

N°21

# LE RAYON DE SOLEIL

LE JOURNAL DU SYNCHROTRON



## Chimie sous lumière

### 04 LA RECHERCHE À SOLEIL

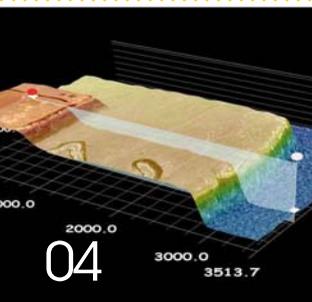
Imagerie et  
Nano ARPES pour  
les nanosciences

### 20 INNOVATIONS

Détecteur XPAD :  
du laboratoire à  
l'industrialisation

### 21 LA SCIENCE ENSEMBLE

Lumière, matière  
et cætera

**04****LA RECHERCHE À SOLEIL**

Imagerie et Nano-ARPES pour les nanosciences

**07**

Maladie de Huntington, étude par microspectroscopie infrarouge sur SMIS

**09****SAVOIR FAIRE**

Les futures lignes longues à SOLEIL

**13****DOSSIER Chimie**

sous lumière

**20****INNOVATIONS**

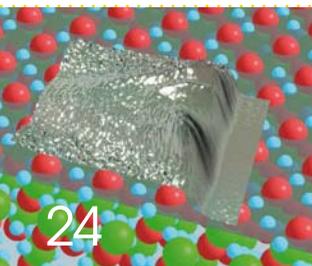
Détecteur XPAD : du laboratoire à l'industrialisation

**21****LA SCIENCE ENSEMBLE**

Lumière, matière et cætera

**22****LES COLLOQUES DE SOLEIL****24****DU SOLEIL DANS NOTRE VIE**

Des transistors nouvelle génération

**Pour vous abonner**au Rayon de SOLEIL  
rendez-vous sur  
[www.synchrotron-soleil.fr](http://www.synchrotron-soleil.fr)

l'édito

**Jean Daillant  
Directeur Général**

J'ai le plaisir de signer ce premier éditorial alors que l'activité scientifique de SOLEIL bat son plein et que plusieurs projets importants sont en phase de réalisation.

La construction de la ligne NANOSCOPIUM, engagée mi-octobre, nous permettra d'augmenter considérablement nos capacités expérimentales en matière d'imagerie X en atteignant une résolution de 30nm. L'heure est également venue de bâtir le bâtiment destiné à IPANEMA, dédié aux matériaux anciens. Plus encore que l'originalité de ce concept de plate-forme transdisciplinaire adossée au synchrotron, c'est la collaboration très étroite de ses partenaires qui laisse augurer de sa réussite. Ce souci constant à SOLEIL de mener la recherche en partenariat ouvert se traduit également dans la concrétisation de nouveaux accords, avec le futur synchrotron suédois MAX4, ou le renforcement de liens déjà très forts par exemple avec nos collègues allemands de DESY ou suisses de SLS. Nous nous sommes également inscrits dans les appels à projets EQUIPEX : le projet ROCK accepté en 2010 permettra de répondre aux demandes en forte croissance des communautés liées à l'énergie et à la chimie ; un projet de ligne de nanotomographie X, elle aussi très ouverte à la recherche fondamentale et appliquée en sciences des matériaux et en biologie, a été soumis en 2011. Notre engagement pour accompagner nos utilisateurs ne faiblit pas, notre rigueur et nos efforts non plus dans ces temps budgétaires difficiles pour tous. Nous essayons nous aussi de les surmonter pour continuer à faire la meilleure recherche possible.

## NOUVELLES TECHNOLOGIES

**ROCK pour l'énergie**

**RÉDUIRE LES ÉMISSIONS DE GAZ À EFFET DE SERRE, PRODUIRE DE L'ÉNERGIE À PARTIR DE RESSOURCES RENOUVELABLES** en recherchant l'optimisation des performances des batteries et des procédés de production de biocarburant, telles sont quelques-unes des cibles de ROCK, future ligne de lumière SOLEIL. Première ligne en Europe dédiée à la recherche sur les batteries et les catalyseurs, ROCK fait partie des 52 Equipex annoncés par le Premier Ministre, François Fillon. Ce projet doté de 3,3 millions d'euros réunit les compétences de SOLEIL, du Réseau national sur le stockage électrochimique de l'énergie et des laboratoires UCSS (Lille 1, CNRS) et LRS (CNRS, UPMC).

## CELEBRATION

**Première pierre d'IPANEMA****LE 16 SEPTEMBRE A ÉTÉ CÉLÉBRÉE À SOLEIL LA PREMIÈRE PIERRE D'IPANEMA,**

la Plateforme européenne de recherche dédiée à l'étude de matériaux anciens, en présence de plusieurs personnalités politiques ou scientifiques (voir photo ci-contre). Une centaine de personnes étaient réunies à cette occasion. IPANEMA accompagne les projets synchrotron déposés sur toutes les lignes SOLEIL concernant la recherche sur les matériaux anciens. De plus une ligne de lumière optimisée pour cette thématique, nommée PUMA, viendra s'ajouter aux 26 lignes de SOLEIL. Une salle de préparation des matériaux anciens, laboratoire dédié à l'archéologie, la paléontologie, les environnements anciens et la science de la conservation, permet par ailleurs aux utilisateurs de préparer leurs échantillons sur place. A terme, ses



**De gauche à droite : Bertrand Lavedrine (Muséum National d'Histoire Naturelle), Louis B.J. Vertegaal (NWO, Organisation Néerlandaise pour la Recherche Scientifique), Jacques Stern (Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche), Jean Daillant (SOLEIL), Isabelle This-Saint-Jean (Région Île de France), Bertrand-Pierre Galey (Ministère Culture et de la Communication) et Bertrand Girard (CNRS).**

équipements seront disponibles dans le cadre de la plateforme IPANEMA, dont les bâtiments vont bientôt sortir de terre.

**EN BREF****➤ NOMINATION D'AMOR NADJI**

Physicien Nucléaire de formation, Amor Nadji s'est tourné vers la Physique des Accélérateurs en 1990, en rejoignant les équipes du LURE à Orsay. Associé à « l'aventure SOLEIL » dès le stade de l'avant-projet, il a occupé le poste de responsable du Groupe Physique et Accélérateurs à partir de 2002. En juillet, Amor Nadji a succédé à la direction de la Division Sources et Accélérateurs à Jean-Marc Filhol, appelé à d'autres fonctions.

**➤ NANOSCOPIUM**

La construction de la ligne longue NANOSCOPIUM a démarré le 19 octobre dernier. Les travaux sont programmés sur 12 mois et font suite à une préparation spécifique du terrain pour répondre aux exigences de stabilité de cette ligne de lumière unique en imagerie X (cf page 9).

**5**

Depuis 5 ans, l'INRA et SOLEIL ont engagé une fructueuse collaboration, qui s'appuie sur la présence de 3 ingénieurs INRA mis à disposition à SOLEIL et a déjà donné près de 50 résultats.

**449**

Nombre de projets déposés lors du 9<sup>e</sup> appel à projets SOLEIL, clos le 15 septembre 2011. Ce nombre, supérieur à chaque nouvel appel à projets, était de 382 lors du précédent.

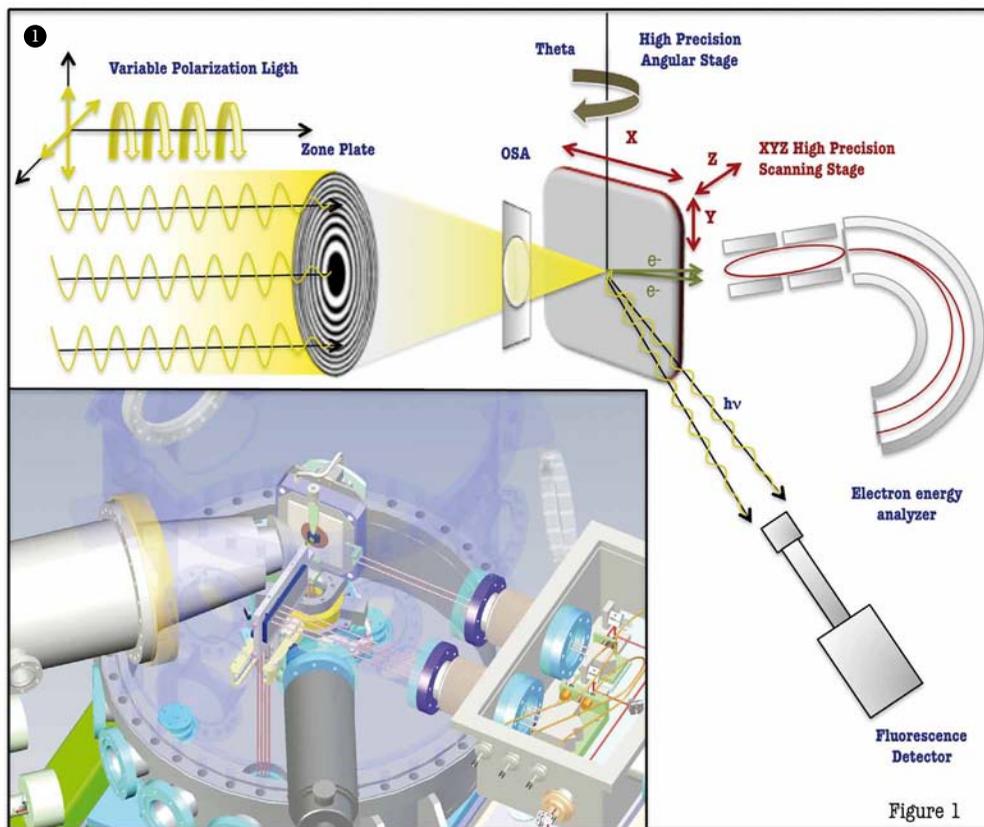
**17 000**

Nombre total de personnes (utilisateurs, visiteurs, fournisseurs...) entrant chaque année sur le site de SOLEIL.

## IMAGERIE ET NANO-ARPES

# Un outil puissant et novateur pour les nanosciences

Au cours des dernières décennies, nous avons assisté à des progrès exponentiels dans différents domaines des nouvelles nanotechnologies. Ces progrès portés par les axes forts de la nanoélectronique, du nanomagnétisme, et de la nanochimie, entre autres, touchent à peu près à tous les aspects de nos vies et sont des acteurs majeurs de notre évolution vers « l'ère de l'information et l'automatisation ».



## Résolution nanométrique pour les propriétés électroniques

Le défi consiste à quantifier et analyser les propriétés électroniques des matériaux avancés à l'échelle du nano et micromètre. Pour un tel résultat, l'analyse de la structure électronique doit impérativement être exhaustive non seulement pour ce qui concerne la détection des niveaux de cœur, mais surtout pour l'étude de la structure de bandes de valence délocalisées, directement responsables des liaisons chimiques, du transport électrique et des propriétés thermiques et mécaniques.

Traditionnellement, la spectroscopie de photoélectrons résolue en angle (ARPES) représente la seule technique capable de prendre des mesures suffisamment précises de la dispersion de la structure de bande de matériaux dans l'espace réciproque. L'état de l'art des appareils d'ARPES installés auprès des sources de rayonnement synchrotron, est tel qu'il permet d'offrir une résolution énergétique et angulaire inférieure à 5 meV et 0.1°, respectivement. Cependant, jusqu'à présent, aucun instrument n'a été capable d'effectuer expériences d'ARPES spatialement résolu à l'échelle des nanomètres.

Dans cet article sont présentés les premiers résultats du microscope Nano-ARPES récemment installé sur la ligne ANTARES à SOLEIL. Cet instrument sophistiqué est capable d'effectuer, avec une résolution spatiale de quelques dizaines de nano-

**S**uite à l'étape fondamentale de la création de nano-objets et même si ces « briques de base » ont présenté des propriétés remarquables, elles seraient restées inexploitées si parallèlement on n'avait développé de nouveaux outils capables d'offrir les moyens de voir, d'analyser et de mesurer les objets à toutes les échelles concer-

nées, de quelques microns jusqu'à quelques dizaines de nanomètres. Dernièrement, d'énormes progrès ont été accomplis grâce à l'essor incontournable d'une panoplie de microscopies modernes. Pourtant, il reste encore un grand défi à relever pour fournir, au-delà d'une résolution spatiale nanométrique, de puissants outils spectroscopiques de très haute résolution en énergie.

2

Figure 1 : Schéma de l'instrument Nano-ARPES. L'arrêt central de la ZP et l'ouverture de tri ordre (OSA) coupent l'ordre zéro de diffraction et ne laisse passer que l'ordre 1. Le microscope est équipé d'un détecteur de fluorescence pour réaliser des expériences d'adsorption de rayons-X, in situ.

