

N°20

LE RAYON DE SOLEIL

LE JOURNAL DU SYNCHROTRON



Lumière sur les systèmes dynamiques

04 LA RECHERCHE À SOLEIL

Plongée au cœur
des batteries au lithium

20 INNOVATIONS

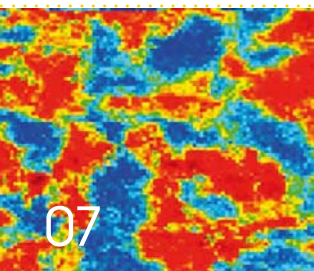
Le format NeXus,
un pas de plus
vers l'homogénéité

21 LA SCIENCE ENSEMBLE

Tout est chimie...
surtout cette année

**04****LA RECHERCHE À SOLEIL**

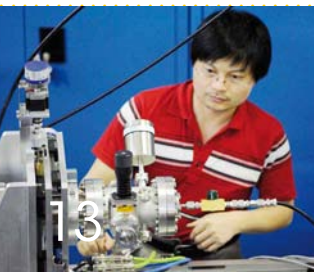
Plongée au cœur des batteries au lithium

**07**

La transition de Mott à la lumière du rayonnement synchrotron

09**SAVOIR FAIRE**

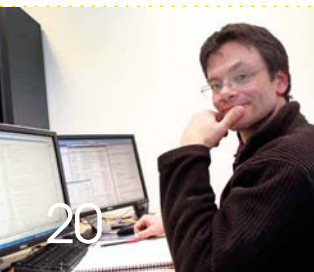
Vers la génération d'impulsions femtoseconde à SOLEIL

13**DOSSIER Lumière** sur les systèmes dynamiques**20****INNOVATIONS**

Le format NeXus, un pas de plus vers l'homogénéité

21**LA SCIENCE ENSEMBLE**

Tout est chimie... surtout cette année

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

TEMPO mise sur l'énergie solaire

**Pour vous abonner**

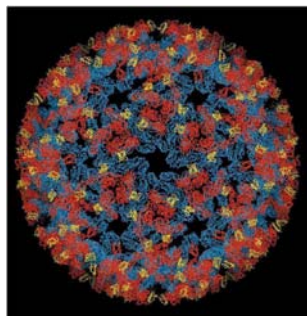
au Rayon de SOLEIL rendez-vous sur

www.synchrotron-soleil.fr**l'édito****Michel van der Rest**
Directeur Général

Avec quelque 300 publications en 2010 et près de 30 pour ce tout début d'année, SOLEIL tient sa place en termes de performances et de productivité scientifique. Vingt lignes de lumière seront disponibles cette année pour les communautés scientifiques et les acteurs industriels attentifs aux possibilités du rayonnement synchrotron. Cette nouvelle année s'annonce donc comme une année dense, même si 2010 s'est terminée de façon mouvementée avec, cela devient presque une tradition, une grande agitation autour de notre budget. L'essentiel, c'est-à-dire nos ambitions scientifiques pour aujourd'hui et pour l'avenir, a néanmoins pu être préservé. Ainsi, les lignes de phase 2 seront en grande partie terminées à la fin de l'année, excepté NANOSCOPIUM dont les travaux prendront encore environ deux ans. Je viendrai alors, en ami, découvrir cette très prometteuse ligne d'imagerie et les autres nouvelles réalisations de SOLEIL. En effet, mon mandat prendra fin au milieu de l'été après 4 années parmi les plus enrichissantes de ma carrière. D'ici là, je verrai sans doute de nombreux résultats de premier plan, en particulier dans un des domaines phares de SOLEIL, les études dynamiques, qui font l'objet du dossier de ce 20^e Rayon de SOLEIL. Je vous souhaite bonne lecture et vous dis à bientôt sur nos lignes de lumière.

BIOCRISTALLOGRAPHIE

Découverte de la structure 3D des protéines de surface du chikungunya



DES CHERCHEURS DE L'INSTITUT PASTEUR

ET DU CNRS, en collaboration avec la ligne PROXIMA1 de SOLEIL, ont élucidé les structures tridimensionnelles des glycoprotéines qui enveloppent le virus du chikungunya. Cette découverte permet de comprendre la manière dont ce complexe de protéines est activé pour envahir les cellules cibles du virus. L'activation est une étape clé du cycle viral, et son élucidation fournit des informations essentielles pour la mise au point de stratégies antivirales, préventives et thérapeutiques. Pour ce travail, des données ont aussi été collectées à l'ESRF et au SLS. Voss, J. E. et al., *Nature*, 2010, 468(7324).

EN BREF

UN PARTENARIAT AVEC LA THAÏLANDE

L'expertise scientifique des équipes de SOLEIL dans le domaine de la microscopie infrarouge et de la microspectroscopie de photoélectrons (PEEM), techniques disponibles sur les lignes SMIS et HERMES, pourra bientôt bénéficier aux scientifiques du synchrotron thaïlandais SLRI (Synchrotron Light Research Institute). Un accord de coopération entre SLRI et SOLEIL a en effet été signé en ce sens le 25 Octobre 2010, date à laquelle SLRI a été officiellement inauguré. Cet accord vise aussi à soutenir la coopération transnationale et l'aide mutuelle entre la Thaïlande et la France pour promouvoir les activités scientifiques liées à l'utilisation du rayonnement synchrotron.

SOLEIL ET L'AGENDA 21 DE L'ESSONNE

SOLEIL fait partie depuis mai 2008 des partenaires impliqués dans l'Agenda 21 de l'Essonne. Le Conseil Général de l'Essonne vient de publier le bilan des actions réalisées en 2009, comprenant un descriptif d'une des 3 actions menées par SOLEIL (offre de service d'analyses pour les éco-activités), et le répertoire des 69 actions labélisées en 2010, dont les 2 actions portées par SOLEIL (transport respectueux de l'environnement pour les salariés, éco-pâturage).

ACCUEIL DES UTILISATEURS

Une capacité doublée pour la maison d'hôtes

A PARTIR DE MI-JANVIER 2011

LA MAISON D'HÔTES DE SOLEIL va voir sa capacité d'accueil doublée grâce à la mise à disposition d'un bâtiment flambant neuf, construit dans le prolongement de la partie existante. Le nombre de chambres passe ainsi de 40 à 81, l'une de ces chambres étant désormais réservée au personnel de SOLEIL. Cette extension comportera des améliorations (par exemple la présence de brise-soleil aux fenêtres) apportées suite aux suggestions des utilisateurs de la « première partie », ouverte quant à elle depuis janvier 2008.



Une mise aux normes de l'ensemble des deux bâtiments a par ailleurs été effectuée pour l'accès aux personnes handicapées, les consignes en ce domaine ayant changé depuis 2008.



2463

Cette année, le nombre d'utilisateurs accueillis à SOLEIL a largement dépassé les 2000, avec 17 lignes de lumière ouvertes.



6

Nombre de comités de programme, suite à leur refonte : depuis septembre 2010, ils évaluent les projets déposés pour les lignes SOLEIL, mais aussi 4 lignes de l'ESRF.



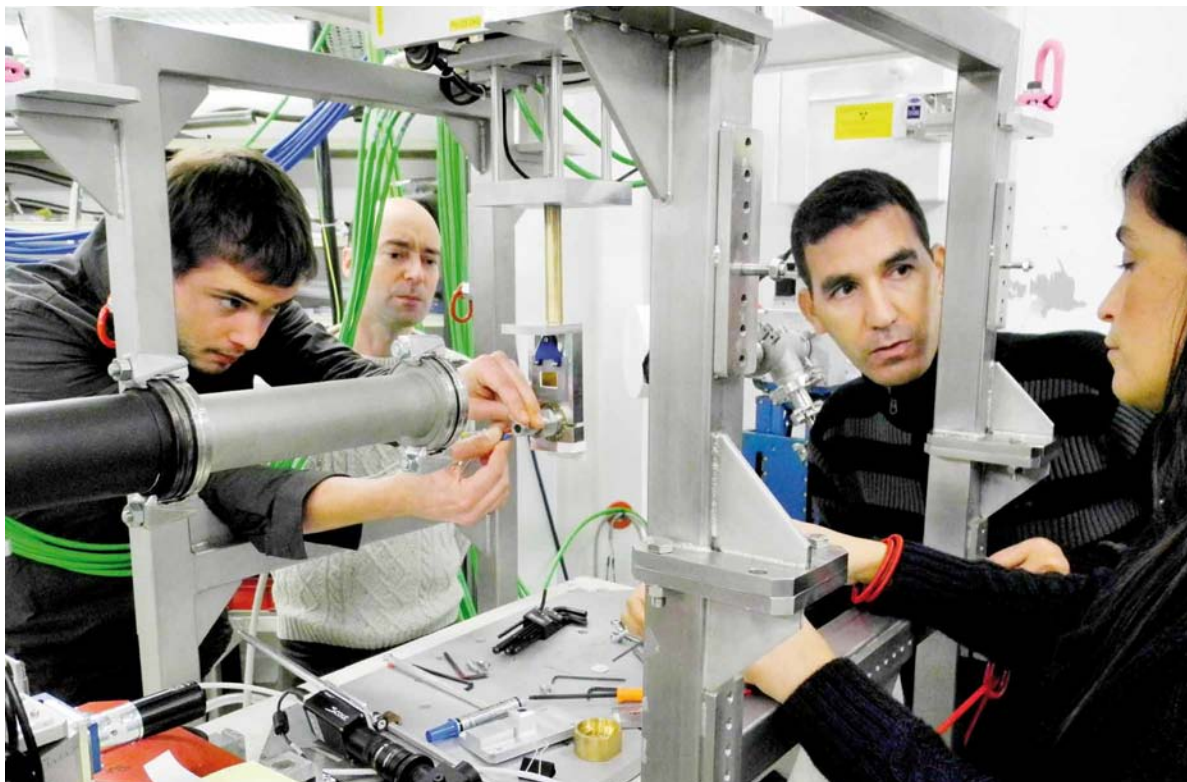
9,8.10⁻¹⁰

Valeur cible, définie dès l'avant-projet et atteinte en 2010, de la pression moyenne (en mbar) dans l'anneau de stockage, pour un courant de 500 mA.

