the band depth decreases until phase angle around  $40^\circ$ , then increases with the phase angle. In case of grazing illumination, the band depth only decreases with increasing phase angle.

In case of the iron 700 nm feature at grazing incidence ( $60^\circ$ ), the band disappears from the spectra at phase angles larger than  $90^\circ$ , but



**Fig. 11.** Complete set of spectra of the powdered Mukundpura meteorite acquired in bidirectional reflectance distribution function mode. Each panel corresponds to an incidence angle: 0° (top panel), 20° in the principal plane (middle left panel) and at 30° azimuth (middle right panel), 40° (bottom left panel) and 60° (bottom right panel).

only on the raw sample. For the powder, the iron band is detectable at all geometrical configurations and the general trend leads us to think that the band will be detectable even at phase angle larger than 120°. The hydration feature at 2760 nm is detectable through all our measurements, but begins to fade at 110° phase angle until reaching a depth of 14% at 130°, the largest phase angle studied. According to this trend, the band will also disappear from the spectra, at phase angles > 140° or 150° but these are clearly extreme conditions of observation.

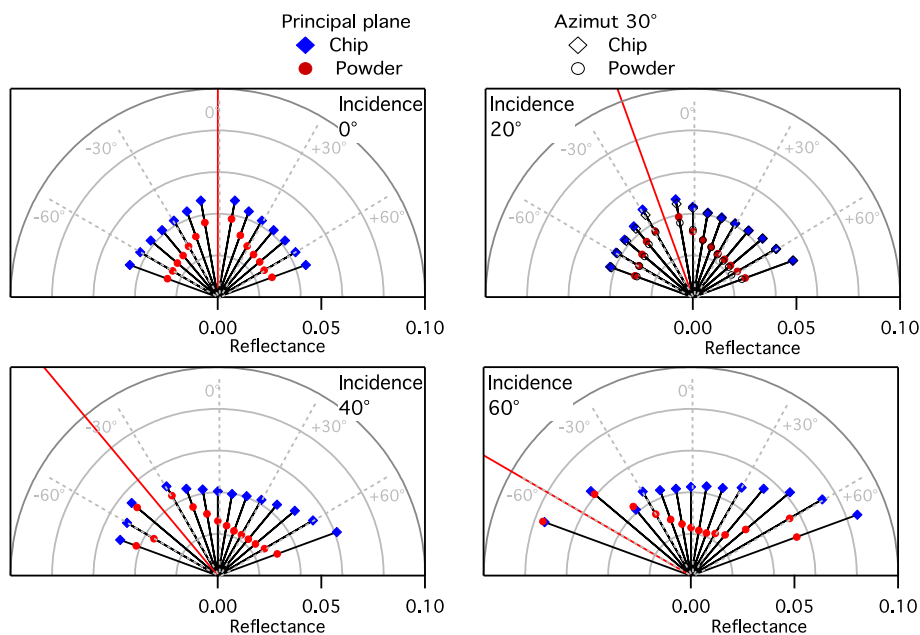
The geometry of illumination and observation has an important impact in the depth of the absorption bands. Under all observation geometries, the band depths are stronger for the powder than for the chip. The depth of the 3 μm band is variable with the observation geometry but it is always significant. The depth of the 0.7 μm band is also variable with observation geometry but can disappear under extreme geometries. Nevertheless, for ground-based observations, mostly obtained at low phase angle, the observation geometry cannot explain the disappearance of the 0.7 μm band.

### 5.3. Geometry dependency of the spectral slope

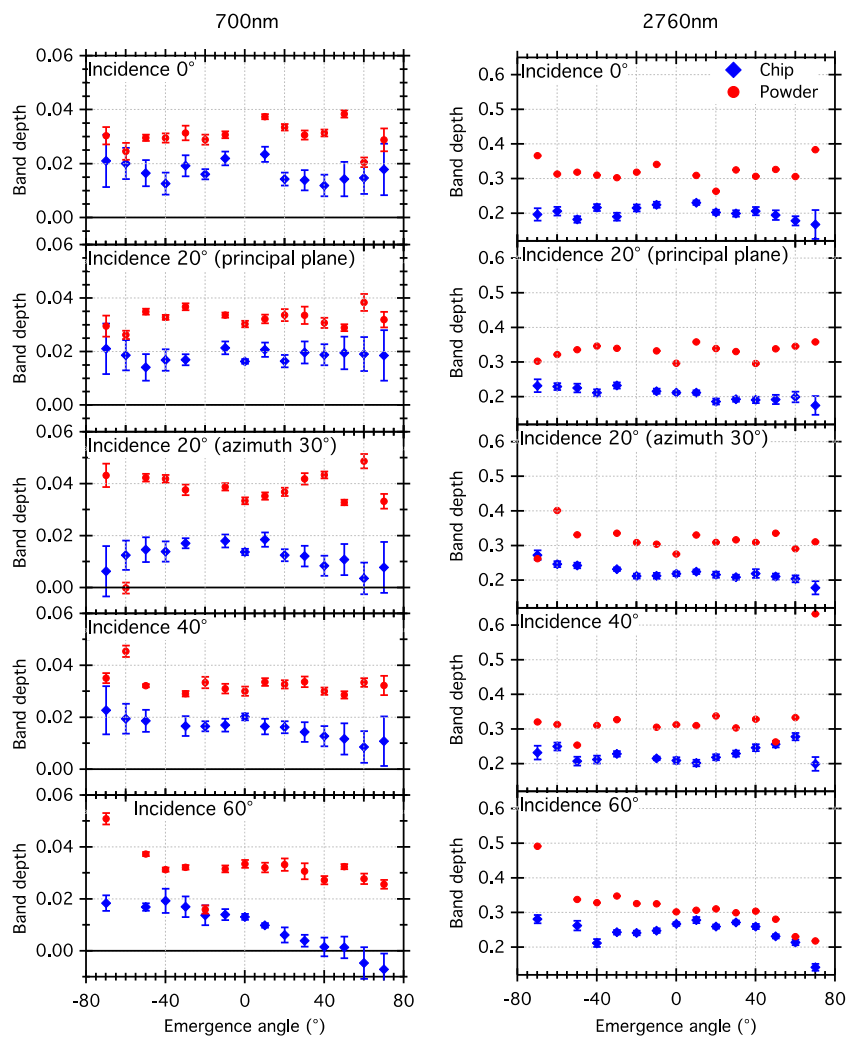
#### 5.3.1. Phase reddening

Reflectance spectra of most carbonaceous chondrites present a faint red slope, even if blue-sloped spectra can occur under specific conditions (Cloutis et al., 2013). The phase reddening observed on the reflectance spectra of Mukundpura (Fig. 11) results from the wavelength dependence of the single-scattering albedo (Gradie and Veverka, 1986). This phenomenon was observed on asteroids such as (4) Vesta (Gehrels et al., 1970; Blanco and Catalano, 1979), on several Main Belt asteroids (Clark et al., 2002a), NEAs (Sanchez et al., 2012) and on the Moon (Lane and Irvine, 1973; Johnson et al., 2013) and more recently on (101955) Bennu (Binzel et al., 2015). On our spectra, this effect is more important at high incidence angle (at 60°), where observations have been made at the largest phase angles. To have a better overview of the spectral reddening and its dependency with observation geometry Fig. 14 presents all spectra after normalization to unity at 1000 nm.

Sanchez et al. (2012) determined the spectral slope as the fitted linear continuum between 0.7 and 1.55 μm. This method is commonly used around absorption bands or for measurements on a limited spectral range, but in case of wider spectral ranges, the continuum should



**Fig. 12.** Bidirectional reflectance distribution function of Mukundpura at 560 nm. The red line represents the incidence angle and the value of reflectance at each emergence angle is displayed by the colored dots (Blue diamonds: meteoritic chip in the principal plane. Red circles: powder in the principal plane. Open squares: raw meteorite at 30° azimuth angle and 20° incidence angle. Open circles: powder at 30° azimuth angle and 20° incidence angle). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)



**Fig. 13.** Band depth of the 700 nm (left) and the 2760 nm (left) absorption features of Mukundpura for the different geometries. Note the different vertical scales.

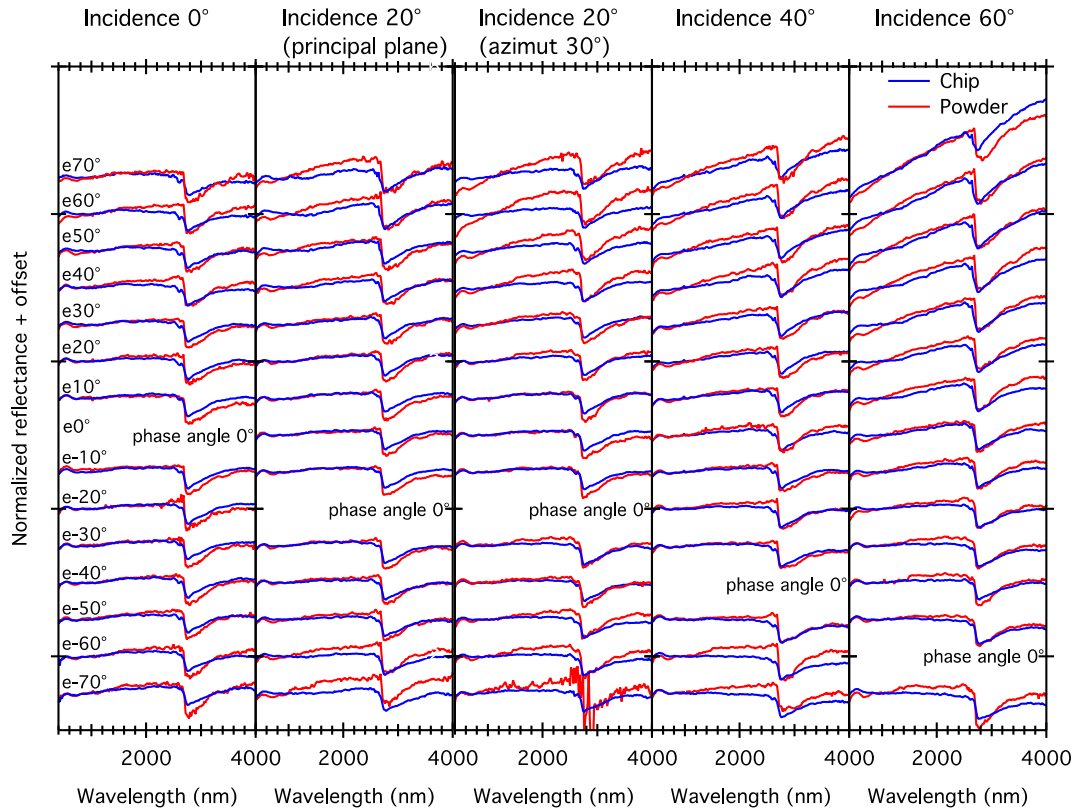


Fig. 14. Reflectance spectra of the Mukundpura meteorite normalized at 1000 nm (Blue: chip, Red: powder) taken under different geometrical configurations. Offset for clarity. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

not be considered as linear (Parente et al., 2011). The spectral slope can also be calculated as the ratio between the reflectance measured at two separated wavelength, in the visible (Schröder et al., 2014), or between the maximum of reflectance value and the absolute reflectance at 1.5  $\mu\text{m}$  (Cloutis et al., 2011a). In our case, the spectral range is too wide to adopt a linear approach to the continuum, thus we use the spectral slope as a colour ratio.

The value of the spectral slope is calculated as the ratio between the reflectance at 2000 nm and the reflectance at 500 nm:

$$\text{Spectral slope } (\mu\text{m}^{-1}) = \frac{1}{1.5} \frac{\text{Reflec}_{2000 \text{ nm}}}{\text{Reflec}_{500 \text{ nm}}}$$

The variation of the spectral slope with phase angle is displayed on Fig. 15, for both sets of spectra.

The reflectance spectra of the powder are redder-sloped than the spectra of the raw meteorite. At low phase angle, the raw meteorite spectra have a slope of  $0.6721 \pm 0.023$  while the powder displays a slope of  $0.6861 \pm 0.021$ . This value is averaged over the 10 configurations with a phase angle of  $10^\circ$  and the error corresponds to the standard deviation. At the largest phase angle studied,  $g = 130^\circ$ , the slope of the chip spectrum reaches  $1.1885 \pm 0.0064$  compared to  $1.2474 \pm 0.0090$  for the powder spectrum.

Previous investigations pointed out that the surface particle density and texture can radically change the spectral slope from slightly blue to strongly red (Binzel et al., 2015; Britt and Pieters, 1988). Cloutis et al. (2011a) showed that a change of porosity applied to the same sample can induce a change in the spectral slope. But the abundance of opaque minerals in the chondrite should not induce significant effects on the spectral reddening (Cloutis et al., 2011a, b). Several laboratory measurements showed that larger grains also induce less red-sloped reflectance spectra (Binzel et al., 2015; Gillis-Davis et al., 2013; Johnson and Fanale, 1973; Cloutis et al., 2011b; Cloutis et al., 2013).

The variation of slope with the phase angle, i.e. the phase

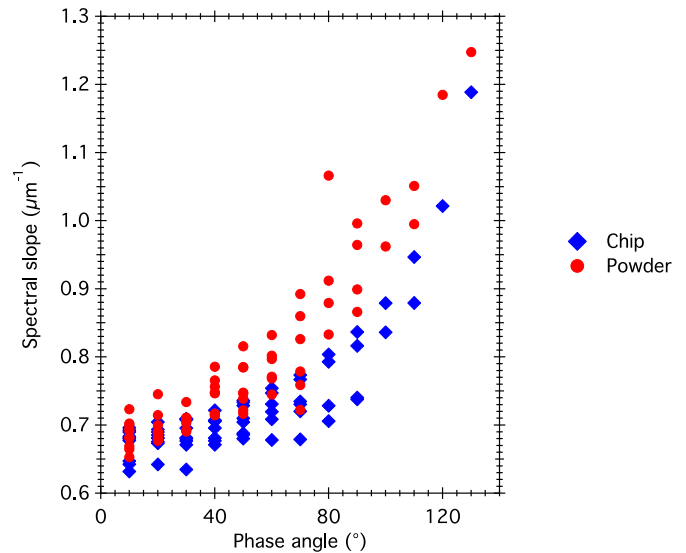


Fig. 15. Effect of the phase angle on the spectral slope of the reflectance spectra (spectral reddening) of the raw Mukundpura meteorite and its powder.

reddening, is pronounced for both raw meteorite and powder. We found that the spectral slope does not vary linearly with the phase angle and that the curve of spectral reddening is different between the meteorite and the powder. In our case, the spectral reddening of the powder is more pronounced at low phase angle but both samples reach roughly the same value at high phase angles. The difference in porosity and granulometry between the two samples induces changes in the spectral slopes. Recently, the analysis of phase reddening has been used to highlight the presence of regolith at the surface of the large boulders of

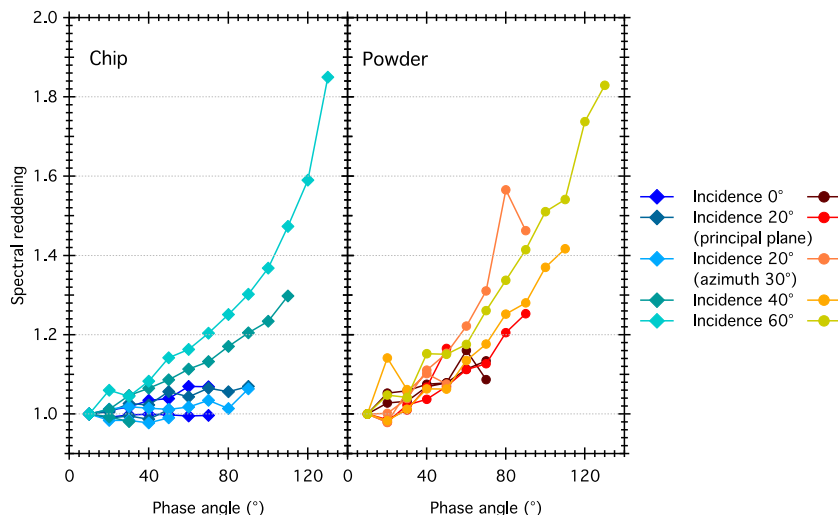


Fig. 16. Spectral reddening of the reflectance spectra of the chip (left) and ground (right) Mukundpura meteorite for each incidence angle.

Bennu (DellaGiustina et al., 2019).

### 5.3.2. Bidirectional dependency of the spectral slope

The value of the spectral slope varies with increasing phase angle, as it has been measured for example by the Hayabusa spacecraft on the NEA Itokawa (Abe et al., 2006). Reflectance spectra of the asteroid acquired with a phase angle of 30° showed a spectral slope 6% redder than the spectra at 8° (Abe et al., 2006). This effect was also measured on the NEA (433) Eros, with an increase of the spectral slope reaching 11% between phase angles of 0° and 100° (Clark et al., 2002b).

The spectral reddening is calculated for each sample as the ratio between the spectral slope at a given phase angle and the spectral slope at the lowest phase angle  $g$  available, so 10°.

$$\text{Spectral Reddening} = \frac{\text{Spectral slope}_g}{\text{Spectral slope}_{g=10^\circ}}$$

For the two types of surfaces and for each incidence angle, the spectral reddening of the spectra is displayed in Fig. 16.

Both samples show a dependence of the reddening, not only with phase angle but also with incidence angle. For a phase angle of 70°, the reddening reaches  $1.07 \pm 0.01$  for the meteoritic chip and  $1.13 \pm 0.02$  for the powder measured at nadir incidence, while it reaches  $1.20 \pm 0.01$  for the chip and  $1.26 \pm 0.01$  for the powder for the same phase angle but at incidence 60°. At low incidence angle ( $\leq 20^\circ$ ) the spectral reddening of the chip always remains weak ( $< 1.07$ ) even at phase angle as high as 90°, while for the powder the reddening increases steadily even at nadir illumination and is already larger than 1.2 at 80° phase angle. Conversely the spectral reddening seems to depend on the incidence angle at all phase angles for the chip, while for the powder the effect is noticeable only above 60°. Our observations reveal that spectral reddening could be used to detect the presence, or absence of a fine-grained regolith on the surface of a small body by looking at phase reddening at low incidence angle.

Neither the spectral slope nor the spectral reddening show a linear relation with the phase angle, but rather an exponential dependence. MBAs can only be observed with ground-based telescopes at phase angles smaller than 30°, where the reddening is modest (between 1.01 and 1.06 for the powder sample and between 0.98 and 1.05 for the raw meteorite). However, NEAs can be observed over a wider range of phase angles, from opposition to 90° (Sanchez et al., 2012). In this configuration, the reddening of the spectra can reach 1.46 for a dust-covered surface and 1.3 in case of a raw surface.

Particular attention to phase reddening should be given as the variation of spectral slope in asteroid observations is generally mainly

attributed to space weathering (irradiation by cosmic ions and micro-meteorites bombardment) (Hapke, 2001; Chapman, 2004; Clark et al., 2002b). Several laboratory studies irradiated meteoritic samples, either with ions or pulsed laser radiations, in order to reproduce the processes occurring on airless bodies. Using the meteorite Epinal Strazzulla et al. (2005) showed that ion irradiation increases the spectral slope by a factor of 6 and, comparing the experimental results with spectra of several NEAs, evaluated the timescale for weathering the near-earth asteroids between  $10^4$  and  $10^6$  years. Sanchez et al. (2012) measured reflectance spectra on three ordinary chondrites and found that an increase of 30° to 120° of phase angle can mimic the reddening of the reflectance spectrum induced by  $0.1 \times 10^6$  to  $1.3 \times 10^6$  years of irradiation at 1 AU from the Sun. So in case of NEAs, the geometry of observation can induce the same reddening of the spectra as space weathering.

## 6. Conclusion

Laboratory reflectance spectroscopy can help understand the specificities of C-complex NEAs observations when compared to C-type MBAs. We have shown that temperature, surface texture, as well as observation geometry (incidence, emergence and azimuth angle) can all have an impact on reflectance spectra. When comparing chips and powdered samples, we found that:

- Both samples display spectral signatures of hydration and thus the absence, or presence, of a fine-grained regolith at the surface cannot explain the lack of hydrated NEAs.
- Dust covered surfaces are expected to be darker than rock covered surfaces because of the apparent homogeneity of the composition of the powder compared to the heterogeneity of the surface of the raw meteorite clearly displaying clasts and inclusions inside a dark matrix.
- BRDF analysis of the two samples shows that the powdered sample presents stronger forward scattering and backscattering lobes compared to the raw meteorite. This is due to the SHOE, increased by the rougher texture of the powder.
- Absorption features appear fainter in the case of the raw sample, due to the higher amount of photons being scattered out of the surface before having entered the sample. Following this result, absorption features should be more difficult to detect on surfaces lacking fine-grained regolith, i.e. rubble pile NEAs.
- At large phase angle, the reflectance spectra of the powdered sample present a steeper spectral slope compared to the measurement on



the chip.

- Spectral reddening of the powder appears relatively insensitive to the incident angle while for the raw meteorite at a given phase angle, the reflectance spectra are redder when the illumination approaches grazing incidence.

The surface temperature experienced by NEAs can have an effect on their spectral signatures. The temperature affects the reflectance spectra of a meteorite, mostly by modifying the depth, position and width of the iron features around 700 nm and 900 nm. Our measurements show that at laboratory timescale, irreversible alterations of the sample can be induced by only one heating-cooling cycle, simulating successively the sunrise and sunset on the surface of the small body. The hydration feature at 3  $\mu\text{m}$  becomes fainter but is still detectable on the reflectance spectra. However, our series of measurements after a single thermal cycle at high temperature do not allow us to make any assumption on the possible disappearance of the features after numerous cycles of heating and cooling. Further investigations of these irreversible alterations are currently conducted.

Several effects due to the geometrical configuration of observation have been highlighted by our measurements. First, carbonaceous chondrites do not behave as a lambertian surface in the VNIR. Second the spectral slope and the depths of the absorption features are impacted by the direction of illumination and the emergence angle. Most importantly, our results show that in the case of the raw meteorite the hydration signatures in the visible range disappear from the reflectance spectra at large phase angle. Keeping in mind that NEAs can be observed at larger phase angles compared to MBAs, and that their surfaces seem depleted in fine-grained regolith, this geometry effect could also contribute to the apparent dehydration of NEAs.

## Acknowledgments

Sandra Potin is supported by Université Grenoble Alpes (UGA) (IRS IDEX/UGA). Pierre Beck acknowledges funding from the H2020 European Research Council (ERC) (SOLARYS ERC-CoG2017\_771691). The instrument SHADOWS is funded by the Agence Nationale de la Recherche (ANR) (Labex OSUG@2020, ANR10 LABX56), the Horizon 2020 Framework Program (H2020) (654208) and the Centre National d'Études Spatiales (CNES).

## References

- Abe, M., Takagi, Y., Kitazato, K., Abe, S., Hiroi, T., Vilas, F., Clark, B.E., et al., 2006. Near-infrared spectral results of asteroid Itokawa from the Hayabusa spacecraft. *Science* 312 (5778), 1334–1338. <https://doi.org/10.1126/science.1125718>.
- Beck, P., Quirico, E., Montes-hermandez, G., Bonal, L., Bollard, J., Orthous-daunay, F., Howard, K.T., et al., 2010. Hydrous mineralogy of CM and CI chondrites from infrared spectroscopy and their relationship with low albedo asteroids. *Geochim. Cosmochim. Acta* 74 (16), 4881–4892. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2010.05.020>.
- Beck, P., Barrat, J.A., Grisolle, F., Quirico, E., Schmitt, B., Moynier, F., Gillet, P., Beck, C., 2011. NIR spectral trends of HED meteorites: can we discriminate between the magmatic evolution, mechanical mixing and observation geometry effects? *Icarus* 216 (2), 560–571. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2011.09.015>.
- Beck, P., Pommerol, A., Thomas, N., Schmitt, B., Moynier, F., Barrat, J.A., 2012. Photometry of meteorites. *Icarus* 218 (1), 364–377. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2011.12.005>.
- Beck, P., Schmitt, B., Cloutis, E.A., Vernazza, P., 2015. Low-temperature reflectance spectra of Brucite and the primitive surface of 1-Ceres? *Icarus* 257 (June), 471–476. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2015.05.031>.
- Belskaya, I.N., Shevchenko, V.G., 2000. Opposition effect of asteroids. *Icarus* 147 (1), 94–105. <https://doi.org/10.1006/icar.2000.6410>.
- Benner, Lance A.M., Ostro, Steven J., Magri, Christopher, Nolan, Michael C., Howell, Ellen S., Giorgini, Jon D., Jurgens, Raymond F., et al., 2008. Near-earth asteroid surface roughness depends on compositional class. *Icarus* 198 (2), 294–304. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2008.06.010>.
- Binzel, Richard P., DeMeo, Francesca E., Burt, Brian J., Cloutis, Edward A., Rozitis, Ben, Burbine, Thomas H., Campins, Humberto, et al., 2015. Spectral slope variations for OSIRIS-REx target asteroid (101955) Bennu: possible evidence for a fine-grained regolith equatorial ridge. *Icarus* 256, 22–29. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2015.04.011>.
- Blanco, C., Catalano, S., 1979. UVB photometry of Vesta. *Icarus* 40, 350–363. [https://doi.org/10.1016/0019-1035\(79\)90028-9](https://doi.org/10.1016/0019-1035(79)90028-9).
- Bland, P.A., Collins, G.S., Davison, T.M., Abreu, N.M., Ciesla, F.J., Muxworthy, A.R., Moore, J., 2014. Pressure-temperature evolution of primordial solar system solids during impact-induced compaction. *Nat. Commun.* 5, 1–13. <https://doi.org/10.1038/ncomms6451>.
- Brearely, Adrian J., 2006. The action of water. In *Meteorites and the Early Solar System II* 587–624. <https://doi.org/10.1039/AN9214600270>.
- Brissaud, Olivier, Schmitt, Bernard, Bonnefoy, Nicolas, Douté, Sylvain, Rabou, Patrick, Grundy, Will, Fily, Michel, 2004. Spectrogonio radiometer for the study of the bi-directional reflectance and polarization functions of planetary surfaces. 1. Design and tests. *Appl. Opt.* 43 (9), 1926–1937. <https://doi.org/10.1364/AO.43.001926>.
- Britt, D.T., Pieters, C.M., 1988. Bidirectional reflectance properties of Iron-nickel meteorites. In: 18th LPSC, pp. 503–512.
- Burns, R.G., 1993. *Mineralogical Applications of Crystal Field Theory*, Second edition. Cambridge University Press.
- Carry, B., Solano, E., Eggl, S., DeMeo, F.E., 2016. Spectral properties of near-earth and Mars-crossing asteroids using Sloan photometry. *Icarus* 268, 340–354. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2015.12.047>.
- Chapman, Clark R., 2004. Space weathering of asteroid surfaces. *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* 32 (1), 539–567. <https://doi.org/10.1146/annurev.earth.32.101802.120453>.
- Clark, Beth E., Helfenstein, P., Bell, J.F., Peterson, C., Veverka, J., Izenberg, N.I., Domingue, D., Wellnitz, D., McFadden, Lucy, 2002a. NEAR infrared spectrometer photometry of asteroid 433 Eros. *Icarus* 155 (1), 189–204. <https://doi.org/10.1006/icar.2001.6748>.
- Clark, Beth Ellen, Hapke, Bruce, Pieters, Carle, Britt, Daniel, 2002b. Asteroid space weathering and regolith evolution. In *Asteroids III* 585–599. [https://doi.org/10.1016/0273-1177\(91\)90551-T](https://doi.org/10.1016/0273-1177(91)90551-T).
- Cloutis, E.A., Hiroi, T., Gaffey, M.J., Alexander, C.M.O.D., Mann, P., 2011a. Spectral reflectance properties of carbonaceous chondrites: 1. CI chondrites. *Icarus* 212 (1), 180–209. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2010.12.009>.
- Cloutis, E.A., Hudon, P., Hiroi, T., Gaffey, M.J., Mann, P., 2011b. Spectral reflectance properties of carbonaceous chondrites: 2. CM chondrites. *Icarus* 216 (1), 309–346. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2011.09.009>.
- Cloutis, Edward A., McCormack, Kaitlyn A., Bell, James F., Hendrix, Amanda R., Bailey, Daniel T., Craig, Michael A., Mertzman, Stanley A., Robinson, Mark S., Riner, Miriam A., 2008. Ultraviolet spectral reflectance properties of common planetary minerals. *Icarus* 197 (1), 321–347. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2008.04.018>.
- Cloutis, Edward A., Hudon, P., Hiroi, T., Takahiro, Gaffey, Michael J., Mann, Paul, Alexander, Conel M.O'D., Bell III, James F., Clark, Beth Ellen, 2013. Possible causes of blue slopes (–0.5–2.5 Mm) in carbonaceous chondrite spectra. In: 44th Lunar and Planetary Science Conference, pp. 1550.
- Cloutis, Edward A., Pietrasz, Valerie B., Kiddell, Cain, Izawa, Matthew R.M., Vernazza, Pierre, Burbine, Thomas H., DeMeo, Francesca, et al., 2018. Spectral reflectance ‘deconstruction’ of the Murchison CM2 carbonaceous chondrite and implications for spectroscopic investigations of dark asteroids. *Icarus* 305, 203–224. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2018.01.015>.
- Delbo, Marco, Michel, Patrick, 2011. Temperature history and dynamical evolution of (101955) 1999 RQ 36: a potential target for sample return from a primitive asteroid. *Astrophysical Journal Letters* 728 (2 PART II), 1–5. <https://doi.org/10.1088/2041-8205/728/2/L42>.
- DellaGiustina, D.N., Emery, J.P., Golish, D.R., Rozitis, B., Bennett, C.A., Burke, K.N., Ballouz, R.L., et al., 2019. Properties of Rubble-Pile Asteroid (101955) Bennu from OSIRIS-REx imaging and thermal analysis. *Nature Astronomy* 3 (4), 341–351. <https://doi.org/10.1038/s41550-019-0731-1>.
- Dozier, Jeff, Schneider, Stanley R., McGinnis, David F., 1981. Effect of grain size and snowpack water equivalence on visible and near-infrared satellite observations of snow. *Water Resour. Res.* 17 (4), 1213–1221. <https://doi.org/10.1029/WR017i004p01213>.
- Dunn, Tasha L., Burbine, Thomas H., Bottke, William F., Clark, John P., 2013. Mineralogies and source regions of near-earth asteroids. *Icarus* 222 (1), 273–282. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.11.007>.
- Fornasier, S., Lantz, C., Barucci, M.A., Lazzarin, M., 2014. Aqueous alteration on Main Belt primitive asteroids: results from visible spectroscopy. *Icarus* 233, 163–178. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2014.01.040>.
- Fujiwara, A., Kawaguchi, J., Yeomans, D.K., Abe, M., Mukai, T., Okada, T., Saito, J., et al., 2006. The rubble-pile asteroid Itokawa as observed by Hayabusa. *Science* 312 (5778), 1330–1334. <https://doi.org/10.1126/science.1125841>.
- Garenne, A., Beck, P., Montes-Hernandez, G., Chiriac, R., Toche, F., Quirico, E., Bonal, L., Schmitt, B., 2014. The abundance and stability of ‘water’ in type 1 and 2 carbonaceous chondrites (CI, CM and CR). *Geochim. Cosmochim. Acta* 137, 93–112. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2014.03.034>.
- Gehrels, T., Roemer, E., Taylor, R.C., Zilner, B.H., 1970. Minor planets and related objects. IV. Asteroid (1566) *Icarus. Astron. J.* 75 (2), 186–195.
- Ghosh, Weidenschilling, McSween, and Rubin. 2006. ‘Asteroidal heating and thermal stratification of the Asteroid Belt.’ In *Meteorites and the Early Solar System II*, 555–66. doi:<https://doi.org/10.1152/ajpgi.00524.2002>.
- Gillis-Davis, Jeffrey J., Lucey, P.G., Bradley, J.P., Ishii, H., Connolly, H.C., 2013. Laser space weathering of allende meteorite. In: 44th Lunar and Planetary Science Conference. vol. 2494 <https://doi.org/10.1029/2005JE002544>.
- Gradie, J., Veverka, J., 1986. The wavelength dependence of phase coefficients. *Icarus* 66, 455–467.
- Grimm, R.E., Mcsween, H.Y., 1993. Heliocentric zoning of the asteroid belt by Aluminum-26. *Science* 259, 653–655.
- Grimm, Robert E., Mcsween, Harry Y., 1989. Water and the thermal evolution of carbonaceous chondrite parent bodies. *Icarus* 82 (2), 244–280. [https://doi.org/10.1016/0019-1035\(89\)90038-9](https://doi.org/10.1016/0019-1035(89)90038-9).