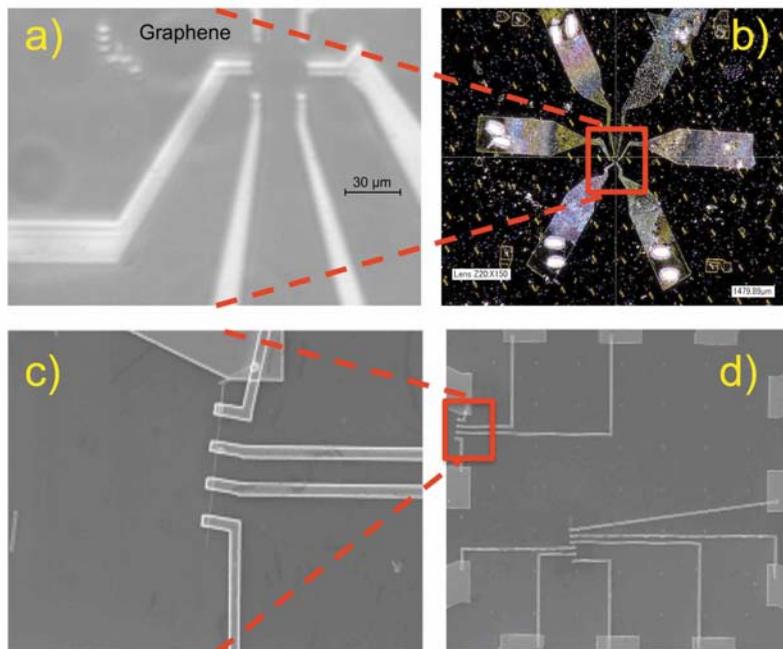
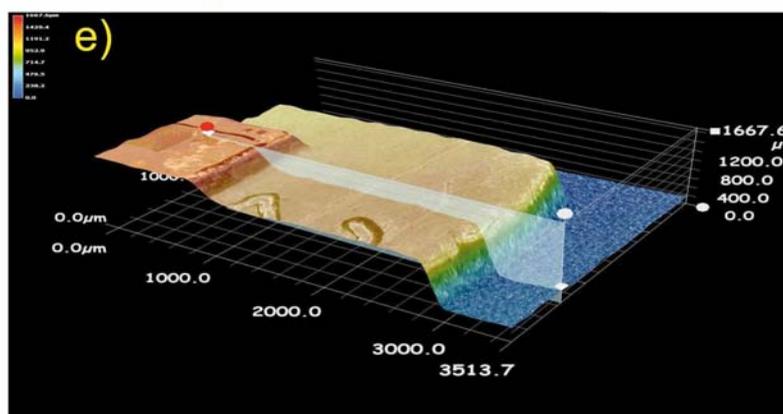


Figure 2 : Film de graphène exfolié visualisé par microscope optique (a) et MEB (b). Les parties (c) et (d) de la figure présentent des images MEB des nanofils isolés de silicium. Enfin, la visualisation par microscopie optique d'un cristal HOPG est présentée dans la partie (e) de la figure.



mètres, de l'imagerie directe des niveaux de cœur et leurs déplacements chimiques, des structures de bandes dans l'espace réciproque et des surfaces d'énergie constante dans l'espace réciproque, particulièrement la Surface de Fermi.

### Premiers résultats sur ANTARES

La figure 1 montre un dessin schématique du microscope d'ANTARES. La principale différence par rapport aux instruments classiques d'ARPES est que l'échantillon peut être monté sur une platine de haute précision qui assure le balayage nanométrique des échan-

tillons dans les directions  $x$ ,  $y$  et  $z$ . L'angle polaire ( $\theta$ ) et l'angle azimutal ( $\varphi$ ) peuvent également être automatiquement balayés dans une plage de  $90^\circ$  degrés. Enfin, le faisceau de rayons X mous (de 20 à 900 eV) avec une polarisation linéairement ou circulairement contrôlée peut être focalisé à environ 80 nm, à l'aide de lentilles de Fresnel (« zone plate », ZP). Le microscope d'ANTARES a deux modes de fonctionnement, la spectroscopie avec nano-spot et l'imagerie spectroscopique.

La Figure 2 montre quelques exemples qui, loin de pouvoir constituer une liste exhaustive, ont

été choisis pour illustrer les types de spécimens les plus représentatifs actuellement étudiés par le microscope Nano-ARPES d'ANTARES. Plusieurs échantillons de graphène exfolié de moins de  $30\ \mu\text{m}$  de largeur et d'un atome d'épaisseur (le matériau le plus mince jamais obtenu isolé) ont été orientés et largement caractérisés à l'aide de ce microscope Nano-ARPES avec une excellente reproductibilité des résultats<sup>1</sup>. Le microscope d'ANTARES a d'autre part mesuré les états de valence et des niveaux de cœur de nano-objets isolés comme les nanofils de silicium dopés avec du bore<sup>2</sup> (Figure 2). Enfin, la Figure 2 présente la visualisation d'un cristal de graphite pyrolytique fortement orienté (HOPG) qui, malgré son apparente homogénéité, est constitué de grains micrométriques.

Afin de démontrer les capacités du nouveau microscope, nous présentons l'étude d'imagerie et de spectroscopie d'HOPG. L'échantillon est un polycristal constitué de grains de graphite monocristallin de taille micrométrique aléatoirement tournés dans le plan basal du cristal. L'unité élémentaire de l'HOPG est le graphite, qui présente une structure planaire, où, dans chaque couche, les atomes de carbone sont disposés en un réseau hexagonal. Les atomes de carbone dans chaque plan sont fortement liés par des liaisons covalentes de type  $\sigma$  pour ses électrons  $sp^2$ , et des liaisons covalentes de type  $\pi$  pour ses autres électrons  $p$ . Ces liaisons  $\pi$  sont des liaisons conjuguées très délocalisées et perpendiculaires aux plans atomiques, ce qui explique la grande conductivité électrique et thermique du graphite.

L'image de la figure 3 représente une cartographie de  $7\ \mu\text{m} \times 7\ \mu\text{m}$  de l'intensité de photoémission dans une fenêtre d'énergie réduite autour du niveau de Fermi. La géométrie de détection du microscope a été fixée de telle manière qu'elle permette de détecter seule l'intensité provenant des grains orientés dans la direction  $\Gamma K$  où seules les bandes  $\pi$  se trouvent très proches du niveau de Fermi. La stabilité thermique et mécanique du microscope permet d'obtenir des images avec un

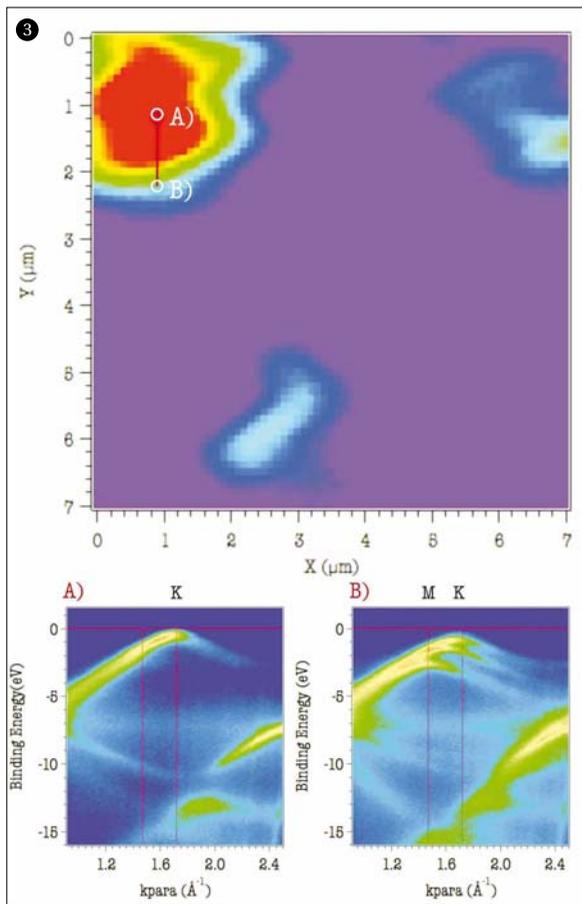


Figure 3 : Cartographie de l'intensité des photoélectrons d'un cristal HOPG angulaire et spatialement résolue.

contraste élevé et très reproductible. L'identification des différents grains d'une taille de 1-2 microns, mesurés dans le mode nano-spot du microscope, permet ainsi d'obtenir la dispersion complète de bandes d'un seul grain et autour (Fig. 3A et 3B).

Une autre forme d'étude sur la dispersion énergétique des bandes consiste à analyser les cartographies de l'intensité de photoélectrons à énergie constante. Cependant, pour cela il est nécessaire de faire un balayage angulaire très précis qui requiert une coïncidence presque parfaite du foyer de la lumière (ou de la ZP), de l'analyseur Scienta et de l'axe mécanique de rotation du microscope dans la région de l'échantillon à mesurer, ce qui dans ce cas est la surface d'un grain de seulement 2  $\mu\text{m}$  de largeur.

La Figure 4a montre les traits dominants de la cartographie de la Surface de Fermi d'un seul grain du cristal d'HOPG. Elle dévoile des petits paquets d'états électroniques

concentrés dans les six coins de la zone de Brillouin du graphite. La figure 4b indique la même Surface de Fermi détectée sans ZP, en mode ARPES traditionnel. La Surface de Fermi est maintenant caractérisée par un anneau de radius  $\Gamma K$  qui comprend les six points de tous les grains individuels orientés aléatoirement dans le cristal d'HOPG.

Ainsi, le nouveau microscope Nano-ARPES récemment installé sur ANTARES est déjà capable de fournir des images spectroscopiques avec une résolution spatiale de quelques dizaines de nanomètres, en préservant une résolution angulaire et énergétique comparable aux instruments ARPES les plus performants installés sur des sources de rayonnement synchrotron.

→ **Contact :**  
[asensio@synchrotron-soleil.fr](mailto:asensio@synchrotron-soleil.fr)

1. Contacter le groupe ANTARES pour plus d'information
2. Contacter Bruno Grandier du IEMN Lille pour plus d'information

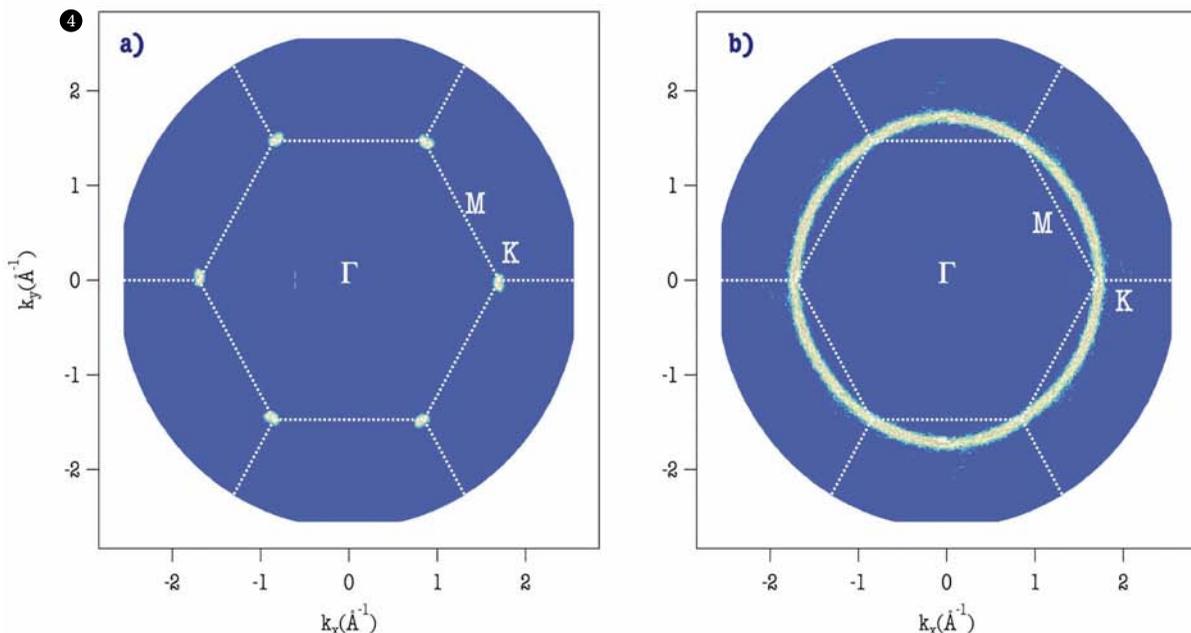
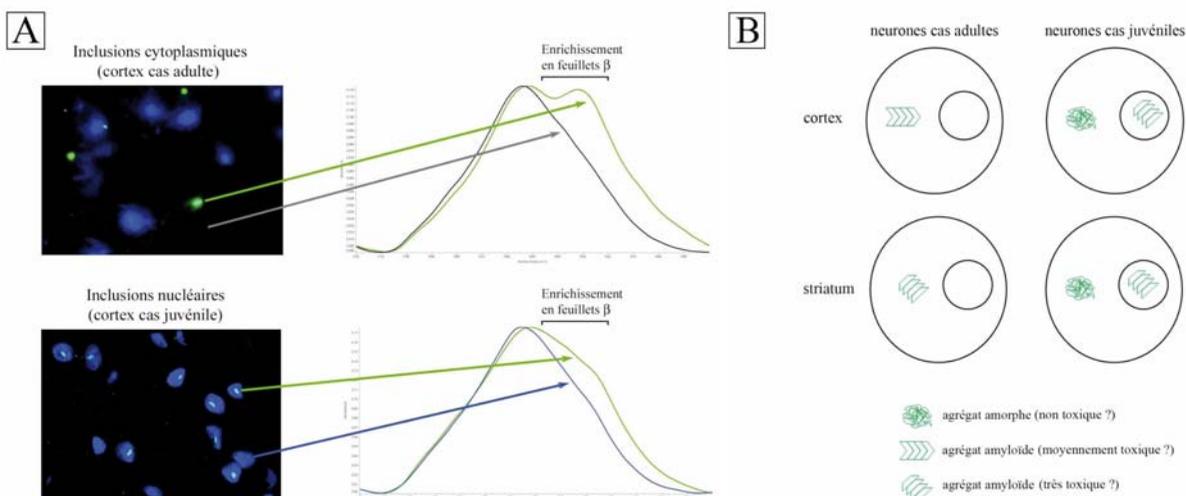


Figure 4 : Surface de Fermi d'un grain individuel de graphite dans un cristal d'HOPG par Nano-ARPES (a) et Surface de Fermi d'un cristal d'HOPG par ARPES traditionnel (b).

## MALADIE DE HUNTINGTON

# Etude par micro-spectroscopie infrarouge sur SMIS

La maladie de Huntington (MH) est caractérisée par la formation d'agrégats protéiques (inclusions) dans certaines régions cérébrales. Des données récentes suggèrent que la structure secondaire des protéines agrégées jouerait un rôle majeur dans la dégénérescence neuronale. La micro-spectroscopie infrarouge par rayonnement synchrotron constitue un outil de choix pour étudier la structure secondaire des protéines agrégées et pour déterminer si celle-ci varie en fonction de leur localisation subcellulaire ou tissulaire, ou selon que le patient est atteint de forme adulte ou juvénile de la maladie.



**Analyse de la structure secondaire des protéines dans les inclusions.** (A) Microscopie de fluorescence et spectroscopie infrarouge. Ces images révèlent la présence des inclusions dans le cytoplasme ou dans les noyaux des coupes de cortex de patients atteints de la forme adulte et juvénile de la MH. Les noyaux sont colorés en bleu et les inclusions en vert. Les spectres infrarouges des inclusions (vert) et des compartiments témoins (cytoplasme et noyau, respectivement en noir et en bleu) se différencient par la présence d'un épaulement correspondant à un enrichissement en feuillets  $\beta$ . (B) Modèle de l'agrégation protéique dans la MH proposé à partir des résultats obtenus sur la ligne SMIS.