ÉNERGIE

Plongée au cœur des batteries au lithium

La question du stockage de l'énergie électrique est l'objet d'une intense activité de recherche économique et scientifique pour répondre à la problématique planétaire de la croissance de la demande énergétique, de la diversification des sources d'énergie et des changements dans les modes de transport individuels. Une problématique qui rassemble notamment les chercheurs de quatre lignes de lumière de SOLEIL, l'Institut des Matériaux de Nantes et le Laboratoire de Réactivité et de Chimie des Solides d'Amiens.



Mise en place de la cellule électrochimique sur la ligne ODE, par (de gauche à droite) : Stéphane Hamelet (Amiens), Patrick Soudan et Miloud Zerrouki (Nantes) et Stéphanie Belin (ligne SAMBA).»

De par le monde, des milliers de chercheurs s'activent pour trouver les batteries qui permettront de stocker le plus d'énergie possible, à de faibles coûts et dans des conditions de sécurité optimales. Les travaux de recherche les plus nombreux dans ce domaine portent actuellement sur les batteries au lithium (voir Rayon de SOLEIL n°16, page 14).

A l'arrêt ou « *operando* »

Des quantités considérables de travaux ont été menées afin de déterminer, aussi précisément que possible, les modifications structurales et électroniques des matériaux au cours du cyclage de la batterie lithium-ion, en charge ou en décharge. Parmi les méthodes utilisées on trouve des méthodes structurales, telles que la diffraction des rayons X ou des neutrons, et la microscopie électronique à transmission, des méthodes spec-

troscopiques, comme la spectroscopie infrarouge, le Raman, la spectroscopie de photoémission d'électrons, le Mössbauer, la RMN. Parmi les spectroscopies, la spectroscopie d'absorption X (XAS) tient une place à part, à la fois parce qu'elle permet, en fonction de la partie du spectre étudié, de caractériser les états électroniques (XANES) ou la structure du matériau à l'échelle locale (EXAFS) et parce qu'elle nécessite l'utilisation du rayonnement synchrotron.

Figure 2 : mesures de diffraction X réalisées sur CRISTAL au régime de cyclage C/2 sur le système $\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$. Les compositions affichées correspondent à la composition moyenne de l'électrode.

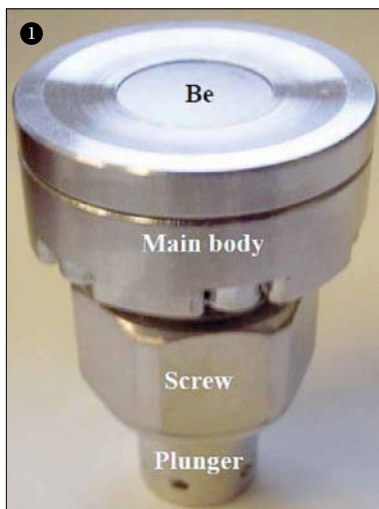
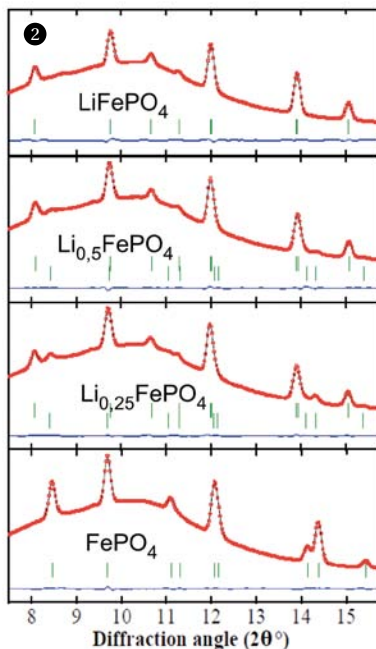


Figure 1 : la cellule électrochimique conçue pour les expériences operando

A ce jour, la quasi totalité des expériences mentionnées ci-dessus sont réalisées sur des batteries à l'arrêt, donc à l'équilibre, voire sur des matériaux qui ont été extraits des batteries après leur cyclage. Il existe très peu de résultats permettant de coupler directement les performances électrochimiques de la batterie en fonctionnement et l'état structural et électronique de la matière active.

Pour combler cette lacune un projet a été initié en 2007, visant à caractériser les matériaux d'électrode pendant le fonctionnement de la batterie, par les méthodes de diffraction et d'absorption des rayons X, en utilisant le haut flux de photons X délivré par SOLEIL. Ces techniques ont déjà démontré leur capacité à analyser les changements structuraux et les transferts de charge apparaissant au sein du matériau, en fonction de la teneur en lithium.

Le comportement des matériaux a ainsi pu être examiné précisément pendant le fonctionnement de la batterie (expériences *operando*) et particulièrement celui du matériau d'électrode positive LiFePO_4 , considéré actuellement comme l'un des matériaux les plus prometteurs pour les électrodes positives de batteries au



lithium. Ce matériau est connu pour fonctionner majoritairement selon un système biphasé entre LiFePO_4 et FePO_4 .

Une batterie « transparente »

La première étape de l'étude a consisté à mettre au point une cellule électrochimique permettant la collection de données de diffraction et d'absorption en réflexion et en transmission. Cette cellule devait, comme toute batterie au lithium, être totalement étanche à l'air et à l'humidité et reproduire très fidèlement le comportement électrochimique des matériaux étudiés. La cellule ainsi conçue est constituée d'un piston creux permettant les expériences en transmission. L'étanchéité est assurée par des joints toriques et des fenêtres de béryllium (Figure 1). Elle reproduit très exactement les courbes électrochimiques obtenues dans la littérature pour différents composés, quel que soit le régime de cyclage C/n*. Un des intérêts majeurs du dispositif expérimental reste qu'il fournit, si le comportement électrochimique de la batterie devenait anormal, la signature corrélative du comportement du matériau.

Complémentarité des lignes de SOLEIL

Aborder la question du fonctionnement réel d'un matériau de batterie vis à vis de quantités variables d'électrons et d'ions lithium au sein d'une électrode nécessite d'introduire la notion de diffusion de ces espèces, donc de possibles hétérogénéités au sein de l'électrode, et du comportement des matériaux en dehors de l'état d'équilibre et au cours des processus de polarisation et de relaxation. Il est donc important de pouvoir étudier les batteries à plusieurs échelles de temps et d'espace, ce que permettent les différentes lignes de lumière impliquées dans ce projet.

Le système étudié possède un comportement électrochimique biphasé – les deux phases en question étant donc LiFePO_4 et FePO_4 – mis en évidence par des expériences de cyclage galvanostatique.

Sur CRISTAL, les mesures de diffraction X conduites à un régime de cyclage de C/2 ont permis de confirmer ce biphasage avec la présence de deux systèmes de raies bien identifiés. Il est cependant tout à fait clair (figure 2) que l'apparition des raies de FePO_4 lors de la charge se produit avec retard par rapport à la quantité de lithium extrait électrochimiquement puisque, pour la composition globale $\text{Li}_{0,5}\text{FePO}_4$ de l'électrode, on attendrait des quantités identiques des deux phases LiFePO_4 et FePO_4 , alors que sur le diagramme, la phase initiale LiFePO_4 est nettement majoritaire.

L'importance de ce retard est d'autant plus marquée que le régime est élevé. Puisque la composition globale de l'électrode est connue électrochimiquement, ce retard apparent peut s'expliquer soit par la formation d'une ou plusieurs phases non détectées en diffraction en raison de leur caractère amorphe, soit parce que d'autres portions de l'électrode se trouvent en avance, c'est à dire plus chargées et pauvres en lithium que la moyenne de l'électrode. La première hypothèse est exclue par le fait que la formation de FePO_4 se produit corrélativement à la disparition de LiFePO_4 . La seule explication est alors une forte hétérogénéité de l'électrode.

Figure 3 : Exemple de combinaison linéaire calculée pour une composition moyenne $\text{Li}_{0,36}\text{FePO}_4$ à partir des spectres de FePO_4 . Spectres enregistrés au régime 2C sur ODE en XAS dispersif.

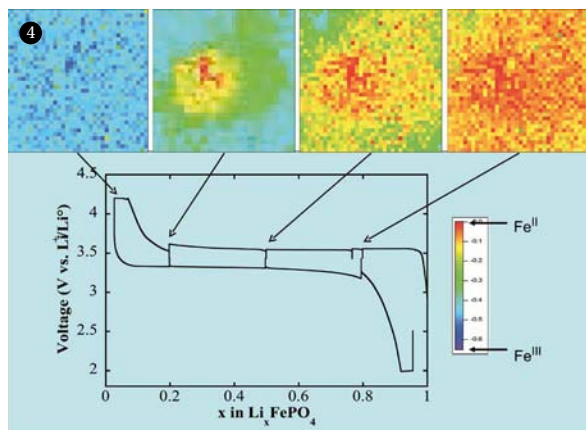
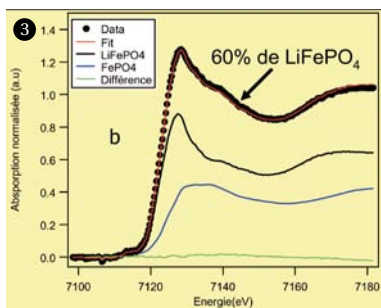


Figure 4 : Cartographie de la répartition du fer oxydé / réduit réalisée sur une surface d'électrode de $0,7 \times 0,7 \text{ cm}^2$, en 35×35 points espacés de $200 \mu\text{m}$. Conditions de mesure : charge à 1C, après relaxation de 15 min, pour les compositions moyennes en Li indiquées par les flèches. Mesures effectuées sur LUCIA.

Quand l'absorption confirme la diffraction

Afin de tester cette hétérogénéité, des expériences d'absorption X ont été réalisées sur SAMBA. Une électrode a été chargée jusqu'à la composition $\text{Li}_{0,5}\text{FePO}_4$, puis a été placée dans un porte échantillon étanche à l'air et permettant d'accéder à toute l'électrode, de façon à pouvoir enregistrer des spectres XANES sur des portions de l'électrode se trouvant sur les bords de la cellule électrochimique.

Le caractère biphasé du système électrochimique a bien été confirmé par ces mesures (présence de points isobestiques), chaque spectre étant la combinaison linéaire des spectres de FePO_4 et LiFePO_4 . Mais, information supplémentaire : on observe que certains spectres sont en retard ou en avance par rapport à la composition moyenne $\text{Li}_{0,5}\text{FePO}_4$, illustrant parfaitement l'hétérogénéité du système.