- Grisolle, F., Schmitt, B., Beck, P., Philippe, S., Brissaud, O., 2014. Experimental simulation of the condensation and metamorphism of seasonal CO<sub>2</sub> condensates under Martian conditions. In: EPSC Abstracts. vol. 9 (EPSC2014-635).
- Hamilton, V.E., Simon, A.A., Christensen, P.R., Reuter, D., Clark, B.E., Barucci, M.A., Bowles, N.E., et al., 2019. Evidence for widespread hydrated minerals on asteroid (101955) Bennu. *Nature Astronomy* 3 (101955), 332–340. <https://doi.org/10.1038/s41550-019-0722-2>.
- Hapke, Bruce, 1981. Bidirectional reflectance spectroscopy: 1. Theory. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 86 (B4), 3039–3054. <https://doi.org/10.1029/JB086iB04p03039>.
- Hapke, Bruce, 1986. Bidirectional reflectance spectroscopy. 4. The extinction coefficient and the opposition effect. *Icarus* 67 (2), 264–280. [https://doi.org/10.1016/0019-1035\(86\)90108-9](https://doi.org/10.1016/0019-1035(86)90108-9).
- Hapke, Bruce, 2001. Space weathering from mercury to the Asteroid Belt. *J. Geophys. Res.* 106, 10039–10073. <https://doi.org/10.1029/2000JE001338>.
- Hapke, Bruce, 2002. Bidirectional reflectance spectroscopy. 5. The coherent backscatter opposition effect and anisotropic scattering. *Icarus* 157 (2), 523–534. <https://doi.org/10.1006/icar.2002.6853>.
- Hapke, Bruce, 2008. Bidirectional reflectance spectroscopy. 6. Effects of porosity. *Icarus* 195 (2), 918–926. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2008.01.003>.
- Hasegawa, Sunao, Müller, Thomas G., Kawakami, Kyoko, Takehiko Wada, Toshihiro Kasuga, Naruhisa Takato, Yoshifusa Ita, Takuya Fujiyoshi, Hiroshi Terada, Abe, Masanao, 2008. Albedo, size, and surface characteristics of Hayabusa-2 sample-return target 162173 1999 JU3 from AKARI and Subaru observations. *Publications of the Astronomical Society of Japan* 60 (SP2), 399–405.
- Hinrichs, John L., Lucey, Paul G., 2002. Temperature-dependent near-infrared spectral properties of minerals, meteorites, and lunar soil. *Icarus* 155 (1), 169–180. <https://doi.org/10.1006/icar.2001.6754>.
- Johnson, Jeffrey R., Shepard, Michael K., Grundy, William M., Paige, David A., Foote, Emily J., 2013. Spectrogoniometry and modeling of Martian and lunar analog samples and Apollo soils. *Icarus* 223 (1), 383–406. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.12.004>.
- Johnson, Torrence V., Fanale, Fraser P., 1973. Optical properties of carbonaceous chondrites and their relationship to asteroids. *J. Geophys. Res.* 78 (35), 8507–8518. <https://doi.org/10.1029/JB078i035p08507>.
- Kitazato, K., Milliken, R.E., Iwata, T., Abe, M., Ohtake, M., Matsuura, S., Arai, T., et al., 2019. The surface composition of asteroid 162173 Ryugu from Hayabusa2 near-infrared spectroscopy. *Science*. <https://doi.org/10.1126/science.aav7432>. (doi:10.1126/science.aav7432).
- Lane, Adair P., Irvine, William M., 1973. Monochromatic phase curves and albedos for the lunar disk. *Astron. J.* 78 (3), 267–277.
- Mahan, Brandon, Moynier, Frédéric, Beck, Pierre, Pringle, Emily A., Siebert, Julien, 2018. A history of violence: insights into post-accretionary heating in carbonaceous chondrites from volatile element abundances, Zn isotopes and water contents. *Geochim. Cosmochim. Acta* 220, 19–35. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2017.09.027>.
- Marchi, S., Delbo, M., Morbidelli, A., Paolicchi, P., Lazzarin, M., 2009. Heating of near-earth objects and meteoroids due to close approaches to the sun. *Mon. Not. R. Astron. Soc.* 400 (1), 147–153. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2966.2009.15459.x>.
- Michel, Patrick, Benz, Willy, Richardson, Derek C., 2003. Disruption of fragmented parent bodies as the origin of asteroid families. *Nature* 421 (6923), 608–611. <https://doi.org/10.1038/nature01364>.
- Michel, Patrick, Benz, Willy, Richardson, Derek C., 2004. Catastrophic disruption of asteroids and family formation: a review of numerical simulations including both fragmentation and gravitational reaccumulations. *Planetary and Space Science* 52 (12), 1109–1117. <https://doi.org/10.1016/j.pss.2004.07.008>.
- Nakamura, T., 2005. Post-hydration thermal metamorphism of carbonaceous chondrites. *J. Mineral. Petrol. Sci.* 100, 260–272.
- Nakamura, Tomoki, 2006. Yamato 793321 CM chondrite: dehydrated regolith material of a hydrous asteroid. *Earth Planet. Sci. Lett.* 242 (1–2), 26–38. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2005.11.040>.
- Parente, Mario, Makarewicz, Heather D., Bishop, Janice L., 2011. Decomposition of mineral absorption bands using nonlinear least squares curve fitting: application to Martian meteorites and CRISM data. *Planetary and Space Science* 59 (5–6), 423–442. <https://doi.org/10.1016/j.pss.2011.01.009>.
- Pommerol, Antoine, Schmitt, Bernard, 2008a. Strength of the H<sub>2</sub>O near-infrared absorption bands in hydrated minerals: effects of measurement geometry. *Journal of Geophysical Research E: Planets* 113 (12), E12008. <https://doi.org/10.1029/2008JE003197>.
- Pommerol, Antoine, Schmitt, Bernard, 2008b. Strength of the H<sub>2</sub>O near-infrared absorption bands in hydrated minerals: effects of particle size and correlation with albedo. *J. Geophys. Res.* 113 (E10), E10009. <https://doi.org/10.1029/2007JE003069>.
- Pommerol, Antoine, Schmitt, Bernard, Beck, Pierre, Brissaud, Olivier, 2009. Water sorption on Martian regolith analogs: thermodynamics and near-infrared reflectance spectroscopy. *Icarus* 204 (1), 114–136. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2009.06.013>.
- Potin, Sandra, Brissaud, Olivier, Beck, Pierre, Schmitt, Bernard, Magnard, Yves, Correia, Jean-Jacques, Rabou, Patrick, Jocu, Laurent, 2018. SHADOWS: a Spectro-Gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogs. Design, calibrations, and performances on challenging surfaces. *Appl. Opt.* 57 (29), 8279–8296. <https://doi.org/10.1364/AO.57.008279>.
- Ray, Dwijesh, Shukla, Anil D., 2018. The Mukundpura meteorite, a new fall of CM chondrite. *Planetary and Space Science* 151, 149–154. <https://doi.org/10.1016/j.pss.2017.11.005>.
- Reddy, V., Dunn, T.L., Thomas, C.A., Moskovitz, N.A., Burbine, T.H., 2015. Mineralogy and Surface Composition of Asteroids. *Asteroids IV*, no. 2867. [https://doi.org/10.2458/azu\\_uapress.9780816532131-ch003](https://doi.org/10.2458/azu_uapress.9780816532131-ch003).
- Rivkin, A.S., Howell, E.S., Vilas, F., Lebofsky, L.A., 2002. Hydrated minerals on asteroids: The astronomical record. In: *Asteroids III*, pp. 235–253. <https://doi.org/10.1086/300495>.
- Rivkin, Andrew S., DeMeo, F.E., 2018. How many hydrated NEOs are there? *Journal of Geophysical Research: Planets* 123 (December). <https://doi.org/10.1029/2018JE005584>. accepted.
- Sanchez, Juan A., Reddy, Vishnu, Nathues, Andreas, Cloutis, Edward A., Mann, Paul, Hiesinger, Harald, 2012. Phase reddening on near-earth asteroids: implications for mineralogical analysis, space weathering and taxonomic classification. *Icarus* 220 (1), 36–50. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.04.008>.
- Schorghofer, N., 2008. Lifetime of ice on Main Belt asteroids. *Astrophys. J.* 682 (1), 697–705. <https://doi.org/10.1086/588633>.
- Schröder, S.E., Grynko, Ye, Pommerol, A., Keller, H.U., Thomas, N., Roush, T.L., 2014. Laboratory observations and simulations of phase reddening. *Icarus* 239, 201–216. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2014.06.010>.
- Shepard, Michael K., Helfenstein, Paul, 2011. A laboratory study of the bidirectional reflectance from particulate samples. *Icarus* 215 (2), 526–533. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2011.07.033>.
- Smith, G., 1977. Low-Temperature optical studies of metal-metal charge. Transfer transitions in various minerals. *Can. Mineral.* 15, 500–507. [http://ruff.info/doclib/cm/vol15/CM15\\_500.pdf](http://ruff.info/doclib/cm/vol15/CM15_500.pdf).
- Strazzulla, Gianni, Dotto, E., Binzel, R., Brunetto, R., Barucci, M.A., Blanco, A., Orfino, V., 2005. Spectral alteration of the meteorite Epinal (H5) induced by heavy ion irradiation: a simulation of space weathering effects on near-earth asteroids. *Icarus* 174 (1), 31–35. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2004.09.013>.
- Stuart, Joseph Scott, Binzel, Richard P., 2004. Bias-corrected population, size distribution, and impact Hazard for the near-earth objects. *Icarus* 170 (2), 295–311. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2004.03.018>.
- Sunshine, Jessica M., Pieters, Carl M., Pratt, Stephen F., 1990. Deconvolution of mineral absorption bands: an improved approach. *J. Geophys. Res.* 95, 6955–6966.
- Takir, Driss, Emery, Joshua P., 2012. Outer Main Belt asteroids: identification and distribution of four 3-Mm spectral groups. *Icarus* 219 (2), 641–654. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.02.022>.
- Takir, Driss, Emery, Joshua P., Mcsween, Harry Y., Hibbitts, Charles A., Clark, Roger N., Pearson, Neil, Wang, Alian, 2013. Nature and degree of aqueous alteration in CM and CI carbonaceous chondrites. *Meteorit. Planet. Sci.* 48 (9), 1618–1637. <https://doi.org/10.1111/maps.12171>.
- Tomeoka, Kazushige, Harry Y Mcsween, and Peter R Buseck. 1989. “Mineralogical alteration of CM carbonaceous chondrites: a review.” In *Proc. NIPR Symp. Antarct. Meteorites*, vol. 2:221–34.
- Tripathi, R.P., Dixit, Ambesh, Bhandari, N., 2018. Characterization of Mukundpura carbonaceous chondrite. *Curr. Sci.* 114 (1), 214–217. <https://doi.org/10.18520/cs/v114/i01/214-217>.
- Usui, Fumihiko, Hasegawa, Sunao, Ootsubo, Takafumi, Onaka, Takashi, 2019. AKARI/IRC near-infrared asteroid spectroscopic survey: AcaA-spec. *Publ. Astron. Soc. Japan* 71 (0), 1–41. <https://doi.org/10.1093/pasj/xxx000>.
- Veeverka, J., Thomas, P., Harch, A., Clark, B., Bell III, J.F., Malin, M., Mcfadden, L.A., Murchie, S., Hawkins III, S.E., 1997. NEAR's flyby of 253 Mathilde: images of a C asteroid. *Science* 278 (December 1997), 2109–2114.
- Vilas, Faith, 1994. A cheaper, faster, better way to detect water of hydration on solar system bodies. *Icarus* 111, 456–467.
- Vilas, Faith, 2008. Spectral characteristics of Hayabusa 2 near-earth asteroid targets 162173 1999 JU3 and 2001 QC34. *Astron. J.* 135 (4), 1101–1105. <https://doi.org/10.1088/0004-6256/135/4/1101>.

## 7.2 Recherche de comportements spécifiques

Des effets photométriques dus à la géométrie d'observation ont été mis en évidence avec la météorite Mukundpura. Il est maintenant nécessaire de refaire cette analyse sur d'autres échantillons, roches ou poudres, afin de mettre en évidence des possibles comportements spécifiques à une certaine texture ou composition.

### 7.2.1 Présentation des échantillons

Le protocole de mesure de la réflectance bidirectionnelle décrit dans l'article [17] est reproduit sur les échantillons suivants (table 7.1) :

Nom	Type	Texture	Nom	Type	Texture
ALH77003	CO3	Poudre	Mukundpura	CM2	Bloc / Poudre
ALH83100	CM1	Poudre	Orgueil	CI1	Poudre
DOM03183	CM2	Poudre	Simulant Cérès	Résidu sub.	Haute porosité
GRO95577	CR1	Poudre	Simulant Mars	(JSC1)	Poudre
MET00426	CR2	Poudre	Unclas.	(inconnu)	Bloc / Poudre
MET00489	L3	Poudre	WIS91627	H3	Poudre

TABLE 7.1 – Échantillons analysés en BRDF. ALH : Allan Hills, DOM : Dominion Range, GRO : Grosvenor Mountains, MET : Meteorite Hill, WIS : Wisconsin Range, Unclas : chondrite non classée, Résidu sub. : résidu de sublimation.

Dans le cas où le bloc de météorite ne présente pas de surface suffisamment étendue pour permettre la mesure d'une BRDF, une partie de l'échantillon est broyée manuellement afin d'obtenir une poudre. Cette dernière n'est pas tamisée afin de garder une large distribution en taille de grains. Le simulant de Cérès est issu d'une expérience de sublimation [178]. Cette surface a une texture semblable à de la mousse, élastique mais présente une cohésion suffisante pour la rendre difficile à couper (fig. 7.1).

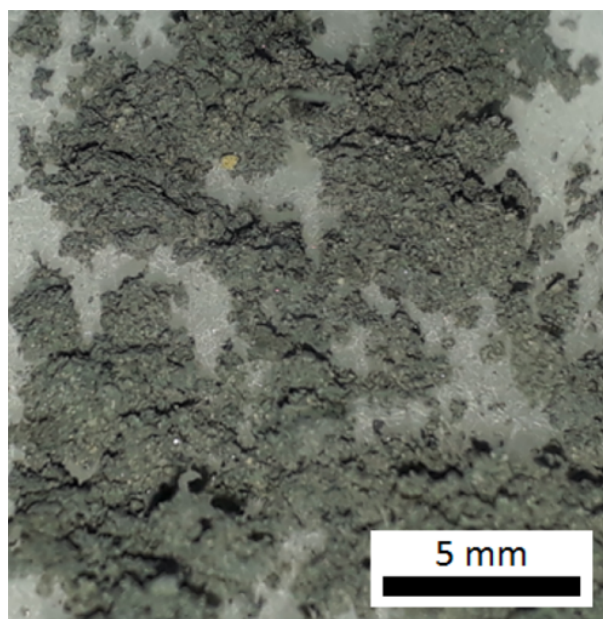


FIGURE 7.1 – Photographie du résidu de sublimation du simulant Cérès. Figure de [178]

On obtient ainsi une collection de 14 surfaces de composition et texture variées, impliquant des spectres en réflectance différents (fig. 7.2).

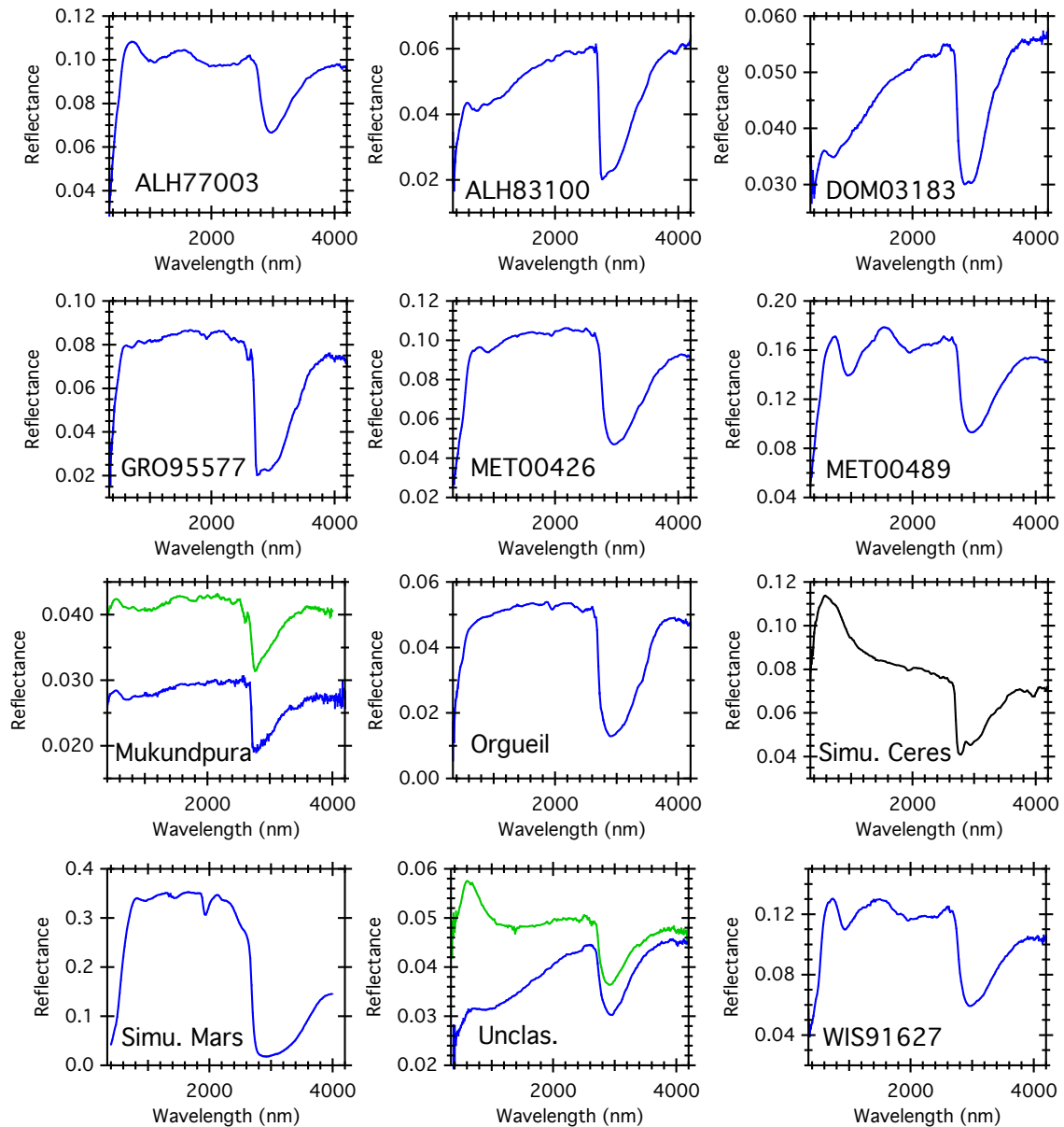


FIGURE 7.2 – Spectres des surfaces étudiées mesurés à incidence  $0^\circ$  et observation  $30^\circ$ . Bleu : poudres, Vert : intacts, Noir : haute porosité.

### 7.2.2 Photométrie

Les valeurs de réflectance sont prises dans le visible, en dehors des bandes d'absorption (table 7.2).

Il a été vu dans l'article précédent [17] que la texture de la surface déterminait le comportement général de la réflectance bidirectionnelle. Ainsi, les surfaces analysées seront donc regroupées par texture pour l'analyse des variations de la photométrie avec la géométrie d'observation (fig. 7.3).

Les comportements observés ici sont similaires à ceux mis en évidence avec Mukundpura. Les échantillons sous forme de roches intacts présentent une diffusion avant plus marquée que les poudres. Il est intéressant de noter que l'augmentation de la réflectance à angle de phase proche de l'opposition est visible sur le résidu de sublimation. La structure en agglomérat très poreux de cette surface induit de nombreuses ombres portées des différents grains sur ceux environnants. Ces ombres diminuent avec l'angle de phase s'ap-

Échantillon	Longueur d'onde	Échantillon	Longueur d'onde
ALH77003	560 nm	Mukundpura	560 nm
ALH83100	560 nm	Orgueil	560 nm
DOM03183	560 nm	Simulant Cérès	580 nm
GRO95577	560 nm	Simulant Mars	800 nm
MET00426	660 nm	Unclas.	700 nm
MET00489	740 nm	WIS91627	740 nm

TABLE 7.2 – Longueurs d'onde des prises de valeurs de la photométrie pour l'analyse des BRDFs. Si les deux textures sont disponibles pour les échantillons, les valeurs sont identiques pour la poudre et le bloc.

prochant de l'opposition (effet SHOE présenté auparavant), induisant une augmentation de la réflectance. Comme attendu, le comportement bidirectionnel de la réflectance ne dépend pas de la composition de la surface, mais surtout de sa texture.

### 7.2.3 Pente spectrale et rougissement

Les pentes spectrales sont calculées comme présenté dans l'article [17]. Les longueurs d'onde pour le calcul sont ajustées en fonction des échantillons afin qu'elles se trouvent hors de toute bande d'absorption (table 7.3).

Échantillon	Calcul pente	Échantillon	Calcul pente
ALH77003	600 - 1500 nm	Mukundpura	500 - 2000 nm
ALH83100	500 - 2000 nm	Orgueil	700 - 2000 nm
DOM03183	560 - 2200 nm	Simulant Cérès	580 - 2200 nm
GRO95577	600 - 2000 nm	Simulant Mars	800 - 1600 nm
MET00426	740 - 1540 nm	Unclas.	700 - 2200 nm
MET00489	740 - 1540 nm	WIS91627	740 - 1560 nm

TABLE 7.3 – Longueurs d'onde utilisées pour le calcul de la pente spectrale. Si les deux textures sont disponibles pour les échantillons, les valeurs sont identiques pour la poudre et le bloc.

On peut à présent analyser le comportement de la pente spectrale en fonction de l'angle de phase pour chaque échantillon individuellement. Il a été observé une dépendance de la pente spectrale avec l'angle d'incidence dans le cas de Mukundpura. Il est possible qu'un tel comportement se retrouve pour d'autres échantillons, ainsi les variations de la pente spectrale sont également étudiées selon les différents angles d'incidence (fig. 7.4). Le rougissement du spectre est calculé de manière similaire à ce qui est présenté dans l'article précédent, soit le ratio entre la pente spectrale à un angle de phase donné et celle mesurée à l'angle de phase le plus faible, ici  $10^\circ$ . Ce calcul est effectué pour chaque échantillon et angle d'incidence (fig. 7.5).

Quelque soit leur composition et leur texture, les surfaces présentent toutes la même tendance : l'augmentation de la pente spectrale avec l'angle de phase, appelé "*phase reddening*". Les causes de ce rougissement ont été développées dans l'article [17]. On peut également remarquer que, comme Mukundpura, la météorite unclas. non broyée présente une dépendance de la pente spectrale avec l'angle d'incidence. Pour cette météorite, plus l'incidence est rasante, plus la pente sera faible. Ce comportement est détecté sur quelques poudres (GRO95577, MET00489, simulant de Mars) avec une amplitude moindre. Ceci a déjà été observé par M. Rice et C. Hoza de la Western Washington University, faisant

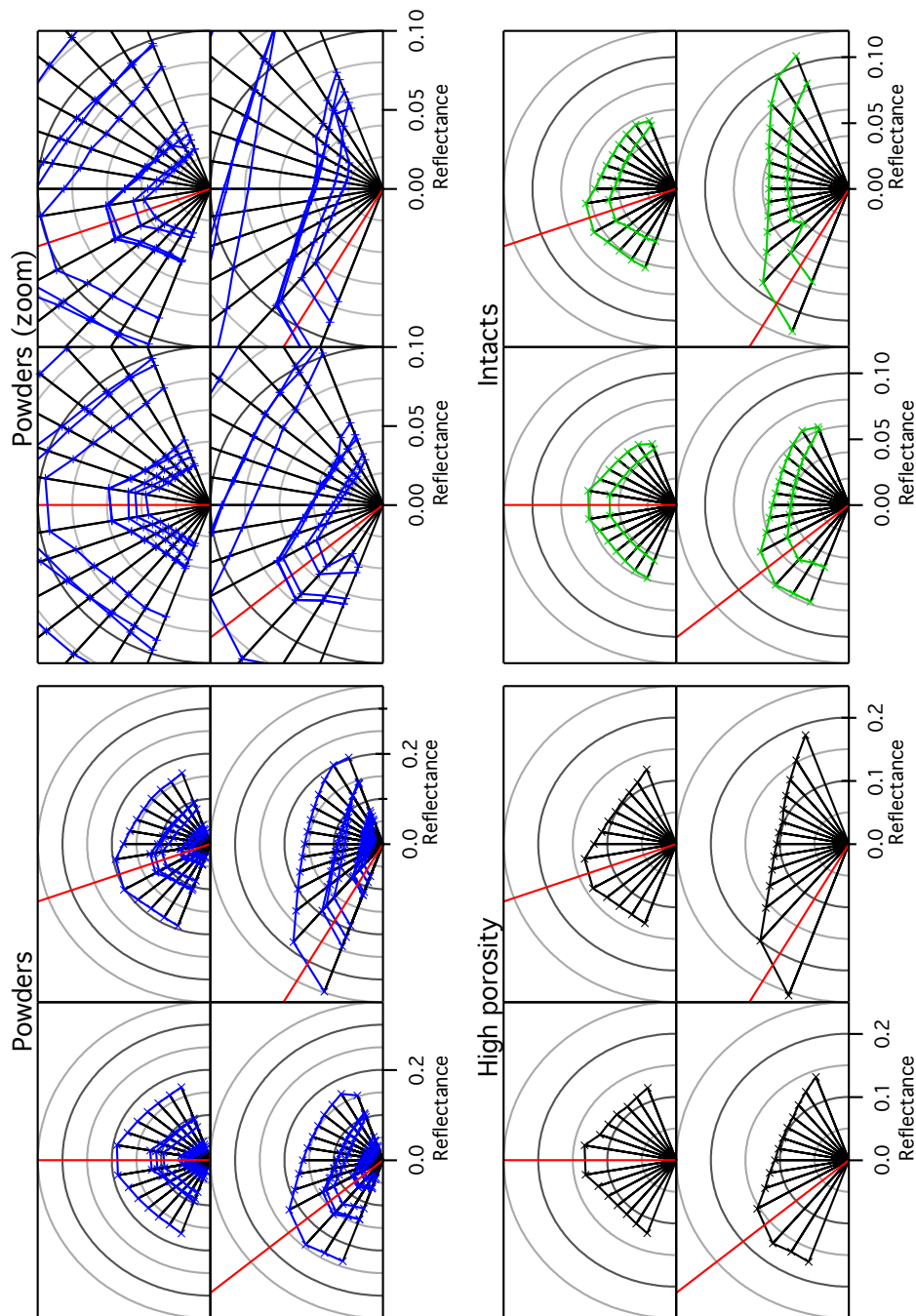


FIGURE 7.3 – BRDF des différentes textures analysées. Bleu : poudres (ALH77003, ALH83100, DOM03183, GRO95577, MET00426, MET00489, Mukundpura, Orgueil, Unclas. et WIS91627), Centre : résidu de sublimation, Vert : blocs intacts (Mukundpura et Unclas.). Le détail des réflectances inférieures à 0,1 pour les poudres est également présenté.

le lien entre cette dépendance avec l'angle d'incidence et la densité de la surface analysée (communication personnelle). Les résultats de mes BRDFs semblent cohérents, la météorite unclas. présentant les plus fortes variations étant la plus dense de la collection. On retrouve également ici le comportement d'augmentation du rougissement avec l'angle de phase commun à toutes les surfaces étudiées, avec une intensité propre à chaque échantillon. En faisant le parallèle avec la figure 7.4, on peut noter que plus un échantillon est rouge, donc présente une pente forte à petit angle de phase moins il rougira avec la

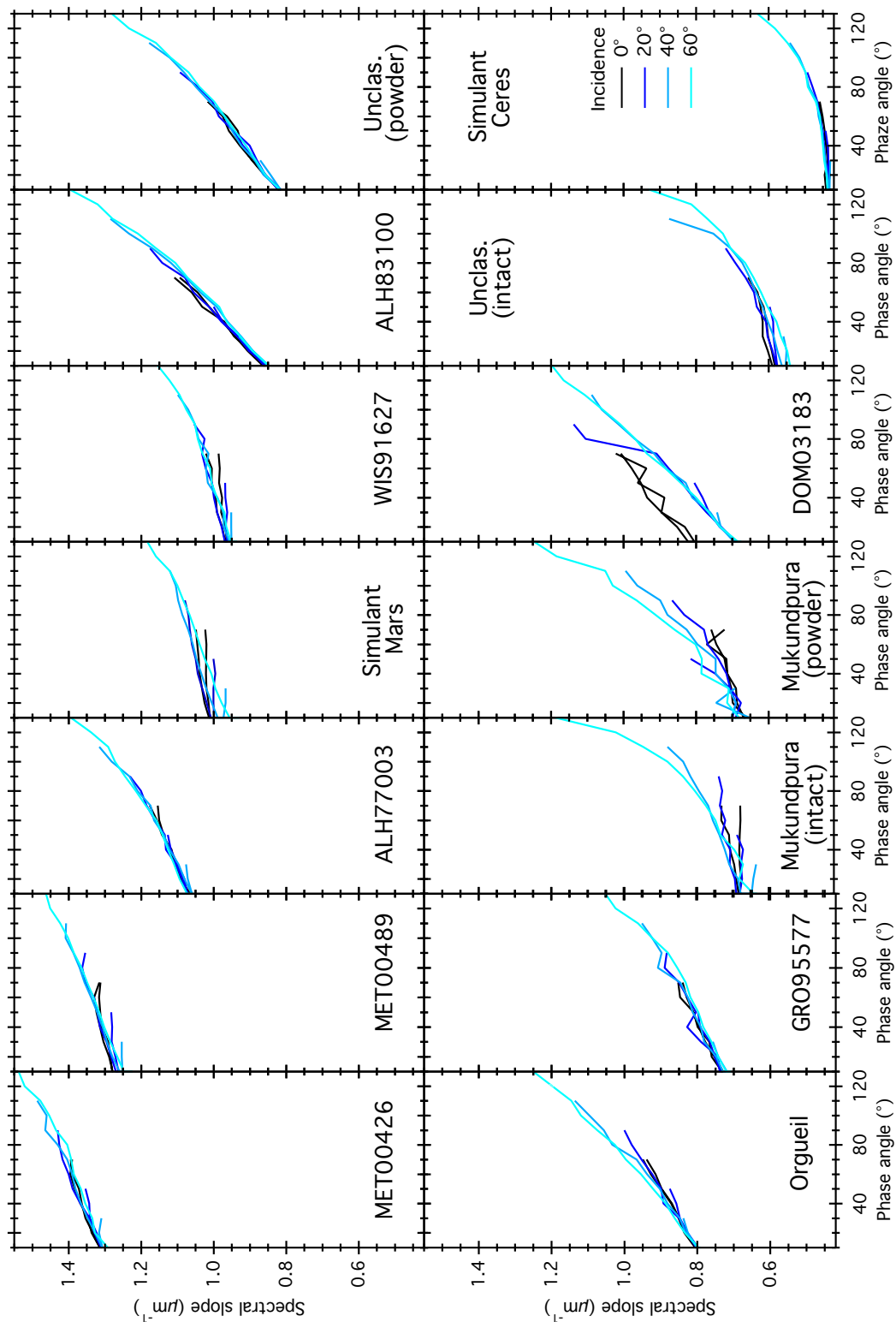


FIGURE 7.4 – Pente spectrale des échantillons analysés. Les surfaces sont classées par ordre de pente décroissante dans les faibles angles de phase. Noter que les poudres ont un comportement quasi-linéaire avec l'angle de phase, tandis que ceux des échantillons intacts et poreux sont incurvés.

variation de la géométrie (fig. 7.6).

On peut faire l'hypothèse que les spectres présentant une pente forte à faible angle de phase ont une proportion déjà importante de photons éjectés hors de l'échantillon

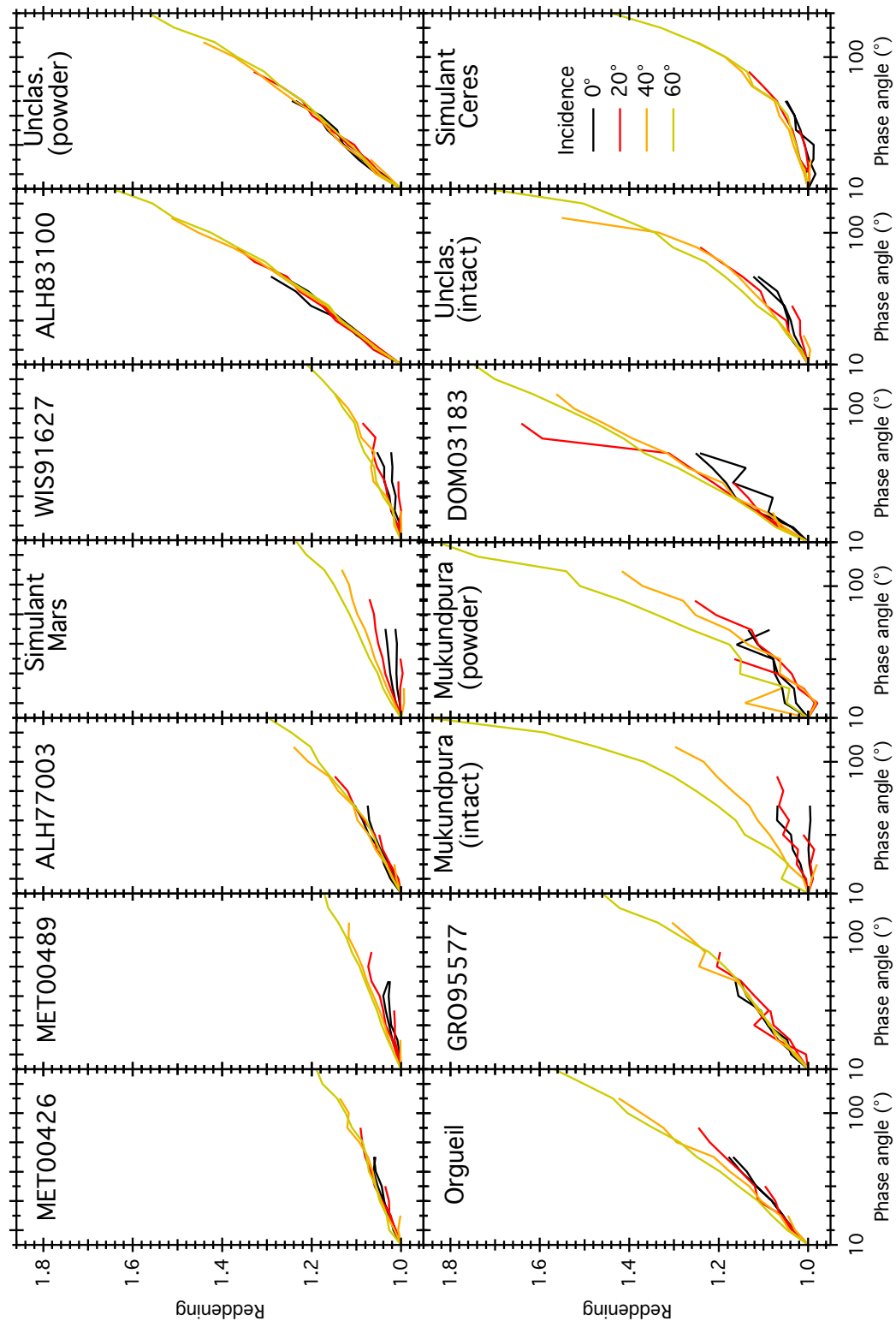


FIGURE 7.5 – Rougissement des échantillons normalisé à 1 à  $10^\circ$  d'angle de phase, analysé avec l'angle de phase. L'ordre des panels est identique à la figure 7.4.

avant d'interagir avec les grains. Ainsi, les effets de la géométrie à angle d'incidence croissant, augmentant encore cette proportion, seront faibles dans ce cas. Cependant, pour un échantillon présentant une faible pente à phase  $10^\circ$ , donc pour lequel la majorité des photons pénètre dans la surface, l'augmentation du nombre de photons réfléchis à la première interaction avec les grains avec l'angle de phase est rapidement visible sur la réflectance, et induira donc un fort rougissement.