La MH est une maladie génétique neurodégénérative qui affecte environ 6000 personnes en France. La symptomatologie associée des troubles moteurs, des troubles du comportement et une démence. La mutation responsable consiste en l'expansion d'une séquence répétitive du codon CAG dans le gène de la huntingtine. La traduction de cette séquence conduit à la synthèse d'une chaîne polyglutamine (polyQ) excessivement longue dans la protéine. Chez les individus sains, cette séquence comporte 20 à 35 répétitions. Une séquence longue de 36 à 60 répétitions conduit à la forme adulte de la maladie et une séquence dépassant 60 répétitions à la rare forme juvénile. La pathologie se caractérise surtout par une dégénérescence progressive très prononcée du striatum, mais également du cortex. La maladie est plus sévère et progresse plus rapide-

ment dans les cas juvéniles. Les inclusions se forment dans les neurones du corps strié et du cortex ; elles sont majoritairement cytoplasmiques dans les cas adultes et nucléaires dans les cas juvéniles.

## Importance de la structure secondaire des agrégats protéiques

Les mécanismes d'agrégation entrant en jeu dans la MH sont étudiés depuis le début des années 90 et la capacité de peptides polyQ synthétiques à former des agrégats riches en feuillets  $\beta$  (dits amyloïdes) a rapidement été mise en évidence. La huntingtine peut former une variété d'agrégats in vitro : oligomériques (petits agrégats solubles), annulaires, amorphes (sans organisation structurelle apparente) et fibrillaires. Des études récentes ont montré que les conditions expérimentales ont une influence sur

la structure secondaire adoptée par les protéines dans les agrégats de polyQ, et que cette structure jouerait un rôle décisif dans la toxicité cellulaire. Par exemple, une simple variation de la température peut modifier à la fois la structure d'un peptide polyQ et sa cytotoxicité.

La structure secondaire des agrégats protéiques présents dans le cerveau des patients atteints de MH reste inconnue et rien ne prouve que les agrégats formés in vitro reproduisent la structure des agrégats des malades. Si l'environnement joue un rôle important dans la conformation adoptée par les agrégats, la complexité biochimique du cerveau humain pourrait moduler l'agrégation différemment de ce qui a été rapporté in vitro. L'examen d'échantillons de cerveaux de patients offre l'occasion de déterminer la structure des inclusions in situ. Pour ce genre

Guylaine Hoffner,  
William André  
et Philippe Djian,  
de l'Unité CNRS  
« Régulation de  
la Transcription  
et Maladies  
Génétiques »,  
Université Paris  
Descartes.



d'étude, l'analyse par microspectroscopie infrarouge (IR) par rayonnement synchrotron est particulièrement adaptée.

### Analyse de la structure secondaire des inclusions protéiques par micro-spectroscopie infrarouge synchrotron

Du fait de la petite taille des inclusions (quelques microns), l'analyse de leur structure requiert une technique extrêmement sensible, comme la source IR synchrotron, puisque la finesse du faisceau et son intensité rendent possible une analyse à l'échelle cellulaire. Le spectre IR d'un échantillon permet de définir la constitution chimique de l'échantillon ainsi que la conformation de ses liaisons atomiques ; il donne ainsi accès à des informations sur la structure secondaire des protéines. Cette technique n'est pas destructrice et il est possible de coupler l'analyse IR à la microscopie de fluorescence qui permet de repérer les inclusions marquées par des anticorps couplés à un marqueur fluorescent.

Guylaine Hoffner et William André, qui travaillent dans l'équipe de Philippe Djian, ont étudié des cerveaux de patients atteints de MH en collaboration avec la ligne de lumière SMIS. Des coupes de cerveau ont été déposées sur des lames et les inclusions localisées grâce à un marquage fluorescent de la huntingtine à l'aide d'un anticorps spécifique. Les coupes ont ensuite été analysées avec un microscope IR Thermo Nicolet Continuum XL en mode transmission. Pour les

analyses dans l'IR moyen (4000-800  $\text{cm}^{-1}$ ), le faisceau synchrotron est focalisé sur l'échantillon avec une résolution spatiale de 6  $\mu\text{m}$ . Dans ces conditions, le rayonnement IR synchrotron est 100 fois plus brillant que celui émis par une source conventionnelle.

Les chercheurs ont acquis des spectres IR des différents types d'inclusions et de leurs compartiments témoins (cytoplasmes ou noyaux). Ils se sont focalisés sur la bande d'absorption de l'amide I (1600-1720  $\text{cm}^{-1}$ ), une région spectrale très sensible à la structure secondaire des protéines. L'étude des différences entre les spectres des inclusions et des témoins a ensuite révélé les caractéristiques structurales des inclusions. Les structures amyloïdes ont une signature particulière en IR (fig. 1A).

### Mise en évidence du polymorphisme structural des inclusions et lien avec la dégénérescence neuronale

Les inclusions cytoplasmiques du cortex et du corps strié des patients adultes sont toutes deux fortement enrichies en feuillets  $\beta$  (fig. 1A), mais leurs spectres IR et donc leurs conformations amyloïdes présentent des différences. Le fait que la dégénérescence soit plus prononcée dans le corps strié que dans le cortex des cas adultes suggère que la structure amyloïde des inclusions du corps strié est plus toxique pour les neurones que celle du cortex. Quant aux cas juvéniles, leurs inclusions nucléaires ont une conformation amyloïde comparable à celle des in-

clusions cytoplasmiques du corps strié des cas adultes alors que leurs inclusions cytoplasmiques constituent des agrégats amorphes sans structure amyloïde. Les inclusions nucléaires seraient donc toxiques chez le patient juvénile, alors que les inclusions cytoplasmiques seraient inoffensives.

Ce travail confirme l'existence d'agrégats amyloïdes et décrit un tableau complexe de l'agrégation à son stade terminal dans la MH (fig. 1B). Il suggère aussi un lien entre la nature des structures amyloïdes des agrégats et leur toxicité neuronale. Il reste maintenant à vérifier expérimentalement la toxicité des conformations amyloïdes décrites dans cette étude et à essayer de comprendre les mécanismes de cette toxicité. La flexibilité des agrégats protéiques pourrait, par exemple, dépendre de leur conformation amyloïde, permettant ou non l'exposition de la polyQ à leur surface. Cette dernière pourrait ainsi interagir avec des composants cellulaires et conduire à la mort de la cellule.

#### → Contacts :

guylaine.hoffner@parisdescartes.fr,  
paul.dumas@synchrotron-soleil.fr

#### Références :

- Chen et al. Biochemistry, 41, 7391-7399 (2002)
- Hiramatsu & Kitagawa, Biochim Biophys Acta, 1753, 100-107 (2005)
- Jackson & Mantsch, Crit Rev Biochem Mol Biol, 30: 95-120 (1995)
- Nagai & Popiel, Curr Pharm Des, 14, 3267-3279 (2008)
- Nekooki-Machida et al. Proc Natl Acad Sci U S A, 106, 9679-9684 (2009)
- Poirier et al. J Biol Chem, 277, 41032-41037 (2002)
- Scherzinger et al. Cell, 90, 549-558 (1997)
- Wacker et al. Nat Struct Mol Biol, 11, 1215-1222 (2004)

## ZOOM SUR

# Les futures lignes de lumière longues de SOLEIL

Les lignes de lumière « longues » NANOSCOPIUM et NANOTOMOGRAPHIE seront dédiées aux techniques de pointe de nano-imagerie par rayons X durs. Une extension de 2200 m<sup>2</sup> au bâtiment SOLEIL sera construite en 2012 pour abriter ces lignes de lumière.

L'imagerie moderne par rayons X durs sur synchrotron ouvre la voie à des méthodes fondamentalement nouvelles de caractérisation d'échantillon résolue spatialement en exploitant pleinement la cohérence du faisceau de rayons X. Elle peut atteindre des résolutions de 10-50 nm, ce qui permet de combler l'écart de résolution entre les microscopies optique et électronique, et fournit des informations quantitatives avec une haute sensibilité sur la variation de densité, la distribution des éléments et/ou la spéciation chimique. De plus, le grand pouvoir pénétrant des rayons X durs permet d'effectuer des études non destructives des structures enfouies sur des spécimens intacts de grande épaisseur. NANOSCOPIUM produira des images par balayage tandis que NANOTOMOGRAPHIE sera dédié aux techniques plein champ.

## Pourquoi utiliser des rayons X cohérents ?

Les rayons X cohérents peuvent non seulement être focalisés en un faisceau de quelques dizaines de nanomètres de large, mais également utilisés pour générer simultanément des images multiples et complémentaires d'un objet donné, dans lesquelles le contraste est généré par des mécanismes différents. Dans ces techniques d'imagerie « multimodale », une des images représente l'absorption dans l'échantillon, de manière analogue à une radiographie conventionnelle. Une autre image cartographie les variations de phase du rayonnement, comme avec des perturbations dans un front d'onde. Beaucoup d'échantillons intéressants tels que les cellules biologiques et les tissus mous sont transparents aux rayons X mais interagissent fortement avec la phase, ce qui permet d'obtenir des images de projection à contraste élevé même dans l'état hydraté. Un troisième

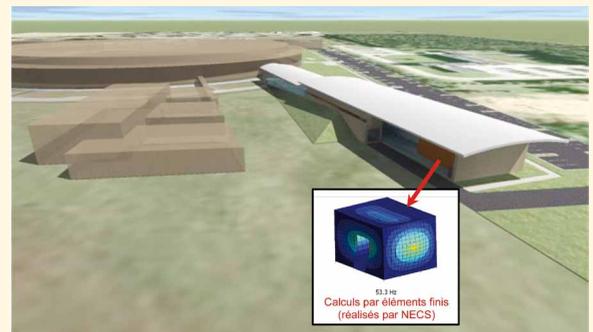
mode de contraste, sensible à la diffusion, révèle la présence de nanostructures dont la taille est inférieure à la résolution, et fournit des informations sur leur agencement. En mode balayage, ces principes permettent même de produire simultanément des images de la structure d'un échantillon en « super-résolution », beaucoup plus fines que la taille du faisceau, en utilisant des techniques connues sous le nom de « Ptychographie ».

## Pourquoi une telle longueur ?

NANOSCOPIUM, longue de plus de 160 mètres, produira un faisceau plus cohérent et de taille nanométrique dans les stations d'expérience que ne le permet une ligne de lumière courte. Des éléments optiques de focalisation destinés à exploiter cette grande distance créeront des nano-faisceaux intenses et stables. Une « source secondaire » à mi-chemin dans la ligne de lumière protège contre les vibrations et les dérives, et permet de contrôler la cohérence et le flux. Sur NANOTOMOGRAPHIE, la longueur de 200 m donne non seulement un faisceau de plusieurs centimètres de large pour étudier les grands échantillons, mais garantit également une cohérence transverse très élevée pour les rayons X et ainsi une sensibilité à des différences de densité extrêmement faibles dans les objets étudiés.

## Techniques expérimentales

NANOSCOPIUM, dédiée aux techniques de balayage dans la gamme 5 – 20 keV, offrira des possibilités de recherche uniques en combinant l'analyse chimique de l'échantillon (par fluorescence et spectroscopie d'absorption dans le domaine des rayons X) avec l'analyse de la structure obtenue par imagerie cohérente (ptychographie) à haute résolution spatiale (= 30 nm) en 2



et 3 dimensions. Les distributions élémentaires et les états d'oxydation pourront être quantifiés au niveau de traces dans les échantillons géologiques et biologiques pour la plupart des éléments à partir du Titane. La spectroscopie de fluorescence ciblera des éléments légers d'une masse allant jusqu'à celle du phosphore. La ligne de lumière NANOTOMOGRAPHIE fonctionnera entre 5 et 25 keV et fournira des données volumiques en 3D sur une large gamme d'échelles de longueur à partir d'une résolution de 30 nm (taille du pixel) jusqu'à une largeur d'objet de 40 mm avec une limite de détection pour les variations de densité allant jusqu'à 0,5 mg/cm<sup>3</sup> (0,2 électrons par nm<sup>3</sup>).

## Quelles sont les perspectives ?

Les caractéristiques, les spécifications et les nouvelles techniques disponibles avec NANOSCOPIUM ont motivé tous les groupes impliqués pour œuvrer afin de rendre la ligne de lumière accessible aux utilisateurs d'ici fin 2013. Pour NANOTOMOGRAPHIE, une demande de financement par le programme EQUIPEX vient d'être déposée.

### → Contacts :

Les responsables des lignes NANOSCOPIUM et NANOTOMOGRAPHIE  
 somogyi@synchrotron-soleil.fr;  
 weitkamp@synchrotron-soleil.fr

Extension du bâtiment synchrotron pour les lignes de lumière NANOSCOPIUM et NANOTOMOGRAPHIE. Les cabanes de radioprotection doivent assurer une haute stabilité thermique et mécanique. Responsable de la construction du bâtiment : P. Eymard.

## PORTRAIT D'EXPERT

# ALAIN LESTRADE, CHEF DU GROUPE ALIGNEMENT ET MÉTROLOGIE



**Alain Lestrade** effectue des relevés de position des supports d'alignement sur la chambre du doigt froid de la ligne DISCO.

## Quand avez-vous intégré le monde des synchrotrons ?

Au début des années 90, à l'occasion d'un contrat de maintenance par la société grenobloise dans laquelle j'étais alors géomètre, j'ai été amené à travailler à l'ESRF. J'y suis finalement resté 12 ans, plus particulièrement en charge de l'Alignement et de la base d'étalonnage. Lorsque le projet SOLEIL a redémarré, j'ai rejoint l'équipe qui travaillait à partir de l'Avant-Projet Détaillé (APD) ; c'était en janvier 2002. J'avais entre temps acquis, outre l'expérience en milieu synchrotron, des connaissances en optique et électronique par le biais d'une reprise d'études dans le domaine des micro-ondes et de l'optique.