Une expérience d'absorption X dynamique a ensuite été réalisée au régime de 2C sur la ligne ODE. Une combinaison linéaire des spectres de FePO_4 et LiFePO_4 a été calculée à partir de chacun des spectres enre-

gistrés. Par exemple (figure 3) dans le cas de $\text{Li}_{0,36}\text{FePO}_4$, la combinaison linéaire donne une composition réelle de la zone analysée de 60 % de LiFePO_4 et 40 % FePO_4 , au lieu des 36 % de LiFePO_4 attendus. Le retard précédemment observé par diffraction est donc confirmé, et cette fois avec une surface d'électrode observée environ 1000 fois plus petite.

Or ce retard n'est pas spatialement uniforme, comme l'a montré la cartographie de la répartition de Fe^{II} et de Fe^{III} dans la fraction d'électrode observable en transmission. Effectuée sur la ligne LUCIA, grâce à un faisceau de $7 \times 7 \mu\text{m}^2$, cette analyse est très précise : la signature du degré d'oxydation moyen a pu être analysée en chaque point de l'échantillon. Les mesures - qui ne prennent chacune que quelques secondes - ont été réalisées au maximum du seuil d'absorption pour LiFePO_4 . Au final, les chercheurs ont obtenu une cartographie de presque 1300 points de la répartition du fer dans ses états oxydés et réduits lorsque la batterie est au repos, ainsi que l'évolution de cette répartition sur une petite portion de cette surface pendant le fonctionnement de la batterie en cyclage (figure 4).

Ces résultats illustrent donc encore l'hétérogénéité de fonctionnement de l'électrode.

Une hétérogénéité inattendue

L'ensemble des résultats obtenus démontre que la réalité du comportement d'une électrode de batterie, d'un point de vue structural et électronique, est assez loin d'un comportement idéal. Si cette conclusion n'est pas totalement surprenante au vu de la complexité de la structure composite des électrodes, elle bouscule les raisonnements classiques basés sur une complète homogénéité des systèmes.

De nombreux paramètres ont pu être pris en compte, dont certains permettent de corréliser comportement électrochimique et hétérogénéité : vitesse de cyclage, taille des particules de matière active, pression sur les électrodes, préparation des électrodes. Ce dernier point semble tout à fait déterminant et corrobore des mesures électrochimiques qui démontrent que les meilleures performances résultent d'un bon compro-

mis sur la nature et les proportions des phases rentrant dans la formulation d'une électrode composite. Un point essentiel pour les développements industriels qui visent à l'optimisation de la formulation pour une matière active donnée et un procédé de mise en forme préalablement choisi.

L'objectif initial de ces travaux était de démontrer les potentialités du rayonnement synchrotron pour la caractérisation des matériaux de batteries en mode *operando*. Les résultats obtenus dépassent les espérances, notamment grâce à la résolution spatiale des analyses. Les expériences de diffraction et absorption X, par leur facilité de mise en œuvre, semblent d'excellentes méthodes pour caractériser les électrodes, au moins à l'échelle de quelques microns, pertinente pour les composites.

Des développements sont envisageables dans plusieurs directions. La première consistera à examiner le comportement d'autres matériaux d'électrode. Ensuite, il est tout à fait concevable de tester systématiquement sur synchrotron les très nombreuses combinaisons possibles des paramètres qui rentrent dans l'élaboration des électrodes et de corréliser précisément hétérogénéité et performances électrochimiques. Enfin, peut-on imaginer l'époque où des échantillons tests puis des éléments de production industriels seront examinés au rayonnement synchrotron, avant d'arriver dans nos ordinateurs portables ou nos voitures électriques ?

* régime de cyclage C/n : conditions (intensité du courant) appliquées pour effectuer la charge complète de la batterie en n heure(s). Dans le cas de 1C, pour LiFePO_4 , 100 % des ions Li^+ ont migré vers l'électrode positive en 1 heure - en 2 heures pour C/2, en 30 minutes pour 2C.

Recherches financées par l'ANR Stock-E dans le cadre du projet PULSSE

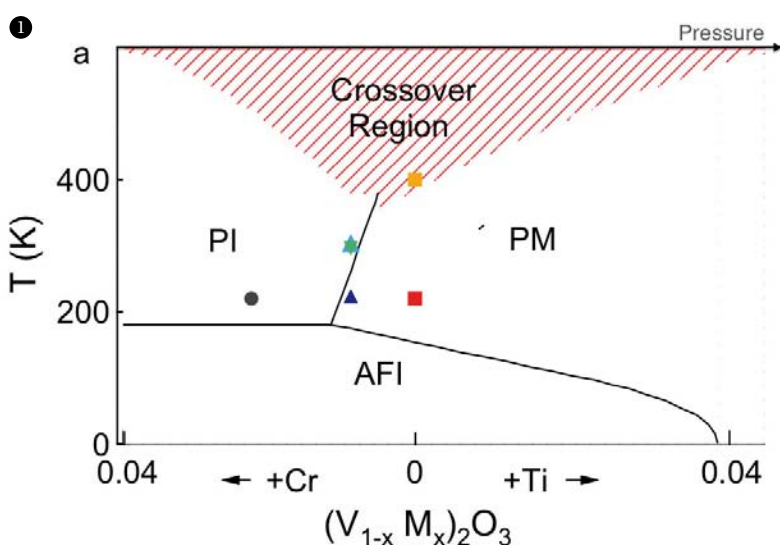
→ Contacts :
Guy.Ouvrard@cnsr-imn.fr;
stephanie.belin@synchrotron-soleil.fr

Références : Rossignol C. et al., J. Electrochem. Soc., 148 A869-877 (2001)
Leriche J. B. et al., J. Electrochem. Soc., 157 (5) A606-A610 (2010)

TRANSITION MÉTAL-ISOLANT

La transition de Mott à la lumière du rayonnement synchrotron

La transition de Mott traduit le passage entre l'état isolant d'un système d'électrons corrélés et une phase métallique (voir encadré). Comprendre cette transition métal-isolant est essentiel non seulement du point de vue fondamental mais aussi pour maîtriser les propriétés électroniques des matériaux, avec des implications technologiques majeures dans la recherche de dispositifs plus rapides et plus performants.

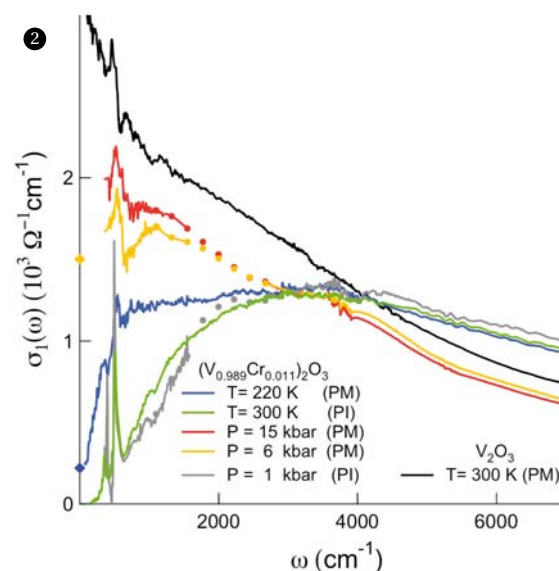


La transition de Mott reste mal connue et d'une grande complexité : les matériaux ont un comportement intermédiaire entre métal et isolant, mal décrit par la théorie et difficile à caractériser expérimentalement. Les spectroscopies à l'aide du rayonnement synchrotron les plus avancées peuvent donner des réponses à ces questions ouvertes. Dans le cadre d'une collaboration internationale impliquant l'Université de Rome « La Sapienza » et le Laboratoire de Physique des Solides (LPS) d'Orsay, des chercheurs des lignes GALAXIES, PSICHE et CRISTAL à SOLEIL ont entrepris une étude de la transition métal-isolant dans V_2O_3 dopé au Cr, un matériau modèle des systèmes d'électrons fortement corrélés, par différentes techniques, de l'infrarouge aux rayons X. Ce travail initié dans le cadre d'une thèse SOLEIL/LPS, a abouti dernièrement à des

résultats spectaculaires obtenus par une approche originale combinant sondes électroniques et structurale.

Moins simple qu'il n'y paraît

Le diagramme de phase de V_2O_3 a été établi dans les années 1970 en fonction de la température, du dopage et de la pression (Figure 1). D'après ce diagramme, V_2O_3 est métallique à température ambiante (phase Paramagnétique Métallique PM) et devient isolant à basse température (phase AntiFerromagnétique Isolante, AFI) ou par dopage au Cr (phase Paramagnétique Isolante PI) ; dans ce dernier cas, il est possible de rétablir la phase métallique soit par l'application d'une pression externe (échelle supérieure) à partir d'un échantillon dopé soit en température avec un choix judicieux du dopage (triangles). Nous nous sommes particulièrement attachés à la transition



PM-PI dans le composé dopé V_2O_3 -1.1%Cr. Contrairement à la transition PM-AFI, la transition PM-PI a lieu sans changement de structure et à ce titre est considérée comme une pure manifestation des corrélations électroniques et donc de la transition de Mott. Il est vite apparu cependant que la simplicité apparente du diagramme de phase cachait en réalité une grande complexité physique : le comportement dans la phase PM est celui d'un mauvais métal; la structure de V_2O_3 -1.1%Cr présente un mélange de phases; le dopage induit des distorsions locales de la structure; enfin, le mécanisme de la transition reste mal compris. Une première confirmation de cette complexité est venue des mesures de conductivité optique dans le domaine infrarouge (Figure 2) obtenues à ELETTRA. Si la phase PI montre clairement une bande interdite - c'est la signature même d'un

Figure 1 : Diagramme de phase de V_2O_3 en fonction de la température (échelle gauche), du dopage (bas) et de la pression (haut). Les points de couleur correspondent aux températures et pressions des mesures sur V_2O_3 -1.1%Cr présentées en figure 2.

Figure 2 : Conductivité optique mesurée dans le domaine infrarouge en fonction de la température et de la pression.