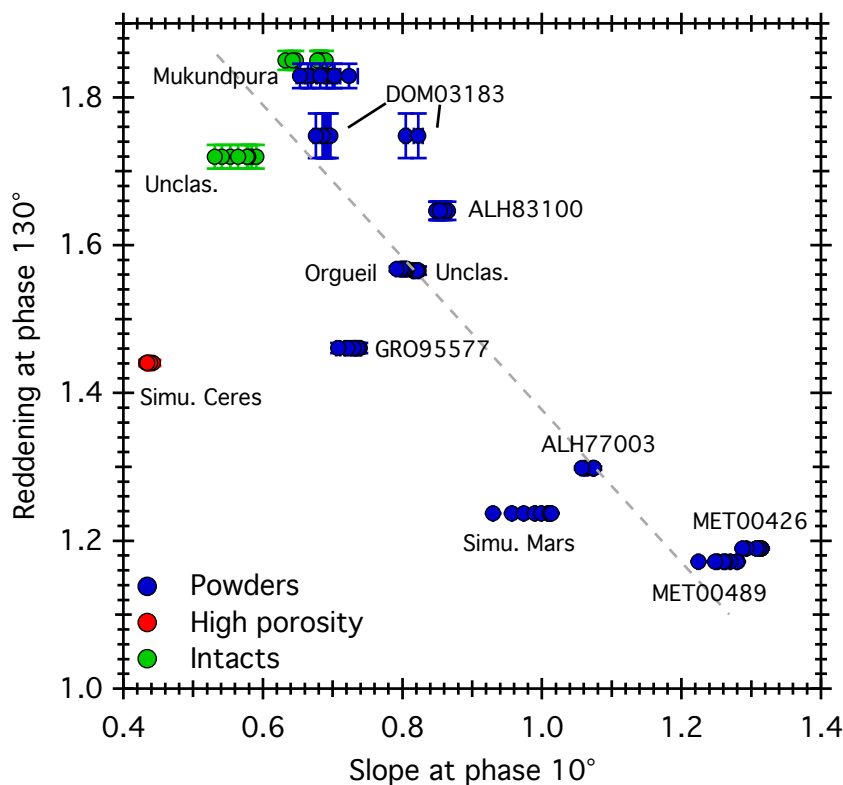


FIGURE 7.6 – Comparaison entre la pente spectrale à faible angle de phase et le rougissement maximale mesuré. Bleu : poudres, Rouge : résidu de sublimation, Vert : blocs.

## 7.2.4 Bandes d'absorption

Il a été vu avec l'exemple de Mukundpura une baisse d'intensité des bandes d'absorption avec l'augmentation de l'angle de phase. Ceci est généralement expliqué par l'augmentation, avec l'angle de phase du nombre de photons étant réfléchis hors de l'échantillon avant d'avoir pu interagir avec les grains, et donc pouvoir être absorbés. Des modèles de transfert radiatifs ont confirmé cette hypothèse [179]. Ce comportement est commun à tous les échantillons analysés, quelque soit leur composition et texture (fig. 7.7). Ici, je me concentrerai sur la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  uniquement.

Il apparaît que l'angle de phase auquel la bande d'absorption commence à s'affaiblir dépend de chaque échantillon. Les deux extrêmes sont le simulat de Cérès dont l'inflexion se situe aux alentours de  $90^\circ$ , et le bloc intact de la météorite non classée dont la bande diminue presque linéairement avec l'augmentation de l'angle de phase. En plus de l'augmentation du nombre de photon éjectés de la surface avant de pouvoir interagir avec les grains, on peut ajouter la diminution de la profondeur de pénétration des photons dans l'échantillon. Cette distance, souvent appelée profondeur de peau, dépend des propriétés texturales et optiques de la surface, et n'est généralement que de quelques microns pour les très faibles albédos, inférieurs à 0,1. [180]. L'augmentation de l'angle de phase entraîne une réduction de la profondeur de peau, donc de l'interaction des photons avec les grains. Ceci entraîne donc une diminution de l'amplitude des signatures spectrales. Aux angles de phase inférieurs à l'inflexion, l'augmentation du continuum dû au rougissement du spectre induit une augmentation de la profondeur de bande. Après l'inflexion, les processus tendant à diminuer la profondeur de la bande reprennent le dessus, amenant au comportement détecté sur les mesures.

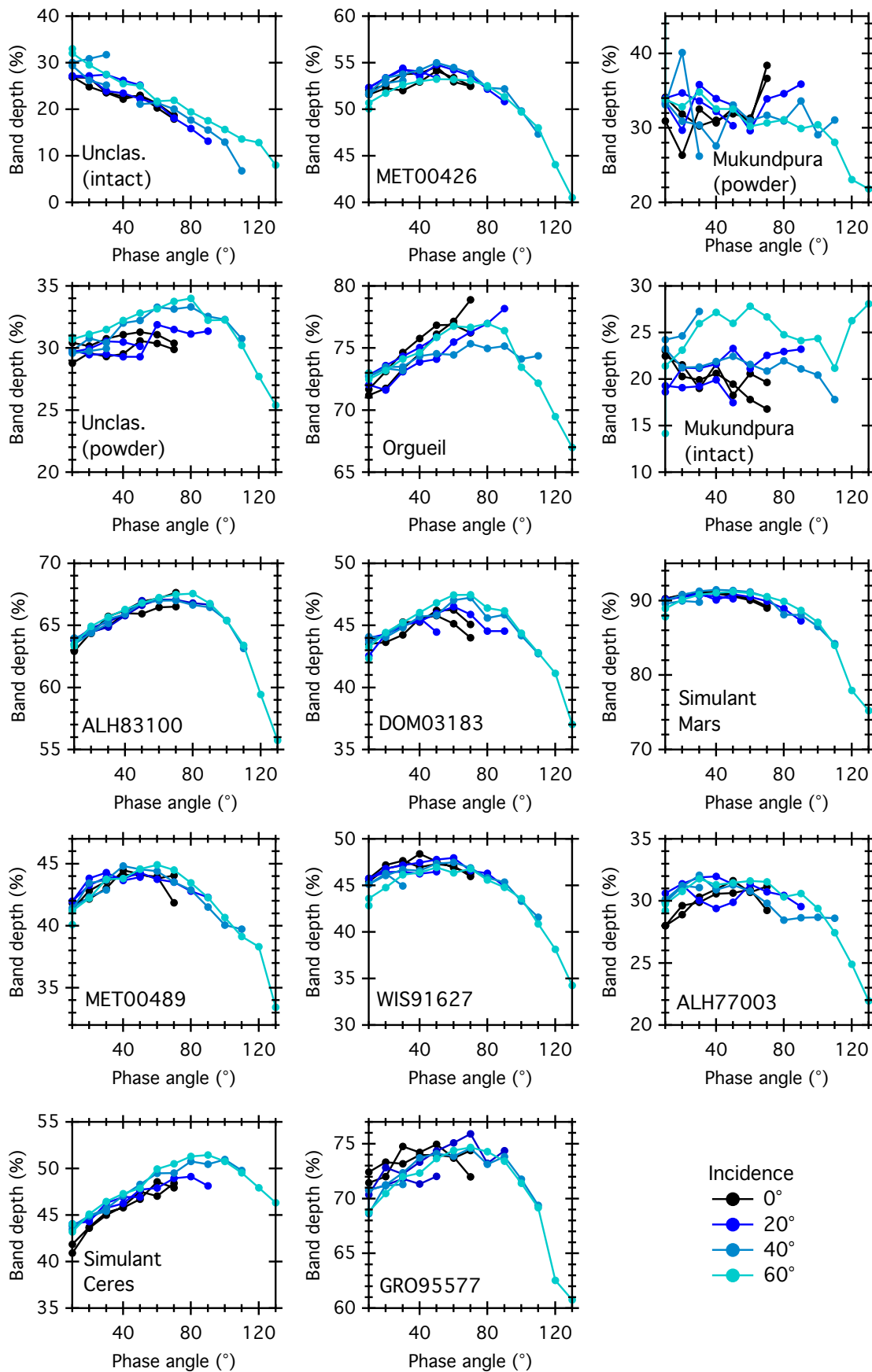


FIGURE 7.7 – Évolution de la profondeur de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  avec l'angle de phase pour tous les échantillons étudiés.

### 7.2.5 Déconvolution de la bande à $3\text{-}\mu\text{m}$

La bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  est une convolution de plusieurs composantes : les minéraux hydratés, l'eau adsorbée et l'eau structurale. Le but est à présent de déterminer si la baisse

d'intensité de cette bande avec l'angle de phase s'effectue de manière identique sur toutes les composantes. J'ai donc modélisé grâce à HADeS les composantes de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  pour chacun des spectres des météorites choisies, et analysé leur évolution avec la géométrie (fig. 7.8). Afin de définir l'angle de phase à laquelle l'amplitude de la composante commence à diminuer, les courbes obtenues sont modélisées grâce à un polynôme d'ordre 4. Pour des questions de temps de calcul, je ne me suis concentrée que sur les mesures effectuées à  $60^\circ$  d'incidence, présentant la plus grande gamme d'angles de phase. La bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  issue de la BRDF du bloc de la météorite unclas. ne permettait pas de modélisation correcte, ainsi cette météorite n'apparaît pas dans cette partie d'analyse.

On retrouve le comportement général de la variation d'amplitude de la bande avec l'augmentation de l'angle de phase, et ce pour chacune des composantes et toutes les surfaces étudiées. Cependant, on peut noter que chaque composante a une évolution propre à elle-même avec l'augmentation de l'angle de phase. Cet effet est par exemple clairement visible pour la météorite GRO95577, où l'amplitude de la composante du métal-OH est stable jusqu'à  $90^\circ$  environ avant de diminuer. L'amplitude de la composante de l'eau structurale présente un point d'inflexion aux faibles angles de phase, vers  $40^\circ$ . Enfin, la composante de l'eau adsorbée gagne 15% d'amplitude avant de diminuer à un angle de phase proche de  $100^\circ$ .

En considérant encore une fois la diminution de la profondeur de peau avec l'angle de phase, les différents angles d'inflexions peuvent indiquer que la composition de l'échantillon varie avec la distance à la surface. Dans le cas de poudres, ceci peut être dû à la présence d'inclusions non brisées par le broyage manuel, ou simplement une hétérogénéité du mélange. Par exemple, l'amplitude de la composante de l'eau adsorbée de la météorite GRO95577 augmente jusqu'à un angle de phase de  $100^\circ$  avant de diminuer. Ceci pourrait suggérer que l'eau adsorbée est concentrée dans un réservoir à la surface de cet échantillon. Dans le cas d'un échantillon de composition et texture parfaitement homogène, les amplitudes des différentes composantes de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  diminueraient à partir du même angle de phase. Cette explication paraît néanmoins difficile à concevoir, on peut s'attendre à une composition globalement homogène à l'échelle macroscopique des poudres de météorites placées dans les porte-échantillons du goniomètre. La plupart des hétérogénéités correspondent à des inclusions, le plus souvent broyées, donc de trop petit volume pour induire des variations aussi fortes sur les bandes d'absorption. On peut préférer à cette hypothèse la variation de l'indice de réfraction du matériau, impactant la probabilité des photons à être réfléchi avant d'avoir pu interagir avec les grains de la surface. Dans ce cas, chaque porteur de groupe -OH peut agir indépendamment sur les photons incident et générer ces différences d'angle d'inflexion.

La valeur précise du point d'inflexion est déterminé en utilisant la dérivée du polynôme d'ordre 4 modélisant les variations de l'amplitude avec l'angle de phase (table 7.4).

Pour un même échantillon, les composantes de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  présentent des points d'inflexion différents, avec jusqu'à  $90^\circ$  d'écart. On peut s'attendre à avoir des comportements similaires entre la bande globale et la composante de métal-OH pour la plupart des échantillons. En effet, pour 8 surfaces sur les 13 étudiées ici, le métal-OH est le contributeur présentant l'amplitude la plus importante, il contrôlera donc fortement la forme de la bande globale. Cet effet est notamment visible pour la météorite ALH83100 (fig. 7.8 et table 7.4), où pour une bande globale d'amplitude variant entre 60 et 70%, l'amplitude de la composante de métal-OH varie entre 60 et 65% avec l'angle de phase, alors que les deux composantes de l'eau ne dépassent pas les 20% d'amplitude. Pour cette météorite, la bande globale présente un point d'inflexion identique à la composante de métal-OH à  $69^\circ$ , tandis que l'amplitude des composantes de l'eau adsorbée et structurales diminuent à

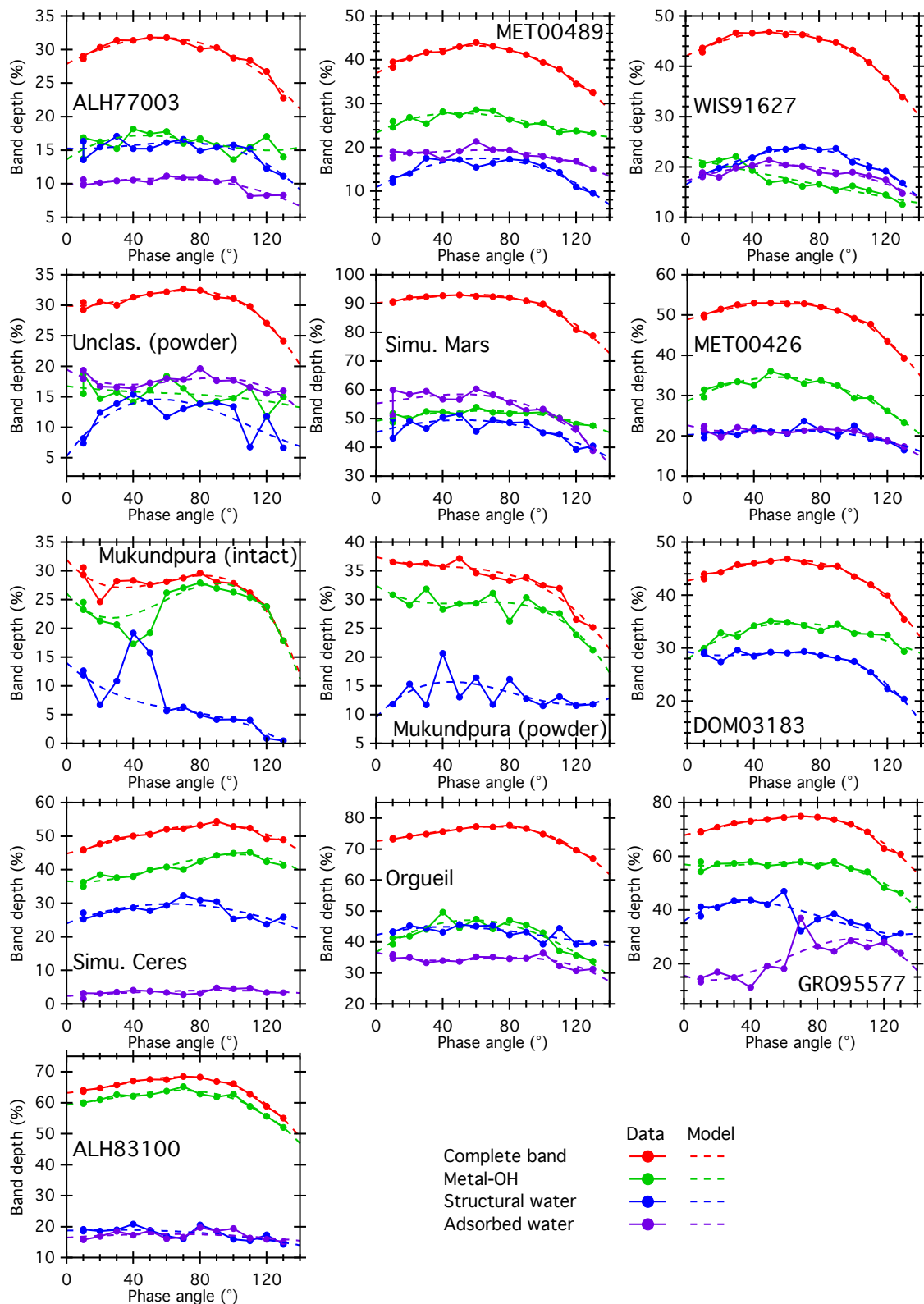


FIGURE 7.8 – Évolution avec l'angle de phase de la profondeur de bande des composantes de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  pour toutes les surfaces étudiées. Rouge : bande complète. Vert : composante des minéraux hydratés, Bleu : composante de l'eau structurale, Violet : composante de l'eau adsorbée. Le comportement modélisé par un polynôme d'ordre 4 est représenté en tirets.

partir de  $24^\circ$  et  $28^\circ$  respectivement. Dans le cas d'un échantillon où les trois composantes ont sensiblement la même amplitude, comme c'est le cas pour WIS91627 par exemple, le

Échantillon	Bande globale	Metal-OH	H <sub>2</sub> O Struct.	H <sub>2</sub> O Abs.
ALH83100	69°	69°	28°	24°
GRO95577	68°	67°	37°	102°
Orgueil	70°	57°	43°	37°
Mukundpura (bloc)	82°	91°	0°	-
Mukundpura (poudre)	41°	69°	45°	-
MET00426	59°	55°	58°	35°
DOM03183	62°	63°	43°	-
ALH77003	57°	46°	68°	59°
MET00489	58°	49°	63°	63°
WIS91627	56°	0°	70°	57°
Unclas. (poudre)	74°	57°	56°	89°
Simulant Mars	58°	65°	51°	51°
Simulant Cérés	86°	120°	63°	92°

TABLE 7.4 – Points d’inflexion des courbes de phase des différentes composantes des bandes à 3- $\mu$ m dérivées des BRDFs. - : composante non détectée

point d’inflexion de la bande globale ne sera pas régit par un contributeur en particulier. Pour cette météorite, la composante des métal-OH commence à faiblir dès les faibles angles de phase, pour 57° dans le cas de l’eau adsorbée, tandis que l’amplitude de la composante de l’eau structurale augmente jusqu’à 70° avant de diminuer. La convolution de ces trois composantes amène à une bande globale présentant un point d’inflexion à 56°.

Les points d’inflexion des différentes composantes, ainsi que de la bande globale, présentent une large dispersion parmi les échantillons étudiés. De 0° à 120° pour le métal-OH, jusqu’à 70° pour l’eau structurale et de 24° à 102° pour l’eau adsorbée. Une telle dispersion peut indiquer une dépendance avec la composition de la surface, précisément les porteurs des groupes -OH signes d’altération aqueuse (fig. 7.9).

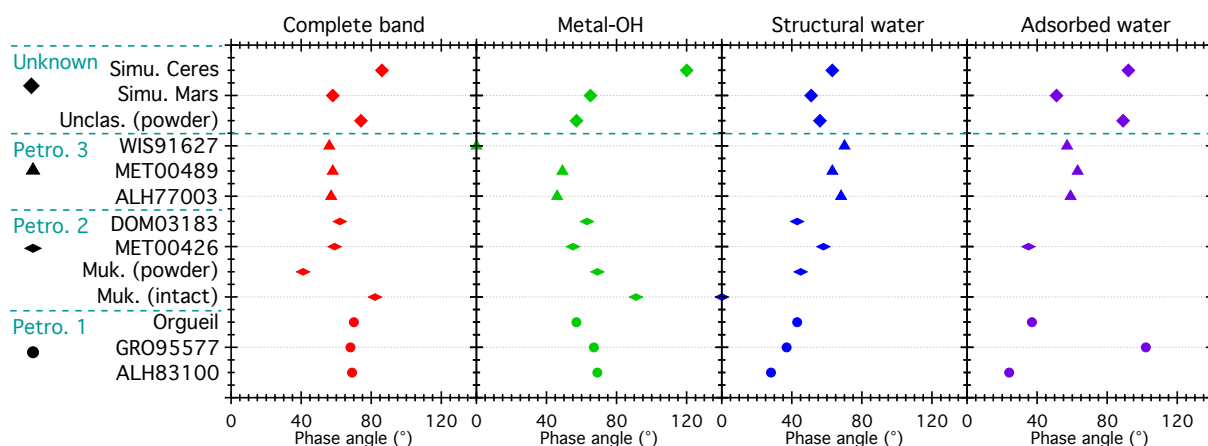


FIGURE 7.9 – Comparaison des points d’inflexion des composantes de la bande à 3- $\mu$ m des différents échantillons classés par ordre croissant d’altération aqueuse. Les tendances observées sur les échantillons de type pétrologiques connus sont indiquées par des lignes pointillées. Les surfaces de types pétrologiques non définis sont séparés des autres échantillons par une des lignes en pointillés.

On remarque sur la figure 7.9 une apparente tendance à l’augmentation de l’angle d’inflexion avec l’altération aqueuse pour la composante de métal-OH. Cette composante est directement liée à l’altération aqueuse, donc à la composition et indice optique de la surface. Ainsi, il est compréhensible, sinon attendu, d’obtenir une dépendance de l’angle

d'inflexion avec l'altération pour la composante de métal-OH. Il apparaît également une tendance à la diminution de l'angle d'inflexion avec l'altération aqueuse pour les composantes de l'eau adsorbée et structurée. Il a été vu dans les analyses précédentes que ces deux composantes ne dépendaient que de l'humidité, donc du nombre de molécules d'eau dans l'échantillon, et non de la composition ou histoire d'altération de la surface [117, 167, 60]. Ainsi, on s'attendrait à une dispersion plus prononcée des résultats pour ces deux composantes, sans l'apparition de tendance.

Les tendances observées d'évolution du point d'inflexion avec l'altération aqueuse rejettent l'hypothèse de l'hétérogénéité de composition avec la distance à la surface, mais pointent vers une dépendance du point d'inflexion avec la composition de l'échantillon. Cependant, ces résultats ne sont qu'au stade préliminaire. Des analyses plus approfondies permettront de mettre en évidence la présence ou non des tendances observées ici.

### 7.3 Conclusions et perspectives

La géométrie d'observation induit de fortes variations sur les spectres en réflectance des surfaces observées. L'albédo global peut varier du simple au triple, la valeur de la pente spectrale peut doubler, et les bandes d'absorption diminuent jusqu'à devenir indétectables sur les spectres. J'ai montré ici que ces variations ne dépendaient pas seulement de l'angle de phase, mais également de l'angle d'incidence.

Les variations spectrales induites par la géométrie sont faibles aux angles de phase inférieurs à  $30^\circ$ . Ainsi, on peut s'attendre à une contribution réduite de la géométrie sur les spectres issus d'observations d'astéroïdes de la Ceinture Principale depuis la Terre. Cependant, les mesures in-situ ainsi que durant un survol peuvent induire des géométries extrêmes, proches des angles rasants ainsi que des angles de phase importants, où l'effet de la géométrie devra être pris en compte pendant l'analyse des spectres.

La nouveauté de cette analyse par rapport à ce qui a été publié dans l'article Icarus [17] réside dans l'analyse du comportement des différentes composantes de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$ . La déconvolution de cette signature spectrale a montré que chacun des trois composantes d'hydratation étudiées contribue de manière indépendante au comportement global observé. Il a été proposé ici une dépendance de l'évolution de l'amplitude de la bande avec la composition de l'échantillon, notamment l'altération aqueuse. Cependant, cette étude est bien évidemment au stade préliminaire, l'analyse de phases pures puis de mélanges en proportions connues permettra de mieux définir les comportements observés.

Les variations spectrales observées avec les différents angles d'incidence questionnent quant aux observations de la surface d'un corps plus ou moins sphérique, donc présentant un angle d'incidence proche du nadir au point sub-solaire, et rasant aux limbes. En effet, les observations non résolues intègrent la réflectance sur toute la surface de l'objet, donc sous diverses configurations géométriques. Le chapitre suivant présente une ouverture possible de l'utilisation des données de BRDF afin de comparer la spectroscopie en réflectance d'un corps planétaire non résolu et les mesures en laboratoire.





# 8

## OUVERTURE - LIMITATION DE LA COMPARAISON MÉTÉORITES / ASTÉROÏDES

L'analyse précédente conduit à quelques questionnements quant à la comparaison entre les spectres de météorites en laboratoire et l'observation non résolue spatialement des petits corps par des télescopes en vol ou terrestres. Lors de mesures en laboratoire utilisant des météorites ou analogues, des contraintes instrumentales limitent les capacités de mesure. Par exemple, certains spectromètres ne peuvent travailler qu'avec des surfaces placées verticalement, imposant donc le format de bloc ou de pastilles aux échantillons. Dans le cas de poudres et pour avoir une mesure statistiquement correcte, il est nécessaire d'éclairer et d'observer suffisamment de grains d'échantillons orientés de manière aléatoire. Les tailles des tâches d'incidence et d'observation peuvent être difficilement modifiables, il est donc nécessaire d'ajuster la taille des grains de la poudre en fonction de l'instrument. Par exemple, SHINE en mode nominal peut analyser des grains millimétriques, alors que SHADOWS est limité à des tailles de grains inférieurs à quelques centaines de microns.

Les échantillons mesurés en laboratoire sont généralement homogènes en composition, texture et température sur la surface analysée. Chaque spectre est mesuré sous une géométrie précise, parfois modifiable comme c'est le cas pour les goniomètres, parfois fixée par l'instrument. Cependant, la surface d'un petit corps est bien plus complexe (fig. 8.1).

La surface d'un astéroïde est hétérogène en composition et texture, illustrée par exemple par la présence de rochers sombres et clairs sur le géocroiseur Bennu [4] et l'opposition de zones rocheuses et de régolith fin sur Itokawa [79]. La présence de rochers de plusieurs dizaines de mètres sur la surface induisent des ombrages sur la surface autour, et donc une baisse de la réflectance mesurée. Ensuite, la présence de terrains accidentés tels que des cratères d'impacts amènent à des variations de géométries dans ces zones, notamment d'angles d'incidence. À une échelle plus large, la forme de l'astéroïde va amener à des différences de géométries sur sa surface. Par exemple, l'angle d'incidence de la lumière est proche du nadir à l'équateur, tandis qu'elle est rasante aux pôles. Ceci va également amener à des différences de température sur la surface [181].

La spectrométrie d'un petit corps observé mais non résolu va résulter en un spectre moyen intégré sur la surface complète observée, donc contenant toutes les sources de variations photométriques décrites au-dessus. Les conditions de mesure de ces spectres sont donc très différentes des protocoles de spectroscopie en laboratoire.



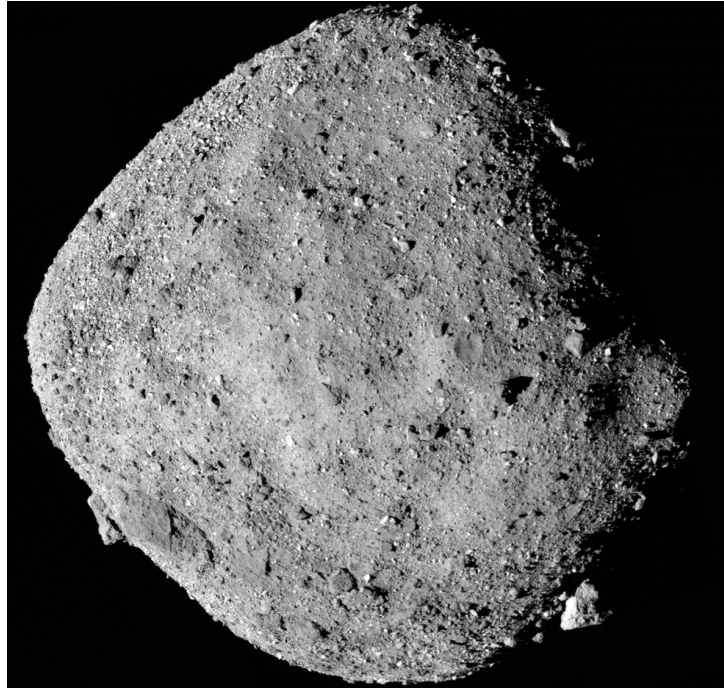


FIGURE 8.1 – Image de l'astéroïde Bennu enregistrée par la sonde OSIRIS-REx.

## 8.1 Application des BRDFs à des simulations planétaires

Mon idée générale est de comparer la réflectance mesurée en laboratoire d'un échantillon ayant une composition et texture connue, à celle renvoyée par un corps sphérique de même composition et texture. L'analyse peut être ensuite poussée à des modèles de formes plus complexes, d'échelles de terrain de plus en plus fines, et en y intégrant des hétérogénéités de composition et texture.

J'ai donc mis en place un groupe de travail avec Sylvain Douté de l'IPAG, spécialisé dans la simulation de surfaces planétaires, et ayant besoin de données de laboratoire pour ses propres projets de recherche. L'inversion des spectres est réalisé par Benoit Kugler, doctorant à l'Inria et travaillant sur des algorithmes d'inversion de données spectral complexes. La génération des spectres modélisés et des surfaces, ainsi que les simulations d'observations sont effectuées par Sylvain. Pour ma part, j'ai fourni les données spectrales de laboratoire, analysé les performances des deux modèles en comparant leurs résultats aux spectres mesurés, proposé des améliorations aux modèles (notamment le kernel d'opposition pour le modèle RTLSR), et finalement effectué les analyses comparatives entre les observations de petits corps simulés et les mesures en laboratoire.

Les simulations sont basées, pour le moment, sur des mesures de BRDF effectuées sur des échantillons ayant été analysés sous forme de bloc et de poudre, Mukundpura et la météorite non classée (Unclas.).

### 8.1.1 Modèles d'inversion

La réflectance bidirectionnelle est mesurée en laboratoire sous un nombre fini de géométries (71 dans le cas des BRDFs présentées dans ce chapitre). Pour obtenir l'information spectrale sous n'importe quelle géométrie, même inatteignable par les goniomètres, il est nécessaire de réaliser une inversion des spectres afin de modéliser la réflectance bidirectionnelle de l'échantillon. Plusieurs modèles sont utilisés dans notre étude et sont décrit

ci-après.

Le modèle de Hapke [182, 183, 184, 185] est basé sur l'interaction de la lumière avec une surface rugueuse de paramètres physiques et optiques connus. Ce modèle largement répandu utilise notamment l'indice optique de matériau composant l'échantillon, sa porosité ainsi que son opacité. L'inversion des spectres par ce modèle permet donc de remonter aux paramètres physico-chimiques de l'échantillon, et est couramment utilisé pour l'explication des phénomènes observés dans les BRDFs.

Le modèle RTLSRS [186] est un modèle mathématique simple, basé sur une somme linéaire de divers termes, appelés *kernels* dépendant de la configuration géométrique et de la longueur d'onde. Chacun de ces composants est basé sur une représentation simplifiée de la réflectance de la lumière par une surface. Ce modèle peut être décrit par la formule suivante :

$$R(\lambda, \theta, \omega, \phi) = f_{iso}(\lambda) + f_{vol}(\lambda)K_{vol}(\theta, \omega, \phi) + f_{geo}(\lambda)K_{geo}(\theta, \omega, \phi) + f_{fwd}(\lambda)K_{fwd}(\theta, \omega, \phi) \quad (8.1)$$

avec  $R(\lambda, \theta, \omega, \phi)$  la valeur de la réflectance modélisée à la longueur d'onde  $\lambda$  et la géométrie  $(\theta, \omega, \phi)$ ,  $K_i$  les kernels représentant les effets de réflectance, et  $f_i$  les poids appliqués. Chacun des kernels est dérivé d'un modèle physique, représentant respectivement la diffusion isotropique par une surface Lambertienne (iso), la diffusion volumique (vol), la diffusion de surface (geo) et enfin le terme de diffusion avant (fwd). Cependant, l'inversion des spectres par ce modèle ne permet pas d'obtenir des informations sur la composition ou les paramètres physiques et optiques de l'échantillon analysé. Ce modèle peut être utilisé uniquement pour la modélisation de la réflectance bidirectionnelle de surfaces.

### 8.1.2 Comparaison des modèles

Les modèles fonctionnent sur des principes différents, et auront donc des résultats semblables, mais non identiques. Je compare ici la capacité des modèles à recréer les spectres des météorites (fig. 8.2) ainsi que le comportement bidirectionnel de leur réflectance.

Le spectre généré par le modèle RTLSR est plus proche que celui rendu par le modèle de Hapke. L'écart de réflectance entre le spectre simulé et mesuré n'est que de 0,2%, et les signatures spectrales sont correctement modélisées. Le modèle de Hapke génère un spectre fortement bruité, avec un écart aux mesures autour de 0,7%, et une bande d'absorption à  $3\mu\text{m}$  déformée.

Les modèles sont utilisés pour générer les spectres à n'importe quelle géométrie demandée. Il est donc nécessaire qu'ils soient capables de représenter, non seulement la spectroscopie des météorites, mais également le comportement bidirectionnel des différentes surfaces (fig. 8.3 et 8.4).

Bien que le résultat ne soit pas encore parfait, le modèle RTLSR permet une meilleure représentation de la forme générale des BRDFs ainsi que de la pente spectrale. Il est d'ailleurs intéressant de noter que le modèle de Hapke reproduit mal les variations de pentes dues aux divers angles d'incidence. Le rougissement avec l'augmentation de l'angle de phase est correctement reproduit par le modèle, mais deux spectres pris au même angle de phase et avec des incidences différentes présentent la même pente spectrale avec le modèle de Hapke, ce qui n'est pas le cas sur les mesures, notamment sur les deux blocs. Le modèle RTLSR, quant à lui, reproduit ces variations induites par les différents angles

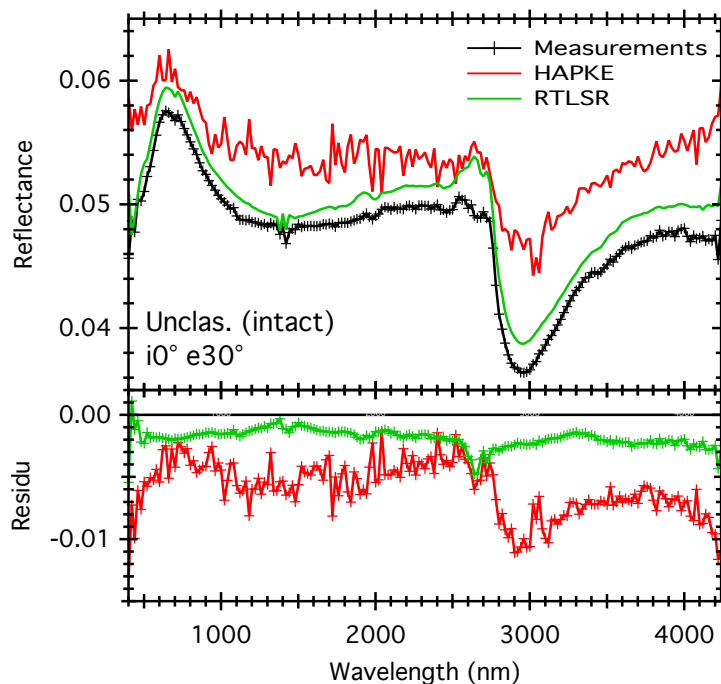


FIGURE 8.2 – Spectres mesurés sur le bloc de Unclas. (noir) à incidence  $0^\circ$  et émergence  $30^\circ$ , comparé aux spectres générés par les inversions par le modèle de Hapke (rouge) et RTLSR (vert). Le résidu est calculé à chaque longueur d’onde comme l’écart entre les réflectances mesurée et modélisée.

d’incidence, en plus du rougissement par l’augmentation de l’angle de phase.