## En quoi consiste votre travail ?

Le groupe Alignement et Métrologie a été impliqué très

tôt dans le projet du côté « machine », et le fait d'être présent en amont d'un projet est toujours très positif. Cela nous a permis de nous accorder au mieux avec la Division Sources concernant la conception, la réalisation et la mise en place des poutres supportant les différents aimants qui guident le faisceau d'électrons. On comprend facilement que, pour garantir précision et fiabilité à la trajectoire du faisceau, le positionnement de chaque élément des accélérateurs et de l'anneau de stockage est primordial. Cette indispensable précision a été poussée à l'extrême dans le cas de SOLEIL : l'objectif était d'atteindre 20 microns entre aimants sur les poutres, et 50 microns entre poutres adjacentes. Les spécifications suivies et les méthodes utilisées à SOLEIL correspondent aux choix pris dès la phase de l'APD. Mais nous sommes aussi présents aux côtés des équipes des lignes de lumière, et ce également dès leur conception, en parallèle de notre travail avec les Sources.

Je me souviens par exemple de réunions avec les équipes de CASSIOPEE ou DESIRS, alors que nous étions dans les ALGECO sur la Faculté d'Orsay : le premier coup de pioche n'avait pas encore été donné sur le site de SOLEIL ! Cette double interaction avec les Sources et les Expériences existait déjà à l'ESRF. Mais à SOLEIL elle s'est renforcée avec les lignes de lumière. Par ailleurs, nous sommes en contact permanent avec le groupe Optique, dirigé par François Polack (cf Rayon de

SOLEIL n°19, p10) : ce sont véritablement des échanges quotidiens. Je souhaitais que le travail d'alignement à SOLEIL sorte du cadre classique lié aux principes mêmes des techniques purement géométriques, majoritairement utilisées dans les synchrotrons. Il n'est pas possible de se limiter à la définition usuelle, à savoir : « la mesure des grandes dimensions ». La géométrie reste pour nous un outil essentiel, mais un outil parmi d'autres. C'est ce qui fait, je pense, l'originalité de la démarche choisie par notre groupe.

## Comment définissez-vous cette démarche ?

Toujours se placer au plus près des composants sur lesquels on travaille, et ceci en incluant à la gamme des méthodes de mesure employées des procédures relevant de la mécanique et de l'optique, qui sont deux aspects fondamentaux dans un synchrotron. Ma formation d'ingénieur a sans aucun doute influencé cette approche. Concrètement, nous avons reconçu ou développé plusieurs instruments, de façon notamment à en améliorer la fiabilité et la précision. C'est par exemple le cas de l'écartomètre à fil et du HLS (Hydrostatic Leveling System), sorte de « niveau d'eau » électronique, qui va être installé sur toute la longueur de Nanoscopium. Il s'agit de la ligne qui, à l'heure actuelle, nous a demandé le plus de R&D, du fait des conditions drastiques de stabilité à longue distance qu'elle requiert : jusqu'à quelques centièmes de microns de précision

(en mouvement vertical) sur les 70 derniers mètres de longueur à parcourir avant l'échantillon... Nous partons d'un dispositif commercialisé, que nous optimisons. Autre challenge à relever : la précision du positionnement des échantillons sous le faisceau de photons, avec par exemple les goniomètres ou, en ce moment, une platine de translation nécessaire au fonctionnement du monochromateur de la ligne GALAXIES. Elle devra permettre de détecter des déplacements de l'ordre de 5 nanomètres ! Nous devons repenser tout l'assemblage et les méthodes de mesure de notre interféromètre, afin d'augmenter sa résolution. Notre travail avec la Division Expériences est loin d'être terminé puisque toutes les lignes de lumière de SOLEIL ne sont pas encore construites.

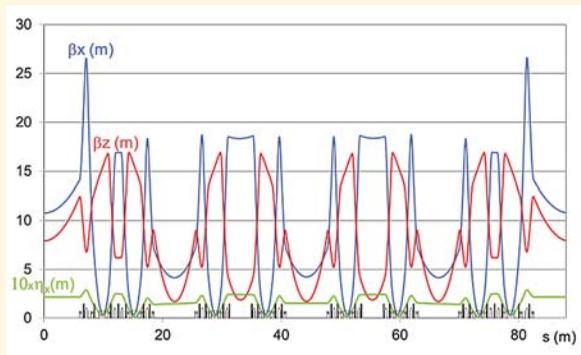
## Pas le temps de vous ennuyer, semble-t-il ?

Pas du tout, en effet ! D'autant moins que je suis en train de préparer des cours, qui me sont demandés depuis plusieurs années en interne, dans le cadre de la formation professionnelle. Depuis quelques mois je me replonge dans tous les aspects théoriques de l'alignement et de la métrologie pour les approfondir et être au point devant mes futurs « élèves ». C'est une autre facette de mon travail, que je n'avais pas encore vraiment expérimentée mais qui me motive également beaucoup. Encore un nouveau défi !

➔ **Contact** : [alain.lestrade@synchrotron-soleil.fr](mailto:alain.lestrade@synchrotron-soleil.fr)

## POINT FORT

# Les nouveaux réglages optiques de l'anneau de stockage



**Fonctions optiques du réglage nominal pour un quart d'anneau allant du milieu d'une section droite longue au milieu de la section droite longue suivante. Les aimants qui constituent la structure magnétique sont représentés en noir. Les trois sections droites moyennes et les deux sections droites courtes possèdent un minimum de la fonction  $\beta_z$  en leur milieu. L'émission horizontale  $\epsilon_x$  est de 3,7 nm.rad.**

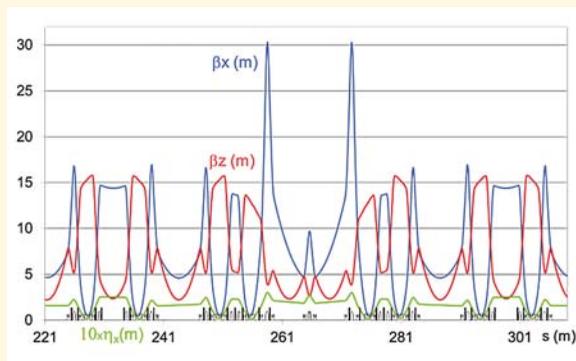
Le réglage optique nominal de l'anneau de SOLEIL a été optimisé pour satisfaire les utilisateurs en termes de dimensions du faisceau d'électrons aux points « source », tout en garantissant des performances excellentes pour le fonctionnement de la machine (durée de vie et rendement d'injection). Plusieurs raisons peuvent faire évoluer le réglage optique : pallier certaines limitations des performances imposées par les onduleurs et wigglers, satisfaire une demande de utilisateurs en termes de caractéristiques de faisceau, ou tenir compte d'une modification de la machine pour la construction de nouvelles lignes de lumière.

## Qu'est-ce qu'un réglage optique ?

Dans l'anneau de stockage, le système de focalisation du faisceau d'électrons est assuré par 160 quadrupôles. Chaque quadrupôle est focalisant dans le plan horizontal et défocalisant dans le plan vertical, ou inversement. Associés par deux ou par trois, les quadrupôles constituent un système de focalisation dans les deux plans et les électrons subissent en permanence des forces de rappel qui leur confèrent un mouvement oscillant. La vérification du réglage optique se fait en mesurant le nombre d'oscillations par tour dans les plans horizontal et vertical : ce sont les nombres d'onde horizontal ( $\nu_x$ ) et vertical ( $\nu_z$ ). Le réglage du

gradient des 160 quadrupôles permet de focaliser le faisceau transversalement aux endroits stratégiques que sont les milieux des sections droites (onduleurs) et les dipôles. Trois paramètres sont couramment utilisés en Physique des Accélérateurs pour représenter cet effet de focalisation, ce sont les fonctions optiques :  $\beta_x$  pour la focalisation horizontale,  $\beta_z$  pour la focalisation verticale et  $\eta_x$  pour la fonction dispersion horizontale (trajectoire des électrons ayant un défaut d'énergie). Plus elles sont petites, plus le faisceau d'électrons est focalisé. La structure magnétique de l'anneau (arrangement des dipôles, quadrupôles et sextupôles) possède une symétrie d'ordre 4 que l'on retrouve sur les fonctions optiques. La figure 1 présente l'allure des fonctions optiques sur un quart de machine pour le réglage nominal.

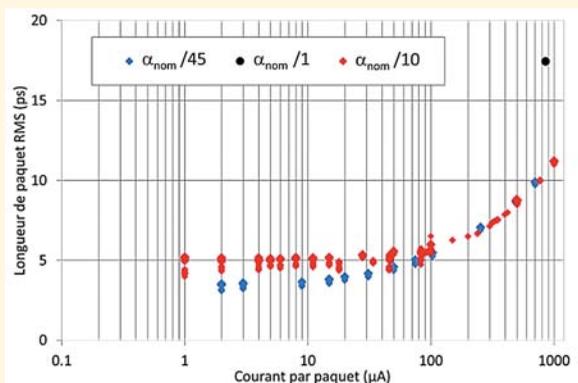
Les fonctions optiques, associées à l'émission horizontale ( $\epsilon_x$ ), au couplage, à la dispersion en énergie, permettent de calculer la valeur des dimensions et divergences transverses du faisceau d'électrons, en tout point de l'anneau. Ces fonctions optiques permettent aussi de calculer l'effet de tout champ magnétique inséré à un endroit donné de la machine. Les effets linéaires et non linéaires d'un onduleur, par exemple, sont donc d'autant plus importants que les fonctions optiques à l'endroit de l'onduleur sont grandes.



**Fonctions optiques du réglage «Nanoscopium» dans la section droite longue SDL13 et les deux sections droites moyennes et courtes adjacentes. L'émission horizontale  $\epsilon_x$  est de 3,9 nm.rad.**

## Réduction de l'effet de l'onduleur HU640 sur la durée de vie

L'onduleur HU640 est installé dans la section droite longue SDL05 et dessert la ligne DESIRS. Quand il est utilisé en polarisation Linéaire Verticale (champ magnétique horizontal), ses effets non linéaires augmentent avec le champ magnétique et sont la cause d'une réduction significative de la durée de vie et du rendement d'injection. L'origine de ces effets a été identifiée à partir des mesures sur le faisceau d'électrons, qui ont révélé que les intégrales de champ de l'onduleur, vues par les électrons, sont anormalement grandes. Un système de correction magnétique est actuellement à l'étude et, en parallèle, une modification des fonctions optiques a été faite dans la section droite longue SDL05 et dans les trois autres sections droites longues pour maintenir la symétrie 4 du réglage optique. La fonction  $\beta_x$ , facteur d'amplification des effets non linéaires aux grandes amplitudes horizontales, y a été réduite d'un facteur 2, les fonctions optiques restant semblables partout ailleurs dans l'anneau. Ce réglage, qui possède la même émittance horizontale et les mêmes nombres d'onde que le réglage nominal, permet de diminuer significativement l'effet de l'onduleur HU640, et de maintenir une durée de vie supérieure à 10 h et un rendement d'injection supérieur à 60 %, même en présence des autres ondu-



Variation de la longueur de paquet RMS en fonction du courant par paquet pour  $\alpha_{\text{nom}}/10$  et  $\alpha_{\text{nom}}/45$  et une tension RF de 4 MV (mesures effectuées à la streak camera).

leurs. De plus, les nouvelles valeurs des fonctions optiques dans l'onduleur sont favorables à la qualité du faisceau de photons. Ce nouveau réglage optique a été mis en opération sur la machine de novembre 2010 à juillet 2011.

### Installation de deux onduleurs sous-vide cantés<sup>2</sup> dans la section droite longue SDL13

La section droite longue SDL13 va accueillir deux onduleurs sous-vide qui desserviront, chacun, une des deux lignes longues cantées NANOSCOPIUM<sup>3</sup> et NANOTOMOGRAPHIE. Ceci conduit à une modification importante de la machine avec l'installation de nouveaux équipements : quatre aimants dipolaires pour dévier la trajectoire du faisceau d'électrons uniquement dans les deux onduleurs afin de séparer les faisceaux de photons des deux lignes de lumière, deux nouveaux mesureurs de position, trois quadrupôles et deux sextupôles supplémentaires au milieu de la section droite. En effet, comme pour tous les autres onduleurs sous vide, le faisceau d'électrons doit être focalisé en vertical, ce qui n'est pas le cas dans les sections droites longues avec le réglage nominal. Les trois quadrupôles supplémentaires assurent la focalisation verticale dans chacun des deux onduleurs et un nouveau réglage optique a été optimisé, c'est le

réglage optique dit « Nanoscopium ». Les fonctions optiques dans les autres sections droites sont identiques à celles du réglage nominal excepté dans les sections droites courtes où la fonction  $\beta_x$  a été réduite pour minimiser les effets non-linéaires des onduleurs et wiggler sous-vide (figure 2).

L'ajout des trois quadrupôles casse naturellement la symétrie 4 de la structure magnétique de la machine et impacte de façon très significative la dynamique transverse non-linéaire du faisceau d'électrons. L'optimisation expérimentale de ce réglage, en termes de durée de vie et de rendement d'injection, a conduit à choisir des nombres d'onde différents du réglage nominal. La durée de vie mesurée en présence des onduleurs sous-vide est meilleure que pour le réglage nominal, montrant ainsi l'effet bénéfique de la réduction de la fonction  $\beta_x$  dans les sections droites courtes, qui n'impacte que légèrement les dimensions du faisceau d'électrons. La qualité des faisceaux de photons ne sera pas modifiée par l'utilisation de ce nouveau réglage. *La validation de ce réglage, en présence des deux onduleurs sous-vide, est prévue pour l'automne 2011.*

### Production de paquets courts

Une demande pour travailler avec des longueurs de paquet plus courtes, provenant des utilisateurs de la structure temporelle du faisceau mais aussi du rayonnement synchrotron cohérent (CSR) dans le domaine du THz, a conduit à la recherche d'un réglage optique dit « low-alpha ». Dans un anneau de stockage, la longueur des paquets dépend principalement de l'énergie des électrons, de la tension appliquée dans les cavités radiofréquence (RF) et du paramètre  $\alpha$ , le facteur de compression des moments (« momentum compaction factor »). Ce paramètre  $\alpha$  caractérise la variation relative de la longueur de la trajectoire en fonction de la variation relative de l'énergie des électrons. Pour le réglage nominal ( $\alpha_{\text{nom}} = 4,4 \cdot 10^{-4}$ ), la longueur des paquets à courant nul est de 15 ps RMS (4,5 mm) pour une tension de la cavité RF de 3 MV et quand le courant par paquet augmente, l'interaction du faisceau d'électrons avec son environnement conduit à une augmentation de la longueur des paquets.