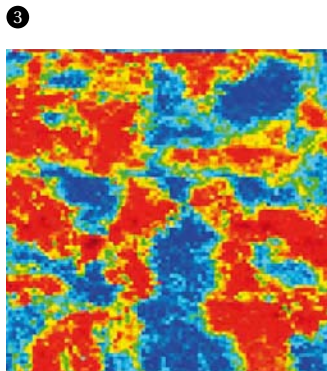


Figure 3 : Coexistence de phases métallique (rouge) et isolante (bleu) observées par spectro-microscopie X. L'image couvre une zone de 50 x 50 μm^2 .

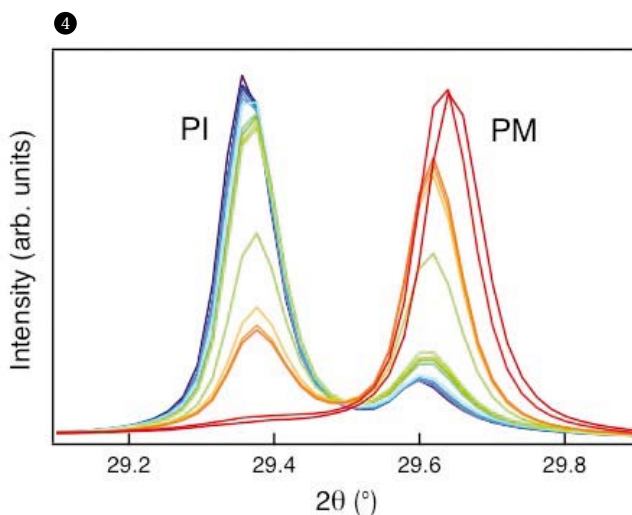


Figure 4 : Transition métal-insolant observée par diffraction des rayons X. A partir de la phase isolante (PI, en bleu), à haute pression seule la phase métallique (PM, en rouge) subsiste.

isolant - (courbe verte), les spectres obtenus dans la phase métallique varient suivant le point considéré dans la région étiquetée « PM » du diagramme de phase : on y trouve un mauvais métal (courbe bleue, $T=220\text{ K}$, $x=1.1\%$), un bon métal (courbe noire, $T=300\text{ K}$, $x=0$) et des situations intermédiaires (courbes jaune et rouge). Nous avons confirmé ces observations par des calculs (approche EMA, effective medium approximation) de la conductivité optique. Les calculs montrent que tous les spectres peuvent être décrits par un mélange entre isolant et métal de différentes concentrations. Ainsi, le spectre « PM » mesuré à 220 K est composé à 45 % de

phase métallique et à 55 % de phase isolante, loin de l'image d'une phase pure !

Des mélanges de phases en image

Il est même possible de visualiser directement ce mélange de phases électroniques par spectro-microscopie X, une technique de spectroscopie consistant à mesurer en chaque point de l'échantillon un spectre de photoémission. Les images réalisées à ELETTRA et traitées ici en fausses couleurs, révèlent clairement une coexistence de phases isolantes et métalliques à l'échelle microscopique lors de la transition métal-insolant induite en température (zones

bleues et rouges, Figure 1). Plus étonnant encore, les mesures montrent que le système garde en mémoire le motif formé par le mélange de phases, même après un cycle complet à travers la transition, sans doute en raison de la présence d'impuretés de Cr qui servent de centres de nucléation.

Le mélange de phases est particulièrement marqué lors de la transition induite en température. En revanche, lors de la transition sous pression, la coexistence de phases observée, indirectement, par diffraction des rayons X (Figure 4) sur la ligne CRISTAL à SOLEIL, disparaît presque totalement à haute pression, laissant place à une phase métallique plus homogène et pure. Ce résultat corrobore les mesures de conductivité optique réalisées sous pression (Figure 2) dont le caractère essentiellement métallique s'affirme à mesure que la pression augmente.

Une combinaison de techniques s'impose

En conclusion, les mesures mettent clairement en évidence un mélange de phases isolante et métallique à l'échelle microscopique dans V_2O_3 , à travers la transition de Mott induite en température, en dopage ou en pression. Le degré de pureté de la phase métallique dépend sensiblement des paramètres externes mais aussi des impuretés présentes dans l'échantillon. Plus généralement, cette étude met en évidence la complexité sous jacente dans le diagramme de phase des matériaux corrélés et la nécessité d'une approche multimodale.

Pour en savoir plus :

Lupi, S. et al., Nature Communications 1, 105 (2010)

→ Contacts :

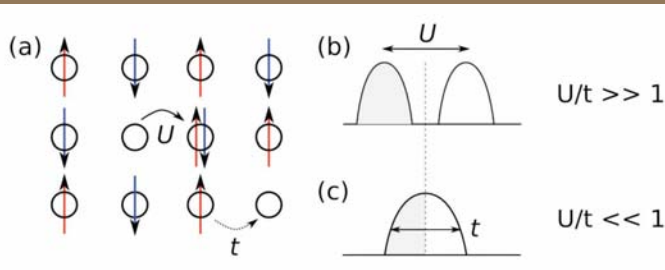
jean.pascal.rueff@synchrotron-soleil.fr
jean-paul.itie@synchrotron-soleil.fr
sylvain.ravy@synchrotron-soleil.fr
stefano.lupi@roma1.infn.it
marino.marsi@u-psud.fr

Références :

• F. Rodolakis, Thèse de l'Université Paris XI (2009) - Direction : J.-P. Rueff & M. Marsi
• F. Rodolakis et al., Phys. Rev. Lett. 102, 066805 (2009), J. Phys. Conf. Series 190, 012092 (2009); Phys. Rev. Lett. 104, 047401 (2010).

La Transition de Mott

À l'instar de Kondo, Anderson ou de Gennes, Mott est une des rares personnalités scientifiques ayant laissé son nom à un effet physique encore largement d'actualité. Le modèle d'isolant de Mott permet d'expliquer pourquoi certains matériaux sont isolants au lieu d'être conducteurs (métalliques) comme on pourrait s'y attendre d'après le remplissage des niveaux électroniques, alors que la transition de Mott s'attache au passage d'un état à l'autre sous l'influence de paramètres externes (dopage, pression, température, etc.) Les deux phénomènes sont intimement liés au modèle de Hubbard qui décrit le comportement d'un électron se déplaçant dans un réseau antiferromagnétique (a). Le déplacement d'un électron (*hopping*) de site en site est possible par l'interaction de saut t , identifiée à la largeur de bande électronique. Dans le cas où un site est doublement occupé, il en coûte une énergie U , d'interaction Coulombienne. C'est le rapport U/t qui détermine la nature du système : si $U/t \ll 1$ - (c), la bande d'électron est semi-remplie (grisée) et les électrons sont libres de se déplacer par excitations dans les états vides (en blanc) :



le système se comporte comme un métal ; si $U/t \gg 1$ - (b) l'interaction U ouvre une bande interdite en énergie que les électrons ne peuvent franchir. Ils sont piégés : le comportement est celui d'un isolant, ici induit par les corrélations.

ZOOM SUR

Un wiggler

sous vide pour la ligne PSICHE

La ligne de lumière PSICHE, dont l'ouverture aux utilisateurs est prévue pour 2012, sera en partie dédiée à la diffraction X à haute énergie sous conditions extrêmes, et en partie à la microtomographie. Sa source de lumière est un wiggler sous vide, conçu et assemblé à SOLEIL spécifiquement pour l'occasion.

Comment obtenir sur SOLEIL des photons de 70 keV, en d'autres termes à la limite supérieure de la gamme spectrale accessible sur un synchrotron « d'énergie intermédiaire » ? Pour les spécialistes des éléments d'insertion, la réponse paraît évidente : il faut utiliser un wiggler, les onduleurs ne permettant pas d'atteindre des énergies aussi élevées. Mais, même avec un wiggler, produire des rayons X aussi durs est loin d'être classique.

Supraconducteur ou sous vide ?

Lorsque la question de la source de lumière de PSICHE s'est posée, deux voies ont été explorées : la technologie des supraconducteurs, utilisée notamment dans les synchrotrons DIAMOND en Grande Bretagne et CLS au Canada sur des wigglers dans des gammes d'énergie comparables, et la technologie des insertions sous vide, pour laquelle il n'existait pas de référence. Ces deux voies ont été explorées jusqu'à la mise en place de l'appel d'offre, soit le temps nécessaire pour mettre en balance l'impact sur l'infrastructure, le coût de l'investissement et de fonctionnement et d'autre part les performances attendues. De cette étude comparative est ressorti que la fabrication d'un wiggler sous vide à SOLEIL était moins contraignante et moins onéreuse qu'un wiggler supraconducteur malgré un flux légèrement inférieur. Le choix définitif a été validé en juillet 2006. Mais tout restait à faire !

Une solide expérience « in house »

Olivier Marcouillé s'attelle alors à la tâche. Son atout : l'expérience acquise depuis trois ans, avec ses collègues du groupe « Magnétisme et Insertions » de SOLEIL, sur les onduleurs sous vide. Ils équipent déjà six lignes de lumière, deux supplémentaires étant prévus.

La technologie du wiggler est identique à celle des onduleurs sous vide déjà réalisés, mais l'innovation réside essentiellement dans l'ingénierie nécessaire à concevoir le support du système magnétique. En effet, les forces magnétiques mises en jeu sont 4 fois supérieures à celles produites dans les onduleurs, du fait de l'augmentation du champ magnétique. Conséquence : sous l'action des forces avoisinant les 10 tonnes, le châssis et principalement les poutres subissent des déformations inhabituelles. Pour contourner cette difficulté, Keihan Tavakoli et l'équipe du bureau d'études de SOLEIL mettent au point un dispositif de compensation original utilisant des ressorts.



Prêt pour 2012

Les aimants permanents équipés de leurs supports, les poutres et le châssis ont été fabriqués séparément par des entreprises extérieures. SOLEIL se charge de l'intégration des différentes parties constitutives, des mesures magnétiques et des corrections. Une attention particulière a été portée à l'outillage employé lors du montage des pièces, du fait des forces magnétiques en jeu impliquant des consignes de sécurité accrues. Le wiggler a été installé en juin dernier sur la machine. Les premiers tests ont permis de vérifier que le fonctionnement est conforme aux prévisions hormis un effet inattendu - aujourd'hui compris - du wiggler sur la durée de vie du faisceau d'électrons. Olivier Marcouillé travaille actuellement, avec les « Physiciens Machine », à corriger ce défaut. Prochain rendez-vous en 2012 avec la première expérience des utilisateurs de PSICHE !