Le modèle de Hapke est basé sur l’interaction entre la lumière incidente et la surface, représentée dans la plupart des cas comme un ensemble de sphères plus ou moins proches les unes des autres, et ayant une distribution en taille de grain connue. On peut remarquer sur la figure 8.4 que ce modèle ne permet pas de retrouver le comportement de la pente spectrale avec l’angle de phase sur les deux échantillons intacts (bloc). On peut donc faire l’hypothèse que le modèle de Hapke atteint ses limites dans le cas de surfaces ne pouvant pas être considérées comme des ensembles de sphères, comme des blocs ou des pastilles par exemple.

Les spectres résultant du modèle RTLSR sont satisfaisants et peuvent maintenant être appliqués à des surfaces simulées. L’effet d’opposition n’est pas contrainte sur la BRDF mesurée, comme les mesures à angles de phase inférieurs à  $5^\circ$  sont impossibles à réaliser avec SHADOWS en mode nominal. Ainsi, l’augmentation de la réflectance autour de l’opposition est laissée en paramètre libre dans les modèles d’inversion. Cependant, la réflectance modélisée est généralement inférieure à celle mesurée aux angles de phase de  $5^\circ$ . Ainsi on peut s’attendre à ce que la réflectance du corps simulé soit légèrement sous-estimée, par l’effet de l’opposition trop faible par rapport à la réalité.

## 8.2 Simulation des surfaces

La simulation des corps planétaires utilisés est un processus complexe en plusieurs étapes, utilisant les modèles de formes générés par les observatoires des petits corps, des mesures d’élévation prises depuis des sondes, ou des images de la surface sous différents angles de vue. On obtient ainsi une modélisation de la forme de l’objet, sous forme d’un

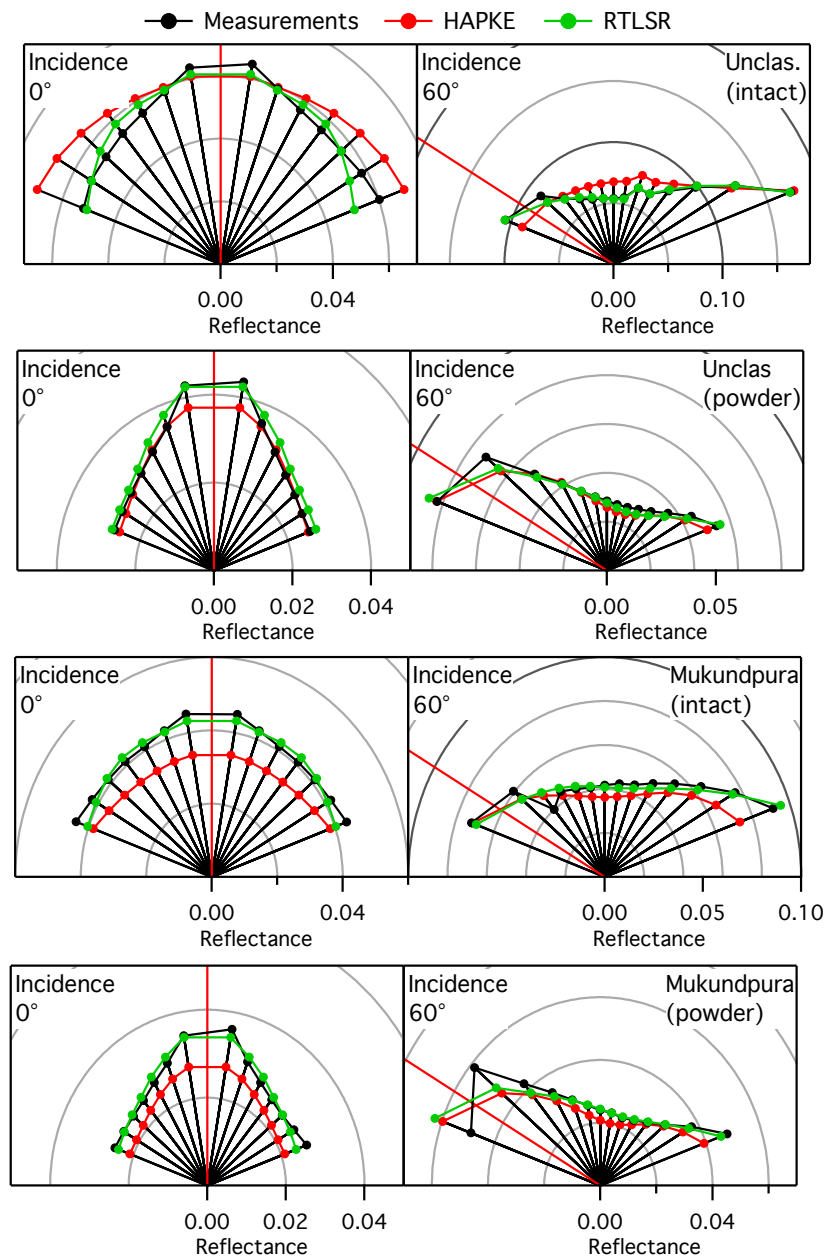


FIGURE 8.3 – BRDFs des échantillons de Mukundpura (poudre et bloc) et Unclas. (poudre et bloc), dérivées des mesures en laboratoire (noir) et des spectres simulés par le modèle de Hapke (rouge) et RTLSR (vert). Les BRDFs représentent la réflectance à 700 nm.

ensemble de facettes plus ou moins petites selon la résolution spatiale. Un masque de composition et de texture est ensuite appliqué sur la surface, ici une répartition homogène de Mukundpura poudre, à l'exception d'un patch en Mukundpura bloc. Dans notre cas, il s'agit d'un mélange macroscopique, où les textures appliquées sont homogènes sur la surface des différentes facettes, mais il est également possible d'appliquer un mélange de compositions et textures au sein d'une facette seule.

Les positions de l'observateur et de l'éclairage sont ensuite fixés par rapport à l'objet. On définit ainsi les points sub-solaire et sub-terrestre sur la surface du corps simulé. Les orientations de chaque facette du modèle sont connues, et donc les angles d'incidence et d'émergence effectifs sur leur surface. Grâce aux paramètres récupérés des modèles d'inversion précédents (Hapke ou RTLSR), la réflectance de chaque facette est calculée selon la géométrie définie précédemment. On utilisera ici le modèle RTLSR pour sa capacité à mieux reproduire la réflectance bidirectionnelle mesurée en laboratoire. Ceci

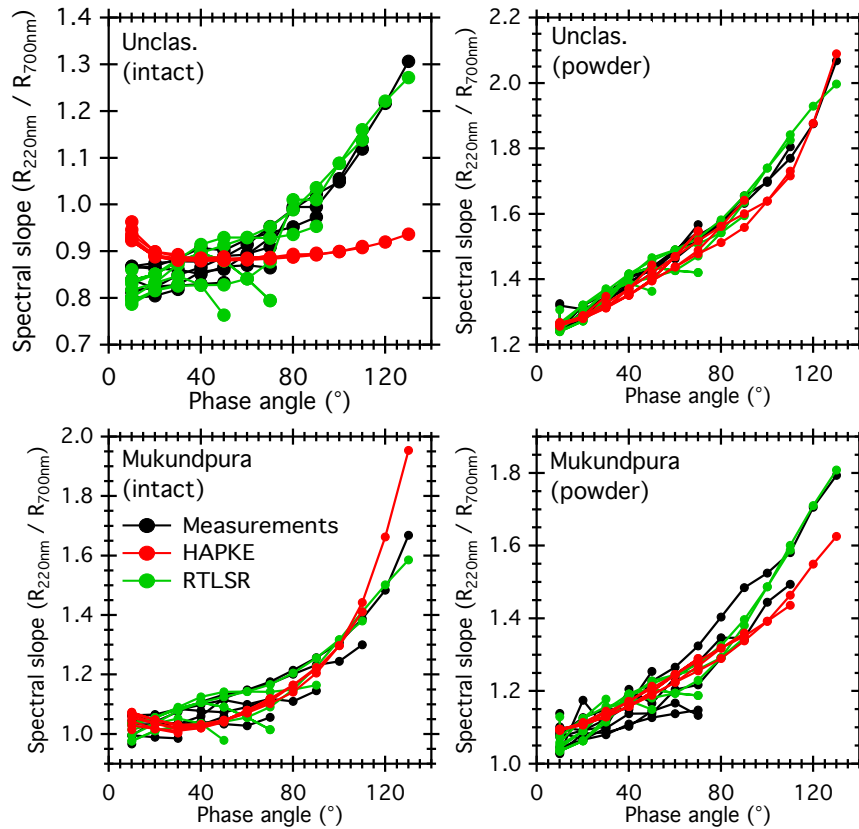


FIGURE 8.4 – Pentés spectrales des échantillons de Mukundpura (poudre et bloc) et la météorite non classée (Unclas., poudre et bloc), dérivées des mesures en laboratoire (noir) et des spectres simulés par le modèle de Hapke (rouge) et RTLSR (vert). La pente est calculée comme le ratio des réflectances à 2000 nm et 700 nm.

permettra une meilleure comparaison entre les observations modélisées et les mesures.

### 8.2.1 Corps sphérique et géométrie fixe : (1)Cérès

Le premier test utilise le modèle de forme de (1) Cérès dont la surface est recouverte de poudre de Mukundpura, à l'exception du point brillant typique de Cérès fixé comme du bloc de Mukundpura. L'objet simulé est ensuite "observé" par l'un des futurs instruments de l'ELT, HARMONI, via le simulateur HSIM [187] (fig. 8.5).

On remarque que les limbes de Cérès apparaissent plus rouges que le centre de l'objet, notamment au point sub-terrestre, légèrement bleuté. Le point brillant est aisément visible sur la surface, bien que seule la texture de surface soit différente entre ce cratère et le reste de l'objet. On distingue également les différents cratères de la surface de Cérès, bien que la topographie soit plus facilement visible proche des limbes plutôt qu'au centre du corps planétaire. Les détections du rougissement des limbes ainsi que des pentes des cratères sont permises par des variations photométriques, induites ici par des modifications de la géométrie d'observations à différents points de l'objet. Les effets sont plus importants autour des limbes car à cet endroit les incidences tendent vers les angles rasants [188]. Afin d'évaluer plus précisément ces effets photométriques, on analyse les paramètres spectraux de divers points de la surface du Cérès simulé (table 8.1).

Bien que la composition et la texture soient les mêmes sur toute la surface de l'objet, les différents points observés de Cérès présentent des variations spectrales. Ainsi, les

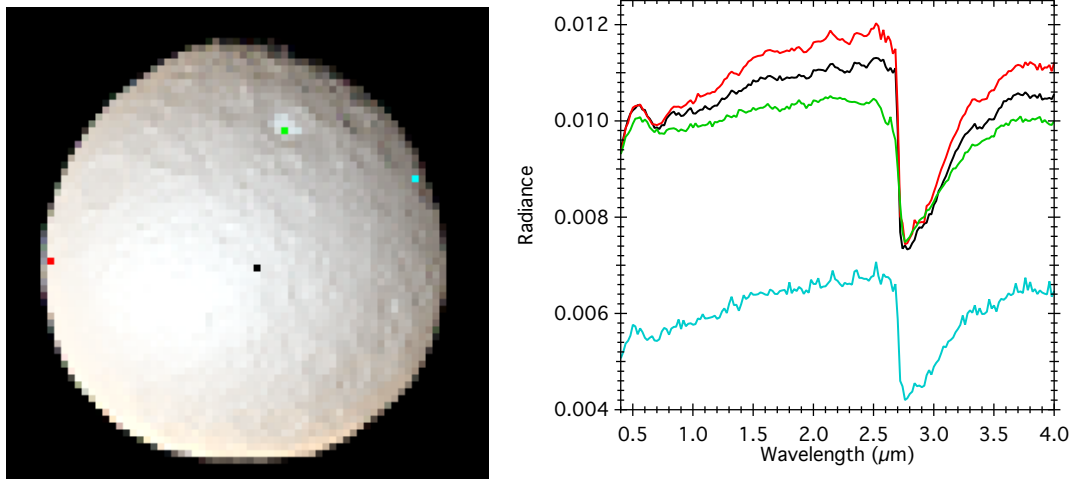


FIGURE 8.5 – Gauche : Image en fausse-couleur du corps planétaire (1) Cérès simulé et observé par l'ELT-HARMONI. Les valeurs RGB des pixels sont fixés aux valeurs de réflectance à  $2\mu\text{m}$ ,  $1\mu\text{m}$  et  $0.4\mu\text{m}$  respectivement. Les points colorés indiquent les positions de mesure des spectres. La résolution spatiale est de  $15\text{ km/px}$ . Droite : Spectres en réflectance de différents points du corps planétaire Cérès, dont la surface a été recouverte de Mukundpura (poudre), à l'exception du cratère brillant (bloc). Les spectres sont mesurés dans le cratère brillant (vert), au points sub-terrestre (noir), et aux limbes gauche (rouge) et droite (bleu).

	Sub-terrestre	Limbe (gauche)	Cratère	Limbe (droite)
$R_{500nm}$	0,0102	0,0103	0,0099	0,0057
Pente	1,08	1,13	1,05	1,15
$BD_{0.7\mu m}$ (%)	4,1	3,6	1,9	3,4
$BD_{3\mu m}$ (%)	34,7	32,4	20,8	33,1

TABLE 8.1 – Paramètres spectroscopique des différents points étudiés de la surface de Cérès.  $R_{500nm}$  correspond à la valeur de radiance mesurée à  $500\text{ nm}$ . La pente spectrale est calculée comme le ratio des radiances mesurées à  $2\mu$  et  $0.5\mu$ .  $BD_{0.7\mu m}$  et  $BD_{3\mu m}$  représentent les amplitudes des bandes spectrales à  $0.7\mu\text{m}$  et  $3\mu\text{m}$  respectivement.

limbes sont sensiblement plus rouges que le point sub-terrestre (pentes spectrales à 1,13 et 1,15 pour 1,08 au centre). La valeur de réflectance varie également à la surface, d'un facteur 1,8 entre les limbes gauche (proche du point sub-solaire) et droite (début du côté nuit du corps). On remarque également que les bandes d'absorption détectées sont également plus faibles aux limbes qu'au point sub-terrestre. Ces écarts dans les paramètres spectraux ne sont dus qu'à des modification de la géométrie d'éclairage et d'observation de la surface du corps simulé.

## 8.2.2 Corps non sphérique et géométrie variable : (4)Vesta

### Génération des images

On s'intéresse à présent à l'astéroïde (4)Vesta, également recouvert de Mukundpura en poudre sur toute la surface, à l'exception d'une zone de Mukundpura bloc. Afin de ne pas induire de biais dans les spectres, la position de l'observateur est fixe par rapport à la surface du corps, et l'éclairage est mobile afin de générer les divers angles de phase (fig. 8.6). Ainsi, l'observateur "regarde" en permanence la même portion de surface du corps, les variations photométriques observées ne proviendront que des variations de géométries

d'éclairage, et non de changement de topographie du corps.

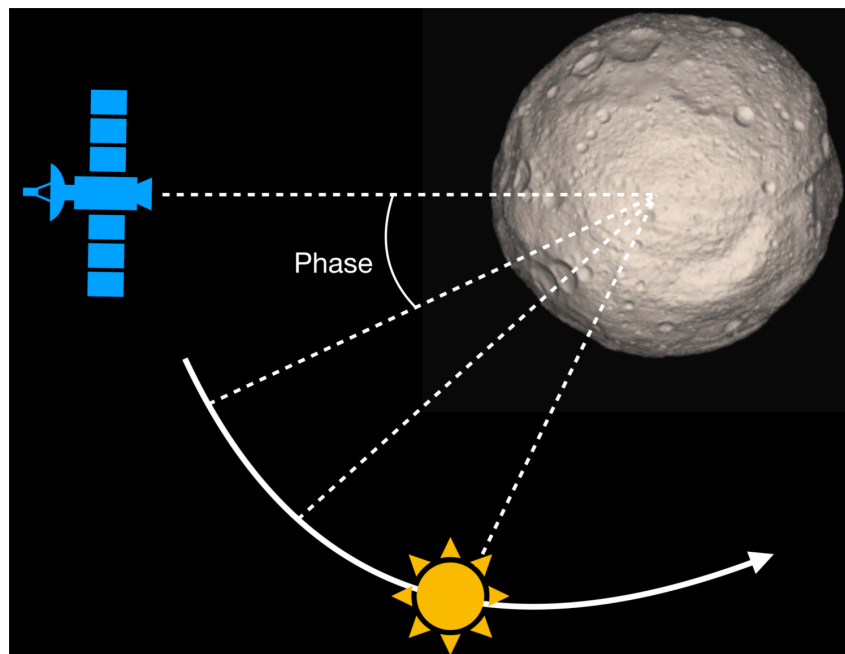


FIGURE 8.6 – Schéma des conditions d'illumination et d'observation de la simulation de Vesta, le système est vu de dessus. Modèle de forme de Vesta du site "*3D Asteroid Catalogue*" (<https://3d-asteroids.space/asteroids/>)

Notre Vesta simulé est analysé sous trois angles de phase différents,  $25^\circ$ ,  $42^\circ$  et  $64^\circ$ , toujours par le simulateur de l'ELT-HARMONI. Dans ce cas, la position de l'observateur a été approchée de l'astéroïde afin d'en distinguer la topographie de surface (fig. 8.7).

Le changement d'angle de phase va induire des variations des angles d'incidence et d'émergence sur la surface, mais également une variation des zones éclairées et ombragées de la surface. Le décalage de la limite entre les côtés jour et nuit de l'astéroïde vont réduire la zone prise en compte dans le spectre intégré (fig. 8.8). De plus, la topographie de la surface, c'est-à-dire les différents cratères, et élévations, vont induire des ombres portées, réduisant encore plus la taille de la zone éclairée ainsi que l'albédo mesuré de la surface.

On remarque ainsi que pour un angle de phase de  $42^\circ$ , le pôle nord de l'astéroïde n'est plus pris en compte dans la photométrie car dans l'ombre. À angle de phase  $64^\circ$ , presque 20% de la surface de l'astéroïde se trouve du côté nuit. L'augmentation des ombres portées est notamment visible dans les différents cratères, ainsi que sur l'élévation proche du limbe droite.

### Variations géométriques sur la surface

Avant de regarder la spectroscopie de notre Vesta simulé, il est important de noter que la forme de l'astéroïde ainsi que la topographie de sa surface induisent des variations géométriques (fig. 8.9). Par exemple, une incidence au nadir ne l'est réellement qu'au point sub-solaire. En s'éloignant de ce point, l'incidence augmente jusqu'à atteindre  $90^\circ$  aux limbes. De plus, les différentes élévations de terrains ou cratères d'impact par exemple, vont "incliner" les facettes du modèle de forme par rapport à la forme globale du corps, induisant donc des variations d'incidence sur chacune des facettes indépendamment. Il en

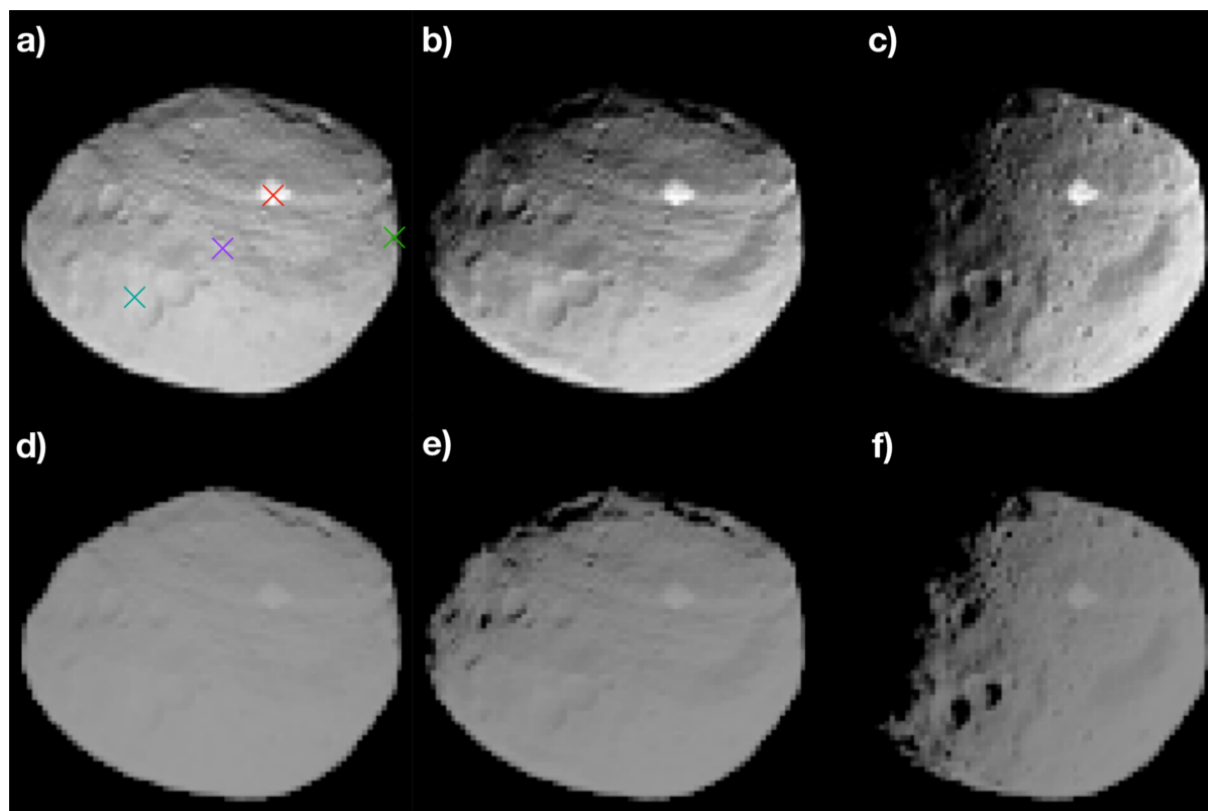


FIGURE 8.7 – Observations simulées de l’astéroïde (4)Vesta à différents angles de phase. Photométrie de Vesta à  $0.4\mu\text{m}$  à angles de phase  $25^\circ$  (a),  $42^\circ$  (b) et  $64^\circ$  (c). Images fausses-couleurs de Vesta à angles de phase  $25^\circ$  (d),  $42^\circ$  (e) et  $64^\circ$  (f). Les valeurs RGB des pixels correspondent respectivement aux valeurs de réflectance à  $2\mu\text{m}$ ,  $1\mu\text{m}$  et  $0,4\mu\text{m}$ . La résolution spatiale est de  $92\text{ m/px}$ . Les croix colorées indiquent la position des prises de mesures spectroscopiques étudiées par la suite (fig. 8.12).

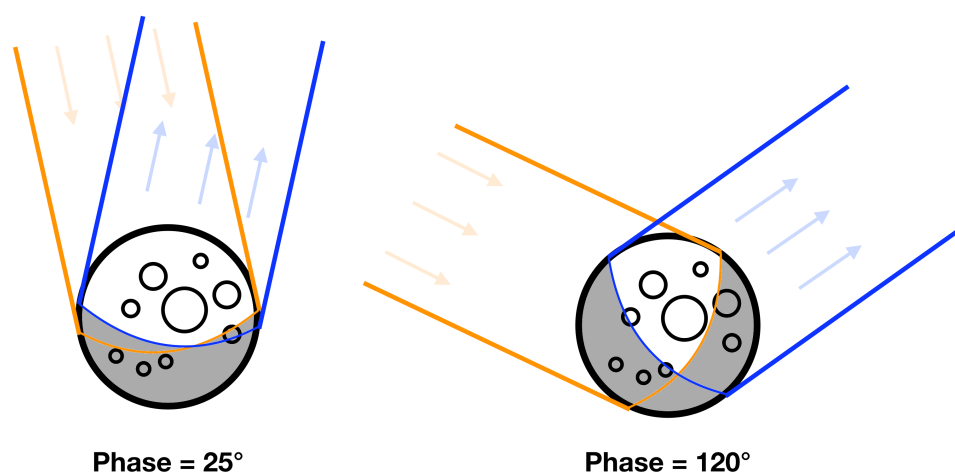


FIGURE 8.8 – Schéma des zones éclairées (jaune) et observées (bleu) sous différents angles de phase. La portion blanche correspond à l’intersection des zones éclairées et observées, donc à la surface générant le spectre mesuré.

va de même pour l’émergence.

La position de l’observateur est fixée par rapport à la surface de l’objet, ainsi les angles d’émergence sur chacune des facette seront identiques pour tous les angles de phase étudiés. Ce n’est pas le cas de l’incidence, ainsi la position du point sub-solaire est mobile sur la surface du corps planétaire (fig. 8.10).



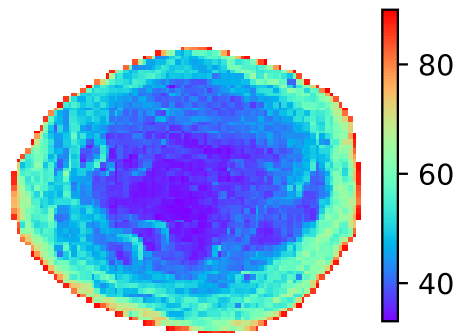


FIGURE 8.9 – Variations de l’angle d’émergence sur les facettes du modèle de Vesta. Le formalisme des angles est fixé similaire à SHADOWS,  $0^\circ$  correspondant à la verticale à la surface.

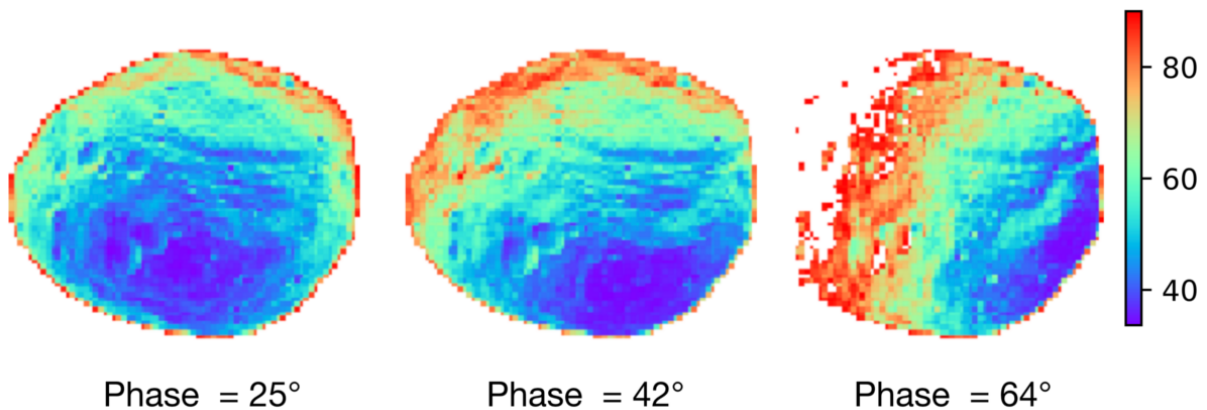


FIGURE 8.10 – Angles d’incidence effectifs sur les facettes du modèle de Vesta aux différents angles de phase. Le formalisme des angles est fixé similaire à SHADOWS,  $0^\circ$  correspondant à la verticale à la surface.

On remarque aisément le déplacement du point sub-solaire (zone où les angles d’incidences sont proches de 0) du centre du corps vers le limbe avec l’augmentation de l’angle de phase. La topographie de la surface est visible par les variations d’angle d’incidence sur les bords des cratères ou des différentes élévations. De plus, il est important de noter que la taille de la zone sous incidences faibles diminue avec l’augmentation de l’angle de phase, au profit de la zone illuminée sous incidences rasantes (fig. 8.11).

À l’angle de phase  $25^\circ$ , la majorité des facettes sont illuminées sous une incidence entre  $35^\circ$  et  $65^\circ$ . Cette proportion décroît ensuite avec l’augmentation de l’angle d’incidence, jusqu’à atteindre l’illumination rasante aux limbes. L’augmentation de l’angle de phase amène à une distribution plus homogène des angles d’incidence sur la surface de l’objet, avec cependant une légère majorité d’incidences supérieures à  $60^\circ$  pour la phase la plus élevée. La distribution des angles d’incidences, et donc de la configuration géométrique, va déterminer la réflectance du corps planétaire intégrée sur toute sa surface. Ainsi, à faible angle de phase, la réflectance sera régie par les faibles angles d’incidence, à l’inverse des grands angles de phase où la proportion de géométries rasantes est plus importante.

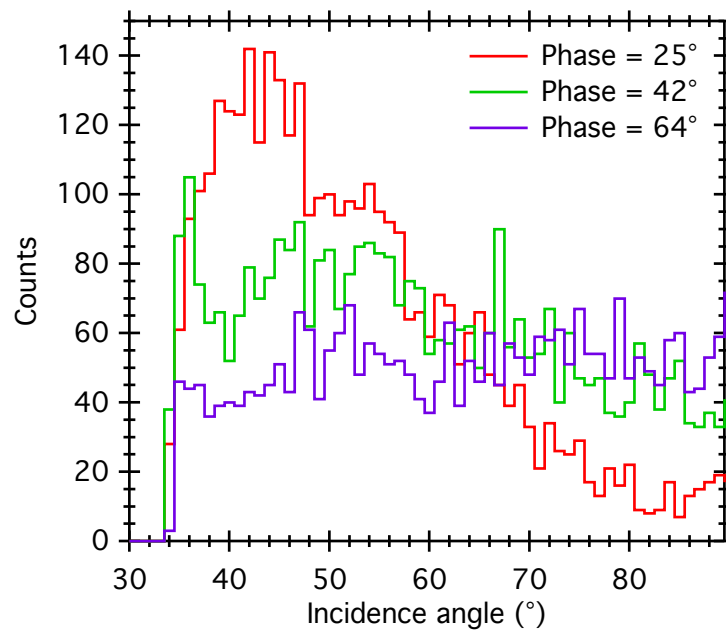


FIGURE 8.11 – Histogrammes de la répartition des angles d’incidences sur la surface de Vesta sous les différents angles de phase étudiés : 25° (rouge), 42° (vert) et 64° (violet).

### Implication sur la photométrie mesurée

J’analyse à présent la spectroscopie aux différents points de l’astéroïde Vesta, ainsi que la réflectance du corps intégrée sur toute sa surface, similaire à une observation où l’objet ne serait pas résolu (fig. 8.12 et table 8.2). Cette analyse permettra de mettre en avant des possibles différences entre des spectres acquis à même angle de phase, mais sur une surface plane (météorites en laboratoire) ou sphérique (corps observé). La réflectance de Vesta est comparée à une sphère lambertienne de réflectance 1. Le spectre obtenu est ensuite comparé aux mesures en laboratoire sur Mukundpura, dans des conditions similaires d’éclairage et d’observation.

	Patch	Limbe	Cratère	Sub-ter.	Intégré	Météorite
Phase = 25°						
$R_{0.4\mu m}$	0,0116	0,0035	0,0086	0,0068	0,0317	0,0293
Pente	1,057	1,259	1,087	1,129	1,129	1,002
$BD_{3\mu m}$	23,92	29,84	32,84	33,73	33,73	33,35
Phase = 42°						
$R_{0.4\mu m}$	0,0097	0,0055	0,0059	0,0048	0,0256	0,0242
Pente	1,088	1,207	1,167	1,160	1,160	1,105
$BD_{3\mu m}$	23,13	34,80	32,60	33,43	33,43	32,88
Phase = 64°						
$R_{0.4\mu m}$	0,0077	0,0068	0,0030	0,0029	0,0220	0,0228
Pente	1,105	1,177	1,096	1,173	1,173	1,193
$BD_{3\mu m}$	23,71	33,82	33,79	32,96	32,96	33,46

TABLE 8.2 – Paramètres spectraux des différents points de la surface de Vesta. Patch = point brillant recouvert de Mukundpura (bloc).  $R_{0.4\mu m}$  représente la radiance et la réflectance à  $0.4\mu m$  des points de la surface et du corps non résolu respectivement.  $BD_{3\mu m}$  représente l’amplitude de la bande à  $3\mu m$ .

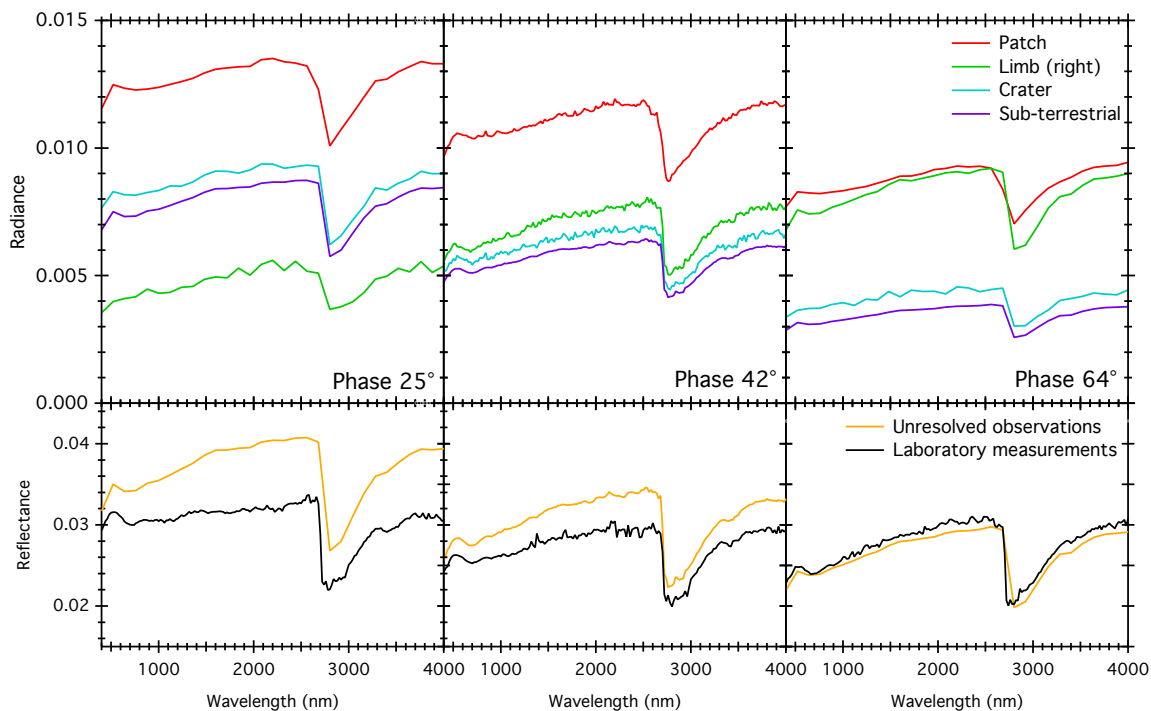


FIGURE 8.12 – Réflectance mesurée de Vesta sur différents points de l’astéroïde. Rouge : point brillant. Vert : limbe droite. Bleu : limbe gauche. Violet : point sub-terrestre. Orange : spectroscopie de l’objet moyennée sur la surface totale. Noir : réflectance de Mukundpura mesurée en laboratoire dans des géométries similaires à celles des observations (émergence  $0^\circ$ , incidence variable à  $20^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $60^\circ$ ).