Un moyen de réduire la longueur des paquets est de diminuer le paramètre

$\alpha$  d'un facteur significatif. Pour SOLEIL, un réglage a été optimisé par Maher Attal (SESAME, Jordanie) pour obtenir une réduction de  $\alpha_{\text{nom}}$  d'un facteur 10 tout en maintenant une émittance horizontale petite et une grande acceptance en énergie longitudinale. Les fonctions optiques de ce réglage sont très différentes de celles du réglage nominal, et sa mise en place sur la machine nécessite l'inversion des alimentations d'une famille de quadrupôles et d'une famille de sextupôles. Deux points critiques ont été étudiés. Le premier est la stabilité de la position transverse (plus  $\alpha$  est petit, plus le transfert des oscillations en énergie vers le plan horizontal est grand), obtenue grâce aux deux feedbacks de position, lent et rapide. Le second est le rendement d'injection. Sa faible valeur (10 %) est imposée par la dynamique non-linéaire spécifique de ce réglage. Pour éviter les injections fréquentes avec un mauvais rendement, la durée de vie est augmentée à 20 h par gonflement de la dimension verticale du faisceau d'électrons.

À partir de ce réglage, la valeur de  $\alpha$  a pu être réduite d'un facteur 100 pour un courant par paquet de 2  $\mu\text{A}$  : des longueurs de paquet de 3,2 ps RMS ont été mesurées à  $\alpha_{\text{nom}}/45$ . Pour  $\alpha_{\text{nom}}/10$ , l'allongement naturel du paquet se produit à partir de 50  $\mu\text{A}$  par paquet mais le bénéfice de la réduction de  $\alpha$ , en deçà de  $\alpha_{\text{nom}}/10$ , est maintenu jusqu'à un courant par paquet de 100  $\mu\text{A}$  (figure 3). Suite à des sessions d'étude Machine dédiées à l'utilisation de ce réglage par la ligne AILES<sup>4</sup>, la gamme de courant par paquet optimale pour augmenter de 3 à 4 décades la puissance émise dans le domaine infrarouge<sup>5</sup> a été déterminée. Finalement, un remplissage hybride constitué de 20 mA répartis sur  $\frac{3}{4}$  d'anneau et d'un paquet isolé de 70  $\mu\text{A}$ , devrait satisfaire les deux types d'expérience. *Une mise en opération de ce réglage est prévue les 10 et 11 décembre 2011.*

1. [www.synchrotron-soleil.fr/SourceAccelerateur#Insertions](http://www.synchrotron-soleil.fr/SourceAccelerateur#Insertions)  
 2. Afin d'installer deux lignes de lumière issues d'une même section droite, les axes des deux onduleurs sont décalés en angle par rapport à l'axe de la section droite.  
 3. <http://www.synchrotron-soleil.fr/Recherche/LignesLumiere/NANOSCOPIUM>  
 4. <http://www.synchrotron-soleil.fr/Recherche/LignesLumiere/AILES>  
 5. C. Evain et al. «Terahertz coherent synchrotron radiation at the synchrotron SOLEIL», IRMMW-THZ 2010, Sept. 2010.

→ **Contact :**  
 pascal.brunelle@synchrotron-soleil.fr



# Chimie

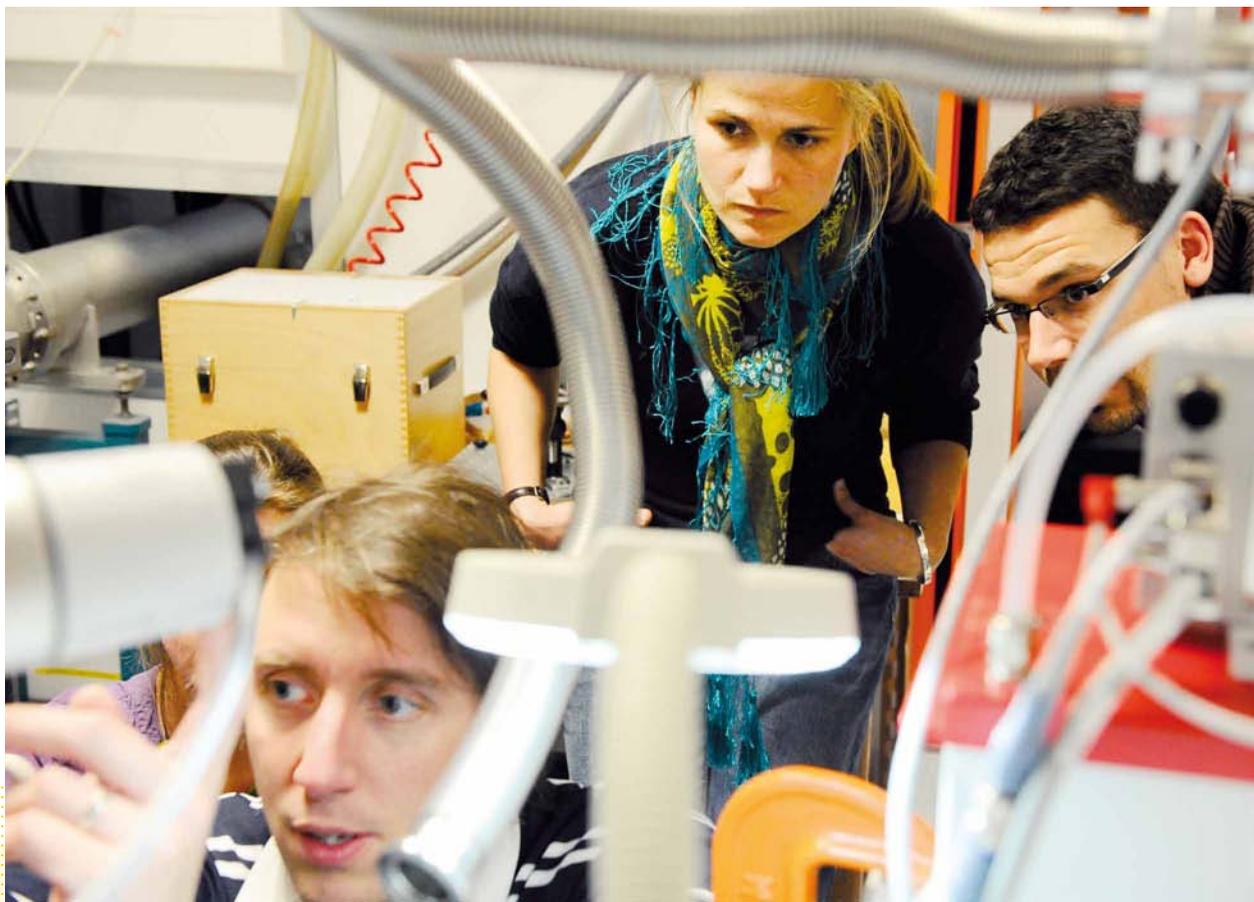
## sous lumière



Le rayonnement synchrotron offre des possibilités uniques d'analyse et de compréhension des mécanismes élémentaires, de la réactivité et des propriétés des assemblages et des interfaces. Fondés sur les propriétés électroniques des éléments, ils sont au cœur de la chimie, une discipline fondamentale au sein des sciences de la nature, et dont l'omniprésence dans notre vie quotidienne conduit quelquefois à en oublier l'importance.



# Chimie sous lumière

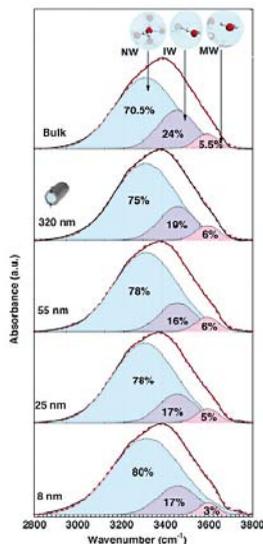


Une partie  
de l'équipe  
de la ligne AILES.

**L**es évolutions actuelles, pour ne pas dire les révolutions en termes d'innovations scientifiques et technologiques, s'accompagnent au quotidien de nouvelles applications qui nous concernent tous, qu'il s'agisse des énergies, des matériaux, de la santé, des transports ou des communications. Ce mouvement suscite de nouvelles exigences de connaissances fondamentales, et de maîtrise de qualité, avec des impacts économiques et environnementaux majeurs.

Les interfaces de la chimie avec les autres disciplines sont croissantes et les outils de caractérisation et d'analyse doivent y apporter toutes leurs contributions. Les synchrotrons de 3<sup>e</sup> génération y jouent un rôle majeur. Les autres sources de lumière très intenses et pulsées y contribueront bientôt aussi. Les synchrotrons de 3<sup>e</sup> génération permettent, par la gamme d'énergie et les propriétés des faisceaux de photons qu'ils délivrent, de mettre en œuvre toutes les méthodologies d'étude des interactions lumière-matière avec des précisions, des sensibilités et des résolutions qui ne cessent de croître, révélant des propriétés de la matière ignorées

jusqu'à ce jour mais indispensables aux exigences mentionnées précédemment. Pour réaliser ce dossier, nous nous sommes appuyés sur des résultats issus d'une sélection parmi les lignes de lumière SOLEIL dont les thématiques de recherche sont les plus fortement liées à la chimie. Les articles ainsi réunis illustrent les applications de la diffraction, de l'absorption X ou IR par les éléments, celles de l'absorption X avec des faisceaux polarisés, et quelques applications qui exploitent la cohérence du faisceau de rayons X. La variété des thématiques que ces méthodologies impactent fortement est remarquable, allant de la biologie aux auto-assemblages moléculaires, des batteries à la séquestration du CO<sub>2</sub>, des matériaux nouveaux à ceux du Patrimoine, de l'asymétrie moléculaire aux atmosphères planétaires, ou encore de la chimie des nanoparticules et des interfaces à celle des organisations complexes, hétérogènes et hiérarchiques. En terme de méthodologie, les aspects temporels prennent également toute leur importance, qu'il s'agisse d'étudier des cinétiques de réactions ( $\mu\text{s} \dots \text{ms}$ ) ou bien d'élucider des dynamiques ultra-rapides



**Spectres IR dans la gamme spectrale 2800-4000 cm<sup>-1</sup> (mode d'élongation des liaisons OH) de l'eau en volume et de l'eau confinée dans des pores de 8 nm, 55 nm et 320 nm. Les courbes ont été normalisées. Les spectres IR ont été mesurés dans le mode ATR puis corrigés pour compenser la variation de longueur de chemin effective. Poinçillés : données expérimentales ; courbe continue : ajustement global. La décomposition en trois composantes gaussiennes est présentée ainsi que les % de leurs contributions respectives.**

## AILES

# Réseau aqueux dans les matériaux nanoporeux : le rôle des interfaces

Lorsque de l'eau est confinée dans une cavité nanoscopique, ses propriétés structurales et dynamiques sont modifiées par rapport à celles de l'eau en volume. Les propriétés de l'eau confinée dans des oxydes possèdent un intérêt fondamental ainsi qu'une pertinence pour les applications pratiques, mais l'état du réseau percolatif dans ces cavités rigides est très mal connu. La spectroscopie vibrationnelle est un outil puissant pour étudier l'eau car elle peut fournir des informations sur : (i) les vibrations intramoléculaires au-delà de 1000 cm<sup>-1</sup> ; (ii) les raies de libration (rotations frustrées) entre 300 et 1000 cm<sup>-1</sup> et (iii) les raies de translation dans la gamme d'énergie 30-300 cm<sup>-1</sup>. Jusqu'à présent, la majorité des résultats ont été obtenus sur de l'eau confinée dans de la matière molle. En utilisant le faisceau de la ligne AILES, nous avons mesuré les spectres infrarouge de l'eau confinée dans de la silice poreuse pour différentes tailles de pores en utilisant la technique ATR (Attenuated Total Reflection, soit Réflexion Totale Atténuée). Nous avons choisi des verres de silice contenant un réseau bien défini de pores de tailles comprises entre 8 et 320 nm. Les spectres infrarouge de l'eau confinée dans des verres avec différentes tailles de pores sont présentés pour la région de l'étirement O-H accompagné du spectre équivalent pour l'eau en volume (voir figure). Les trois

gaussiennes correspondent respectivement à de l'eau avec des liaisons H pleinement formées (NW), un état intermédiaire (IW) et avec aucune ou peu de liaisons H formées (MW). Les différences marquées par rapport au spectre de l'eau en volume suggèrent que le réseau aqueux est fortement perturbé même dans les grands pores. Nous constatons un renforcement de la formation du réseau lorsque la taille des pores diminue. Ceci indique que le confinement renforce les liaisons hydrogène entre les molécules d'eau voisines. Ce phénomène peut être lié à un ordre induit par les parois rigides des pores. D'autre part, le remplissage partiel des pores entraîne une modification importante du réseau de l'eau de manière analogue au chauffage du liquide, ce qui suggère que l'interface eau/air joue un rôle inverse de celui de l'interface silice. Ces molécules devraient en effet posséder des liaisons pendantes telles que celles qui existent dans l'eau à des températures supérieures. Il serait pertinent de vérifier l'effet de ces molécules d'eau faiblement liées sur la réactivité.

→ **Contacts : sophie.le-caer@cea.fr; pascale.roy@synchrotron-soleil.fr**

Lire également : S. Le Caer et al. PCCP, DOI: 10.1039/c1cp21980d

(ps... fs) qui gouvernent l'évolution de tel ou tel système sur une échelle plus longue.