Olivier Marcouillé déjà occupé à la conception de nouveaux éléments magnétiques pour SOLEIL.

Les éléments magnétiques du wiggler de la ligne PSICHE, avant leur mise sous vide.

➔ **Contact :**
olivier.marcouille@synchrotron-soleil.fr

PORTRAIT D'EXPERT

JEAN-PAUL RICAUD,

INGÉNIEUR ÉLECTRONICIEN



Issu du monde industriel, spécialisé en développement électronique, Jean-Paul Ricaud a rejoint le groupe Electronique de Contrôle et Acquisition au sein de la Division Informatique de SOLEIL en 2004.

Dans quel contexte avez-vous commencé à travailler à SOLEIL ?

Lors de mon recrutement Alexandre Loulergue, chef du projet « synchronisation machine », venait de finir d'écrire toutes les spécifications relatives à ce système. Ma mission consistait à développer la partie technique et à établir le cahier des charges nécessaire pour réaliser, en externe, les différents éléments impliqués. Une fois ce volet « machine » mis en fonctionnement - c'était en 2006 - j'ai eu en charge son suivi et sa maintenance ; c'est d'ailleurs toujours le cas. Et, en parallèle, je me suis attelé au système de synchronisation des lignes de lumière, disponible à présent sur six lignes qui réalisent des expériences en temps résolu : DESIRS, DISCO, LUCIA, METROLOGIE, PLEIADES et TEMPO. Ce système est actuellement en fonctionnement.

Qu'est-ce que le système de « synchronisation machine » ?

Les électrons sont générés par le canon à électrons, accélérés dans le LINAC, puis injectés dans le Booster où leur accélération continue avant l'extraction et injection vers l'Anneau de stockage. Ce trajet nécessite le déclenchement parfaitement synchronisé de toute une série d'instruments : canon, aimants d'aiguillages, appareils de diagnostic du faisceau. D'où le besoin de mettre en place des « horloges » et des signaux de déclenchement, pour relier temporellement ces divers équipements les uns aux autres. De plus, il faut gérer les différents modes de remplissage de l'Anneau (anneau « plein » avec 416 paquets, ou avec 8 paquets, un seul paquet, ou encore en hybride), ainsi que le fonctionnement en top-up (réinjection d'environ 2 mA toutes les 2 à 6 minutes).

Quelle est son architecture ?

Une fois spécifiés le rôle et les caractéristiques du système, la réalisation de l'électronique adéquate a été confiée à l'entreprise française Greenfield Technologie qui avait déjà fourni des équipements similaires au CEA. Un véritable petit réseau de fibres optiques a été mis en place pour dispatcher les messages de synchronisation issus d'un « cerveau central » - un ordinateur situé sous la salle de contrôle - vers des cartes locales situées un peu partout dans la machine. Chaque carte peut ensuite générer des signaux de déclenchement à

travers huit sorties. Cet ordinateur central est lui-même synchronisé avec l'horloge très précise du système radio-fréquence (352,196 MHz) qui fournit leur puissance aux cavités accélératrices. Pour compenser le temps que met le signal à parcourir les longueurs de câble entre équipements, et compenser aussi le temps de latence des équipements, le système inclut des délais que l'utilisateur peut spécifier. Ainsi, en salle de contrôle les opérateurs programment dans l'ordinateur central - par le biais d'une application LabVIEW - des délais qu'ils ont prédéfinis, dans le but de déclencher la série d'événements qui permettra d'obtenir le mode de remplissage désiré de l'anneau. La précision de déclenchement est de 5,7 ns pour l'ensemble des équipements, et même de 80 ps dans le cas du canon à électrons.

Et qu'en est-il des lignes de lumière ?

Le système de synchronisation machine fournissait déjà aux lignes de lumière l'horloge de l'anneau de stockage (846 kHz, fréquence de révolution d'un paquet d'électrons), ainsi que des signaux les avertissant du début et de la fin de chaque injection pendant le fonctionnement top-up. Pour la plupart des lignes ces informations sont suffisantes, mais pas pour celles qui font des expériences en temps résolu, dont le principe est de synchroniser l'acquisition de leur détecteur sur les photons émis par le passage d'un ou plusieurs paquets d'électrons. Lorsqu'un paquet passe devant la ligne, il provoque un flash de

rayonnement synchrotron extrêmement bref : de 20 à 50 ps (durée liée à la longueur du paquet). Le flash se produit à une fréquence élevée (846 kHz en mode mono paquet, 6,77 MHz en mode 8 paquets) et stable, et sa durée très courte permet de figer précisément l'état de l'échantillon étudié. Les flashes successifs - aux passages suivants - vont ensuite « photographier » l'échantillon pendant son évolution au cours du temps. La difficulté est donc de déclencher l'analyse juste au moment où les flashes se produisent. Les électrons tournant quasiment à la vitesse de la lumière, il faut être précis ! C'est pourquoi nous avons mis en place un système de synchronisation complémentaire, adapté aux demandes spécifiques de ces lignes : leurs instruments de mesure se déclenchent au passage des paquets d'électrons.

Ce système est très souple et polyvalent. Il peut s'adapter à un maximum d'instruments différents, qualité nécessaire dans un centre de recherche comme SOLEIL, dont chaque ligne possède de ses équipements spécifiques. Cette diversité se retrouve aussi chez les personnes que j'ai l'opportunité de côtoyer dans le cadre de mon travail, puisqu'il m'a amené à interagir avec la majorité des équipes des lignes de lumière et des Sources de SOLEIL, mais aussi avec certains utilisateurs extérieurs. C'est un environnement humain d'une grande richesse, qui contribue à l'intérêt de mon travail à SOLEIL.

➔ **Contact :** jean-paul.ricaud@synchrotron-soleil.fr

POINT FORT

Vers la génération d'impulsions femtoseconde à SOLEIL*

Dans un synchrotron de 3^e génération en fonctionnement normal, les durées d'impulsion de photons permettent d'étudier des phénomènes dynamiques à l'échelle de plusieurs dizaines de picosecondes. Cependant, grâce à une nouvelle technique appelée le « slicing », il devient possible de produire des impulsions sub-picoseconde assez courtes pour sonder des structures dynamiques ultra-rapides.

SOLEIL est une source de rayonnement synchrotron émis sous forme d'impulsions de très courte durée dont la largeur temporelle est déterminée par celle des paquets d'électrons circulant dans l'anneau de stockage. Pour des raisons intrinsèques à la dynamique des électrons dans les anneaux de stockage, il est très difficile en fonctionnement normal d'obtenir des largeurs temporelles des paquets d'électrons en dessous de 30 picosecondes ($ps = 10^{-12}$ sec) FWHM(1). Les durées d'impulsion de photons correspondantes, si elles permettent d'étudier un grand nombre de phénomènes dynamiques, sont trop longues pour sonder des structures dynamiques ultra-rapides comme les réactions chimiques, les transitions de phase, les changements rapides de structure dans les cristaux et d'autres phénomènes intra-atomiques qui se passent à l'échelle de 100 femtosecondes ($fs = 10^{-15}$ sec). Contrairement aux synchrotrons de 3^e génération, les sources de 4^e génération comme les lasers à électrons libres basés sur des accélérateurs linéaires sont capables de produire des impulsions femtoseconde. Mais une nouvelle technique appelée le « slicing » permet de produire des

impulsions sub-picoseconde sur anneau de stockage.

Principe du « Slicing »

On fait propager simultanément une impulsion laser puissante et ultracourte (~50 fs - FWHM) et un paquet d'électrons (30 ps) oscillant dans la structure magnétique périodique d'un wiggler (dit « modulateur ») (figure 1). Les électrons qui subissent le champ électromagnétique du laser changent d'énergie, car dans le wiggler leur vitesse acquiert une composante transverse, parallèle au champ électrique du laser. Certains électrons gagnent de l'énergie et d'autres en perdent. Cela ne concerne que les électrons qui pénètrent dans le wiggler au même moment que l'impulsion laser (dans la « tranche » de 50 fs).

Lorsque le paquet d'électrons traverse ensuite une zone de champ magnétique dispersif (aimant de courbure) ou une zone où la fonction dispersion est non nulle, la modulation en énergie, générée à l'intérieur du wiggler, est transformée en une séparation spatiale ou angulaire entre les trajectoires des électrons de la tranche et de ceux du faisceau « cœur » n'ayant pas subi l'action du laser. Ainsi on peut séparer spatialement le rayonnement produit par ces différents électrons dans un « radiateur » qui peut être un aimant de courbure ou un onduleur (figure 1).

Cette technique, validée expérimentalement à l'ALS (Berkeley, USA), est actuellement en opération sur des sources comme BESSYII (Allemagne), SLS (Suisse), le nouveau projet de l'ALS, et sur UVSOR (Japon). Toutefois, comme l'interaction laser-électrons ne se fait qu'avec une petite partie du faisceau d'électrons, le flux de photons issu de la tranche est par conséquent faible par rapport à celui produit par tout le

faisceau d'électrons. Les valeurs rapportées des expériences citées ci-dessus sont autour de 10^5 photons/s/0.1% b.p(2) pour des durées d'impulsions entre 150 et 200 fs FWHM.

Le projet Femto-Slicing à SOLEIL se distingue des autres projets par au moins trois points importants :

- plusieurs lignes de lumière pourront utiliser simultanément ces impulsions ultracourtes. Il s'agit au départ de CRISTAL (4 à 30 keV) et TEMPO (50 eV à 1,5 keV), deux lignes de phase 1 respectivement intéressées par la diffraction à l'échelle sub-picoseconde et la spectroscopie résolue en temps des électrons. Dans un 2nd temps, les lignes DEIMOS et GALAXIES pourront aussi en bénéficier. Cela permettra de produire à SOLEIL des impulsions fs couvrant la gamme d'énergie des rayons X mous et durs.
- la séparation entre les électrons de la tranche et ceux du faisceau cœur est effectuée dans le plan horizontal sans aucun élément magnétique supplémentaire, car elle tire profit de l'optique linéaire de l'anneau qui présente une dispersion horizontale naturelle non nulle dans toutes les sections droites.
- le rayonnement émis par le wiggler modulateur sera utilisé en routine et de façon indépendante comme une source de lumière pour une ligne spécifique, la ligne PUMA (étude des matériaux anciens).