La réflectance de tous les points analysés ici est impactée par l’augmentation de l’angle de phase. Les albédos du point brillant et du point sub-terrestre diminuent respectivement de 0,0116 à 0,0077 et de 0,0068 à 0,0029, car ces deux points s’approchent du côté nuit de l’astéroïde. La réflectance du cratère diminue de près d’un facteur 3 par l’augmentation de l’ombre portée. Enfin, la réflectance du limbe droit augmente de 0,0035 à 0,0068 avec le rapprochement du point sub-solaire. En analysant le spectre intégré, on remarque que la réflectance de Vesta diminue avec l’augmentation de la phase, accompagné d’une baisse de la pente spectrale. Bien que les conditions d’éclairage et d’observation soient similaires, Vesta présente une réflectance plus élevée et plus rouge que les mesures en laboratoire sur la météorite aux angles de phase 24 et 42°. Cependant, à  $64^\circ$  d’angle de phase, les spectres de deux objets sont très similaires, présentant une réflectance de 0,0220 pour Vesta et 0,0028 pour la météorite, avec un écart de pente spectrale de seulement 0,02.

Dans le cas de Vesta, les écarts photométriques observés entre le corps modélisé et la météorite en laboratoire sont dus au point brillant présentant une texture différente, et principalement des variations géométriques dues à la forme et la topographie de Vesta. Afin d’analyser les effets de la forme seule de l’objet, il est nécessaire d’utiliser un corps de composition et texture homogène et de modèle de forme simple.

### 8.3 Réflectance d’un corps sphérique

On considère dans un premier temps un corps parfaitement sphérique, dont la surface est recouverte de manière homogène par la même composition et texture. Sa réflectance est calculée en fonction d’un même corps recouvert d’une surface lambertienne de réflectance 1. Je compare dans un premier temps la réflectance du corps planétaire simulé

intégrée sur toute sa surface, le spectre simulé par le modèle RTLSR inversé des mesures et les spectres acquis en laboratoire (fig. 8.13). La plupart des mesures sur les météorites sont effectuées avec un angle de phase de  $30^\circ$ , avec l'angle d'incidence ou d'émergence fixé au nadir. Je compare donc les mesures et les spectres simulés à  $i=0^\circ$  et  $e=30^\circ$ , avec l'observation simulée du corps à angle de phase  $30^\circ$ .

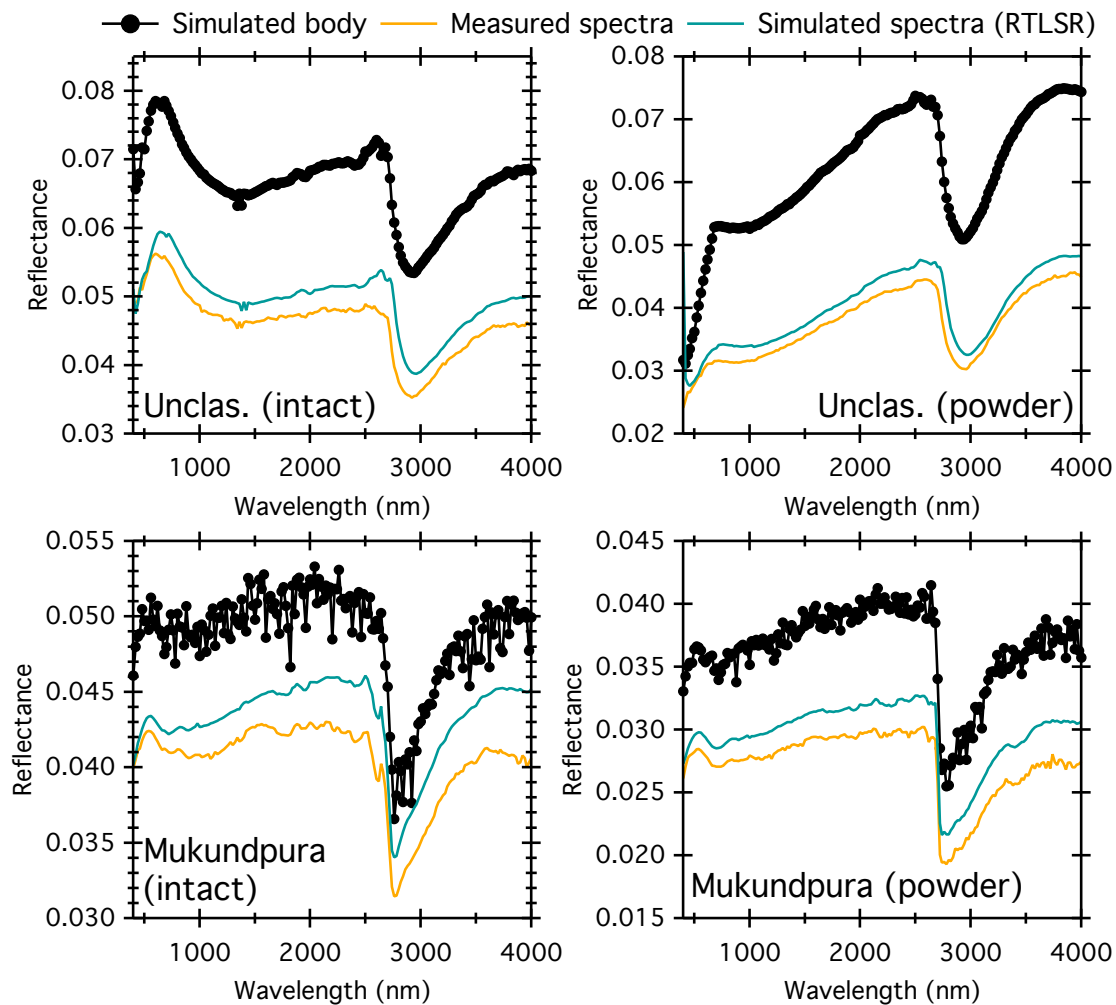


FIGURE 8.13 – Spectres en réflectance mesurés en laboratoire (orange), simulés par le modèle RTLSR (vert) et issus d’observation intégrée simulée d’un corps sphérique (noir). Chacune des deux textures (bloc et poudre) des deux échantillons Mukundpura et Unclas. sont analysées. La géométrie est fixée à angle de phase  $30^\circ$  ( $i=0^\circ$ ,  $e=30^\circ$ ).

Dans tous les cas, la réflectance du corps simulé est supérieure à celles des météorites, mesurées ou par RTLSR. L’angle de phase est identique pour tous les spectres, les différences observées entre les spectres de météorites et les observations viennent donc des variations d’angle d’incidence sur la surface du corps sphérique simulé, tel qu’il a été montré avec l’exemple de Vesta (fig. 8.10).

On regarde à présent les variations spectrales du corps simulé avec l’augmentation de l’angle de phase, comparées encore une fois aux mesures en laboratoire et spectres modélisés (fig. 8.14). Dans le cas présent d’une sphère homogène en composition, peu importe que l’incidence ou l’émergence soit fixe, la géométrie n’est fixée que par l’angle de phase. Cependant, on prendra en compte tous les angles d’incidence des mesures et spectres simulés.

Les courbes de phase du corps simulé et des BRDFs, mesurée ou simulée, présentent

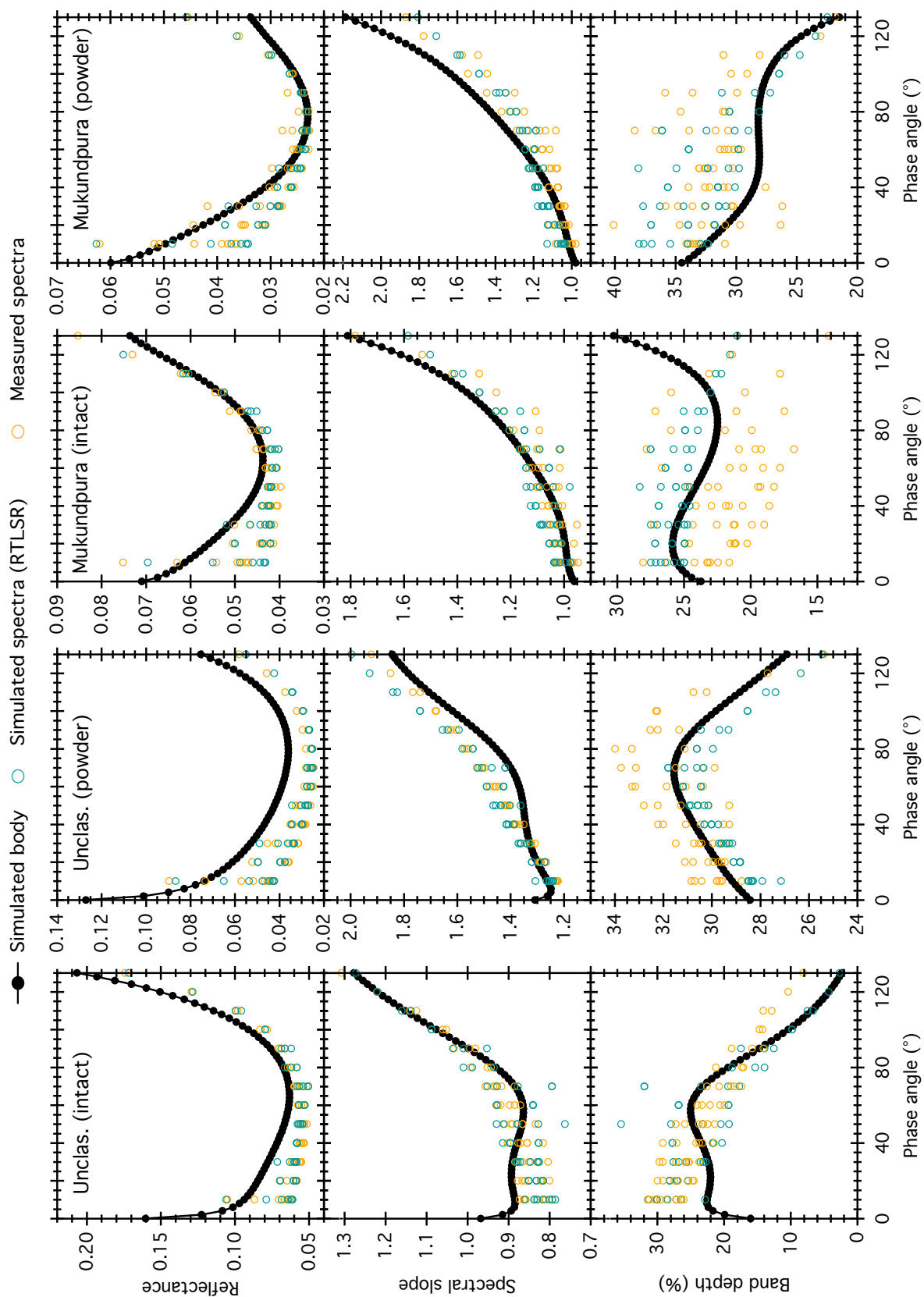


FIGURE 8.14 – Courbes de phase de la réflectance à 560 nm, pente spectrale et amplitude de la bande -OH pour les 4 textures analysées. Noir : corps planétaire simulé (spectroscopie intégrée sur la surface), Vert : spectres issus de l'inversion par le modèle RTLSR, Orange : spectres mesurés en laboratoire.

de légères différences, quelque soit la composition et texture de la surface étudiée. Les écarts sont néanmoins faibles, jusqu'à 3% absolu en valeur de réflectance, 0,4 pour la pente spectrale mais 10% d'écart d'amplitude de la profondeur de bande. Ces valeurs sont généralement inférieures aux barres d'erreur des observations spectroscopiques, mais indiquent bien un biais dans la comparaison d'un corps sphérique et d'une surface plane en laboratoire. Ce cas d'un corps sphérique de composition homogène représente le cas le plus simple, on peut s'attendre à un impact bien plus important sur la spectroscopie dans le cas d'une forme plus complexe.

## 8.4 Conclusions et perspectives

La simulation des corps astéroïdaux et de leur observation spectroscopique a permis de mettre en avant une nouvelle source d'impact sur la réflectance : l'astéroïde lui-même. Les différentes géométries engendrées par le terrain accidenté du petit corps va amener à des variations spectrales sur la surface de l'objet, pouvant être attribuées à tort à des variations de composition ou texture. Il a été montré que la réflectance d'un corps sphérique était différente de celle mesurée en laboratoire sur une météorite, par le simple fait de la forme du corps astéroïdal. Ainsi, dans le cas d'observations d'un corps dont le modèle de forme est connu et différente d'une sphère, comme ce qui est souvent le cas pour les astéroïdes, la comparaison directe du spectre avec celui d'une météorite peut être biaisée.

L'application de données de BRDFs sur des modèles de forme d'astéroïde permet également, à l'heure actuelle, la simulation des observations par les futurs grands instruments, ici HARMONI au foyer optique du ELT. Des applications peuvent être trouvées au James Webb Space Telescope, spécialement attendu pour l'observation des petits corps, ainsi qu'à d'autres futurs satellites ou sondes.

Cette analyse n'est encore que préliminaire et demande de nombreuses heures de calcul et de travail de modélisation, mais présente déjà des résultats encourageants. Les impacts sur la réflectance de modèles de forme de plus en plus compliqués seront analysés, avec différents mélanges de composition et texture. J'ai par exemple l'idée d'utiliser le modèle de forme de l'astéroïde (25143)Itokawa (fig. 8.15), constitué de deux lobes et présentant des zones de blocs et de régolith bien définies sur la surface.

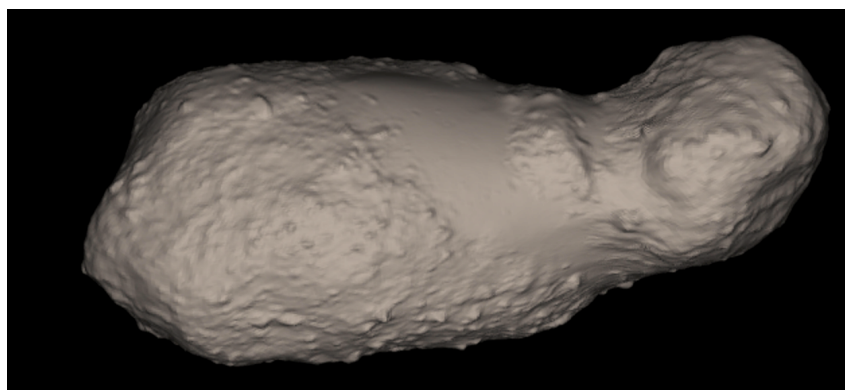


FIGURE 8.15 – Modèle de forme de l'astéroïde (25143)Itokawa montrant deux zones distinctes de régolith fin et de blocs. Modèle de forme du site "*3D Asteroid Catalogue*".

Cependant, l'application de ces simulations pour l'analyse d'observations réelles n'est pas encore possible. En effet, afin d'évaluer précisément l'impact de la forme de l'astéroïde sur la réflectance, il est important d'avoir un modèle de forme suffisamment bien défini de la cible, donc couplant des mesures radar, des observations sous différents angles

ainsi que des mesures d'élévations. La modélisation des surfaces doit aussi être couplée à un catalogue de BRDFs de surfaces de compositions et textures variées avant d'être utilisée pour l'analyse de la spectroscopie des petits corps avec prise en compte complète de la géométrie. De nouvelles mesures de BRDF doivent donc être réalisées sur une grande variété de composition et de texture, avec une gamme de géométries couvrant les angles rasants jusqu'à l'effet d'opposition.

# CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET PERSPECTIVES

La spectroscopie en réflectance est l'une des techniques les plus simples à mettre en place, et donc la plus souvent utilisée pour l'analyse des surfaces planétaires et des petits corps. Elle permet d'obtenir des informations sur la composition de la surface étudiée ainsi que sur son histoire d'altération. Cependant, la réflectance dépend également de nombreux paramètres, susceptibles d'altérer notre interprétation des données reçues. Il est donc important de caractériser avec précision les effets de ces paramètres sur les spectres en réflectance, afin de s'affranchir de ces biais, voire d'en tirer des informations complémentaires.

Les mesures précises de la spectroscopie d'échantillons à l'échelle de l'ordre du millimètre et reflétant moins d'un pourcent de la lumière incidente relèvent d'un défi technologique. Le spectro-gonio radiomètre SHADOWS a été spécialement pensé pour l'analyse de ces surfaces extrêmes, et ses performances ont été validées par l'analyse du matériau le plus noir au monde à l'heure de l'écriture de ce manuscrit, le Vantablack. SHADOWS a été conçu pour être modulable et offrir plusieurs types de mesures différentes, et ce en demandant peu de connaissances de la part des opérateurs. Le goniomètre permet la mesure de spectres simples ainsi que de diverses séries angulaires comme les BRDFs. Les deux cellules environnementales MIRAGE et IceBERG permettent le contrôle de la pression et de la température de l'environnement autour de l'échantillon analysé. Ainsi, l'instrument au complet est capable de réaliser des mesures en réflectance d'une surface sur près de la demi-sphère complète au-dessus de la surface étudiée, et plaçant l'échantillon de l'environnement cryogénique des objets éloignés du Soleil, à 80K, jusqu'aux hautes températures des corps proches de l'étoile, à 380°C.

Tout comme son grand frère SHINE, SHADOWS est ouvert à la communauté en tant que facilité dans le programme européen Europlanet. L'instrument est donc appelé à être utilisé par des opérateurs avec peu de connaissances concernant le principe de réflectance, ainsi que dans le fonctionnement poussé du goniomètre. Un soin tout particulier a été apporté au logiciel de contrôle du goniomètre afin de le rendre suffisamment intuitif pour être utilisé par le plus grand nombre. De plus, les données sortantes de SHADOWS sont disponibles en libre accès dans les bases de données GhoSST et CSS de SSHADE. Les spectres des articles inclus dans ce manuscrit sont déjà disponibles à la communauté dans cette base de données en ligne. La définition des angles du goniomètre a été fixée selon un formalisme commun à d'autres instruments de réflectance bidirectionnelle. Les fichiers de données spectrales de SHADOWS ont été formatés afin de faciliter l'inclusion des données dans la base de données en ligne SSHADE.

Malgré plus de trois années passées à travailler sur ce goniomètre, plusieurs méthodes de mesures n'en sont encore qu'au stade de développement. C'est notamment le cas de la polarimétrie et de la mesure à l'opposition. Ces protocoles nécessitent encore divers tests et optimisation, décrits dans ce manuscrit (cf Chapitre 4).

Les missions actuelles étudiant les petits corps du Système Solaire sont le plus souvent à la recherche des signatures infrarouges d'eau et de composés organiques, bases de la formation de la vie. Ces signatures sont également portées par les météorites, et peuvent donc être analysées en laboratoire. Il a notamment été montré grâce à SHADOWS couplé à MIRAGE une évolution des signatures d'hydratation sous des températures typiques de la Ceinture Principale et des géocroiseurs. La baisse d'amplitude des bandes du fer



oxydé dans le domaine du visible, ainsi que le décalage en longueur d'onde de leur minimum de réflectance traduisent l'effet de la température de la surface. Cependant, la signature la plus étudiée dans le cas des petits corps reste la bande d'absorption due aux groupes hydroxyles des minéraux hydratés et des molécules d'eau. Il a été montré dans ce manuscrit (cf Chapitre 6) que la séparation des diverses composantes de cette bande permet de remonter à l'histoire d'altération aqueuse et thermique de la surface cible. Cette analyse a demandé l'utilisation d'un nouveau modèle de déconvolution spectrale utilisant des profils EMGs. Ce modèle a notamment permis de confirmer la présence d'une faible bande d'absorption de l'eau autour de  $2,75 \mu\text{m}$  dans les spectres des argiles, détectée mais non analysée auparavant car mêlée à une signature d'absorption des hydroxyles bien plus importante.

La comparaison des résultats obtenus sur les météorites placées en conditions astéroïdales et les observations réalisées par le télescope AKARI a permis de mettre en lumière une nouvelle analyse possible des surfaces. En effet, il a été montré que les astéroïdes d'une même classe présentaient sensiblement les mêmes composantes porteuses de -OH, et que la forme de la signature spectrale à  $3\text{-}\mu\text{m}$  pouvait être utilisée comme traceur de l'histoire d'altération aqueuse et thermique des surfaces.

L'analyse des surfaces par la déconvolution de leur signature des -OH nécessite encore d'être approfondie. L'analyse spectrale de corps purs typiques de la composition de la surface des petits corps, comme les phyllosilicates de type serpentine, et de structure cristalline connue permettra d'améliorer le modèle, et de confirmer le lien entre la composition de la surface et la forme de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$ . Une collaboration est actuellement en cours mêlant les données spectroscopiques et de diffraction de rayons X afin de mettre en évidence une possible altération de la structure cristalline des minéraux par l'altération thermique d'une surface.

Toutes les mesures de réflectance des petits corps ou de météorites en laboratoire dépendent de la configuration de la mesure elle-même. La valeur de la réflectance, la pente spectrale, ainsi que la détection de signatures d'absorption sont modifiées par les directions d'illumination et d'observation utilisées. Le *phase reddening*, augmentation de la pente spectrale avec l'angle de phase, est l'un des effets ayant le plus d'impact sur la spectroscopie, car présentant des effets similaires à l'irradiation des surfaces. De plus, il a été montré dans le chapitre 7 que la configuration géométrique pouvait également amener à une disparition des signatures d'absorption. L'angle de phase est d'ailleurs le paramètre le plus utilisé pour représenter la configuration géométrique d'une mesure en réflectance, mais réducteur car il a été montré dans ce manuscrit une dépendance de la réflectance bidirectionnelle avec l'angle d'incidence. La déconvolution de la bande à  $3\text{-}\mu\text{m}$  a mis en évidence des comportements particuliers de chacune des composantes avec l'angle de phase. Cependant, tout comme l'analyse de l'hydratation, cette technique nécessite d'avantage de mesures, notamment de surfaces de composition et structure cristalline parfaitement connues, afin de confirmer et mieux caractériser l'effet observé.

La forte dépendance à la géométrie des spectres en réflectance, notamment la variation avec l'angle d'incidence, amène à des questionnements quand à la comparaison entre une surface relativement plane analysée en laboratoire et celle d'un astéroïde de forme complexe et comportant des variations de terrain. L'application des mesures de BRDFs sur des simulations de surfaces astéroïdales (cf Chapitre 8) permet de mettre en évidence les diverses différences spectrales entre les deux mesures. Nous avons montré dans ce manuscrit que le modèle de Hapke, habituellement utilisé pour l'inversion des spectres en réflectance, donnait des résultats limités sur les BRDFs. À l'inverse, le modèle RTLSR permet une meilleure représentation des spectres quel que soit la géométrie. Cependant, ce modèle ne permet aucune interprétation scientifique des propriétés de la surface étudiée.

La forme de l'astéroïde, ainsi que les différentes élévations de sa surface vont induire des variations locales de géométrie, donc de réflectance. Dans le cas d'observations spectroscopiques non résolues, donc intégrées sur toute la surface du petit corps, toutes ces différentes contributions sont moyennées et induisent des variations dans le spectre en réflectance. Nous pouvons donc grâce à cette technique, mettre en évidence un possible biais dans la comparaison entre la spectroscopie en laboratoire et les observations des petits corps. Nous avons montré dans ce manuscrit des différences significatives dans le spectre d'une météorite acquis en laboratoire, et celui d'un petit corps simulé recouvert de la même météorite. Les fortes différences observées ne sont dues qu'à la forme du corps ainsi qu'au terrain accidenté de sa surface.

L'inversion de nouvelles BRDFs permettra de générer une collection de compositions et textures à appliquer sur les surfaces simulées. Ceci permettra notamment de fixer la composition d'un corps simulé proche de celle de l'original, à injecter dans les programmes de préparation des instruments d'observation. La représentation de corps de plus en plus complexes permettra de raffiner les simulations. Le couplage de mélanges de composition, de texture, l'ajout des effets de la température et de l'irradiation des surfaces pourra permettre à la simulation de se rapprocher des conditions réelles des surfaces astéroïdales, et ce pour générer un spectre similaire à celui observé. Cependant l'analyse inverse, c'est-à-dire la récupération de tous les paramètres de la surface d'un astéroïde depuis le spectre observé et ce par la simple simulation de la cible, serait difficile à l'heure actuelle car nécessite trop de variables libres.

La caractérisation précise de la réflectance bidirectionnelle des surfaces sombres, ainsi que des divers effets modifiant cette spectroscopie présente un intérêt tout particulier pour les missions actuelles et à venir autour des petits corps du Système Solaire. Les échantillons rapportés par les sondes Hayabusa2 et OSIRIS-REx permettront de comparer les mesures effectués sur leurs surfaces et sur les grains collectés, et d'affiner notre connaissance des deux géocroiseurs cibles. Les résultats de cette thèse sont également d'intérêt pour les préparations des futures missions. La spectroscopie en réflectance est notamment utilisée pour le choix des sites d'atterrissage des rovers martiens, ou des sites de collectes d'échantillons des missions Hayabusa2, OSIRIS-REx ou la sonde MMX actuellement en développement. Le futur James Webb Space Telescope pourra réaliser des observations des petits corps en s'affranchissant de l'absorption de l'atmosphère, aussi éloignés soient-ils.

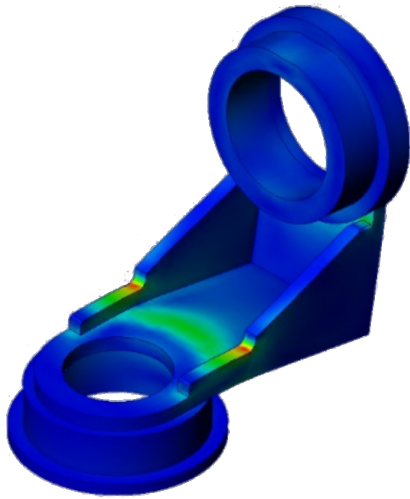


# ANNEXES

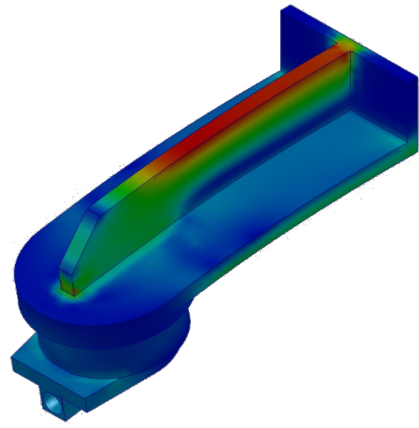
## Déformations mécaniques du goniomètre

Sous l'effet du poids des pièces à supporter, des parties du goniomètre se déforment, principalement en flexion. Ces contraintes mécaniques vont donc induire des déplacements des taches d'éclairement et d'illumination (voir Chapitre 4).

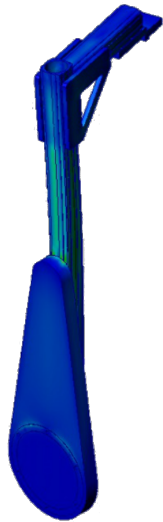
Cette annexe présente des captures d'écran du logiciel de conception mécanique CATIA permettant de calculer les contraintes et déformations mécaniques de pièces.



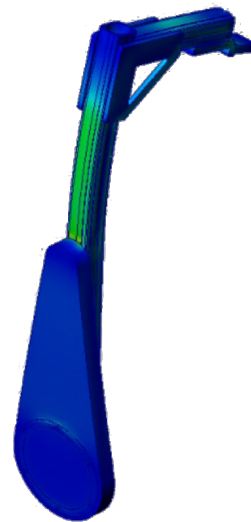
(a) Contraintes sur l'entretoise entre les moteurs d'azimut et d'observation.



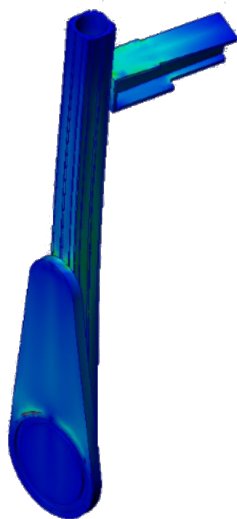
(b) Contraintes sur le soutien du bras d'éclairage.



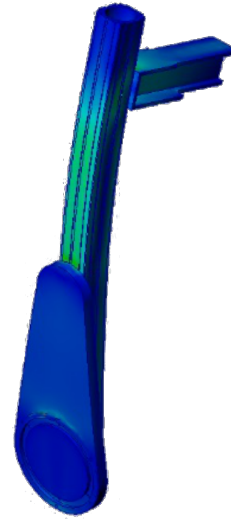
(c) Contraintes sur le bras d'éclairage quand placé au nadir (vertical)



(d) Contraintes sur le bras d'éclairage quand placé à 90° (horizontal)



(e) Contraintes sur le bras d'observation quand placé au nadir (vertical)



(f) Contraintes sur le bras d'observation quand placé à 90° (horizontal)

FIGURE 8.16 – Localisation et intensité des contraintes déformant le goniomètre (captures d'écran des calculs par le logiciel CATIA). L'échelle des couleurs représentant l'intensité des contraintes est fixée ici en unités arbitraires, augmentant du bleu au rouge.

## Spectres résultants des mesures de BRDFs

Cette annexe présente la collection complète des spectres acquis lors des mesures de BRDFs décrites au Chapitre 7.