## Trois lignes de lumière supplémentaires

Aux lignes de lumière dont les résultats sont présentés dans ce dossier, viendront s'ajouter d'ici 2013 trois autres lignes qui contribueront également à la thématique « chimie ». Des lignes qui bénéficieront de développements technologiques majeurs concernant les optiques X et leurs composants, les détecteurs et les sources elles-mêmes. Ces développements sont eux-mêmes le fruit de recherches pluridisciplinaires, et leur mise en œuvre n'est possible que par des équipes aux compétences-métiers complémentaires. Elles permettent aujourd'hui d'aller encore plus loin et de concevoir et construire des lignes de plus de 150 mètres de long, exploitant la cohérence du faisceau et le focalisant jusqu'à des tailles de quelques nanomètres sur un même échantillon, pour des études multimodales (voir article, page 9). Avec de tels instruments au service des commu-

« SOLEIL RÉVÈLE LA STRUCTURE INTIME DES MATIÈRES ANCIENNES OU NOUVELLEMENT CONÇUES PAR LE CHIMISTE. C'EST UN OUTIL INCOMPARABLE POUR SONDER À L'ÉCHELLE ATOMIQUE LES ARRANGEMENTS DES ÉDIFICES OU LEUR RÉACTIVITÉ À TEMPS TRÈS COURTS. »

GILBERT CHAMBAUD, PROFESSEUR À L'UNIVERSITÉ DE MARNE-LA-VALLÉE

nautés scientifiques, le synchrotron SOLEIL offrira des méthodes et des outils d'analyse pour comprendre et explorer la matière à cette même échelle, avec des performances d'un ordre de grandeur supérieur aux possibilités actuelles.

Si les informations spatiales et d'imageries tridimensionnelles aux échelles nanométriques ont une importance évidente dans tous les domaines que couvrent la chimie, les informations temporelles ne le sont pas moins. De telles

## DESIRS

# Couplage piège à ion – Synchrotron dans le VUV : spectrométrie de masse et photoionisation de biopolymères en phase gaz

Un dispositif original vient d'être mis au point, couplant un spectromètre de masse à piège ionique (ion trap) commercial à la ligne DESIRS de SOLEIL, dont le rayonnement dans le VUV offre une large accordabilité de l'énergie des photons (5-40 eV) et un haut flux de photons ( $10^{12}$  –  $10^{13}$  photons/s dans une bande passante de 0.1%). Cette forte quantité de photons permet d'obtenir un signal significatif malgré la faible concentration des espèces analysées : des ions positifs

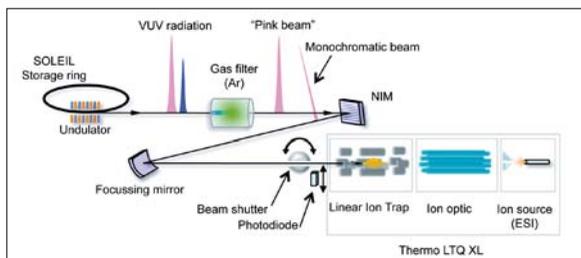


Schéma de principe du couplage du piège linéaire avec la ligne DESIRS. Le rayonnement VUV produit par l'ondulateur électromagnétique (HU640) OPHELIE2 de la ligne est débarrassé de ses harmoniques par filtre à gaz. Le « faisceau rose » ainsi obtenu fait 7 % de bande passante et peut soit être utilisé tel quel pour des expériences nécessitant beaucoup de flux (le monochromateur à l'ordre zéro) soit être rendu monochromatique avec des bandes passantes, en pratique de l'ordre de 10 meV. Un obturateur rapide permet de contrôler les temps d'irradiation des ions dans le piège.

ou négatifs de biopolymères (jusqu'à quelques dizaines de kDa) en phase gazeuse dont on veut comprendre la spectroscopie et le lien entre la structure et photodynamique. L'interaction entre le faisceau de photons et les ions stockés a lieu dans un volume de piégeage de  $1 \times 10 \text{ mm}^3$ , nécessitant un alignement très fin (à mieux que  $100 \mu\text{m}$ ) de l'expérience par rapport à la ligne. Des premiers résultats obtenus sur le cytochrome c, une protéine de 12 kDa, montrent que le dispositif permet d'ioniser la molécule protonée dans de nombreux états de charge (4+, 5+... 15+), préalablement produits par électrospray et sélectionnés dans le piège. En mesurant le rendement d'ions des différentes espèces présentes dans le piège après interaction avec la RS produites par photoionisation et photofragmentation, en fonction de l'énergie des photons, on obtient des spectres dit « d'action », dont on peut tirer des informations d'ordre spectroscopique, telles que l'énergie d'ionisation. Cette énergie augmente avec la charge : plus la protéine est protonée, plus l'énergie nécessaire à lui arracher un électron est élevée (processus de photoionisation). Cependant, dans

le cas du cytochrome c cette augmentation est assez faible. Ceci pourrait être lié à une structure secondaire relativement souple de la molécule qui, exempte de ponts disulfure, est susceptible d'adopter en phase gazeuse différentes conformations, avec pour conséquence de diminuer le potentiel d'ionisation de la protéine. Ainsi, ces résultats renseignent déjà, indirectement, sur la structure tertiaire de la molécule étudiée, même sans étape de fragmentation - qui pourra être mise en œuvre par la suite.

La chimie analytique et structurale apparaît donc comme l'un des domaines de recherche pour lesquels ce dispositif est un outil prometteur. Pouvoir analyser en phase gazeuse de grosses molécules comme les protéines permet par ailleurs d'avoir accès à des mécanismes intramoléculaires tels que la fragmentation, le transfert de charge ou les processus d'ionisation. Enfin, on peut envisager l'étude des effets des radiations UV sur les molécules biologiques, une thématique plus médicale (photothérapie VUV).

➔ **Contacts :**  
alexandre.giuliani@synchrotron-soleil.fr,  
laurent.nahon@synchrotron-soleil.fr

... Suite de la page 15

informations sont essentielles pour ce qui concerne les réactivités, tout particulièrement dans les domaines de la catalyse et des énergies. SOLEIL apportera à ces communautés la ligne de lumière ROCK, dédiée à ces études, qui permettra de coupler le suivi des phénomènes catalytiques ou électrochimiques à l'échelle de quelques dizaines de millisecondes, par l'analyse quasi simultanée de l'état et de la spéciation de plusieurs éléments, de la formation ou de la transformation des composants, des réactifs et des produits. Les perspectives dans le domaine des études résolues en temps à SOLEIL sont d'autre part alimentées à court terme avec le développement du « slicing », technique permettant de transférer un peu d'énergie au paquet d'électron à l'aide d'un laser femtoseconde intense et de générer ainsi des pulses X de 100-150 fs (cf Rayon de SOLEIL n°20, p 11). Son intérêt majeur sera de viser des résolutions temporelles encore plus courtes.

## Une science complexe, des outils adaptés

La chimie est créatrice, en interface avec l'ensemble des autres disciplines et au cœur d'une science qui gagne en complexité. Ses connexions avec la biologie ont toujours été fortes et se développent aujourd'hui par les innovations « biomimétiques » et « bioinspirées ». Les orientations nouvelles en science des matériaux sont majeures, tandis que la chimie supramoléculaire, les nano-objets et leurs applications, les hybridations organo-minérales, la matière molle, la chimie douce nourrissent des domaines nouveaux et émergents.

Cette complexité de la science moderne, potentiel d'innovation et de bien-être, requiert des plateformes d'analyses et de caractérisations d'excellence, parmi lesquelles le synchrotron national SOLEIL contribuera pleinement par ses développements et ses performances.

## SIRIUS

## Monocouche d'alcanes semi-fluorés

Les alcanes semi-fluorés ( $C_nF_{2n+1}C_mH_{2m+1}$ ) sont constitués d'une chaîne hydrogénée hydrophobe et d'une chaîne fluorée hydrophobe et lipophobe\*. Ces molécules présentent de nombreuses potentialités d'applications en raison de ces propriétés antagonistes et de la capacité des chaînes fluorées de transporter les gaz dans des domaines allant de la pharmacologie aux émulsions. Nombre de ces applications dépendent de leur capacité d'auto assemblage qui reste mal comprise. Dans le cas de monocouches déposées à la surface de l'eau (film de Langmuir) ou transférées sur substrats solides, les résultats obtenus par différentes techniques (microscopies optiques, AFM, diffraction rasante ou réflectivité des rayons X) apparaissent contradictoires. Les descriptions varient d'une monocouche homogène avec des molécules organisées en un réseau hexagonal, à la formation de domaines dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètre, mais dont la forme varie énormément d'une étude à l'autre (circulaire, spirales, oblongue, ...).<sup>1,2</sup>

Nous avons étudié ce système par diffusion aux petits et grands angles des rayons X rasants (GISAXS et



GIXD). Ces deux techniques permettent de déterminer l'organisation des molécules (GIXD) et les éventuelles organisation supramoléculaires (formation de domaines) ou fluctuations de densité (GISAXS).

Appliquées aux couches d'alcane semi-fluorés à l'interface eau-air, ces expériences ont mis en évidence la présence de deux réseaux à deux échelles différentes. On observe bien l'organisation des molécules sur un réseau hexagonal dont le paramètre correspond à la section des blocs fluorés ( $2,7 \text{ nm}^2$ ). On remarque cependant que la portée de cet ordre est limitée à quelques molécules. On observe également la présence d'un second réseau hexagonal dont le paramètre particulièrement grand varie de  $30 \text{ nm}$  à  $50 \text{ nm}$  en fonction

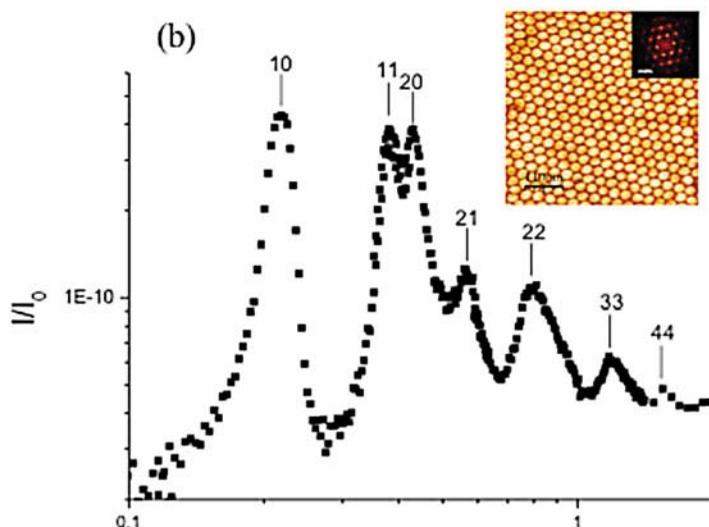
**Cuve de Langmuir installée à l'ESRF pour des expériences de GISAXS sur la ligne ID10B. Un tel montage sera disponible sur SIRIUS.**

de l'architecture moléculaire<sup>3,4,5</sup>. Ce second réseau est compatible avec une organisation cristalline de domaines circulaires. La faible portée de l'ordre moléculaire s'explique alors en considérant que les molécules sont organisées à l'intérieur de ces domaines sans que ces derniers aient de relation de phase bien déterminée. L'observation simultanée de ces deux réseaux permet de clore la controverse quant à la structure de ces monocouches, aussi bien à la surface de l'eau que sur substrat solide. Ces mesures pourront prochainement être effectuées simultanément sur le même échantillon sur substrat solide ou liquide sur la ligne SIRIUS grâce à son diffractomètre présentant deux bras pour supporter détecteurs et fentes de collimation, ainsi qu'un environnement échantillon dédié.

\* Les molécules ont été fournies par M.-P. Krafft (ICS, Strasbourg) et E. Filipe (IST, Lisbonne).

1. G. Zhang et al. *J. Am. Chem. Soc.*, 127, (2005) 10412 ; A. Gonzalez-Perez et al. *Soft Matter*, 3, (2007) 191.
2. L. Bardin et al. *Thin Solid Films*, (2010) 519.
3. L. Bardin et al. à paraître dans *Langmuir*.
4. L. Bardin, Thèse université Paris VI, 2010.
5. P. Fontaine et al. *J. Am. Chem. Soc.* 127(2005) 512-513

**Spectre GISAXS d'une couche de F8H18 à la pression bidimensionnelle de  $5 \text{ mNm}^{-1}$ . Les pics de diffraction sont indexés sur une structure hexagonale de paramètre  $40,3 \text{ nm}$ . Insert : Image AFM d'une couche de F8H18 déposée par spin coating sur solide montrant l'organisation en domaines mis en évidence par GISAXS sur l'eau.**



→ **Contacts :**  
 philippe.fontaine@synchrotron-soleil.fr ;  
 michel.goldmann@insp.jussieu.fr

## SAMBA

## Quick-EXAFS et traque du soufre

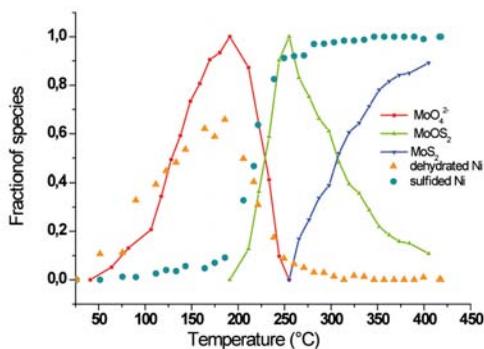


Figure 1 : Proportions des différentes phases de molybdène et de nickel présentes au cours de la sulfuration du catalyseur NiMo séché.



Figure 2 : Montage expérimental.

Pour répondre aux législations environnementales de plus en plus sévères et obtenir des produits pétroliers « propres », l'industrie pétrolière doit améliorer les procédés d'hydrotraitement et plus particulièrement le procédé d'hydrodésulfuration (HDS) qui consiste à éliminer la majeure partie des composés soufrés produisant des molécules polluantes après combustion dans un moteur (SO<sub>x</sub>). La réaction d'HDS nécessite

l'utilisation d'un catalyseur bimétallique hétérogène constitué généralement d'une phase lamellaire sulfurée de molybdène, MoS<sub>2</sub>, et d'un promoteur (Ni ou Co) localisé en « décoration » à la périphérie des feuillets de MoS<sub>2</sub><sup>1</sup>. Pour former les espèces actives, le catalyseur, initialement préparé sous forme oxyde, subit un traitement de sulfuration sous flux de gaz H<sub>2</sub>S. L'activité et la sélectivité du catalyseur dépendent à la fois de la bonne dispersion de la phase active sur le support et de la bonne décoration des feuillets par le promoteur. L'amélioration des performances du catalyseur passe donc par la maîtrise de la préparation de ces espèces actives et par la compréhension fine des mécanismes réactionnels mis en jeu. Grâce aux nouveaux équipements de la ligne de lumière SAMBA<sup>2</sup> (double monochromateur Quick-EXAFS, cellule d'analyse<sup>3</sup>, système de distribution de gaz...) nous avons pour la première fois réalisé l'analyse in situ simultanée des seuils K du nickel et du molybdène sur un même échantillon dans des conditions réalistes de sulfuration. Nous avons ainsi pu déterminer le processus de sulfuration de catalyseurs dont les paramètres de préparation ont été variés. Ainsi au cours de la sulfuration du catalyseur séché, deux phases

intermédiaires ont été identifiées par XAS : un molybdate isolé MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup> qui se transforme en un oxysulfure {MoOS<sub>2</sub>} avant de se convertir en MoS<sub>2</sub>. En outre la caractérisation simultanée des deux éléments Ni et Mo a révélé que la sulfuration du promoteur débute avant celle du molybdène. La cinétique de sulfuration du nickel est alors en compétition avec la déshydratation de l'espèce oxyde avant de suivre la cinétique de sulfuration du molybdène avec le même taux de conversion et de la même plage de température. Ces résultats nous amènent à la conclusion que seulement dans la deuxième étape de sulfuration, la phase active MoS<sub>2</sub> décorée par le promoteur est formée et qu'environ 10 % du promoteur forme une phase sulfurée NiS<sub>x</sub> non active. Ainsi, de l'élaboration à son activation puis à sa mise en condition de réaction, chacune des étapes clefs de la vie du catalyseur peut être aujourd'hui caractérisée in situ dans des conditions réelles de fonctionnement sur la ligne SAMBA.