Le modulateur

Les paramètres magnétiques et géométriques pour le choix du wiggler modulateur doivent prendre en compte un

Dernière minute

* Le budget de ce projet ambitieux n'est actuellement pas disponible sur les ressources propres de SOLEIL, le Conseil d'Administration du 2 mars 2011 ayant demandé de trouver des financements extérieurs pour le réaliser.

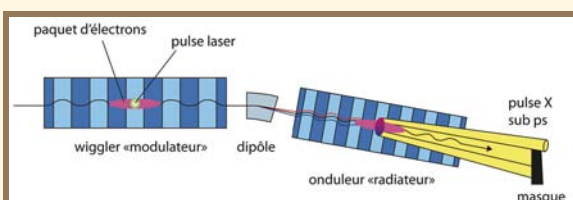


Figure 1 : schéma de principe de la méthode « slicing » pour générer des impulsions de rayonnement synchrotron femtoseconde (d'après S. Khan, EPAC 2002).

certain nombre de contraintes. Le wiggler doit émettre du rayonnement à la même longueur d'onde que celle du laser (800 nm), la puissance totale rayonnée doit être en dessous de la limite acceptable par la tête de ligne et les performances de l'anneau en termes d'émittance et de durée de vie doivent être préservées. De plus, le wiggler doit permettre d'obtenir un haut flux de photons jusqu'à 50 keV pour répondre aux spécifications de la ligne PUMA. Les études magnétiques et de dynamique de faisceau ont convergé vers un wiggler de période magnétique 164 mm, de 3,28 m de longueur et de champ magnétique maximum de 1,63 T. La puissance émise sera de 20 kW.



Figure 2 : localisation de la cabane laser slicing, du wiggler modulateur et des lignes de lumière impliquées.

Le laser

Le laser doit pouvoir délivrer des impulsions ultracourtes et une énergie à la sortie suffisamment grande pour assurer une séparation efficace entre la tranche et le cœur. De plus, puisque la fréquence de passage des paquets est très élevée (352 MHz) et que le flux attendu des impulsions fs est plutôt faible, il est important que la fréquence de répétition du laser soit la plus élevée possible. Le tableau 1 résume les principales spécifications retenues pour le système laser choisi.

La cabane qui abritera le système laser du projet Femto-Slicing sera lo-

calisée dans la galerie technique intérieure du synchrotron (figure 2).

Transport du faisceau laser

Le faisceau du laser sera transporté sous vide depuis la sortie de sa cabane pour être injecté au niveau du wiggler. Il doit donc traverser le mur intérieur de radioprotection de l'anneau de stockage et un blindage de radioprotection va être installé au niveau de cette pénétration. Pour permettre l'introduction du faisceau laser dans le vide de l'anneau une nouvelle chambre à vide d'un aimant dipôle est en cours de réalisation. Les études pour le transport du faisceau laser, son alignement et sa focalisation dans le wiggler sont également en cours. De plus, le laser doit être aligné temporellement, spectralement et spatialement sur le faisceau d'électrons dans le wiggler. Pour cela, une ligne diagnostics IR sera installée sur la sortie 0° du wiggler.

Le laser et le rayonnement synchrotron du wiggler à 800 nm seront extraits, à très faible courant, à l'aide d'un miroir escamotable, puis transportés jusqu'à une station de diagnostic pour la mesure temporelle, spectrale et spatiale. Pour mesurer en temps réel et optimiser l'efficacité du slicing avec un fort courant dans l'anneau, on utilisera une méthode indirecte, l'analyse du rayonnement synchrotron cohérent (CSR) dans le domaine THz généré dans les dipôles de l'anneau. L'intensité du rayonnement CSR est directement reliée à l'efficacité de la modulation en énergie dans le wiggler. L'extraction du rayonnement THz s'effectuera sur la sortie dipôle de la ligne Diagnostics Machine MRSV (Miroir Rayonnement Synchrotron dans le Visible) déjà existante.

Utilisation du rayonnement femtoseconde

Le slicing sera exécuté sur un paquet d'électrons de 10 mA avec l'anneau rempli soit en mode mono paquet, soit en mode 8 paquets à 90 mA, soit en mode hybride à 390 mA + 10 mA.

Les performances en terme de flux de photons doivent être calculées avec précision et en y incluant tous les

paramètres nécessaires. Toutefois, de premiers calculs donnent des flux sur échantillon entre 10^6 et 10^7 photons/s/0.1% b.p.

La durée de l'impulsion totale espérée au niveau des lignes de lumière CRISTAL et TEMPO est donnée dans le tableau 2, en tenant compte des différentes contributions indépendantes.

Synchronisation

Comme les expériences réalisées sur les lignes CRISTAL et TEMPO seront du type « pompes-sondes » (stimulation d'un échantillon par un faisceau laser, avant analyse par le faisceau de photons fs), il sera nécessaire de synchroniser les impulsions des lasers de stimulation avec l'impulsion du laser slicing avec une précision de quelques dizaines de fs. Etant donné les grandes distances entre les différents systèmes (~50 m) cela reste une des difficultés majeures à maîtriser. Plusieurs solutions sont à l'étude.

Autres utilisations du laser slicing

Le laser utilisé pour générer les impulsions courtes présente des caractéristiques exceptionnelles en terme de puissance et de taux de répétition qui en font un outil très intéressant pour des utilisations complémentaires lorsqu'il ne sera pas utilisé pour le slicing :

- des expériences sur la ligne PLEIADES, couplant le rayonnement synchrotron et le laser pour des expériences de spectroscopie en champ fort,
- des expériences, hors rayonnement synchrotron, en générant des harmoniques d'ordre élevé dans les gaz (HHG) pour des expériences en phase diluée et d'imagerie.

Les responsables du projet Femto-Slicing sont Amor Nadji (côté Sources) et Jan Luning (côté Expériences), assistés respectivement par Marie-Emmanuelle Couprie et Pascale Prigent.

1. FWHM : full width at half maximum, en français "largeur à mi-hauteur"
2. b.p : bande passante

→ **Contact :**

amor.nadji@synchrotron-soleil.fr

Tableau 1 : caractéristiques principales du système laser de SOLEIL

Longueur d'onde centrale (nm)	800 Titane : Saphir
Durée minimale de l'impulsion (FWHM) (fs)	30
Energie à la sortie à 800nm (mJ)	5
Fréquence de répétition (kHz)	10

Tableau 2 : durée totale de l'impulsion (FWHM en fs)

Radiateur	Laser	Slippage	Emittance	Dispersion en énergie	Total
CRISTAL	50	53	54	52	104
TEMPO	50	53	47	117	145

Lumière

sur les systèmes dynamiques



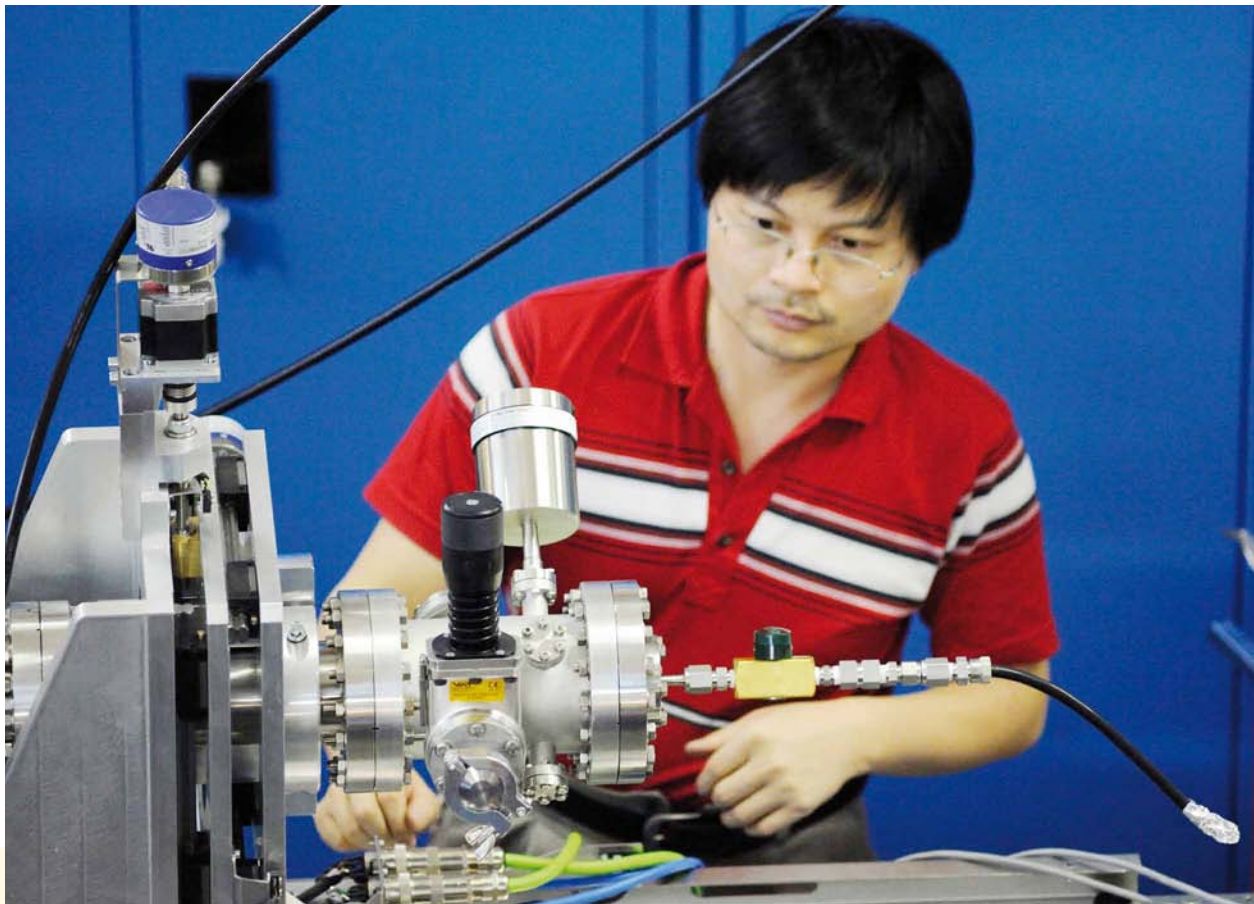
Lorsque l'on parle de dynamiques à SOLEIL, on se réfère à un très large domaine temporel allant de la milliseconde jusqu'à quelques centaines de femto-secondes ! Par là même s'offre un vaste panorama d'applications, puisque l'on part de l'étude du mouvement des atomes, de leurs propriétés locales, pour passer à l'établissement de changement d'état à l'échelle macroscopique faisant appel à des effets coopératifs ou réactionnels plus ou moins rapides à s'établir.