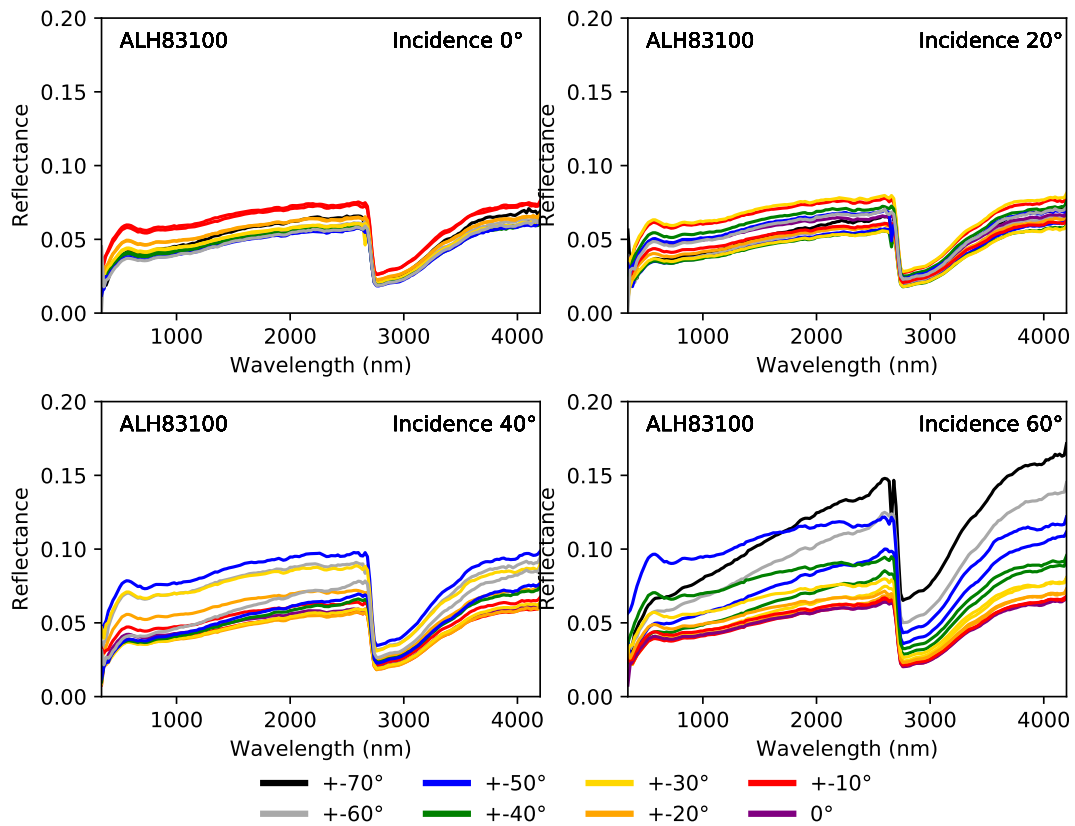


FIGURE 8.17 – Spectres issus de la BRDF de la météorite ALH83100

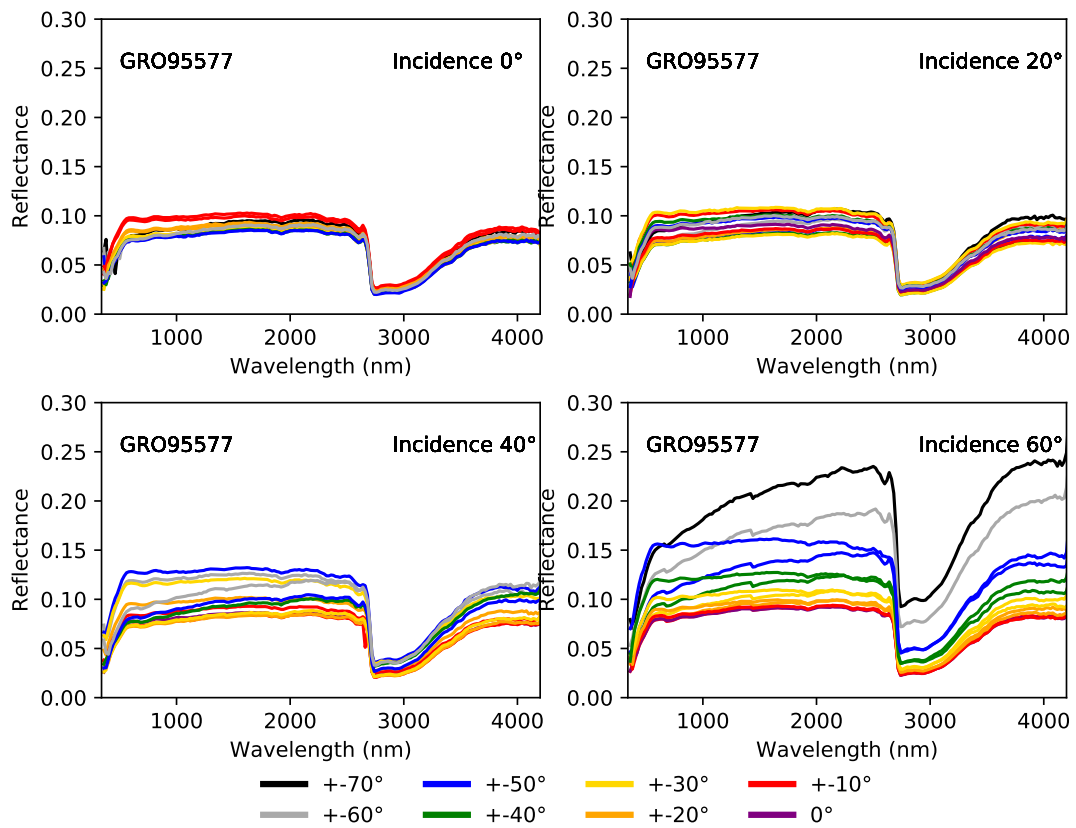


FIGURE 8.18 – Spectres issus de la BRDF de la météorite GRO95577

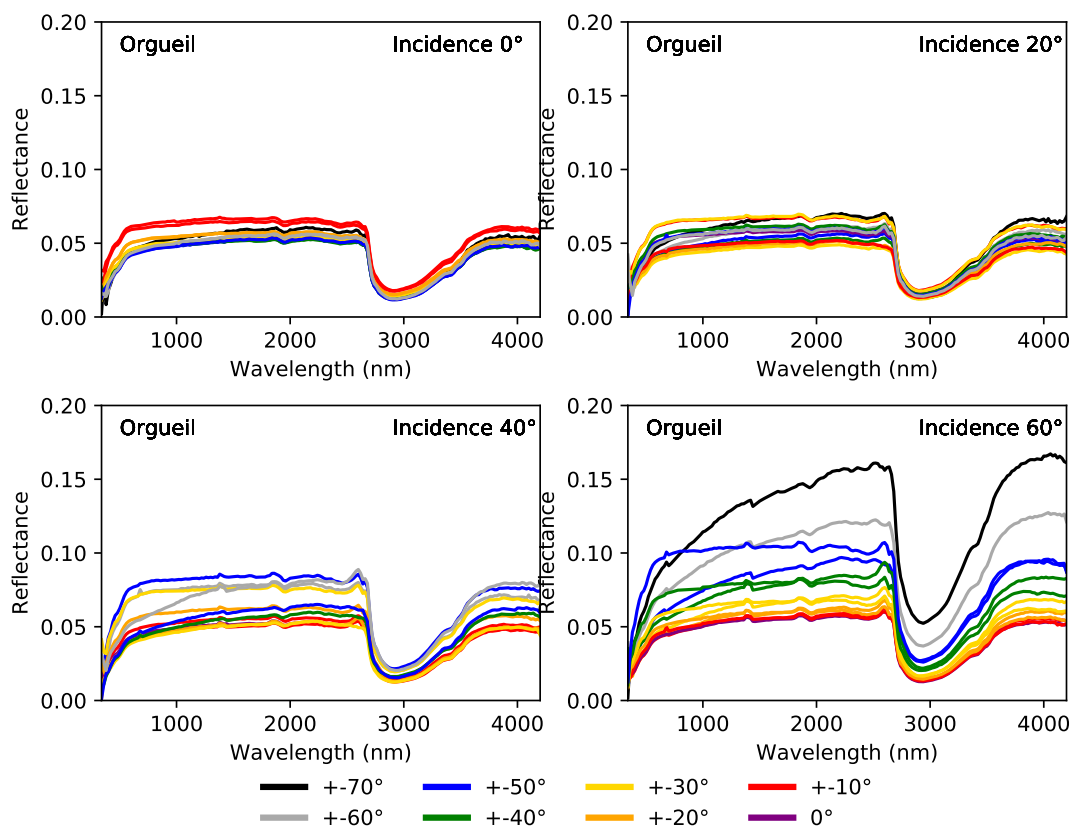


FIGURE 8.19 – Spectres issus de la BRDF de la météorite Orgueil

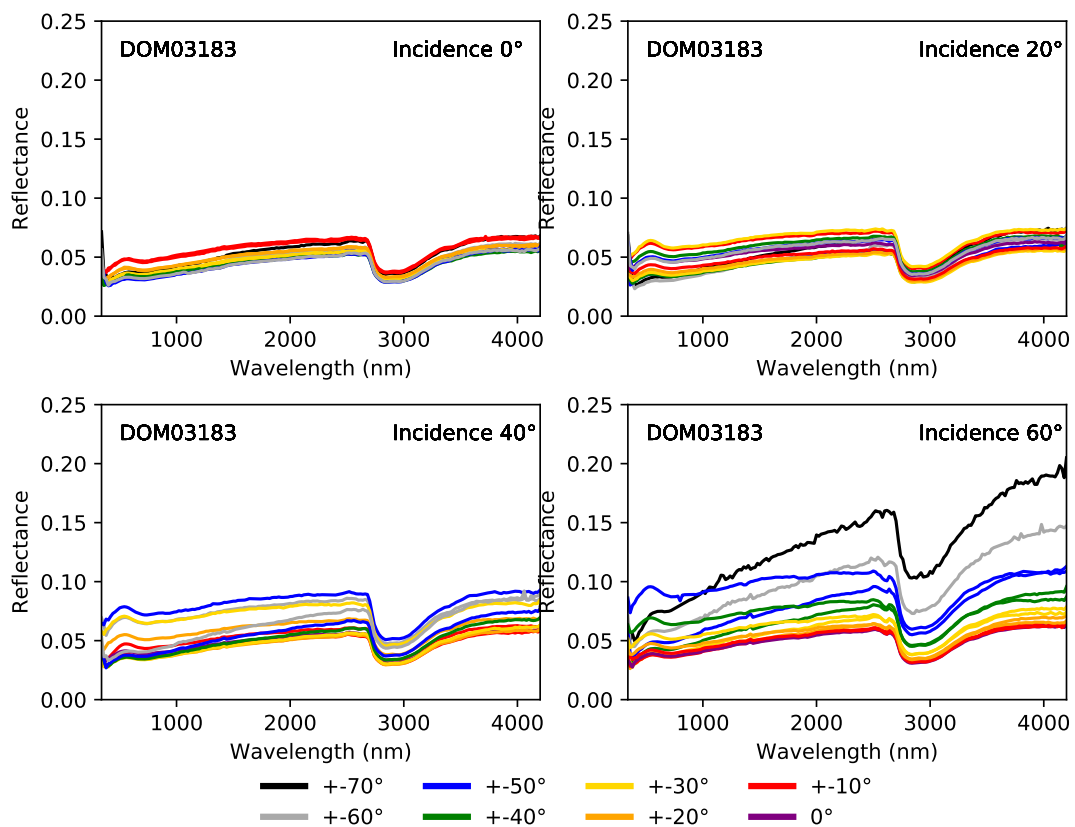


FIGURE 8.20 – Spectres issus de la BRDF de la météorite DOM03183

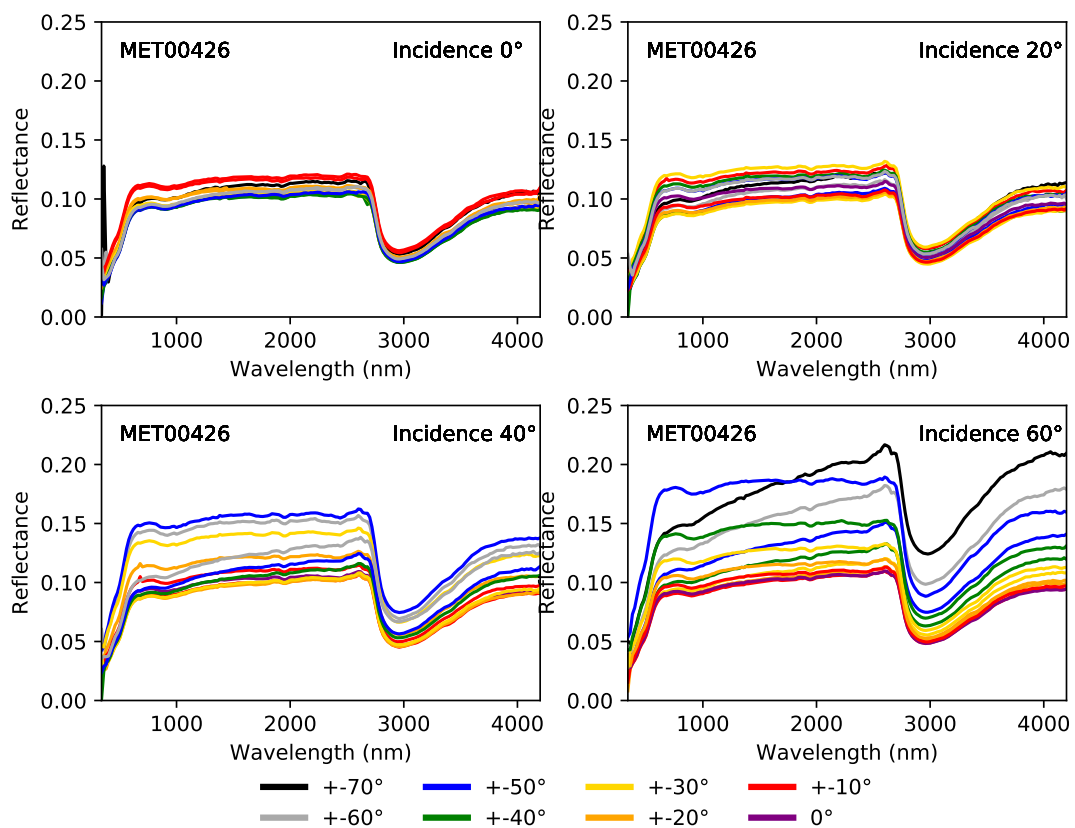


FIGURE 8.21 – Spectres issus de la BRDF de la météorite MET00426



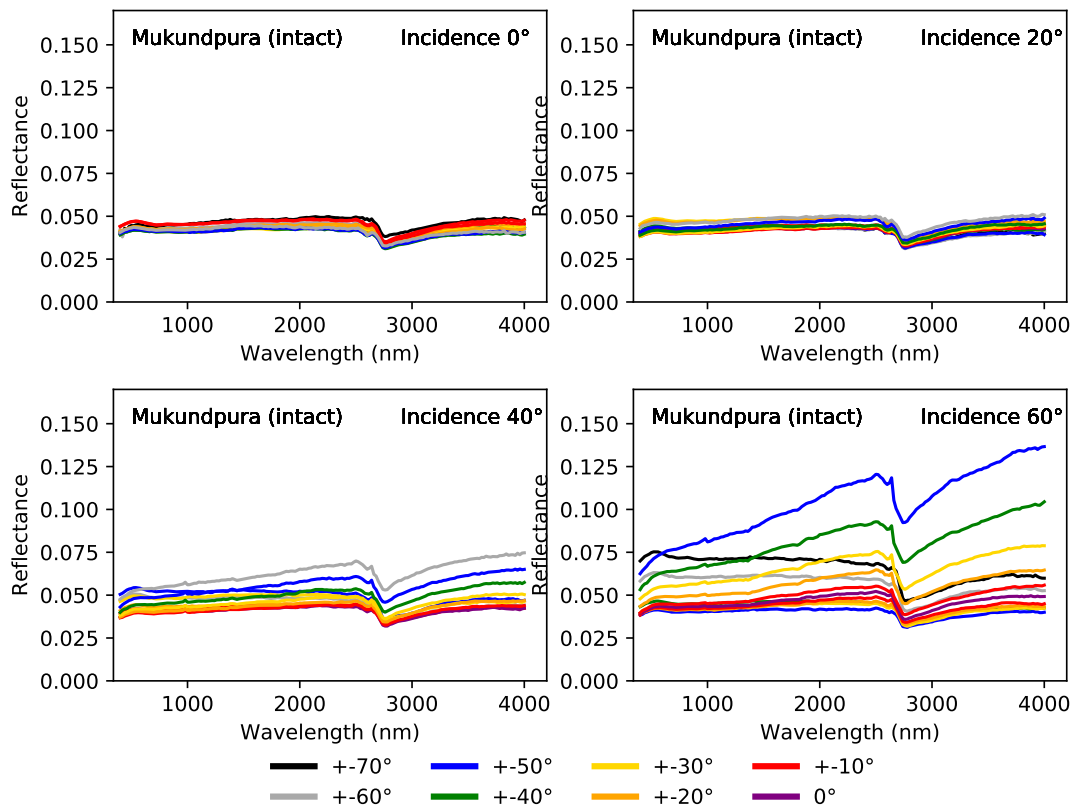


FIGURE 8.22 – Spectres issus de la BRDF de la météorite Mukundpura (bloc)

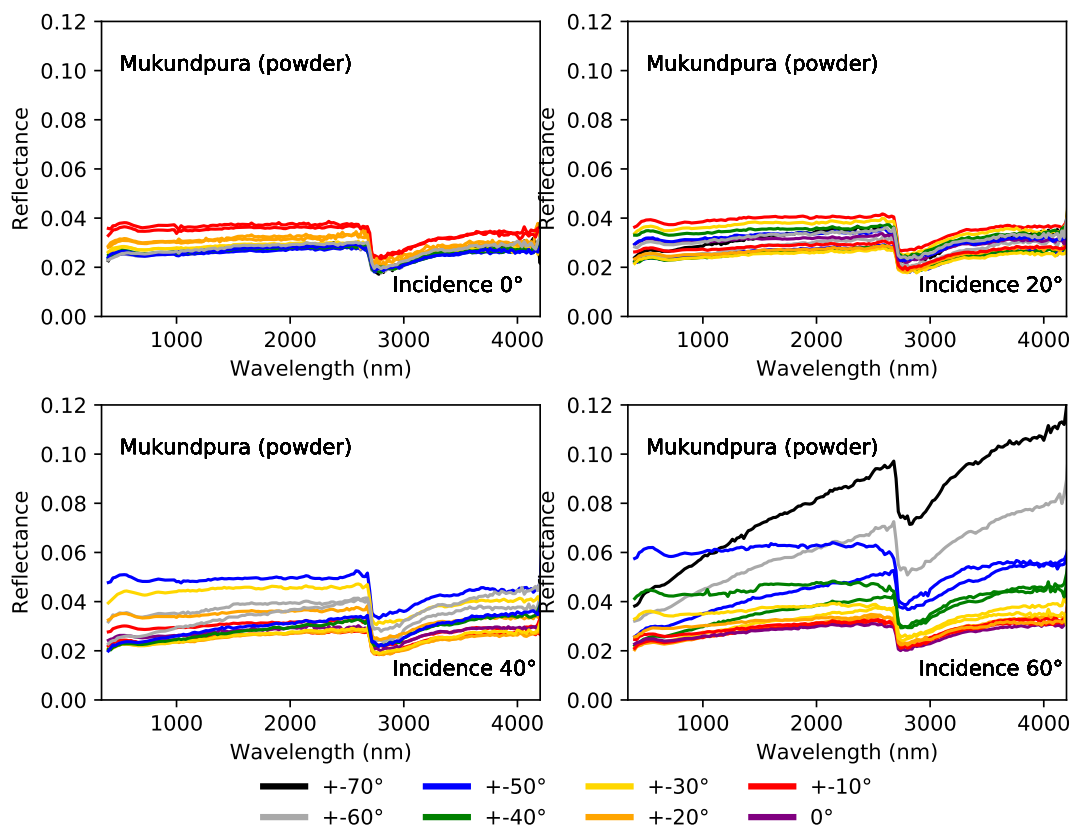


FIGURE 8.23 – Spectres issus de la BRDF de la météorite Mukundpura (poudre)

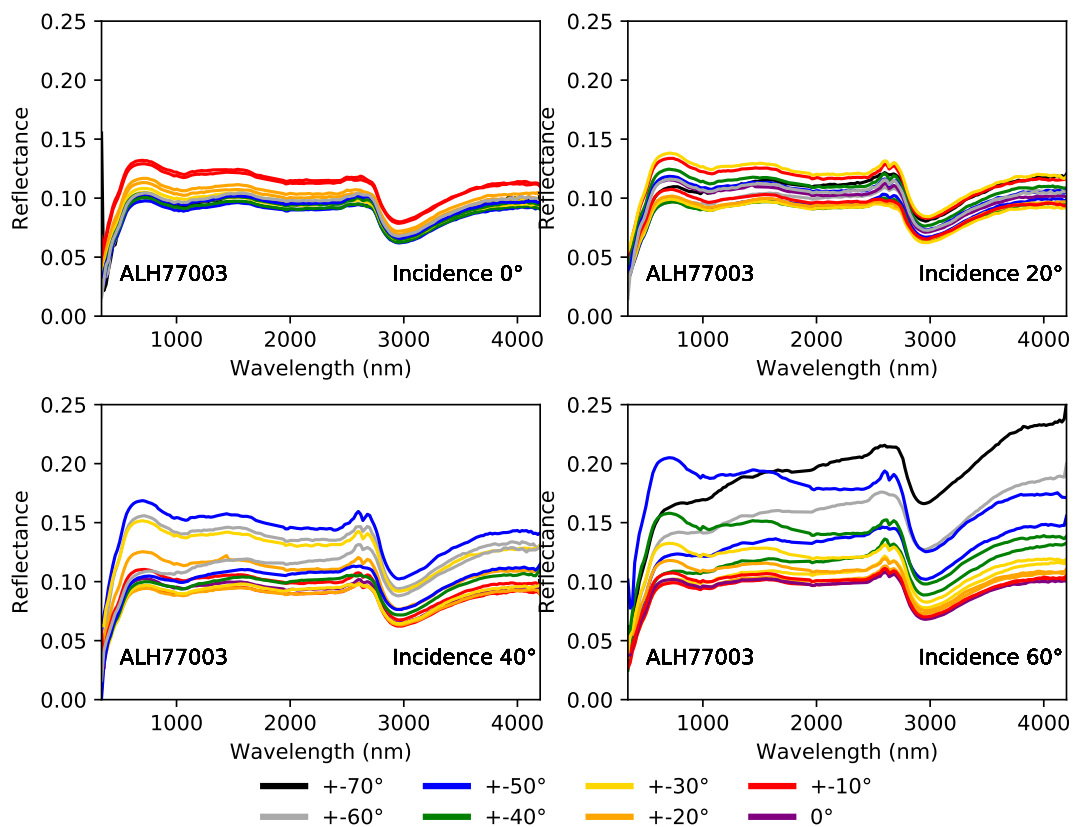


FIGURE 8.24 – Spectres issus de la BRDF de la météorite ALH77003

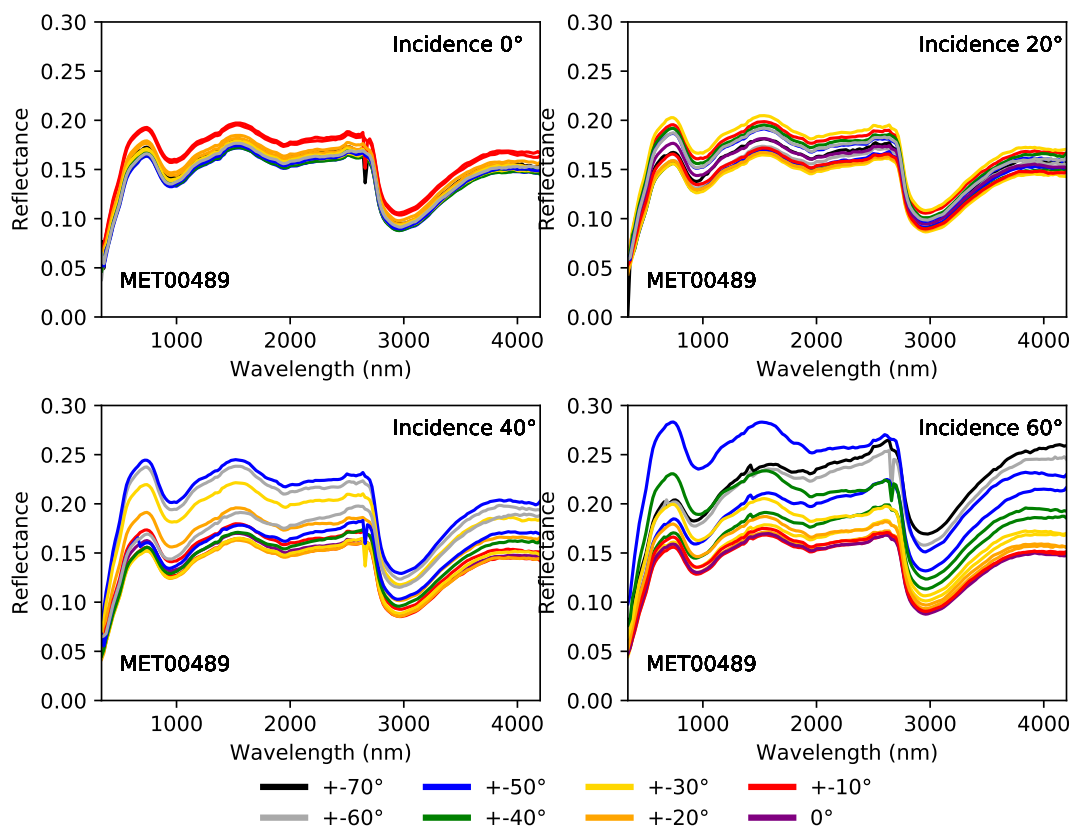


FIGURE 8.25 – Spectres issus de la BRDF de la météorite MET00489

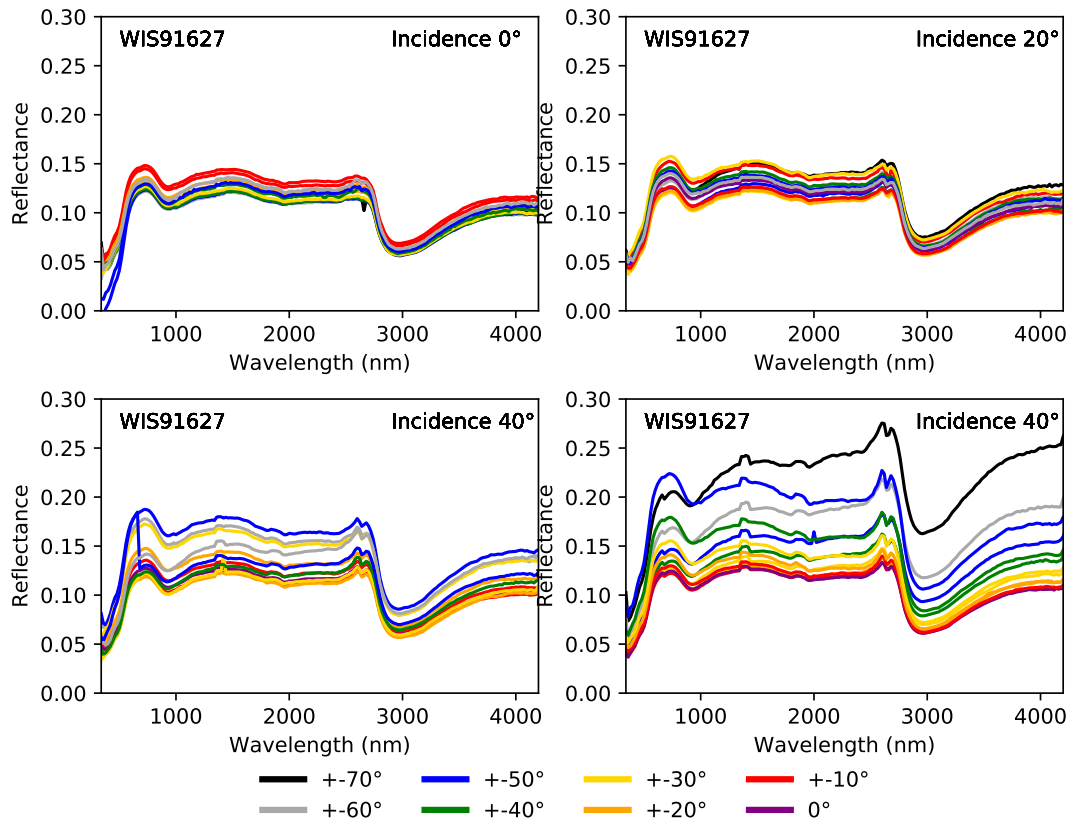


FIGURE 8.26 – Spectres issus de la BRDF de la météorite WIS91627

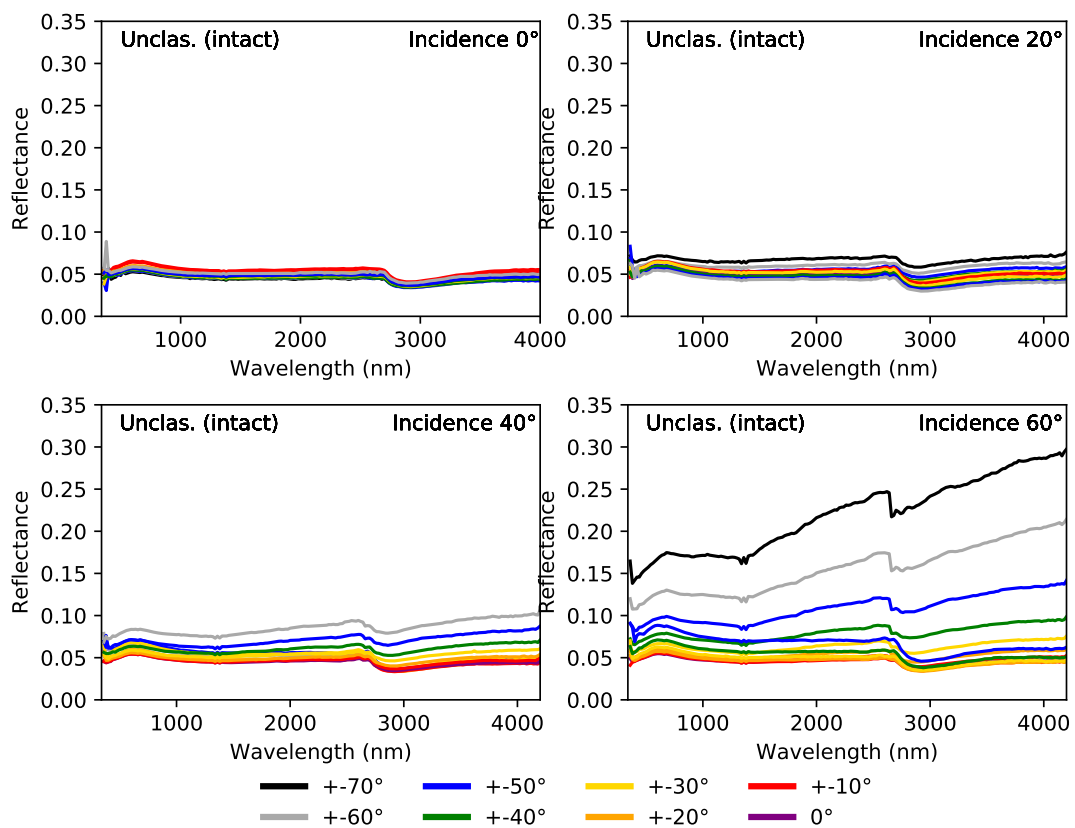


FIGURE 8.27 – Spectres issus de la BRDF de la météorite Unclas. (bloc)

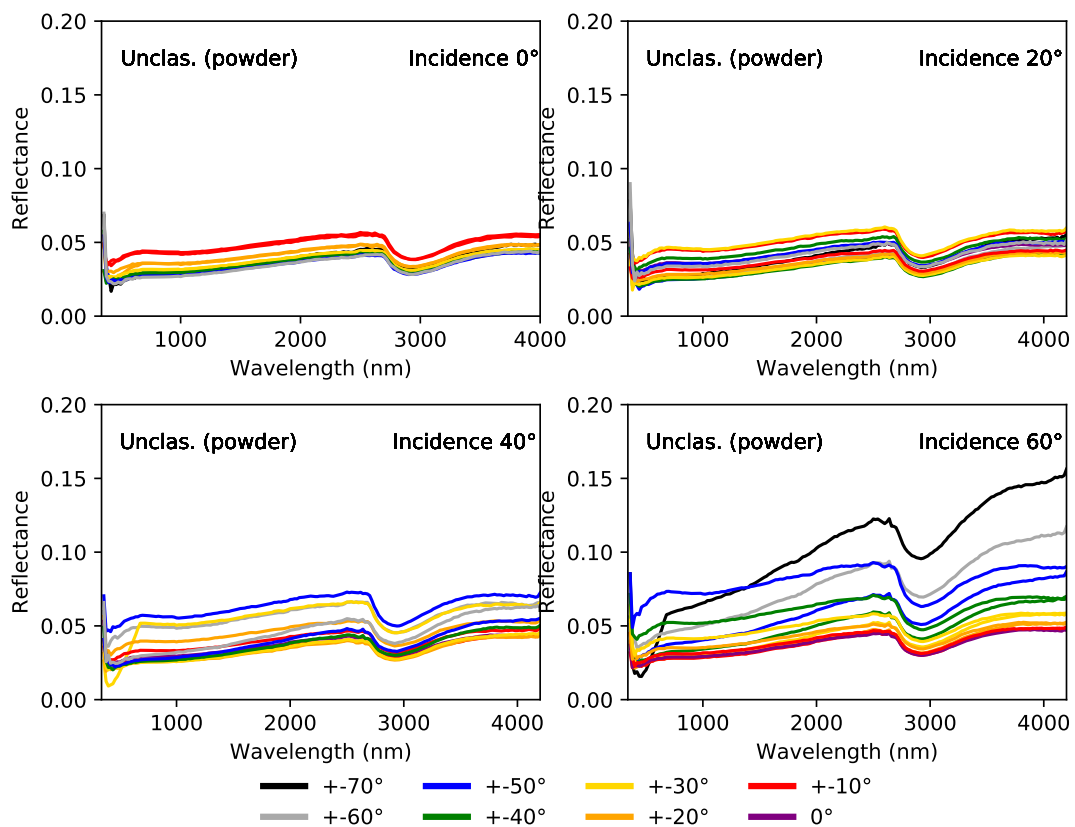


FIGURE 8.28 – Spectres issus de la BRDF de la météorite Unclas. (poudre)

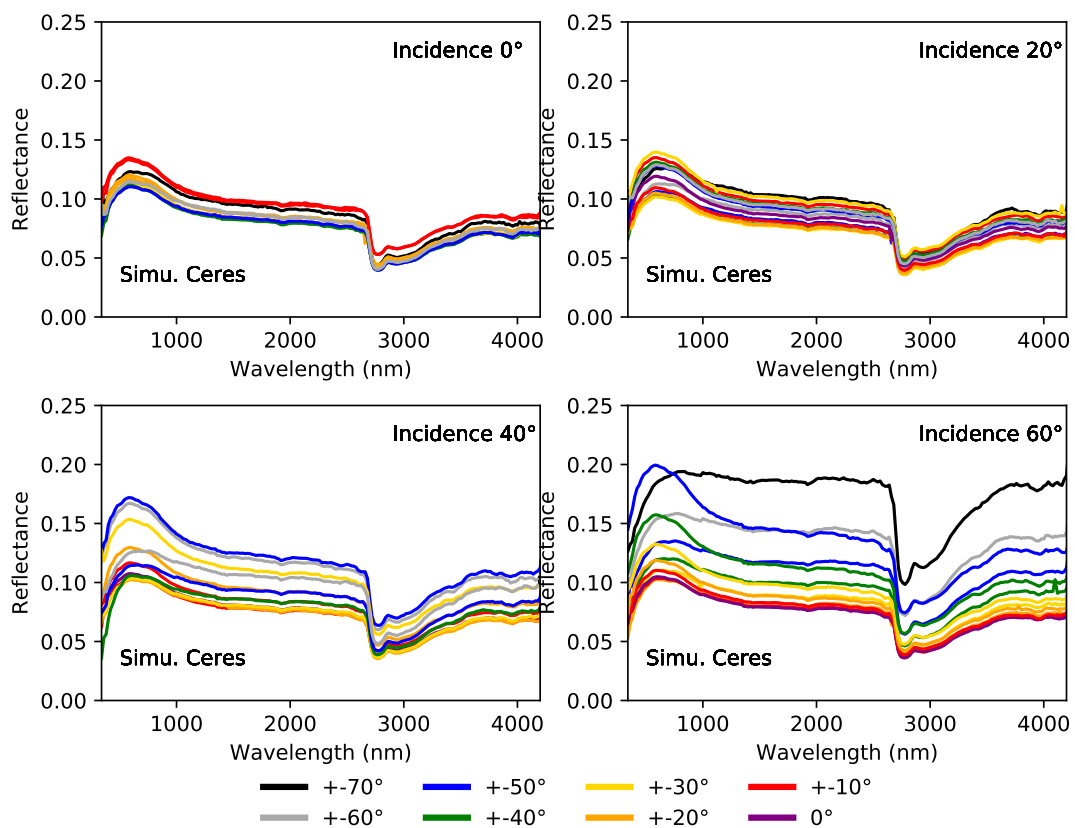


FIGURE 8.29 – Spectres issus de la BRDF du résidu de sublimation du simulant de Cérés