→ **Contacts :**  
amelie.rochet@synchrotron-soleil.fr;  
valerie.briois@synchrotron-soleil.fr

1. H. Topsøe & B. S. Clausen, *Catalysis Reviews-Science and Engineering*, 1984, **26**, 395-420.  
2. V. Briois et al. *UVX 2010* (2011), EDP-Sciences 41-47.  
3. A. Rochet et al. *Catal. Today*, 2011, **171**, 186-191.

## SWING

## Matériaux nanocomposites avec renforcement anisotrope contrôlé déclenché par auto-assemblage magnétique

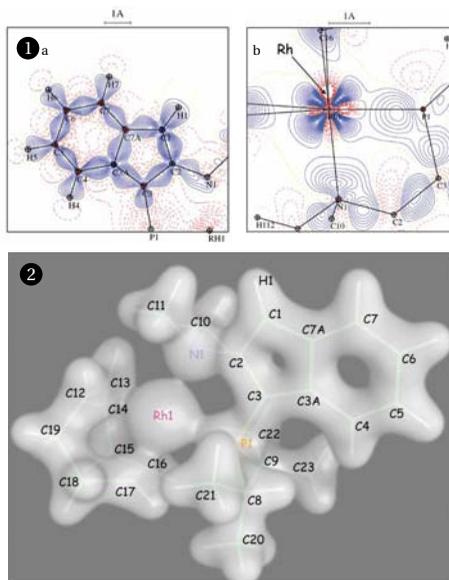
Parmi la gamme complète des matériaux à base de polymères, les nanocomposites remplis de colloïdes durs sont les plus largement utilisés dans l'industrie en raison de leurs excellentes propriétés de renforcement. Cependant, la compréhension et la description des contributions locales des charges et des chaînes sur la réponse macroscopique du matériau en déformation restent à établir. Il est bien connu qu'une diminution de la taille des nanoparticules de renforcement jusqu'à l'échelle nanométrique produit une augmentation de la surface de contact entre les charges et les chaînes de polymères qui améliore grandement les propriétés mécaniques des

nanocomposites<sup>1</sup>. L'originalité de nos travaux réside dans l'application d'un champ magnétique externe modéré pendant le traitement des nanocomposites, ce qui provoque l'apparition d'un grand nombre de structures anisotropes. Les nanoparticules magnétiques sphériques, ou charges, s'auto-organisent et forment des structures allant d'un aspect quasi-isotrope jusqu'à des chaînes de nanoparticules alignées et dispersées de manière homogène. Ces résultats ont été démontrés par une étude structurale combinant les expériences de diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) effectuées sur la ligne de lumière SWING avec des expériences de

microscopie électronique à transmission (TEM) (Figure 1). L'anisotropie résultante des propriétés mécaniques est remarquable. Le module de Young peut atteindre des valeurs trois fois supérieures lorsque le matériau en volume est étiré parallèlement aux chaînes par rapport à un étirement perpendiculaire. Ces résultats présentent une corrélation quantitative linéaire avec l'anisotropie de la microstructure. Une telle corrélation quantitative est révélatrice, tant du point de vue du traitement des nanocomposites que de la compréhension de la relation entre la nanostructure locale des charges et les propriétés macroscopiques du matériau. Du point de vue des applications, ces résultats ouvrent

## CRISTAL

# Les liaisons chimiques révélées par diffraction des rayons X à haute résolution



**Figure 1a :** carte de densité de déformation statique (densité électronique restante après soustraction de la contribution des électrons de cœur) dans les cycles aromatiques d'un complexe du Rhodium, faisant clairement apparaître les liaisons C-C (contour =  $0.05 \text{ \AA}^{-3}$ ).

**Figure 1b :** carte de densité de déformation statique autour de l'atome de Rhodium (contour =  $0.05 \text{ \AA}^{-3}$ ).

**Figure 2 :** Représentation tridimensionnelle de la densité électronique (statique) totale dans un complexe de rhodium dans sa forme zwitterionique.

La diffraction des rayons X est une technique incontournable pour déterminer les structures atomiques des matériaux à l'état cristallin. Elle s'applique aussi bien à l'étude des matériaux contenant quelques atomes par maille qu'à des composés en comportant plusieurs milliers (ex. macromolécules telles que les protéines). La technique de la diffraction par les monocristaux reste la plus performante pour les analyses les plus poussées. En particulier, lorsque la qualité cristalline de l'échantillon s'y prête, les intensités diffractées par les plans cristallins jusqu'aux plus grands angles d'incidence (i.e. grands vecteurs de diffusion) peuvent être mesurées permettant non seulement de remonter aux positions et aux déplacements atomiques mais également à la distribution électronique à l'échelle atomique et moléculaire.

De telles expériences requièrent une mesure très précise d'un grand nombre de facteurs de structures et sont couramment réalisées avec des diffractomètres et des sources de rayons X de laboratoire. En revanche, dans les cas difficiles ou l'échantillon est très absorbant et/ou parfait (phénomènes d'extinction), le rayonnement synchrotron (ex. la ligne CRISTAL à

SOLEIL) reste l'ultime recours (brillance, accordabilité de la longueur d'onde, diffraction à courte longueur d'onde) pour minimiser ces effets qui nuisent à la précision des mesures. Les contributions des électrons de cœur et des électrons de valence peuvent alors être distinguées (modèle multipolaire de la densité électronique), autorisant une modélisation de la déformation des nuages électroniques sous l'effet des interactions interatomiques et de la formation des liaisons chimiques. Ainsi, ces expériences donnent non seulement accès à l'arrangement des atomes dans le motif ou dans l'unité asymétrique mais surtout aux interactions interatomiques/liaisons chimiques et donc, d'une manière plus générale, aux propriétés physico-chimiques des matériaux étudiés.

## → Contacts :

**pierre.fertey@synchrotron-soleil.fr;**  
**EI-Eulmi.Bendeif@crm2.uhp-nancy.fr**

## Références :

[www.synchrotron-soleil.fr/Soleil/ToutesActualites/2009/ComplexeRhodium](http://www.synchrotron-soleil.fr/Soleil/ToutesActualites/2009/ComplexeRhodium)  
P. Coppens, "X-Ray Charge Densities and Chemical Bonding", International Union of Crystallography Texts on Crystallography (1997)  
R.W.F. Bader, 'Atoms in Molecules, a Quantum Theory', Clarendon Press, Oxford, New York (1990).

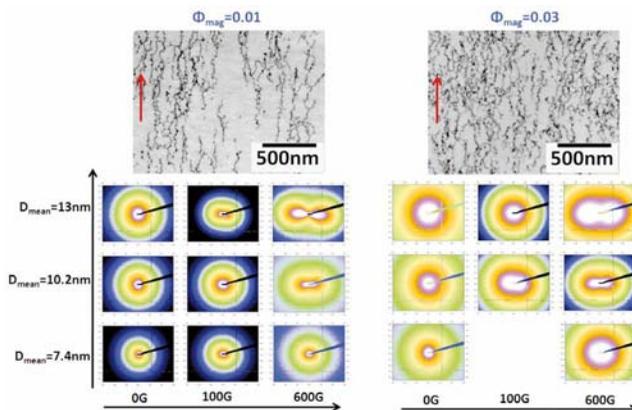
la voie à la conception de nouveaux types de matériaux, dont les propriétés peuvent être anticipées, ainsi qu'au choix et à l'optimisation des paramètres régissant les propriétés finales du matériau (taille des nanoparticules, contenu en charges, intensité du champ appliqué, etc.). D'un point de vue fondamental, une telle corrélation quantitative permettra d'approfondir la compréhension des modèles mécaniques macroscopiques actuels en fournissant l'échelle de longueur spatiale pertinente de telles nanostructures.

J. Jordan J. et al. Materials Science and Engineering A. 2005, 393, 1-11

→ **Contact :** [robbes@synchrotron-soleil.fr](mailto:robbes@synchrotron-soleil.fr)

Pour plus d'informations :

Robbes, AS et al. Macromolecules 2010, 43(13), 5785-5796.  
Robbes AS et al. Macromolecules 2011, in press.



**Figure 1 :** Influence du champ magnétique sur la dispersion de la nanoparticule dans deux régimes concentrés en fonction de la taille de la nanoparticule. Distributions SAXS 2-D dans l'espace réciproque de la nanostructure des films pour  $\Phi_{\text{mag}}=0,01$  (à gauche) et  $\Phi_{\text{mag}}=0,03$  (à droite), et pour trois diamètres moyens de nanoparticules (de bas en haut : nanoparticules S ( $D_{\text{moy}}=7,4 \text{ nm}$ ),

nanoparticules M ( $D_{\text{moy}}=10,2 \text{ nm}$ ) et nanoparticules L ( $D_{\text{moy}}=13 \text{ nm}$ ) pour trois valeurs du champ magnétique (de gauche à droite :  $B=0 \text{ Gauss}$ ,  $B=100 \text{ Gauss}$  et  $B=600 \text{ Gauss}$ ). Images TEM correspondantes de films pour  $\Phi_{\text{mag}}=0,01$  et  $\Phi_{\text{mag}}=0,03$  pour des nanoparticules L ( $D_{\text{moy}}=13 \text{ nm}$ ) synthétisées dans un champ magnétique de 600 Gauss. La flèche rouge indique la direction du champ magnétique appliqué.

# Détecteur XPAD :

## du laboratoire à l'industrialisation

Les détecteurs à pixels hybrides vont marquer la fin de l'ère des caméras CCD dans certaines expériences utilisant la lumière synchrotron. La technologie XPAD, née d'une collaboration impliquant SOLEIL, en est un exemple. Son développement a conduit en 2010 à la naissance d'ImXPAD, une start-up marseillaise dédiée à sa commercialisation.



“  
Notre apport :  
optimiser les  
performances  
et les  
paramètres  
du XPAD

”

**Stéphanie Hustache,**  
responsable du groupe  
Détecteurs - Division  
Expériences

### Comment est né le projet XPAD ?

Au départ, les détecteurs à pixels hybrides ont été conçus pour la physique des particules. Et les groupes qui ont travaillé pour ces détecteurs ont perçu qu'il y avait un réel intérêt à les employer autour du synchrotron. Trois détecteurs concurrents ont donc émergé, et ont fait l'objet d'une commercialisation.

Ainsi, le synchrotron suisse, la Swiss light source (SLS) adossée au Paul Scherrer Institute, a développé une version qui s'appelle Pilatus. Côté français, les scientifiques du Centre de physique des particules de Marseille (CPPM), en collaboration avec une ligne de lumière basée au synchrotron de Grenoble (CRG-D2AM), ont eux aussi développé ce type de détecteurs. À SOLEIL, nous nous sommes greffés au début de la collaboration entre Marseille et Grenoble pour développer la dernière génération : le XPAD3.

### Quels avantages offrent le XPAD par rapport aux détecteurs antérieurs ?

Les XPAD sont des détecteurs à pixels hybrides. Ils mesurent le nombre de photons incidents et leur position avec des caractéristiques spécifiques et nouvelles par rapport aux détecteurs qu'on utilisait auparavant dans le domaine du synchrotron. Souvent, ce sont des détecteurs basés sur des caméras CCD qui sont utilisés. L'accumulation des photons pendant un temps donné y est mesurée, mais on ne les compte pas individuellement, tandis que c'est le cas dans ces nouveaux détecteurs. Ils offrent donc l'avantage d'un bruit réduit. En plus, il est possible d'accumuler plus de photons sans qu'il y ait de notion de débordement, on gagne donc en « dynamique de mesure ». Enfin, la rapidité de

lecture est beaucoup plus grande que dans les caméras CCD : de quelques images par seconde au mieux pour une CCD à des centaines voire un millier d'images par seconde pour les XPAD.

### Quels sont les apports spécifiques de SOLEIL pour la conception de ces détecteurs ?

Le CPPM possède l'expertise nécessaire à l'ensemble du design de la microélectronique et du capteur. À SOLEIL, notre apport a été d'optimiser toutes les performances et tous les paramètres pour en faire un détecteur utile pour les lignes de lumières. Au vu des performances, nous avons imaginé avec les scientifiques de SOLEIL de potentielles nouvelles manipulations qui étaient impossibles avec les détecteurs classiques. Actuellement, nous travaillons encore sur l'amélioration de l'intégration au niveau software.

### Le développement touche à sa fin. La collaboration va-t-elle se poursuivre ?

Rien n'est formalisé encore mais nous envisageons de poursuivre. Les détecteurs XPAD utilisent aujourd'hui des capteurs de silicium car c'est une technologie maîtrisée, mais on perd vite en efficacité de détection à partir de 15-20 keV. En parallèle au détecteur XPAD classique en silicium, nous avons donc travaillé sur l'utilisation de capteurs plus efficaces et nous avons obtenu dans la collaboration XPAD de très bons résultats avec des capteurs de type CdTe (tellure de cadmium). Les prototypes ont des tailles encore limitées, il est donc envisagé de renouveler une collaboration avec Marseille pour faire des détecteurs CdTe de plus grande surface.