Lumière

sur les systèmes dynamiques

Xiaojing Liu, scientifique sur la ligne PLEIADES, ajuste la source de nano-objets isolée basée sur une technique de génération d'aérosols, développée dans le cadre du projet ANR Nano-PLAIDES.



Le rayonnement synchrotron est un outil de choix pour développer des études résolues en temps, à la fois parce qu'il possède une structure naturellement pulsée (les impulsions délivrées sont de quelques dizaines de ps, ou quelques ps en mode « low alpha », voire quelque centaines de femtosecondes en mode « slicing »), mais aussi parce que sa brillance permet des acquisitions avec des temps d'intégration extrêmement brefs (quelques secondes, voire quelques millisecondes ou dizaines de microseconde avec les détecteurs ad hoc), permettant par exemple un suivi réactionnel. Une autre approche, complémentaire du point de vue de la mécanique quantique, consiste à développer des études spectroscopiques à très haute résolution spectrale : il est alors possible en suivant le principe d'incertitude d'accéder aux informations temporelles à des échelles d'autant plus courtes que la résolution atteinte sera bonne. Les quelques exemples rassemblés dans ce dossier ne visent certainement pas à l'exhaustivité (pratiquement toutes les lignes de SOLEIL

sont ou seront concernées par des études dynamiques) mais plutôt à illustrer ces quelques considérations générales, dans des champs disciplinaires très variés.

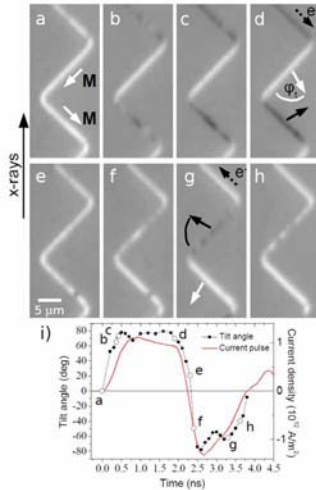
Etude de nano-objets

L'intérêt marqué pour les nano-objets, dont les propriétés particulières ont trait aux effets de confinement liés à leur taille, a suscité de nombreuses études dynamiques portant sur la compréhension des phases de nucléation et de croissance. Les expériences réalisées sur SAMBA et SWING, combinant absorption et diffusion résolues dans le temps, ou bien sur ODE (XANES en mode dispersif) permettent de mieux comprendre ces phénomènes complexes qui mettent souvent en jeu des états transitoires. Le but de telles études vise, par un meilleur contrôle des conditions de nucléation, de contrôler la synthèse des nanoparticules et d'optimiser leurs propriétés finales. Les études portant sur des aérosols et nanoparticules libres (DESIRS, PLEIADES) viendront compléter ces approches.

TEMPO

Dynamique d'aimantation révélée par XMCD-PEEM résolue en temps

FIG. 1 : images XMCD-PEEM résolues en temps des domaines magnétiques de nanofils de NiFe de 400 nm d'épaisseur. La partie supérieure de la figure présente 8 des dizaines d'images enregistrées, toutes les 100 ps, pendant l'impulsion de courant de 4,5 ns appliquée au nanofil. La partie inférieure (i) montre à quels moments de la courbe d'impulsion ces 8 images ont été enregistrées, ainsi que l'angle d'inclinaison de l'aimantation due au champ d'Oersted θ .



Les parois de domaines dans les nanofils magnétiques ont été proposées comme nouveau type de support de stockage magnétique rapide et économique, les mémoires dites racetrack.

Le déplacement des parois de domaines dans ces nanofils est induit par des impulsions brèves de courant en utilisant l'effet dit de couple de transfert de spin (STT). Beaucoup de travaux

expérimentaux ont fait usage de la microscopie magnétique pour étudier le mouvement des parois de domaines induit par un courant, mais tous ont employé des mesures quasi-statiques consistant à visualiser la position et la forme de la paroi de domaines magnétiques avant et après l'impulsion de courant. Pour acquérir une meilleure compréhension théorique et expérimentale de l'interaction entre les courants polarisés en spin et les parois de domaines, il est crucial d'observer directement la configuration magnétique des nanofils pendant les impulsions de courant. Les utilisateurs de l'Institut Louis Néel de Grenoble ont

utilisé la microscopie électronique par photo-émission de rayons X résolue en temps (PEEM) pour étudier la dynamique de l'aimantation induite par des impulsions nanosecondes de courant dans des nanofils de NiFe(5nm)/Cu(5nm)/Co(5nm) de 300 nm et 400 nm d'épaisseur. Les mesures ont été effectuées sur la ligne de lumière TEMPO par une technique pompe-sonde utilisant la synchronisation entre les impulsions de courant injectées dans les fils et les impulsions de rayons X émises par le synchrotron (mode de remplissage de l'anneau 8 paquets). Les images magnétiques prises pendant les impulsions de courant montrent directement, et pour la première fois, que des effets quasi-statiques et précessionnels sont induits par le champ magnétique d'Oersted qui existe pendant ces impulsions. Le champ d'Oersted induit une inclinaison importante (jusqu'à 80 degrés) de l'aimantation de la couche magnétique dans la direction transverse au fil. Ceci pourrait jouer un rôle important dans le rendement élevé du mouvement des parois de domaines induit par le courant observé dans les nanofils de NiFe/Cu/Co.

➔ **Contacts : fausto.sirotti@synchrotron-soleil.fr
jan.vogel@grenoble.cnrs.fr**

Références :

Parkin S.S.P. et al., Science 320, 190 (2008).
Uhlir, V. et al. arXiv:1002.1302v2 [cond-mat.mtrl-sci].
Grollier, J. et al., Appl. Phys. Lett. 83, 509 (2003).
Uhlir, V. et al., Phys. Rev. B 83, 020406 (2011).

Modélisation de dynamique

L'exemple détaillé sur la ligne DISCO concerne un tout autre domaine puisqu'il s'agit de mesurer, in situ, des dynamiques de diffusion d'éléments trace au sein de systèmes complexes concernant par exemple l'alimentation. Un enjeu de taille concernant la santé est le problème de la contamination des produits alimentaires par certains additifs présents dans leur emballage. La modélisation de la dynamique à l'échelle moléculaire basée sur ces mesures vise à mieux comprendre en particulier le rôle de la taille des solutés dans leur vitesse de diffusion.

Pompe-sonde

Les études aux temps beaucoup plus courts concernent des aspects plus fondamentaux. Alors que, dans les exemples précédents, l'élément déclenchant le processus temporel à suivre ne nécessitait pas une synchronisation poussée, il n'en est plus de même aux temps très courts, où cette synchronisation est généralement obtenue

« LA QUESTION PRIMORDIALE DANS L'ÉTUDE DES DYNAMIQUES STRUCTURALES EST DE COMPRENDRE COMMENT LES INTERACTIONS ATOMIQUES ET ÉLECTRONIQUES DIRIGENT LES MACHINES MOLÉCULAIRES. »

FRANCESCO SETTE, DIRECTEUR GÉNÉRAL DE L'ESRF, GRENOBLE.

par des expériences de type pompe-sonde. En bref, l'excitation est apportée de manière très rapide par interaction du système avec un laser pulsé, et l'évolution du système est sondée par analyse à l'aide du rayonnement synchrotron, en ajustant le retard entre les deux impulsions. Ce type d'expérience, basé sur une statistique

PLEIADES

Lumière polarisée circulairement - sonde de la dynamique des noyaux atomiques dans les espèces achirales

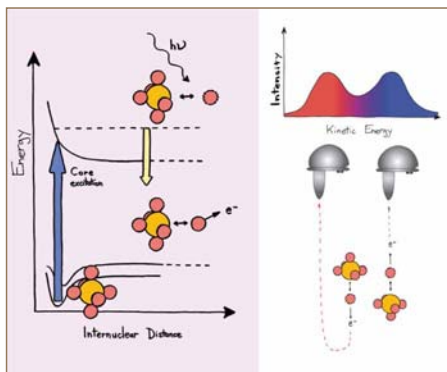


Figure - A gauche: Schéma d'un processus de dissociation ultrarapide avec l'observation, par Spectroscopie Auger Résonante (SAR), de raies atomiques à partir des fragments neutres générés. A droite: Schéma de formation des profils Auger-Doppler observés en SAR, suite à l'émission d'électrons Auger à partir des fragments s'approchant ou s'éloignant du détecteur.

La lumière polarisée circulairement (LPC) trouve aujourd'hui de nombreuses applications, que ce soit dans les écrans de dernière génération ou bien grâce aux mesures de dichroïsme circulaire de matériaux magnétiques ou de macromolécules chirales en biologie structurale, et permet d'étudier l'origine fascinante de l'homochiralité du vivant. Pour la première fois, sur la ligne de lumière PLEIADES, cette lumière polarisée circulairement a été utilisée pour sonder la dynamique nucléaire de molécules neutres hautement excitées, qui se dissocient en seulement quelques femtosecondes (10^{-15} s) après absorption d'un photon X.

Les molécules SF_6 excitées en couche interne $F1s^{-1}a_{1g}^+$ se relaxent par émission d'un électron de valence, appelé « l'électron Auger ». Cependant, comme le processus de fragmentation est très rapide, l'électron Auger peut être éjecté par les fragments déjà dissociés de la molécule.

Comme cela a déjà été observé avec de la lumière polarisée linéairement, on peut distinguer les électrons Auger éjectés des fragments s'approchant

ou s'éloignant du détecteur d'électrons, en raison d'une petite différence de leur énergie cinétique. Cet effet est basé sur l'orientation des molécules en direction du vecteur polarisation de la lumière. Par analogie avec l'effet de Doppler acoustique, il est appelé effet Auger-Doppler. C'est sur la ligne PLEIADES qu'il vient d'être observé pour la première fois en utilisant la LPC, et ce malgré la distribution uniforme des liaisons chimiques se dissociant, induite par la LPC. Sur la base de ces résultats, il sera dorénavant possible d'utiliser les mesures de dichroïsme circulaire dans les profils Auger-Doppler comme une sonde efficace de la dynamique de photoionisation, de la structure moléculaire et de l'environnement chimique, et ce, même dans les espèces achirales jusque-là impossibles à sonder de cette manière.