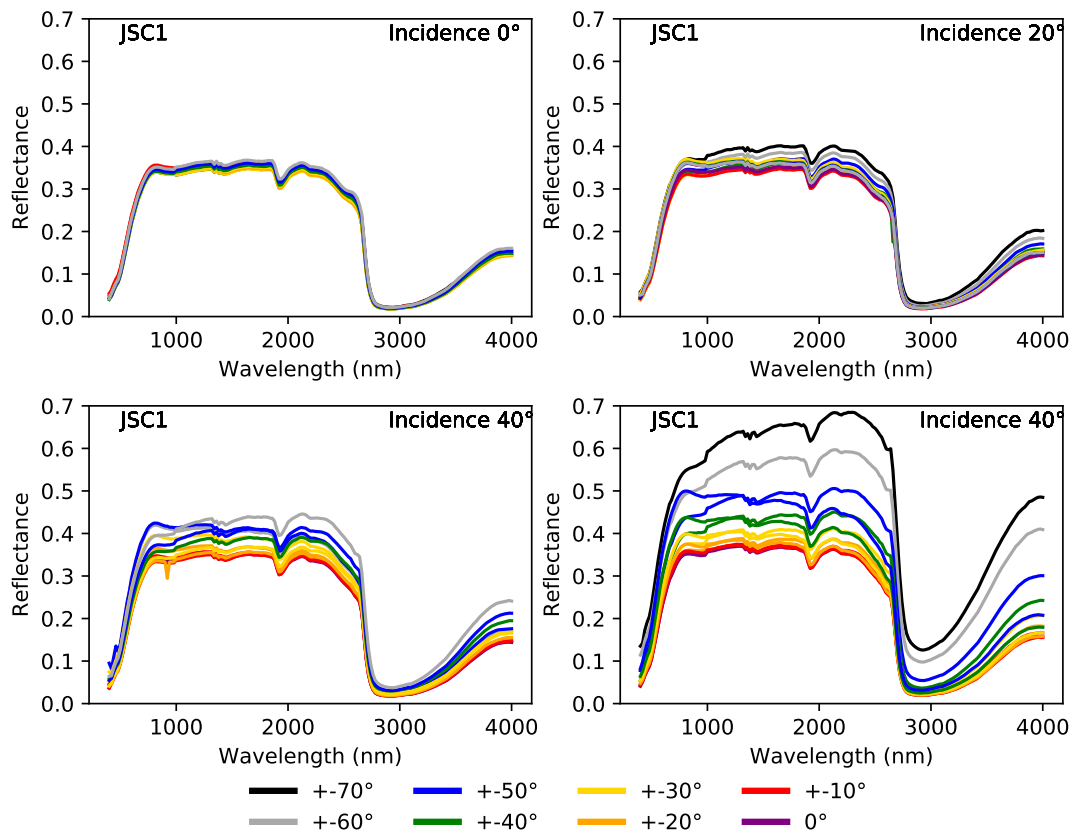


FIGURE 8.30 – Spectres issus de la BRDF du simulant de Mars

# BIBLIOGRAPHIE

- [1] K. Tsiganis. Dynamics of small bodies in the Solar System. *The European Physical Journal : Special Topics*, 186 :67–89, 2010.
- [2] A. Morbidelli and D. Vokrouhlický. The Yarkovsky-driven origin of near-Earth asteroids. *Icarus*, 163 :120–134, 2003.
- [3] S. Watanabe, M. Hirabayashi, N. Hirata, R. Noguchi, Y. Shimaki, H. Ikeda, E. Tatsumi, M. Yoshikawa, S. Kikuchi, H. Yabuta, T. Nakamura, S. Tachibana, Y. Ishihara, T. Morota, S. Kitazato, N. Sakatani, K. Matsumoto, K. Wada, H. Senshu, C. Honda, T. Michikami, H. Takeuchi, T. Kouyama, R. Honda, S. Kameda, T. Fuse, H. Miyamoto, G. Komatsu, S. Sugita, T. Okada, N. Namiki, M. Arakawa, M. Ishiguro, M. Abe, R. Gaskell, E. Palmer, O.S. Barnouin, P. Michel, A.S. French, J.W. McMahon, D.J. Scheeres, P.A. Abell, Y. Yamamoto, S. Tanaka, K. Shirai, M. Matsuoka, M. Yamada, Y. Yokota, H. Suzuki, K. Yoshioka, Y. Cho, S. Tanaka, N. Nishikawa, T. Sugiyama, H. Kikuchi, R. Hemmi, T. Yamaguchi, N. Ogawa, G. Ono, Y. Mimasu, K. Yoshikawa, T. Takahashi, Y. Takei, A. Fujii, C. Hirose, T. Iwata, M. Hayakawa, S.; Hosoda, O. Mori, H. Sawada, T. Shimada, S. Soldini, H. Yano, R. Tsukizaki, M. Ozaki, Y. Iijima, K. Ogawa, M. Fujimoto, A. Ho, T.-M. abd Moussi, R. Jaumann, J.-P. Bibring, C. Krause, F. Terui, T. Saiki, S. Nakazawa, and Y. Tsuda. Hayabusa2 arrives at the carbonaceous asteroid 162173 Ryugu - A spinning top-shaped rubble pile. *Science*, 364 :268–272, 2019.
- [4] D.S. Lauretta, D.N. DellaGiustina, C.A. Bennett, D.R. Golish, K.J. Becker, S.S. Balram-Knutson, O.S. Barnouin, T.L. Becker, W.F. Bottke, W.V. Boynton, H. Campins, B.E. Clark, H.C. Connolly Jr, C.Y. Drouet d'Aubigny, J.P. Dworkin, J.P. Emery, H.L. Enos, V.E. Hamilton, C.W. Hergenrother, E.S. Howell, M.R.M. Izawa, H.H. Kaplana, M.C. Nolan, B. Rizk, H.L. Roper, D.J. Scheeres, P.H. Smith, K.J. Walsh, C.W.V. Wolner, and the OSIRIS-REx team. The unexpected surface of asteroid (101955) Bennu. *Nature*, 568(7750) :55–60, 2019.
- [5] A. Morbidelli, W.F. Bottke, Ch. Froeschle, and P. Michel. *Asteroids III*, chapter Origin and evolution of near-Earth objects, page 409–422. University of Arizona Press, 2002.
- [6] W.F. Bottke, R. Jedicke, A. Morbidelli, J.-M. Petit, and B. Gladman. Understanding the distribution of near-Earth asteroids. *Science*, 288 :2190–2194, 2000.
- [7] M. Granvik, A. Morbidelli, R. Jedicke, B. Bolin, W.F. Bottke, E. Beshore, D. Vokrouhlický, M. Delbó, and P. Michel. Super catastrophic disruption of asteroids at small perihelion distances. *Nature*, 530 :303–306, 2016.
- [8] M. Ciarniello, F. Capaccioni, G. Filacchione, A. Raponi, F. Tosi, M.C. De Sanctis, M.T. Capria, S. Erard, D. Bockelee-Morvan, C. Leyrat, G. Arnold, A. Barucci, P. Beck, G. Bellucci, S. Fornasier, A. Longobardo, S. Mottola, E. Palomba, E. Quirico, and B. Schmitt. Photometric properties of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko from VIRTIS-M onboard Rosetta. *Astronomy and Astrophysics*, 583 :A31, 2015.
- [9] D. Jewitt, M.-T. Hui, Y. Kim, M. Mutchler, H. Weaver, and J. Agarwal. The nucleus of interstellar comet 2I/Borisov. *Astrophysical Journal Letters*, in press :1–23, 2019.

- [10] A. Morbidelli, H.F. Levison, K. Tsiganis, and R. Gomes. Chaotic capture of Jupiter's Trojan asteroids in the early Solar System. *Nature*, 435 :462–465, 2005.
- [11] S.J. Kortenkamp, R. Malhotra, and T. Michtchenko. Survival of Trojan-type companions of Neptune during primordial planet migration. *Icarus*, 167 :347–359, 2004.
- [12] H.J. Fleming and D.P. Hamilton. On the origin of the trojan asteroids : effects of Jupiter's mass accretion and radial migration. *Icarus*, 148 :479–493, 2000.
- [13] T. Grav, A.K. Mainzer, J. Bauer, J. Masiero, T. Spahr, R.S. McMillan, R. Walker, R. Cutri, E. Wright, P.R.M. Eisenhardt, E. Blauvelt, E. DeBaun, D. Elsbury, T. IV Gautier, S. Gomillion, E. Hand, and A. Wilkins. WISE/NEOWISE observations of the Jovian Trojans : preliminary results. *Astrophysical Journal*, 742 :40, 2011.
- [14] B. Carry. Density of asteroids. *Planetary and Space Science*, 73 :98–118, 2012.
- [15] P. Vernazza and P. Beck. *Planetesimals : Early differentiation and consequences for planets*, chapter Composition of Solar System small bodies, pages 269–297. Cambridge University Press, 2017.
- [16] S. Marchi, M. Delbó, A. Morbidelli, P. Paolicchi, and M. Lazzarin. Heating of near-Earth objects and meteoroids due to close approaches to the Sun. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 400(1) :147–153, 2009.
- [17] S. Potin, P. Beck, B. Schmitt, and F. Moynier. Some things special about NEAs : Geometric and environmental effects on the optical signatures of hydration. *Icarus*, 333 :415–428, 2019.
- [18] C.P. Sonett and R.T. Reynolds. *Asteroids*, chapter Primordial heating of asteroidal parent bodies. University of Arizona Press, 1979.
- [19] R.E. Grimm and H.Y. Jr. McSween. Water and the thermal evolution of carbonaceous chondrite parent bodies. *Icarus*, 82(2) :244–280, 1989.
- [20] A. Nakato, T. Nakamura, F. Kitajima, and T. Noguchi. Evaluation of dehydration mechanism during heating of hydrous asteroids based on mineralogical and chemical analysis of naturally and experimentally heated CM chondrites. *Earth, Planets and Space*, 60(8) :855–864, 2008.
- [21] K. Keil. Thermal alteration of asteroids : evidence from meteorites. *Planetary and Space Science*, 48(10) :887–903, 2000.
- [22] S. Fornasier, C. Lantz, M.A. Barucci, and M. Lazzarin. Aqueous alteration on main belt primitive asteroids : Results from visible spectroscopy. *Icarus*, 233 :163–178, 2014.
- [23] A.S. Rivkin, E.S. Howell, F. Vilas, and L.A. Lebofsky. *Hydrated minerals on asteroids : the astronomical record*, pages 235–253. The University of Arizona Press, 2002.
- [24] F. Herbert and C.P. Sonett. Electromagnetic heating of minor planets in the early Solar System. *Icarus*, 40(3) :484–496, 1979.
- [25] R.E. Grimm and H.Y. McSween. Heliocentric zoning of the asteroid belt by aluminum-26. *Science*, 259 :653–655, 1993.

- [26] K. Tomeoka, H.Y. McSween, and P.R. Buseck. Mineralogical alteration of CM carbonaceous chondrites : a review. *Proceedings of the NIPR Symposium on Antarctic Meteorites*, 2 :221–234, 1989.
- [27] Takir. D., J.P. Emery, H.Y.Jr. McSween, C.A. Hibbitts, R.N. Clark, and A. Pearson, N. and Wang. Nature and degree of aqueous alteration in CM and CI carbonaceous chondrites. *Meteoritics and Planetary Science*, 48(9) :1618–1637, 2013.
- [28] A.J. King, P.F. Schofield, and S.S. Russell. Type 1 aqueous alteration in CM carbonaceous chondrites : Implications for the evolution of water-rich asteroids. *Meteoritics and Planetary Science*, 52(6) :1197–1215, 2017.
- [29] K.T. Howard, G.K. Benedix, P.A. Bland, and G. Cressey. Modal mineralogy of CM2 chondrites by X-ray diffraction (PSD-XRD). Part 1 : Total phyllosilicate abundance and the degree of aqueous alteration. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 73(15) :4576–4589, 2009.
- [30] K.T. Howard, G.K. Benedix, P.A. Bland, and G. Cressey. Modal mineralogy of CM chondrites by X-ray diffraction (PSD-XRD) : Part 2. Degree, nature and settings of aqueous alteration. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 75(10) :2735–2751, 2011.
- [31] A. Garenne, P. Beck, G. Montes-Hernandez, R. Chiriac, F. Toche, E. Quirico, L. Bonal, and B. Schmitt. The abundance and stability of "water" in type 1 and 2 carbonaceous chondrites (CI, CM and CR). *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 137 :93–112, 2014.
- [32] L. Moroz, G. Baratta, G. Strazzulla, L. Staruhkina, E. Dotto, M.A. Barucci, G. Arnold, and E. Distefano. Optical alteration of complex organics induced by ion irradiation : 1. Laboratory experiments suggest unusual space weathering trend. *Icarus*, 170 :214–228, 2004.
- [33] N. Tomioka, K. Tomeoka, K. Nakamura-Messenger, and T. Sekine. Heating effects of the matrix of experimentally shocked Murchison CM chondrite : Comparison with micrometeorites. *Meteoritics and Planetary Science*, 24 :19–30, 2007.
- [34] E.A. Cloutis, P. Hudon, T. Hiroi, and M.J. Gaffey. Spectral reflectance properties of carbonaceous chondrites 4 : Aqueously altered and thermally metamorphosed meteorites. *Icarus*, 220(2) :586–617, 2012.
- [35] A.S. Rivkin. Spectroscopy of impacted serpentine : implications for asteroid surfaces. *Lunar and Planetary Science Conference Proceedings*, 2003.
- [36] L. Bonal, E. Quirico, L. Flandinet, and G. Montagnac. Thermal history of type 3 chondrites from the Antarctic meteorite collection determined by Raman spectroscopy of their polyaromatic carbonaceous matter. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 189 :312–337, 2016.
- [37] K. Demyk, L. d'Hendecourt, H. Leroux, A.P. Jones, and J. Borg. IR spectroscopic study of olivine, enstatite and diopside irradiated with low energy  $H^+$  and  $He^+$  ions. *Astronomy and Astrophysics*, 420 :233–243, 2004.
- [38] R. Brunetto, C. Lantz, D. Ledu, D. Baklouti, M.A. Barucci, P. Beck, L. Delauche, Z. Dionnet, P. Dumas, J. Duprat, C. Engrand, F. Jamme, P. Oudayer, E. Quirico, C. Sandt, and E. Dartois. Ion irradiation of Allende meteorite probed by visible, IR, and Raman spectroscopies. *Icarus*, 237 :278–292, 2014.



- [39] C. Lantz, R. Brunetto, M. Marucci, S. Fornasier, D. Baklouti, J. Bourçois, and M. Godard. Ion irradiation of carbonaceous chondrites : A new view of space weathering on primitive asteroids. *Icarus*, 285 :43–57, 2017.
- [40] I. van Houten-Groeneveld and C.J. van Houten. Photometric studies of asteroids. VIII. *The Astrophysical Journal*, pages 253–273, 1958.
- [41] E. Bowell, C.R. Chapman, J.C. Gradie, D. Morrison, and B. Zellner. Taxonomy of asteroids. *Icarus*, 35(3) :313–335, 1978.
- [42] D.J. Tholen. *Asteroid taxonomy from cluster analysis of photometry*. PhD thesis, The University of Arizona, 1984.
- [43] D.J. Tholen and M.A. Barucci. *Asteroids II*, chapter Asteroid taxonomy, pages 298–315. University of Arizona Press, 1989.
- [44] S.J. Bus and R.P. Binzel. Phase II of the Small Main-belt Asteroid Spectroscopic Survey. A feature-based taxonomy. *Icarus*, 158 :146–177, 2002.
- [45] F.E. DeMeo, R.P. Binzel, S.M. Slivan, and S.J. Bus. An extension of the Bus asteroid taxonomy into the near-infrared. *Icarus*, 202 :160–180, 2009.
- [46] J. Gradie and E. Tedesco. Compositional structure of the Asteroid Belt. *Science*, 216 :1405–1407, 1982.
- [47] J.F. Bell, D.R. Davis, W.K. Hartmann, and M.J. Gaffey. *Asteroids II*, chapter The big picture, pages 921–945. University of Arizona Press, 1989.
- [48] S.R. Sawyer. *A high resolution CCD spectroscopic survey of low-albedo Main-Belt asteroids*. PhD thesis, University of Texas, 1991.
- [49] F. Vilas and B.A. Smith. Reflectance spectrophotometry (0.5-1.0 $\mu\text{m}$ ) of Outer-Belt Asteroids : Implications for primitive, organic Solar System material. *Icarus*, 64 :503–516, 1985.
- [50] V.V. Busarev, M.P. Shcherbina, S.I. Barabanov, T.R. Irsmbabetova, G.I. Kokhirova, U. Kh. Khamroev, I.M. Khamitov, I.F. Bikmaev, R.I. Gumerov, E.N. Irtuganov, and S.S. Mel'nikov. Confirmation of the sublimation activity of the primitive Main-Belt Asteroids 779 Nina, 704 Interamnia, and 145 Adeona, as well as its probable spectral signs on 51 Nemausa and 65 Cybele. *Solar System Research*, 53(4) :261–277, 2019.
- [51] D. Takir and J.P. Emery. Outer Main Belt asteroids : Identification and distribution of four 3- $\mu\text{m}$  spectral groups. *Icarus*, 219 :641–654, 2012.
- [52] F.E. DeMeo and B. Carry. Solar System evolution from compositional mapping of the asteroid belt. *Nature*, 505(629-634), 2014.
- [53] E.R.D Scott and J.T Wasson. Classification and properties of iron meteorites. *Reviews of Geophysics and Space Physics*, 13(4) :527–546, 1975.
- [54] T.H. Burbine, T.J. McCoy, A. Meibom, B. Gladman, and K. Keil. *Asteroids III*, chapter Meteoritic parent bodies : their number and identification, pages 653–667. The University of Arizona Press, 2002.
- [55] J.I. Goldstein, E.R.D Scott, and N.L. Chabot. Iron meteorites : Crystallization, thermal history, parent bodies, and origin. *Geochemistry*, 69(4) :293–325, 2009.

- [56] G. Libourel, A.M. Nakamura, P. Beck, S. Potin, C. Ganino, S. Jacomet, R. Ogawa, S. Hasegawa, and P. Michel. Hypervelocity impacts as a source of deceiving surface signatures on iron-rich asteroids. *Science Advances*, 5(8) :eaav3971, 2019.
- [57] R.P. Binzel, A.S. Rivkin, J.S. Stuart, A.W. Harris, S.J. Bus, and T.H. Burbine. Observed spectral properties of near-Earth objects : Results for population distribution, source regions, and space weathering processes. *Icarus*, 170(2) :259–294, 2004.
- [58] W.F. Jr Bottke, A. Morbidelli, R. Jedicke, J.-M. Petit, H.F. Levison, P. Michel, and T.S. Metcalfe. Debaised orbital and absolute magnitude distribution of the Near-Earth Objects. *Icarus*, 156(2) :399–433, 2002.
- [59] A.S. Rivkin and F.E. DeMeo. How many hydrated NEO are there? *Journal of Geophysical Research : Planets*, 124 :128–142, 2019.
- [60] S. Potin, P. Beck, F. Usui, L. Bonal, P. Vernazza, and B. Schmitt. Style and intensity of hydration among C-complex asteroids : a comparison to dessicated carbonaceous chondrites. *Icarus*, 348 :113826, 2020.
- [61] A. Cellino, S. Bagnulo, P. Tanga, B. Novaković, and M. Delbó. A successful search for hidden Barbarians in the Watsonia asteroid family. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society : Letters*, 439 :L75–L79, 2014.
- [62] A.S. Rivkin, E.S. Howell, and J.P. Emery. Infrared spectroscopy of large, low-albedo asteroids : are Ceres and Themis archetypes or outliers? *Journal of Geophysical Research : Planets*, 124(5) :1393–1409, 2019.
- [63] F. Usui, S. Hasegawa, T. Ootsubo, and T. Onaka. AKARI/IRC near-infrared asteroid spectroscopic survey : AcuA-spec. *Publications of the Astronomical Society of Japan*, 71(1) :1–41, 2019.
- [64] A.C. Lvasseur-Regourd, E. Hadamcik, and J.B. Renard. Evidence for two classes of comets from their polarimetric properties at large phase angles. *Astronomy and Astrophysics*, 313 :327–333, 1996.
- [65] J.A. Sanchez, V. Reddy, A. Nathues, E.A. Cloutis, P. Mann, and H. Hiesinger. Phase reddening on near-Earth asteroids : implications for mineralogical analysis, space weathering and taxonomic classification. *Icarus*, 220(1) :36–50, 2012.
- [66] P. Rousselot, J.-M. Petit, A.C. Lvasseur-Regourd, and K. Muinonen. Polarimetric and photometric phase effects observed on transneptunian object (29981) 1999 TD<sub>10</sub>. *Earth, Moon and Planets*, 97 :353–364, 2005.
- [67] B. Carry, C. Dumas, M. Kaasalainen, J. Berthier, W.J. Merline, S. Erard, A. Conrad, J.D. Drummond, D. Hestroffer, M. Fulchignoni, and T. Fusco. Physical properties of (2)Pallas. *Icarus*, 205(2) :460–472, 2010.
- [68] J.T. Rayner, D.W. Toomey, P.M. Onaka, A.J. Denault, W.E. Stahlberger, W.D. Vacca, and M.C. Cushing. SpeX : A medium-resolution 0.8–5.5 micron spectrograph and imager for the NASA Infrared Telescope Facility. *Publications of the Astronomical Society of the Pacific*, 115 :362–382, 2003.
- [69] M. Sosa, C. von Essen, I. Andruchow, S.A. Cellone, and L.A. Mammana. Dual-beam optical linear polarimetry for Southern skies : characterization of CasPol for high-precision polarimetry. *Journal of Astronomical Telescopes, Instruments, and Systems*, 5 :028002, 2019.

- [70] S. Ramsay, M. Casali, M. Cirasuolo, S. Egner, P. Gray, J.C. González Herrera, P. Hammersley, C. Haupt, D. Ives, L. Jochum, M. Kasper, F. Kerber, S. Lewis, V. Mainieri, A. Manescau, E. Marchetti, S. Oberti, P. Padovani, C. Schmid, J. Schimplesberger, R. Siebenmorgen, O. Szecsenyi, R. Tamai, and J. Vernet. Progress along the E-ELT instrumentation roadmap. *Proceedings of the SPIE*, page 99081T, 2016.
- [71] G. Neugebauer, H.J. Habing, R. van Duinen, H.H. Aumann, B. Baud, C.A. Beichman, D.A. Beintema, N. Boggess, P.E. Clegg, T. de Jong, J.P. Emerson, T.N. Gautier, F.C. Gillett, S. Harris, M.G. Hauser, J.R. Houck, R.E. Jennings, F.J. Low, P.L. Marsden, G. Miley, F.M. Otonari, S.R. Pottasch, E. Raimond, M. Rowan-Robinson, B.T. Soifer, R.G. Walker, P.R. Wesselius, and E. Young. The Infrared Astronomical Satellite (IRAS) mission. *The Astrophysical Journal*, 278 :L1–L6, 1984.
- [72] E.L. Wright, P.R.M. Eisenhardt, A.K. Mainzer, M.E. Ressler, R.M. Cutri, T. Jarrett, D. Kirkpatrick, J.D. and Padgett, R.S. McMillan, M. Skrutskie, S.A. Standford, M. Cohen, R.G. Walker, K.C. Mather, D. Leisawitz, T.N. III Gautier, I. McLean, D. Benford, C.J. Lonsdale, A. Blain, B. Mendez, W.R. Irace, V. Duval, F. Liu, D. Royer, I. Heinrichsen, J. Howard, M. Shannon, M. Kendall, A.L. Walsh, M. Larsen, J.G. Cardon, S. Schick, M. Schwalm, M. Abid, B. Fabinsky, L. Naes, and C.-W. Tsai. The Wide-field Infrared Survey Explorer (WISE) : mission description and initial on-orbit performance. *Astronomical Journal*, 140(6) :1868–1881, 2010.
- [73] P. Davila, B. Bos, J. Contreras, C. Evans, M. Greenhouse, G. Hobbs, W. Holota, L.W. Huff, J. Hutchings, T.H. Jamieson, P. Lightsey, C. Morbey, R. Murowinski, M. Rieke, N. Rowlands, B. Steakley, M. Wells, T. Plate, and G. Wright. The James Webb Space Telescope science instrument suite : an overview of optical designs. *Proceedings of SPIE*, 2004.
- [74] S.A. Stern, H.A. Weaver, J.R. Spencer, C.B. Olkin, G.R. Gladstone, W.M. Grundy, J.M. Moore, D.P. Cruikshank, H.A. Elliott, W.B. McKinnon, J.Wm. Parker, A.J. Verbiscer, L.A. Young, D.A. Aguilar, J.M. Albers, T. Andert, J.P. Andrews, F. Bagenal, M.E. Banks, B.A. Bauer, J.A. Bauman, K.E. Bechtold, C.B. Beddingfield, N. Behrooz, K.B. Beisser, S.D. Benecchi, E. Bernardoni, R.A. Beyer, S. Bhaskaran, C.J. Bierson, R.P. Binzel, E.M. Birath, M.K. Bird, D.R. Boone, A.F. Bowman, V.J. Bray, D.T. Britt, L.E. Brown, M.R. Buckley, D.R. Buie, B.J. Buratti, L.M. Burke, S.S. Bushman, B. Carcich, A.L. Chaikin, C.L. Chavez, A.F. Cheng, E.J. Colwell, S.J. Conard, M.P. Conner, C.A. Conrad, J.C. Cook, S.B. Cooper, O.S. Custodio, S.M. Dalle Ore, C.C. Deboy, P. Dharmavaram, R.D. Dhingra, G.F. Dunn, A.M. Earle, A.F. Egan, J. Eisig, M.R. El-Maarry, C. Engelbrecht, B.L. Enke, C.J. Ercol, E.D. Fattig, C.L. Ferrell, J.M. Freeze, L. Gabasova, L.S. Glaze, J.L. Green, G.A. Griffith, Y. Guo, M. Hahn, D.W. Hals, D.P. Hamilton, S.A. Hamilton, J.J. Hanley, A. Harch, K.A. Harmon, H.M. Hart, J. Hayes, C.B. Hersman, M.E. Hill, T.A. Hill, J.D. Hofgartner, M.E. Holdridge, M. Horanyi, A. Hosadurga, A.D. Howard, C.J.A. Howett, S.E. Jaskulek, D.E. Jennings, J.R. Jensen, M.R. Jones, H.K. Kang, D.J. Katz, D.E. Kaufmann, J.J. Kavelaars, J.T. Keane, G.P. Keleher, M. Kinczyk, M.C. Kochte, P. Kollmann, S.M. Krimigis, G.L. Kruizinga, D.Y. Kusnierkiewicz, M.S. Lahr, T.R. Lauer, G.B. Lawrence, J.E. Lee, E.J. Lessac-Chenen, I.R. Linscott, C.M. Lisse, A.W. Lunsford, D.M. Mages, V.A. Mallder, N.P. Martin, B.H. May, D.J. McComas, R.L. McNutt Jr, D.S. Mehoke, T.S. Mehoke, D.S. Nelson, H.D. Nguyen, J.I. Nunez, A.C. Ocampo, W.M. Owen, G.K. Oxton, A.H. Parker, M. Pätzold, J.Y. Pelgrift, F.J. Pelletier, J.P. Pineau, M.R. Piquette, S.B. Porter, S. Protopapa, E. Quirico, J.A. Redfern, A.L. Regiex, H.J. Reitsema, D.C. Reuter, D.C. Richardson, J.E. Riedel, M.A. Ritterbush, S.J. Robbins, D.J. Rodgers,

- G.D. Rogers, D.M. Rose, P.E. Rosendall, K.D. Runyon, M.G. Ryschkewitsch, M.M. Saina, M.J. Salinas, P.M. Schenk, J.R. Scherrer, W.R. Schlei, B. Schmitt, D.J. Schultz, D.C. Schurr, F. Scipioni, R.L. Sepan, R.G. Shelton, M.R. Showalter, M. Simon, K.N. Singer, E.W. Stahlheber, D.R. Stanbridge, J.A. Stansberry, A.J. Steffl, D.F. Strobel, M.M. Stohoff, T. Stryk, J.R. Stuart, M.E. Summers, M.B. Tapley, A. Taylor, H.W. Taylor, R.M. Tedford, H.B. Throop, L.S. Turner, O.M. Umurhan, J. van Eck, D. Velez, M.H. Versteeg, M.A. Vincent, R.W. Webbert, S.E. Weidner, G.E. Weigle II, J.R. Wendel, O.L. White, K.E. Whittenburg, B.G. Williams, K.E. Williams, S.P. Williams, A.M. Winters, H.L. andn Zangari, and T.H. Zurbuchen. Initial results from the New Horizons exploration of 2014 *mu*<sub>69</sub>, a small Kuiper Belt object. *Science*, 364 :eaaw9771, 2019.
- [75] J. Kawaguchi, A. Fujiwara, and T. Uesugi. Hayabusa - Its technology and science accomplishment summary and Hayabusa-2. *Acta Astronautica*, 62 :639–647, 2008.
- [76] H. Murakami. ASTRO-F Infrared Sky Survey mission. *Proceedings of the SPIE*, 5487 :330–337, 2004.
- [77] H. Murakami, H. Baba, P. Barthel, D.L. Clements, M. Cohen, Y. Doi, K. Enya, E. Figueredo, N. Fujishiro, J. Fujiwara, M. Fujiwara, P. Garcia-Lario, T. Goto, S. Hasagawa, Y. Hibi, T. Hirao, N. Hiromoto, S.S. Hong, K. Imai, M. Ishigaki, M. Ishiguro, D. Ishihara, Y. Ita, W.-S. Jeong, K.S. Jeong, H. Kaneda, H. Kataza, M. KawaDa, T. Kawai, A. Kawamura, M.F. Kessler, D. Kester, T. Kii, D.C. Kim, W. Kim, H. Kobayashi, B.C. Koo, S.M. Kwon, H.M. Lee, R. Lorente, S. Makiuti, H. Matsuhara, T. Matsumoto, H. Matsuo, S. Matsuura, T.G. Müller, N. Murakami, H. Nagata, T. Nakagawa, T. Naoi, M. Narita, M. Noda, S.H. Oh, A. Ohnishi, Y. Ohyama, Y. Okada, H. Okuda, S. Olivier, T. Onaka, T. Ootsubo, S. Oyabu, S. Pak, Y.-S. Park, C.P. Pearson, M. Rowan-Robinson, T. Saito, I. Sakon, A. Salama, S. Sato, R.S. Savage, S. Serjeant, H. Shibai, M. Shirahata, J. Sohn, T. Suzuki, T. Takagi, H. Takahashi, T. Tanabé, T.T. Takeuchi, S. Takita, M. Thomson, K. Uemizu, M. Ueno, F. Usui, E. Verdugo, T. Wada, L. Wang, T. Watabe, H. Watarai, G.J. White, I. Yamarura, C. Yamauchi, and A. Yasuda. The infrared astronomical mission AKARI. *Publications of the Astronomical Society of Japan*, 59 :369–376, 2007.
- [78] D. Ishihara, T. Onaka, H. Kataza, A. Salama, C. Alfageme, A. Cassatella, N. Cox, P. Garcia-Lario, C. Stephenson, M. Cohen, N. Fujishiro, H. Fujiwara, S. Hasegawa, Y. Ita, W. Kim, H. Matsuhara, H. Murakami, T.G. Müller, T. Nakagawa, Y. Ohyama, S. Oyabu, J. Pyo, I. Sakon, H. Shibai, S. Takita, T. Tanabé, K. Uemizu, M. Ueno, F. Usui, T. Wada, H. Watarai, I. Yamamura, and C. Yamauchi. The AKARI/IRC mid-infrared all-sky survey. *Astronomy and Astrophysics*, 514 :A1, 2010.
- [79] A. Fujiwara, J. Kawaguchi, D.K. Yeomans, M. Abe, T. Mukai, J. Saito, H. Yano, M. Yoshikawa, D.J. Scheeres, O. Barnouin-Jha, A.F. Cheng, H. Demura, R.W. Gaskell, N. Hirata, H. Ikeda, T. Kominato, H. Miyamoto, A.M. Nakamura, R. Nakamura, S. Sasaki, and K. Uesugi. The rubble-pile asteroid Itokawa as observed by Hayabusa. *Science*, 312(5778) :1330–1334, 2006.
- [80] Y. Tsuda, M. Yoshikawa, M. Abe, H. Minamino, and S. Nakazawa. System design of the Hayabusa 2-Asteroid sample return mission to 1999 JU3. *Acta Astronautica*, 91 :356–362, 2013.

- [81] E. Beshore, D. Lauretta, W. Boynton, C. Shinohara, B. Sutter, D. Everett, J. Gal-Edd, R. Mink, M. Moreau, and J. Dworkin. The OSIRIS-REx asteroid sample return mission. *IEEE Aerospace Conference Proceedings*, 520 :1–14, 2015.
- [82] T. Iwata, K. Kitazato, M. Abe, M. Ohtake, T. Arai, T. Arai, N. Hirata, T. Hiroi, C. Honda, N. Imae, M. Komatsu, T. Matsunaga, M. Matsuoka, S. Matsuura, T. Nakamura, A. Nakato, Y. Nakauchi, T. Osawa, H. Senshu, Y. Takagi, K. Tsunamura, N. Takato, S. Watanabe, M.-A. Barucci, E. Palomba, and M. Ozaki. NIRS3 : the near infrared spectrometer on Hayabusa2. *Space Science Review*, 208 :317–337, 2017.
- [83] D.C. Reuter, A.A. Simon, J. Hair, A. Lunsford, S. Manthripragada, V. Bly, B. Bos, C. Bramboras, E. Caldwell, G. Casto, Z. Dolch, P. Finneran, D. Jennings, M. Jhabvala, E. Matson, M. McLelland, W. Roher, T. Sullivan, E. Weigle, Y. Wen, D. Wilson, and D.S. Lauretta. The OSIRIS-REx Visible and InfraRed Spectrometer (OVIRS) : Spectral maps of the asteroid Bennu. *Space Science Review*, 214(1) :54, 2018.
- [84] R.H. Hewins, M. Bourot-Denise, B. Zanda, H. Leroux, J.-A. Barrat, M. Humayun, C. Göpel, R.C. Greenwood, I.A. Franchi, S. Pont, J.-P. Lorand, C. Cournède, J. Gattacceca, P. Rochette, M. Kuga, Y. Marrocchi, and B. Marty. The Paris meteorite, the least altered CM chondrite so far. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 124 :190–222, 2014.
- [85] E.R.D. Scott, K. Keil, J.I. Goldstein, E. Asphaug, W.F. Bottke, and N.A. Moskovitz. *Asteroids IV*, chapter Early impact history and dynamical origin of differentiated meteorites and asteroids, page 573–595. The University of Arizona Press, 2015.
- [86] L.B. Browning, H.Y. McSween, and M.E. Zolensky. Correlated alteration effects in CM carbonaceous chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 60(14) :2621–2633, 1996.
- [87] A.E. Rubin, J.M. Trigo-Rodrgez, H. Huber, and J.T. Wasson. Progressive aqueous alteration of CM carbonaceous chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 71 :2361–2382, 2007.
- [88] C.M.O’D. Alexander, K.T. Howard, R. Bowden, and M.L. Fogel. The classification of CM and CR chondrites using bulk H, C and N abundances and isotopic compositions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 123 :244–260, 2013.
- [89] R.T. Schmitt, A. Deutsch, and D. Stöffler. Shock recovery experiments with the H6 chondrite Kernouve at preshock temperatures of 293 and 920 K. *Meteoritics*, 29 :529–530, 1994.
- [90] R.T. Schmitt and D. Stöffler. Classification of chondrites. *Meteoritics*, 30 :574–575, 1995.
- [91] A.E. Rubin, E.R.D. Scott, and K. Keil. Shock metamorphism of enstatite chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 61(4) :847–858, 1997.
- [92] M.K. Weisberg, T.J. McCoy, and A.N. Krot. *Meteorites and the early Solar System II*, chapter Systematics and evaluation of meteorite classification, pages 19–52. The University of Arizona Press, Tucson, 2006.
- [93] A.J. Brearley. *Meteorites and the Early Solar System II*, chapter The action of water, pages 587–624. The University of Arizona Press, 2006.