→ **Contact :** [hustache@synchrotron-soleil.fr](mailto:hustache@synchrotron-soleil.fr)

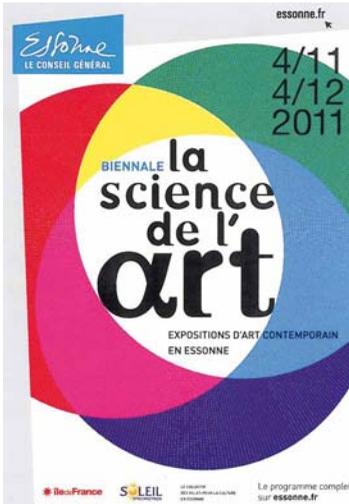
## EN BREF

### ➤ SOLEIL AU CŒUR DE LA NANOMÉTROLOGIE FRANÇAISE

Créé à l'initiative du Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) et du réseau des Centres de Compétences en Nanosciences (C'Nano) et lancé le 6 octobre 2011 à l'occasion du salon MesurExpoVision, le club de Nanométrie regroupe déjà plus de 110 adhérents français, dont 1/3 d'industriels et 2/3 de chercheurs. SOLEIL est membre du premier cercle des partenaires du club, qui comprend également le groupe industriel ARKEMA et l'entreprise Essonnienne 3S PHOTONICS.

### ➤ SOLEIL PRÉSENT POUR LA DEUXIÈME ANNÉE CONSÉCUTIVE AUX RENDEZ-VOUS CARNOT DE LYON

Dans le cadre de la 4<sup>e</sup> édition des rendez-vous de la R&D pour les entreprises, particulièrement destinés aux industriels recherchant des compétences scientifiques et techniques adaptés à leurs projets d'innovation, SOLEIL était présent les 12 et 13 octobre 2011 parmi les 800 exposants professionnels de la recherche partenariale et participera aux rendez-vous d'affaires.



## LUMIÈRE, MATIÈRE ET CÆTERA

**SOLEIL était partenaire du festival « la science de l'Art » 2011 consacré à la lumière. Stefan Kubsky a épaulé Flavien Théry, Patrick Le Fèvre et Matthieu Réfrégiers ont posé leur regard de scientifiques sur le travail de Michel Semeniako alors que Jean-Louis Marlats et son équipe ont contribué à la création de « la lumière ne s'arrête pas là », une œuvre présentée du 14 novembre au 30 novembre à SOLEIL.**

➔ <http://doud.objets.lumiere.free.fr/>

➔ [www.michel-semeniako.com](http://www.michel-semeniako.com)



### VISITES

## Embarquez dans le SOLEIL Pursuit

**P**rès de 15 000 élèves et enseignants ont déjà visité SOLEIL. Vous aussi, peut-être. Mais vous n'avez sûrement jamais vu SOLEIL comme Céline Lory, médiatrice scientifique, l'a imaginé avec Valérie Péduzu, enseignante relais du Rectorat de Versailles. Enigmes, jeu de piste, défis, expériences, interviews, les classes qui ont commencé à découvrir en novembre ce nouveau dispositif sont mises à rude épreuve... tout en éclats de rire. Une autre façon de s'approprier ce très grand instrument ouvert à tous.

➔ **Pour en savoir +** [www.facebook.com/profile.php?id=100002948707819&ref=ts](http://www.facebook.com/profile.php?id=100002948707819&ref=ts)

[www.synchrotron-soleil.fr/RessourcesPedagogiques/SOLEILpursuit](http://www.synchrotron-soleil.fr/RessourcesPedagogiques/SOLEILpursuit)

**Tenez le fil**

Le deuxième numéro de la lettre électronique de SOLEIL est paru. Si vous souhaitez la recevoir connectez-vous à : [www.synchrotron-soleil.fr/Soleil/ToutesActualites/newsletter](http://www.synchrotron-soleil.fr/Soleil/ToutesActualites/newsletter)



**La gestion des RH, passionnante en soi, l'est particulièrement à SOLEIL : à la grande proximité avec l'ensemble des personnels s'ajoute l'excellence de l'environnement scientifique et technique.**



**Jean-Michel Cassagne,**  
responsable des Ressources Humaines  
et Relations Sociales à SOLEIL





## SOLEMIO



### LE SYNCHROTRON SOLEIL A ORGANISÉ DU 2 AU 6 MAI 2011

la première édition de l'école de microscopie en rayonnement synchrotron « SOLEMIO ». Son but est de former les étudiants et jeunes chercheurs européens aux nouvelles techniques de microscopie X en rayonnement synchrotron. D'autre part, cette formation vise à mettre en lumière la complémentarité des microscopies synchrotron avec les techniques de laboratoire en champs proches ou électroniques. Ceci explique que l'école se déroule sous le format de cours magistraux, de travaux dirigés et de travaux pratiques en synchrotron et en laboratoire. SOLEMIO, organisée par SOLEIL, s'appuie sur une forte participation des laboratoires du plateau de Saclay, notamment le triangle de la physique (RTRA).

L'école est gratuite et ouverte au public français et européen. Les cours magistraux ont été assurés aussi bien par des enseignants et chercheurs de SOLEIL que par des experts européens. Les travaux pratiques sont organisés conjointement au synchrotron SOLEIL et dans différents laboratoires du plateau de Saclay et de l'université Paris-Sud.

Au vu du succès de la première édition (120 demandes d'inscription pour 45 participants admis), l'école est reconduite et se déroulera en deux parties : un tronc commun récurrent regroupant les généralités sur le rayonnement synchrotron, l'optique, les techniques de microscopie... et des cours thématiques renouvelés chaque année, mettant l'accent sur l'apport de la microscopie synchrotron pour des thématiques et des communautés spécifiques. Ainsi chaque année une coloration sera donnée à l'école : Sciences du vivant, chimie, matière molle, matériaux, magnétisme...

La première édition organisée en Mai 2011 était orientée « Magnétisme et imagerie magnétique ». Dans un souci de renouvellement des communautés, la prochaine édition sera dédiée aux communautés « Matière molle & Sciences du vivant ».

→ **Contact :**  
[rachid.belkhou@synchrotron-soleil.fr](mailto:rachid.belkhou@synchrotron-soleil.fr)

Voir également :

→ [www.synchrotron-soleil.fr/Workshops/2011/SOLEMIO\\_School\\_2011](http://www.synchrotron-soleil.fr/Workshops/2011/SOLEMIO_School_2011)



## 28-29 juin - Workshop « Dynamique d'aimantation à la lumière des sources de rayons X pulsées : des anneaux de stockage aux X-FELS »

### L'OBJECTIF DE CE WORKSHOP ÉTAIT DE FOURNIR UNE VUE D'ENSEMBLE

des progrès récents dans le domaine de la dynamique d'aimantation ainsi que des évolutions prochaines grâce aux nouveaux développements des sources X pulsées. La dynamique d'aimantation ultra-rapide est devenue l'un des sujets les plus captivants en physique de la matière condensée et se retrouve aujourd'hui au centre de l'attention de travaux de recherche dans le monde entier. Ces travaux font jouer un rôle clé aux techniques basées sur les rayons X grâce à la capacité de ces dernières à combiner une résolution temporelle avec une résolution spatiale inférieure à 50 nm en utilisant comme mécanisme de contraste le puissant effet de dichroïsme magnétique X. Une résolution temporelle de l'ordre de 100 ps est facilement obtenue grâce à la structure temporelle intrinsèque des anneaux de stockage de troisième génération. Les installations de « slicing » femtoseconde génèrent des impulsions X sub-picoseconde. L'intensité limitée de ces dernières est contournée par l'utilisation de lasers X à électrons libres qui produisent

des flashes X d'une brillance crête inégalée avec une durée d'impulsion de quelques fs seulement.

Les résultats les plus récents obtenus avec ces sources ont été présentés lors du workshop et les perspectives ont été détaillées concernant les possibilités offertes par les futures sources X pulsées. Cette discussion a été complétée par une série de séminaires présentant les résultats expérimentaux notables obtenus avec des approches alternatives telles que les techniques laser tout-optiques.

Ce workshop s'est tenu dans l'auditorium de SOLEIL et a rassemblé environ 70 participants inscrits provenant de six pays.

Les sessions de la réunion étaient consacrées aux sujets suivants :

- le domaine de la dynamique d'aimantation picoseconde étudiée avec des rayons X, par PEEM et STXM et avec des sources laser infrarouges. Les séminaires ont été complétés par une discussion sur les capacités des derniers calculs micromagnétiques actuels à prédire ces dynamiques d'aimantations picoseconde dans les matériaux nanostructurés.

- nouveaux résultats avec les sources de « slicing » BESSY : étude de la dynamique d'aimantation dans les composés de terres rares ; séparation par XMCD femtoseconde résolu en temps des propriétés dynamiques des composantes de spin et orbitale de l'aimantation ; prédictions théoriques réalisées par le passé dans le domaine de la dynamique d'aimantation ultra-rapide, suivies d'une discussion sur la dynamique de spin dans les molécules à plusieurs centres.

- dynamique d'aimantation ultra-rapide sondée par les sources laser à électrons libres à rayons X (X-FEL).

- possibilités offertes dans le domaine de la dynamique d'aimantation ultra-rapide par les sources X basées sur des lasers.

- nouveaux « projets de sources X pulsées » en développement en France.

#### → Contacts :

**christine.boeglin@ipcms.u-strasbg.fr ;  
nicolas.jaouen@synchrotron-soleil.fr**

Voir également :

→ [www.synchrotron-soleil.fr/Soleil/ToutesActualites/Workshops/2011/MAGDYN2011/Program](http://www.synchrotron-soleil.fr/Soleil/ToutesActualites/Workshops/2011/MAGDYN2011/Program)

ESRF and SOLEIL are proud to host  
**THE 11TH INTERNATIONAL  
CONFERENCE ON SYNCHROTRON  
RADIATION INSTRUMENTATION**  
9 - 13 July 2012  
at the Centre de Congrès, Lyon, France

Register your interest at [www.sri2012.org](http://www.sri2012.org)

ESRF SOLEIL OSL LYON

## MICROÉLECTRONIQUE

Des transistors  
**nouvelle  
génération**

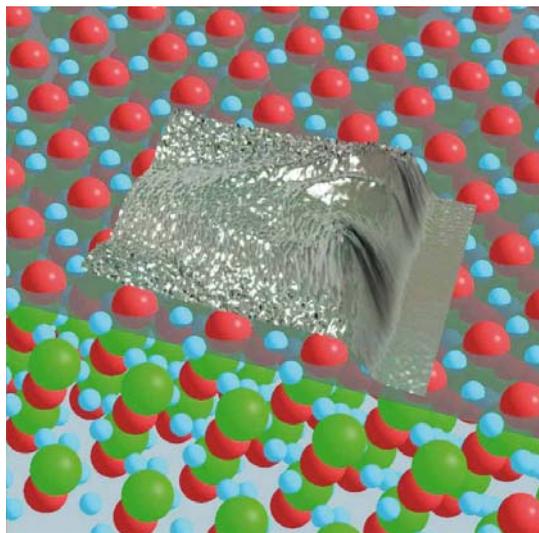
Invasion de puces ! Micro-ordinateurs, téléphones mobiles, cartes bancaires, consoles de jeux... les circuits intégrés ou « puces » sont partout, et l'augmentation permanente de leurs performances en quelques décennies s'est traduite par la conception d'objets du quotidien de plus en plus miniaturisés et puissants. Dans cette course au « toujours plus petit, toujours plus polyvalent », la recherche est extrêmement active. Sur la ligne CASSIOPEE est étudié un matériau dont les propriétés permettent d'envisager des applications allant bien au-delà de celles des transistors classiques.

**P**ortée par un carré de silicium de la taille d'un ongle, une puce « classique » est constituée de millions de transistors interconnectés, comme autant d'interrupteurs électroniques : c'est le langage binaire, 0/1. Depuis une dizaine d'années une nouvelle voie est explorée par les scientifiques afin de diversifier les fonctions gérées par les composants. Dans ce cadre, les oxydes de métaux de transition sont des candidats aux propriétés physiques très intéressantes : citons entre autres la magnétorésistance (liée à la résistance électrique, elle est utilisée dans têtes de lecture des disques durs) et la thermoélectricité (pour transformer de la chaleur en électricité). Le titanate de strontium ( $\text{SrTiO}_3$ ) matériau transparent et isolant, est l'un de ces oxydes. Or, des expériences menées notamment par l'équipe de A.F. Santander-Syro (CNRS

- Univ. Paris-Sud 11) sur la ligne CASSIOPEE viennent de montrer qu'en cassant sous vide un morceau de  $\text{SrTiO}_3$  un gaz d'électrons bidimensionnel se forme à sa surface. La présence de ce gaz à caractère métallique, dont l'obtention est simple et bon marché, permet d'envisager la mise au point de nouveaux dispositifs, combinant les propriétés intrinsèques du matériau et les propriétés de conduction électrique du gaz d'électrons. À quand des mémoires non volatiles en  $\text{SrTiO}_3$ , ou des puces transparentes ?...

→ **Contact :**  
[francois.bertran@synchrotron-soleil.fr](mailto:francois.bertran@synchrotron-soleil.fr)

Référence : Santander-Syro, A. F. et al. "Two-dimensional electron gas with universal subbands at the surface of  $\text{SrTiO}_3$ ". *Nature*, 2011, 469(7329): 189-193.



G. Sordi (ILL) et A. F. Santander-Syro (CSNSM)

**Vue 3D de la dispersion  $E=f(k)$  (énergie de liaison vs. vecteur d'onde) des états électroniques du gaz d'électrons bidimensionnel mesurée par photoémission angulaire et de la structure cristalline de  $\text{SrTiO}_3$ .**

Alessandro Nicolaou, sur la ligne CASSIOPEE.

**Trois** dates de l'Histoire  
de la microélectronique

**1 1904 :** J.A. Fleming invente la première diode (ou tube à vide), considérée comme le point de départ de l'électronique.

**2 1948 :** J. Bardeen, W. Brattain et W. Shockley, scientifiques de la compagnie Bell Telephone, inventent le transistor. Ils recevront le Prix Nobel de Physique en 1956.

**3 2011 :** un transistor « standard » mesure 32 nanomètres. Au début des années 1950, il mesurait environ 2 centimètres.