- [94] M.E. Zolensky, M.K. Weisberg, P.C. Buchanan, and D.W. Mittlefehldt. Mineralogy of carbonaceous chondrites clasts in HED achondrites and the Moon. *Meteoritics and Planetary Science*, 31(4) :518–537, 1996.
- [95] M.K. Weisberg, M. Prinz, R.N. Clayton, and T.K. Mayeda. The CR (Renazzo-type) carbonaceous chondrite group and its implications. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 57 :1567–1586, 1993.
- [96] A.E. Rubin. Size-frequency distributions of chondrules in CO3 chondrites. *Meteoritics*, 24(3) :179–189, 1989.
- [97] H.Y. Jr. McSween. Carbonaceous chondrites of the Ornans type : a metamorphic sequence. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 41 :479–491, 1977.
- [98] Scott E. R. D. and Jones R. H. Disentangling nebular and asteroidal features of CO3 carbonaceous chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 54 :2485–2502, 1990.
- [99] G.W. Kallemeyn and J.T. Wasson. Refractory element fractionations among carbonaceous chondrites groups. *Nature*, 282 :827–829, 1979.
- [100] M. Weisberg, M. Prinz, R.N. Clayton, and T.K. Mayeda. CV3 chondrites : three subgroups, not two. *Meteoritics and Planetary Science*, 32(5) :138–139, 1997.
- [101] R.C. Greenwood, I.A. Franchi, A.T. Kearsley, and O. Alard. The relationship between CK and CV chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 74(5) :1684–1705, 2010.
- [102] J.T. Wasson and G.W. Kallemeyn. Allan Hills 85085 : A subchondritic meteorite of mixed nebular and regolithic heritage. *Earth and Planetary Science Letters*, 101(2-4) :148–161, 1990.
- [103] M.K. Weisberg, M. Prinz, R.N. Clayton, T.K. Mayeda, N. Sugiura, S. Zashu, and M. Ebihara. A new metal-rich chondrite grouplet. *Meteoritics and Planetary Science*, 36(3) :401–418, 2001.
- [104] M.K. Weisberg, J.S. Boesenberg, and D.S. Ebel. Gujba and origin of the Bencubbin-like (CB) chondrites. *Lunar and Planetary Science XXXIII*, page 1551, 2002.
- [105] K. Keil. Mineralogical and chemical relationships among enstatite chondrites. *Journal of Geophysical Research*, 73(22) :6945–6976, 1968.
- [106] Y. Lin and A. El Goresy. A comparative study of opaque phases in Qingzhen (EH3) and MacAlpine Hills 88136 (EL3) : Representatives of EH and EL parent bodies. *Meteoritics and Planetary Science*, 37 :577–599, 2002.
- [107] D.T. Britt and C.M. Pieters. Bidirectional reflectance properties of iron-nickel meteorites. *Proceedings of the 18th LPSC*, pages 503–512, 1988.
- [108] G.K. Benedix, H. Haack, and T.J. McCoy. *Treatise on Geochemistry, Vol 1 : Meteorites and cosmochemical processes, Second edition*, chapter Iron and stony-iron meteorites., page 267–285. Elsevier, Oxford, 2014.
- [109] A.N. Krot, K. Keil, E.R.D. Scott, C.A. Goodrich, and M.K. Weisberg. *Treatise on Geochemistry, Vol 1 : Meteorites and cosmochemical processes, Second edition*, chapter Classification of meteorites and their genetic relationships, pages 1–63. Elsevier, Oxford, 2014.

- [110] E.A. Cloutis, J.A. Sanchez, V. Reddy, M.J. Gaffey, R.P. Binzel, T.H. Burbine, P.S. Hardersen, T. Hiroi, P.G. Lucey, J.M. Sunshine, and K.T. Tait. Olivine-metal mixtures : Spectral reflectance properties and application to asteroid reflectance spectra. *Icarus*, 2015.
- [111] M. Wadhwa, A. Shukolyukov, A. M. Davis, G. W. Lugmair, and D. W. Mittlefehldt. Differentiation history of the mesosiderite parent body : Constraints from trace elements and manganese-chromium isotope systematics in Vaca Muerta silicate clasts. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2003.
- [112] E. Goldberg, A. Uchiyama, and H. Brown. The distribution of nickel, cobalt, gallium, palladium and gold in iron meteorites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2(1) :1–25, 1951.
- [113] E. Asphaug, C.B. Agnor, and Q. Williams. Hit-and-run planetary collisions. *Nature*, 439 :155–160, 2006.
- [114] M. Weller and U.G.K. Wegst. Fe-C Snoek peak in iron and stony meteorites : Metallurgical and cosmological aspects. *Materials Science and Engineering A*, 521-522 :39–42, 2009.
- [115] B.J. Gladman, F. Migliorini, A. Morbidelli, V. Zappala, P. Michel, A. Cellino, C. Froeschlé, H.F. Levison, M. Bailey, and M. Duncan. Dynamical lifetimes of objects injected into asteroid belt resonances. *Science*, 277(5323) :197–201, 1997.
- [116] D. Vokrouhlicky and P. Farinella. Efficient delivery of meteorites to the earth from a wide range of asteroid parent bodies. *Nature*, 407 :606–608, 2000.
- [117] J.W. Schultz. *On the Raman spectra of water and concentrated aqueous solutions of alkali halides*. PhD thesis, Department of Chemistry, 1957.
- [118] B. Hapke. *Remote Geochemical Analysis*, chapter Combined theory of reflectance and emittance spectroscopy. Cambridge University Press, 1993.
- [119] B. Jost, A. Pommerol, O. Poch, B. Gundlach, M. Leboeuf, M. Dadras, J. Blum, and N. Thomas. Experimental characterization of the opposition surge in fine-grained water-ice and high albedo ice analogs. *Icarus*, 264 :109–131, 2016.
- [120] I. Belskaya, Y.G. Shkuratov, Y.S. Efimov, N.M. Shakhovskoy, R. Gil-Hutton, A. Cellino, E.S. Zubko, A.A. Ovcharenko, S.Y. Bondarenko, V.G. Shevchenko, S. Fornasier, and C. Barbieri. The F-type asteroids with small inversion angles of polarization. *Icarus*, 178(1) :213–221, 2005.
- [121] M. Devogèle, P. Tanga, A. Cellino, Ph. Bendjoya, J.-P. Rivet, J. Surdej, D. Vernet, J.M. Sunshine, S.J. Bus, L. Abe, G. Borisov, H. Campins, B. Carry, J. Licandro, W. McLean, and N. Pinilla-Alonso. New polarimetric and spectroscopic evidence of anomalous enrichment in spinel-bearing calcium-aluminium-rich inclusions among L-type asteroids. *Icarus*, 304 :31–57, 2018.
- [122] S. Bagnulo. *Polarimetric detection, characterization and remote sensing*, chapter Stellar spectropolarimetry : basic principles, observing strategies, and diagnostics of magnetic fields. 2011.
- [123] B. Schaefer, E. Collet, R. Smyth, D. Barrett, and B. Fraher. Measuring the Stokes polarization parameters. *American Journal of Physics*, 75(2) :163–168, 2007.

- [124] C.M. Pieters. Strength of mineral absorption features in the transmitted component of near-infrared reflected light : First results from RELAB. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 88(B11) :9534–9544, 1983.
- [125] C. Koechler, B. Hosgood, G. Andreoli, G. Schmuck, J. Verdebout, A. Pegoraro, J. Hill, W. Mehl, D. Roberts, and M. Smith. The European optical goniometric facility : technical description and first experiments on spectral unmixing. *IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium*, pages 2375–2377, 1994.
- [126] M.K. Shepard and P. Helfenstein. A test of the Hapke photometric model. *Journal of Geophysical Research E : Planets*, 112(3) :E03001, 2007.
- [127] M.K. Shepard and P. Helfenstein. A laboratory study of the bidirectional reflectance from particulate samples. *Icarus*, 215(2) :526–533, 2011.
- [128] K. Gunderson, N. Thomas, and J.A. Whitby. First measurements with the Physikalisches Institut Radiometric Experiment (PHIRE). *Planetary and Space Science*, 54(11) :1046–1056, 2006.
- [129] A. Pommerol, N. Thomas, M. Affolter, G. Portyankina, B. Jost, K. Seiferlin, and K.-M. Aye. Photometry and bulk physical properties of Solar System surfaces icy analogs : The Planetary Ice Laboratory at University of Bern. *Planetary and Space Science*, 59(13) :1601–1612, 2011.
- [130] G. Serrot, M. Bodilis, X. Briottet, and H. Cosnefroy. Presentation of a new BRDF measurement device. *Proceedings of SPIE*, 3494 :34–40, 1998.
- [131] P.C. Pinet, A.M. Cord, Y. Daydou, F. Boubault, S. Chevrel, and V. Lapeyrere. Influence of linear versus non-linear mixture of bidirectional reflectance spectra using a laboratory wide field spectral imaging facility. *Lunar and Planetary Science Conference XXXII*, page 1552, 2001.
- [132] S.R. Sandmeier and K.I. Itten. A field goniometer system (FIGOS) for acquisition of hyperspectral BRDF data. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, 37 :978–986, 1999.
- [133] M. Gritsevich, J. Peltoniemi, T. Hakala, and K. Muinonen. FIGIFIGO as a tool to characterize and identify planetary analogue sites. *ACM Conference abstracts*, page 2500, 2014.
- [134] R.M. Nelson, B.W. Hapke, W.D. Smythe, and L.J. Spilker. The opposition effect in simulated planetary regoliths. reflectance and circular polarization ratio change at small phase angle. *Icarus*, 147(2) :545–558, 2000.
- [135] B. Jost, A. Pommerol, O. Poch, B. Gunlach, M. Leboeuf, M. Dadras, J. Blum, and N. Thomas. Experimental characterization of the opposition surge in fine-grained water-ice and high albedo ice analogs. *Icarus*, 264 :109–131, 2016.
- [136] O. Poch, R. Cerubini, A. Pommerol, B. Jost, and N. Thomas. Polarimetry of water ice particles providing insights on grain size and degree of sintering on icy planetary surfaces. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 123 :2564–2584, 2018.
- [137] O. Brissaud, B. Schmitt, N. Bonnefoy, S. Douté, P. Rabou, W. Grundy, and M. Fily. Spectrogonio radiometer for the study of the bidirectional reflectance and polarization functions of planetary surfaces. 1. design and tests. *Applied Optics*, 43(9) :1926–1937, 2004.



- [138] N. Bonnefoy. *Développement d'un spectrophoto-goniomètre pour l'étude de la réflectance bidirectionnelle de surfaces géophysiques. Application au soufre et perspectives pour le satellite Io*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble I, 2001.
- [139] A. Pommerol. *Hydratation minérale à la surface de Mars : caractérisation spectroscopique, thermodynamique et application à la télédétection*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble I, 2009.
- [140] F. Grisolle. *Les condensats saisonniers de Mars : étude expérimentale de la formation et du métamorphisme de glaces de CO<sub>2</sub>*. PhD thesis, Université de Grenoble, 2013.
- [141] S. Philippe. *Microphysique des processus saisonniers des glaces de Mars et Pluton : suivi par télédétection hyperspectrale et étude expérimentale*. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2016.
- [142] S. Potin, O. Brissaud, P. Beck, B. Schmitt, Y. Magnard, J.-J. Correia, P. Rabou, and L. Jocu. SHADOWS : a spectro-gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogs : design, calibrations and performances on challenging surfaces. *Applied Optics*, 57(28) :8279–8296, 2018.
- [143] A. Pommerol, B. Schmitt, P. Beck, and O. Brissaud. Water sorption on martian regolith analogs : Thermodynamics and near-infrared reflectance spectroscopy. *Icarus*, 204(1) :114–136, 2009.
- [144] F. Grisolle, B. Schmitt, P. Beck, S. Philippe, and O. Brissaud. Experimental simulation of the condensation and metamorphism of seasonal CO<sub>2</sub> condensates under martian conditions. In *EPSC Abstracts*, volume 9, pages EPSC2014–635, 2014.
- [145] M. Delbo and P. Michel. Temperature history and dynamical evolution of (101955) 1999 RQ 36 : A potential target for sample return from a primitive asteroid. *Astrophysical Journal Letters*, 728 :L42, 2011.
- [146] T.L. Dunn, T.H. Burbine, W.F.Jr Bottke, and J.P. Clark. Mineralogies and source regions of near-Earth asteroids. *Icarus*, 222 :273–282, 2013.
- [147] F. Vilas. Spectral characteristics of Hayabusa 2 near-Earth asteroid targets 162173 1999 JU3 and 2001 QC34. *The Astronomical Journal*, 135(4) :1101–1105, 2008.
- [148] R.G. Burns. *Mineralogical applications of crystal field theory, second edition*. Cambridge University Press, 1993.
- [149] J.L. Hinrichs and P.G. Lucey. Temperature-dependent near-infrared spectral properties of minerals, meteorites, and lunar soil. *Icarus*, 155 :169–180, 2002.
- [150] G. Smith. Low-temperature optical studies of metal-metal charge-transfer transitions in various minerals. *Canadian Mineralogist*, 15 :500–507, 1977.
- [151] T. Hiroi and M.E. Zolensky. UV-VIS-NIR absorption features of heated phyllosilicates as remote-sensing clues of thermal histories of primitive asteroids. *Antarctic Meteorite Research - 23rd Symposium on Antarctic Meteorites*, 12 :108–116, 1999.
- [152] E.A. Cloutis, K.A. McCormack, J.F. Bell III, A.R. Hendrix, D.T. Bailey, M.A. Craig, M.S. Mertzman, S.A. Robinson, and M.A. Riner. Ultraviolet spectral reflectance properties of common planetary minerals. *Icarus*, 197 :321–347, 2008.

- [153] D.M. Applin, M.R.M. Izawa, E.A. Cloutis, J.J. Gillis-Davis, K.M. Pitman, T.L. Roush, A.R. Hendrix, and P.G. Lucey. Ultraviolet spectral reflectance of carbonaceous materials. *Icarus*, 307 :40–82, 2018.
- [154] J.M. Sunshine, C.M. Pieters, and S.F. Pratt. Deconvolution of mineral absorption bands : an improved approach. *Journal of Geophysical Research*, 95 :6955–6966, 1990.
- [155] E.A. Cloutis, P. Hudon, T. Hiroi, M.J. Gaffey, and P. Mann. Spectral reflectance properties of carbonaceous chondrites : 2. CM chondrites. *Icarus*, 216(1) :309–346, 2011.
- [156] D.S. Fisher and R.G. Burns. Pre-terrestrial oxidation products of iron minerals in carbonaceous meteorites identified in mössbauer spectra. *Abstracts of the 22nd Lunar and Planetary Science Conference*, 22 :389, 1991.
- [157] A. Garenne, P. Beck, G. Montes-Hernandez, O. Brissaud, B. Schmitt, E. Quirico, L. Bonal, C. Beck, and K.T. Howard. Bidirectional reflectance spectroscopy of carbonaceous chondrites : Implications for water quantification and primary composition. *Icarus*, 264 :172–183, 2016.
- [158] P. Beck, A. Maturilli, A. Garenne, P. Vernazza, J. Helbert, E. Quirico, and B. Schmitt. What is controlling the reflectance spectra (0.35–150 $\mu\text{m}$ ) of hydrated (and dehydrated) carbonaceous chondrites? *Icarus*, 313 :124–138, 2019.
- [159] L.A. Lebofsky. Infrared reflectance spectra of asteroids : a search for water of hydration. *The Astronomical Journal*, 85(5) :573–585, 1980.
- [160] J.M. Sunshine, T.L. Farnham, L.M. Feaga, O. Groussin, F. Merlin, R.E. Milliken, and M.F. A’Hearn. Temporal and spatial variability of lunar hydration as observed by the Deep Impact spacecraft. *Science*, 326(5952) :565–568, 2009.
- [161] P. Beck, E. Quirico, G. Montes-Hernandez, L. Bonal, J. Bollard, F.R. Orthous-Dauney, K.T. Howard, B. Schmitt, O. Brissaud, F. Deschamps, B. Wunder, and S. Guillot. Hydrous mineralogy of CM and CI chondrites from infrared spectroscopy and their relationship with low albedo asteroids. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 74(16) :4881–4892, 2010.
- [162] P. Beck, A. Garenne, E. Quirico, L. Bonal, G. Montes-Hernandez, F. Moynier, and B. Schmitt. Transmission infrared spectra (2–25 $\mu\text{m}$ ) of carbonaceous chondrites (CI, CM, CV-CK, CR, C2 ungrouped) : Mineralogy, water, and asteroidal processes. *Icarus*, 229 :263–277, 2014.
- [163] D. Takir, K.R. Stockstill-Cahill, C.A. Hibbitts, and Y. Nakauchi. 3- $\mu\text{m}$  reflectance spectroscopy of carbonaceous chondrites under asteroid-like conditions. *Icarus*, 333 :243–251, 2019.
- [164] A. Kuligiewicz, A. and Derkowski, M. Szczerba, V. Gionis, and G.D. Chryssikos. Revisiting the infrared spectrum of the water-smectite interface. *Clays and Clay Minerals*, 63(1) :15–29, 2015.
- [165] S. Potin, S. Manigand, P. Beck, C. Wolters, and B. Schmitt. A model of the 3- $\mu\text{m}$  hydration band with Exponentially Modified Gaussian (emg) profiles : application to hydrated chondrites and asteroids. *Icarus*, 343 :113686, 2020.

- [166] J.E. Bertie, M.K. Ahmed, and H.H. Eysel. Infrared intensities of liquids. 5. optical and dielectric constants, integrated intensities, and dipole moment derivatives of  $H_2O$  and  $D_2O$  at  $22^\circ C$ . *The Journal of Physical Chemistry*, 93 :2210–2218, 1989.
- [167] J.L. Bishop, C.M. Pieters, and J.O. Edwards. Infrared spectroscopic analyses on the nature of water in montmorillonite. *Clays and Clay Minerals*, 42(6) :702–716, 1994.
- [168] R.L. Frost, H. Ruan, J.T. Kloprogge, and W.P. Gates. Dehydration and dehydroxylation of nontronites and ferruginous smectite. *Thermochimica Acta*, 346 :63–72, 2000.
- [169] E. Grusha. Characterization of Exponentially Modified Gaussian peaks in chromatography. *Analytical Chemistry*, 44(11) :1733–1738, 1972.
- [170] S. Manigand, J. Jorgensen, H. Calcutt, H.S.P. Müller, N.F.W. Ligterink, A. Coustens, M.N. Drozdovskaya, E.F. van Dishoeck, and S.F. Wampfler. The ALMA-PILS survey : inventory of complex organic molecules toward IRAS 16293-2422 A. *Astronomy & Astrophysics*, 635 :A48, 2020.
- [171] K. Levenberg. A method for the solution of certain non-linear problems in least squares. *Quarterly of Applied Mathematics*, 1(278) :536–538, 1943.
- [172] D.W. Marquardt. An algorithm for least-squared estimation of nonlinear parameters. *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, 11(2) :431–441, 1963.
- [173] E. Ferrage, C.A. Kirk, G. Cressey, and J. Cuadros. Dehydration of Camontmorillonite at the crystal scale. Part I : Structure evolution. *American Mineralogist*, 92(7) :994–1006, 2007.
- [174] T. Gehrels, E. Roemer, R.C. Taylor, and B.H. Zellner. Minor planets and related objects. IV. Asteroid (1566) Icarus. *The Astronomical Journal*, 75(2) :186–195, 1970.
- [175] A.P. Lane and W.M. Irvine. Monochromatic phase curves and albedos for the lunar disk. *The Astronomical Journal*, 78 :267–277, 1973.
- [176] C. Blanco and S. Catalano. UVB photometry of Vesta. *Icarus*, 40 :350–363, 1979.
- [177] D. Ray and A.D. Shukla. The mukundpura meteorite, a new fall of CM chondrite. *Planetary and Space Science*, 151 :149–154, 2018.
- [178] S. Schröder, O. Poch, M. Ferrari, S. De Angelis, R. Sultana, S. Potin, P. Beck, M.C. De Sanctis, and B. Schmitt. Bluing on ceres as a natural consequence of sublimation. *Nature Communications*, under rev., 2020.
- [179] A. Pommerol and B. Schmitt. Strength of the  $H_2O$  near-infrared absorption bands in hydrated minerals : Effects of measurement geometry. *Journal of Geophysical Research E : Planets*, 113 :E12008, 2008.
- [180] R.A. Paquin. *Handbook of optics, vol. II*, chapter Properties of metals, pages 35.1–35.78. The Optical Society of America, 1995.
- [181] S. Sugita, R. Honda, T. Morota, S. Kameda, H. Sawada, E. Tatsumi, M. Yamada, C. Honda, Y. Yokota, T. Kouyama, N. Sakatani, K. Ogawa, H. Suzuki, T. Okada,

- N. Namiki, S. Tanaka, Y. Iijima, K. Yoshioka, M. Hayakawa, Y. Cho, M. Matsuoka, N. Hirata, N. Hirata, H. Miyamoto, D. Domingue, M. Hirabayashi, T. Nakamura, T. Hiroi, T. Michikami, P. Michel, R.-T. Ballouz, O.S. Barnouin, C.M. Ernst, S.E. Schröder, H. Kikuchi, R. Hemmi, G. Komatsu, T. Fukuhara, M. Taguchi, T. Arai, H. Senshu, H. Demura, Y. Ogawa, Y. Shimaki, T. Sekiguchi, T.G. Müller, A. Hagermann, T. Mizuno, H. Noda, K. Matsumoto, R. Yamada, Y. Ishihara, H. Ikeda, H. Araki, K. Yamamoto, S. Abe, F. Yoshida, A. Higuchi, S. Sasaki, S. Oshigami, S. Tsuruta, K. Asari, S. Tazawa, M. Shizugami, J. Kimura, T. Otsubo, H. Yabuta, S. Hasegawa, M. Ishiguro, S. Tachibana, E. Palmer, R. Gaskell, L. Le Corre, R. Jaumann, K. Otto, N. Schmitz, P.A. Abell, M.A. Barucci, M.E. Zolensky, F. Vilas, F. Thuillet, C. Sugimoto, N. Takaki, Y. Suzuki, H. Kamiyoshihara, M. Okada, K. Nagata, M. Fujimoto, M. Yoshikawa, Y. Yamamoto, K. Shirai, R. Noguchi, N. Ogawa, F. Terui, S. Kikuchi, T. Yamaguchi, T. Oki, Y. Takao, H. Takeuchi, G. Ono, Y. Mimasu, K. Yoshikawa, T. Takahashi, Y. Takei, A. Fujii, C. Hirose, S. Nakazawa, S. Hosoda, O. Mori, T. Shimada, S. Soldini, T. Iwata, M. Abe, H. Yano, R. Tsukizaki, M. Ozaki, K. Nishiyama, T. Saiki, S. Watanabe, and Y. Tsuda. The geomorphology, color, and thermal properties of Ryugu : implications for parent-body processes. *Science*, 364 :eaaw0422, March 2019.
- [182] B. Hapke. Bidirectional reflectance spectroscopy : 3. Correction for macroscopic roughness. *Icarus*, 59(1) :41–59, 1984.
- [183] B. Hapke. Bidirectional reflectance spectroscopy : 4. The extinction coefficient and the opposition effect. *Icarus*, 67(2) :264–280, 1986.
- [184] B. Hapke. Bidirectional reflectance spectroscopy : 5. The coherent backscatter opposition effect and anisotropic scattering. *Icarus*, 157(2) :523–534, 2002.
- [185] B. Hapke. Bidirectional reflectance spectroscopy : 6. Effects of porosity. *Icarus*, 195(2) :918–926, 2008.
- [186] Z. Jiao, A. Ding, A. Kokhanovsky, C. Schaaf, F.-M. Bréon, Y. Dong, Z. Wang, Y. Liu, X. Zhang, S. Yin, L. Cui, L. Mei, and Y. Chang. Development of a snow kernel to better model the anisotropic reflectance of pure snow in a kernel-driven BRDF model framework. *Remote Sensing of Environment*, 221(19) :198–209, 2019.
- [187] S. Zieleniewski, N. Thatte, S. Kendrew, R.C.W. Houghton, A.M. Swinbank, M. Tecza, F. Clarke, and T. Fusco. HSIM : a simulation pipeline for the HARMONI integral field spectrograph on the european ELT. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 453(4) :3754–3765, 2015.
- [188] M. De Grenier and P. Pinet. Near-opposition martian limb-darkening : Quantification and implication for visible-near-infrared bidirectional reflectance studies. *Icarus*, 115 :354–368, 1995.

## Crédit des images

**Partie 1** Photographie de Bennu prise par la sonde OSIRIS-REx. *NASA*

**Partie 2** Figure de diffraction du laser 532 nm par la lame séparatrice Polka-Dot

**Partie 3** Modèle de forme du satellite Europe. *Image tirée du 3D Asteroid Catalogue*  
<https://3d-asteroids.space/moons/J2-Europa>



# LISTE DES PUBLICATIONS RELATIVES À LA THÈSE

## Publications avec comité de lecture

1. **S. Potin**, P. Beck, B. Schmitt, O. Brissaud, Y. Magnard, J-J. Correia, P. Rabou, L. Jocou (2018) SHADOWS : a spectro-gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogues. Design, calibrations, and performances on challenging surfaces, *Applied Optics*, vol. 57, pp 8279–8296. *Article sélectionné par l'Optical Society of America pour former une communication grand public* : "Instrument Boosts Analysis of Small, Extremely Dark Materials" [https://www.osa.org/en-us/about\\_osa/newsroom/news\\_releases/2018/instrument\\_boosts\\_analysis\\_of\\_small\\_extremely\\_dark/](https://www.osa.org/en-us/about_osa/newsroom/news_releases/2018/instrument_boosts_analysis_of_small_extremely_dark/), repris par la suite par 6 autres journaux.
2. **S. Potin**, P. Beck, B. Schmitt, F. Moynier (2019) Some things special about NEAs : Geometric and environmental effects on the optical signatures of hydration, *Icarus*, vol. 333, p 415-428
3. G. Libourel, A. Nakamura, P. Beck, **S. Potin**, C. Ganino, S. Jacomet, S. Hasegawa, P. Michel (2019), Hyper-velocity impacts as a cause of apparent shortage of metallic asteroids, *Science Advances*, vol. 5, pp eaav3971
4. S. De Angelis, C. Carli, F. Tosi, P. Beck, O. Brissaud, B. Schmitt, **S. Potin**, M.C. De Sanctis, F. Capaccioni, G. Piccioni (2019) NIR reflectance spectroscopy of hydrated and anhydrous sodium carbonates at different temperatures, *Icarus*, vol. 317, pp 388-411
5. **S. Potin**, S. Manigand, P. Beck, C. Wolters, B. Schmitt (2020), A model of the 3- $\mu$ m hydration band with Exponentially Modified Gaussian (EMG) profiles : application to hydrated chondrites and asteroids, *Icarus*, vol. 343, 113686
6. O. Poch, I. Istiqomah, E. Quirico, P. Beck, B. Schmitt, P. Theulé, A. Faure, P. Hily-Blant, L. Bonal, A. Raponi, M. Ciarniello, B. Rousseau, **S. Potin**, O. Brissaud, L. Flandinet, G. Filacchione, A. Pommerol, N. Thomas, D. Kappel, V. Mennella, L. Moroz, V. Vinogradoff, G. Arnold, S. Erard, D. Bockelée-Morvan, C. Leyrat, F. Capaccioni, M. C. De Sanctis, A. Longobardo, F. Mancarella, E. Palomba, F. Tosi (2020) Ammonium salts are a reservoir of nitrogen on a cometary nucleus and possibly on some asteroids, *Science*, vol. 367, eaaw7462
7. **S. Potin**, P. Beck, F. Usui, L. Bonal, P. Vernazza, B. Schmitt, Style and intensity of hydration among C-complex asteroids : a comparison to dessicated carbonaceous chondrites, *Icarus*, vol. 348, 113826

## Résumés de conférences

1. **S. Potin**, P. Beck, B. Schmitt, O. Brissaud (2017) SHADOWS : spectrogonio-radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogues, *EPSC Abstracts*, vol. 11, EPSC2017-243
2. P. Beck, B. Schmitt, **S. Potin**, O. Brissaud (2017) Reflectance spectroscopy under planetary conditions : the Cold Surface Spectroscopy Facility at IPAG, *EPSC Abstracts*, vol. 11, EPSC2017-468

3. **S. Potin**, P. Beck, B. Schmitt (2018) Effect of surface roughness on the reflectance spectra of metallic meteorites, *EPSC Abstracts*, vol. 12, EPSC2018-354
4. **S. Potin**, P. Beck, L. Bonal, B. Schmitt, F. Moynier, E. Quirico, A. Garenne (2018) Post-accretion history and reflectance spectroscopy properties of the Mukundpura meteorite, *81st Annual Meeting of The Meteoritical Society 2018 (LPI Contrib. No 2067)*, pp 6072
5. F. Tosi, S. De Angelis, C. Carli, P. Beck, **S. Potin**, O. Brissaud, B. Schmitt, G. Piccioni (2018) Temperature-dependent VNIR spectroscopy of thenardite and mirabilite, *EPSC Abstracts*, vol. 12, EPSC2018-550
6. **S. Potin**, P. Beck, L. Bonal, F. Usui, P. Vernazza, B. Schmitt (2019) The shape of the 3- $\mu$ m absorption band linked to the alteration history? Laboratory investigations on carbonaceous chondrites and applications to AKARI, Hayabusa2 and OSIRIS-REx spectra, *Asteroid Science 2019 (LPI Contrib. No 2189)*, pp. 2035
7. **S. Potin**, P. Beck, B. Schmitt (2019) The strong influence of viewing geometry and surface texture on the reflectance spectra of small bodies and meteorites, *Asteroid Science 2019 (LPI Contrib. No 2189)*, pp. 2036
8. **S. Potin**, P. Beck, P. Vernazza, L. Bonal, F. Usui, B. Schmitt (2019) Investigation of the hydration features of asteroids with carbonaceous chondrites : experimental analysis and comparison with astronomical observations, *82nd Annual Meeting of The Meteoritical Society 2019 (LPI Contrib. No 2157)*, pp. 6023
9. **S. Potin**, P. Beck, P. Vernazza, L. Bonal, F. Usui, B. Schmitt (2019) Investigation of the hydration features of Ryugu and Bennu with carbonaceous chondrites : experimental analysis and comparison with AKARI observations, *Journées de la Société Française d'Astronomie et Astrophysique (SF2A)*
10. **S. Potin**, P. Beck, P. Vernazza, L. Bonal, B. Schmitt (2019) Irreversible metamorphism of warm C-type Near-Earth Asteroids investigated with carbonaceous chondrites, *50th Lunar and Planetary Science Conference 2019 (LPI Contrib. No 2132)*, pp 1780
11. O. Poch, I. Itoqomah, E. Quirico, P. Beck, B. Schmitt, P. Theulé, A. Faure, P. Hily-Blant, B. Rousseau, **S. Potin**, O. Brissaud, L. Flandinet, L. Bonal, A. Raponi, M. Ciarniello, G. Filacchione (2019) Ammonium salts observed by VIRTIS-M on the nucleus of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko, *EPSC Abstracts*, vol. 13, EPSCDPS2019-1527
12. G. Libourel, A. Nakamura, P. Beck, **S. Potin**, C. Ganino, S. Jacomet, R. Ogawa, S. Hasegawa, P. Michel (2019) Hypervelocity impacts on iron meteorites targets : understanding impact processes on metal-rich asteroids, *EPSC Abstracts*, vol. 13, EPSC-DPS2019-598.
13. S. Schröder, O. Poch, M. Ferrari, S. De Angelis, R. Sultana, **S. Potin**, P. Beck, M.C. De Sanctis, B. Schmitt (2019) Experimental evidence for the nature of Ceres blue material, *EPSC Abstract*, vol. 13, EPSC-DPS2019-78
14. G. David, A. Cousin, O. Forni, P.Y. Meslin, J.R. Johnson, J. l'Haridon, P. Beck, **S. Potin**, E. Dehouck, A.M. Ollila, A.A. Fraeman, S. Le Mouélic, N. Mangold, B. Chide, O. Gasnault, S. Wiens, S. Maurice, J.F. Fronton, P. Pinet, M. Salvatore, E.A. Cloutis (2019) Iron oxide mineral grains observed by ChemCam on the Vera Rubin ridge at Gale crater, Mars, *50th Lunar and Planetary Science Conference 2019 (LPI Contrib. No 2132)*, pp. 1228
15. R. Sultana, P. Beck, O. Poch, **S. Potin**, E. Quirico, M. Roskosz, B. Schmitt, M. Ciarniello (2019) Infrared reflectance spectroscopy of sub- $\mu$ m silicate grains, *50th Lunar and Planetary Science Conference 2019 (LPI Contrib. No 2132)*, pp. 2299

16. **S. Potin**, S. Douté, B. Kugler, P. Beck, B. Schmitt, (2020) Simulated observations of planetary bodies based on laboratory bidirectional reflectance spectroscopy, *Asteroid Science 2020*, pp. 1874
17. O. Poch, I. Istiqomah, E. Quirico, P. Beck, B. Schmitt, A. Faure, P. Hily-Blant, L. Bonal, B. Rousseau, **S. Potin**, A. Raponi, M. Ciarniello, G. Filacchione, F. Capaccioni, M. C. De Sanctis, A. Longobardo, E. Palomba, F. Tosi, P. Theulé, A. Pommerol, N. Thomas, D. Kappel, L. Moroz, G. Arnold, V. Mennella, V. Vinogradof, D.e Bockel ´ee-Morvan, S. Erard, C. Leyrat (2020) Identification of ammonium salts on comet 67P / C-G surface from infrared VIRTIS / Rosetta data based on laboratory experiments, *ECLA Abstracts*





25 October 2018

Dr. Sandra Potin  
IPAG  
414 rue de la Piscine  
38400 Saint-Martin d'Hères  
FRANCE

Dear Dr. Potin:

Congratulations! As a result of various press activities undertaken by the Optical Society (OSA) we are pleased to inform you that the paper that you authored, entitled **SHADOWS: a spectro-gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogs: design, calibrations, and performances on challenging surfaces**, has been covered by several major media outlets. Some of the most notable are listed below:

**Photonics Online:** <https://www.photonicsonline.com/doc/instrument-boosts-analysis-of-small-extremely-dark-materials-0001>

**Science Daily:** <https://www.sciencedaily.com/releases/2018/09/180926140734.htm>

Overall, the media coverage related to this article has a potential audience reach of at least 5.918 million worldwide. Again, congratulations on the impressive attention that your paper has received. We are proud to highlight your work in *Applied Optics* and we thank you for your continued interest in and support of OSA's Publishing program.

Kind regards,



Elizabeth Nolan  
Deputy Executive Director and Chief Publishing Officer