→ **Contact :**
catalin.miron@synchrotron-soleil.fr

Référence : O. Travnikova et al., Phys. Rev. Lett 105, 233001 (2010)

... Suite de la page 15

d'analyses suffisante, nécessite d'enregistrer un grand nombre de mesures et donc ne s'adresse qu'à des phénomènes réversibles dans la fenêtre de temps d'analyse. En science des matériaux, on peut ainsi sonder la dynamique d'établissement de transition de phase à partir de processus photo-déclenchés en enregistrant des figures de diffraction résolues dans le temps. La ligne CRISTAL sera bientôt équipée d'un tel système pour l'étude dynamique de quelques ps puis quelques fs (voir perspectives offertes par le projet slicing). Les lignes PLEIADES et TEMPO sont, ou seront bientôt, équipées de lasers synchronisés avec les pulses synchrotron pour des expériences en phase diluée (dynamique de fragmentation) et dynamique en surface (réactivité, magnétisme) à l'échelle là aussi de quelques dizaines de ps (puis fs avec le slicing). L'encadré issu d'études sur la ligne TEMPO,

concerne la dynamique d'aimantation induite par injection de courant dans des nanofils magnétiques. Ces études s'inscrivent dans l'optimisation de matériaux permettant le stockage d'information avec toujours plus de densité et avec des temps de commutation les plus courts possibles. A noter que, pour ces études, on combine à la fois la résolution temporelle (ici quelques 100ps) à la résolution spatiale (sub-micronique), grâce à la technique XPEEM, les propriétés magnétiques étant révélées par dichroïsme circulaire.

Une lacune électronique pour horloge interne

L'exemple détaillé sur la ligne PLEIADES rentre dans une autre catégorie puisqu'il s'agit d'effets dynamiques approchés par la spectroscopie dite « sub-durée de vie »,

DISCO

Mesures *in situ* de coefficients de molécules traceurs dans des matrices polymères

La détermination de la relation existant entre la structure chimique de solutés traceurs de masse moléculaire intermédiaire (monomères, additifs plastiques, résidus) et leurs coefficients de diffusion (D) dans les polymères est important pour plusieurs domaines de recherche tels que l'évaluation de la contamination des produits alimentaires par les constituants des emballages, le vieillissement des polymères ou la réactivité dans les solides. Pour une raison qui n'a pas encore été totalement élucidée, il a été observé que la dépendance par rapport à la masse moléculaire était bien supérieure dans les structures semi-cristallines que dans les fondus de polymères. L'objectif général de cette étude est de contribuer à la mise au point d'une

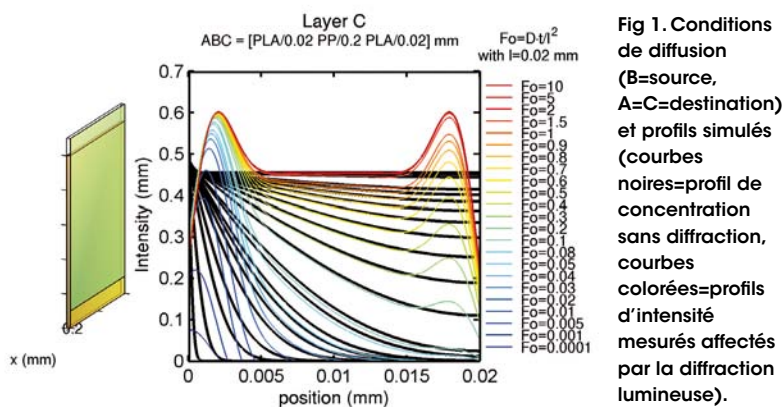
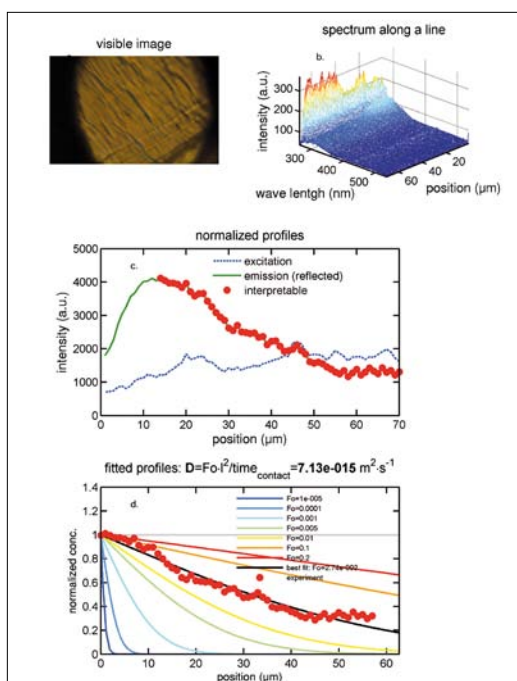


Fig 1. Conditions de diffusion (B=source, A=C=destination) et profils simulés (courbes noires=profil de concentration sans diffraction, courbes colorées=profils d'intensité mesurés affectés par la diffraction lumineuse).

Fig 2. Profils typiques :
a) vue d'ensemble de la coupe transversale de B (PP) dans la gamme visible,
b) spectres sur une ligne,
c) intensités intégrées,
d) ajustement numérique.



technique de spectroscopie de molécules uniques qui puisse être appliquée au suivi de la diffusion de traces dans des matériaux polymères ou nanocomposites sur la ligne de lumière DISCO. Une étape intermédiaire a consisté à élaborer une technique de microscopie de référence pour déterminer des valeurs de D pour des séries homologues arbitraires de marqueurs et des coefficients de diffusion supérieurs à $10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. La méthodologie mise au point est basée sur la mesure de profils spectraux 2D (longueur d'onde x position) sur des coupes transversales des matériaux en configuration epi. Les seules conditions requises sont la présence de bandes d'absorption (noyaux aromatiques ou liaisons doubles conjuguées) dans la gamme d'énergie accessible avec la ligne de lumière DISCO, et la possibilité de séparer la fluorescence associée de la fluorescence naturelle du polymère ou de ses constituants. Trois couches de matériaux, notées ABC, sont mises en contact dans des conditions thermodynamiques contrôlées (la Fig. 1 présente l'une des configurations testées) puis coupées au microtome afin d'être observées. La couche B est formulée avec la substance désirée lors d'une étape préliminaire de sorption. A et C sont des couches de réception qui ne contiennent pas la substance à tester. Les intensités de fluorescence déterminées le long de chaque épaisseur d'échantillon sont comparées aux solutions numériques d'un modèle de transport par diffusion (incluant les effets de séparation si nécessaire). En pratique, la diffraction lumineuse causée par la défocalisation (coupe non idéale, échantillons non plans) et les aberrations optiques doivent également être prises en compte.

Un ajustement typique est décrit dans la Fig.2 pour une longueur d'onde d'excitation de 275 nm. Une méthode semi-automatisée a été mise au point pour extraire des lignes de base, intégrer des pics d'émission spécifiques (Figs. 2b et 2c) et ajuster des valeurs de D (ou de manière équivalente des nombres de Fourier Fo sans dimension). En traçant les énergies d'activation et les relations d'échelle pour D identifiées sur la ligne de lumière DISCO avec une série de molécules de diphenyle dans du polypropylène (PP) et de l'acide polylactique (PLA), il apparaît que l'ajout d'un carbone entre les deux phényles a diminué les valeurs de D d'un facteur 3. Cette variation était inattendue.

Des résultats semblables ne dépendant pas de la forme détaillée du polymère (pentes similaires) sont en cours d'analyse par simulations de dynamique moléculaire afin d'établir une théorie.

→ **Contacts : olivier.vitrac@agroparistech.fr**
matthieu.refregiers@synchrotron-soleil.fr
xiaoyi.fang@agroparistech.fr
cecile.courgneau@agroparistech.fr

ODE

Nanoparticules d'or : cinétique sous la seconde et mécanismes de formation

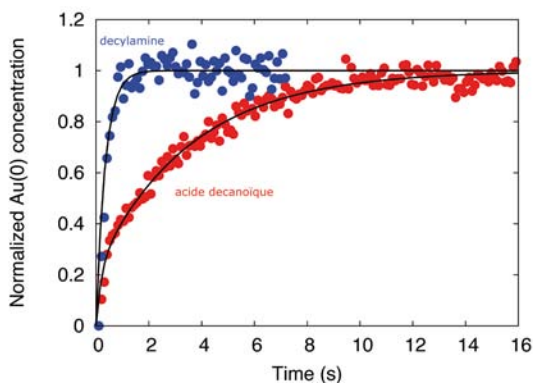
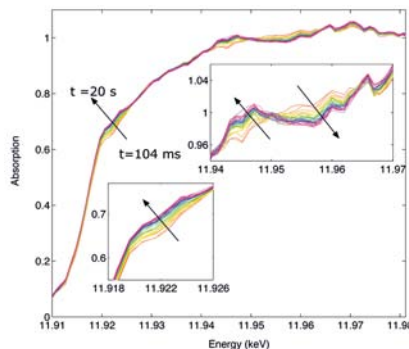


figure 1 :
(gauche) : Lois d'alimentation en Au(0) dans la solution pour les 2 ligands (acide décanoïque ou dodecylamine) issues des expériences de XANES *in situ* (droite) : spectres d'absorption XANES au seuil de l'or pour différents temps de la synthèse de nanoparticules d'or en présence d'acide décanoïque.

Les applications potentielles des nanoparticules d'or espèrent mettre à profit leurs propriétés particulières (couleur, réactivité,...) intrinsèques grâce au grand rapport surface sur volume de ces objets et à leur forme et polydispersité. De nombreuses voies de synthèse permettent d'obtenir à façon ces nanoparticules, mais le contrôle de la dispersion est mal maîtrisé et les mécanismes sous-jacents sont encore mal compris. L'observation expérimentale des premiers instants de la synthèse est difficile et l'on possède en retour un très faible contrôle de la phase de nucléation. Les études menées sur ODE se placent dans ce contexte, et visent à développer des expériences de suivi *in situ* de la formation des



nanoparticules d'or du point de vue de la structure des matériaux en formation et de la spéciation des espèces chimiques présentes dans le milieu. L'objectif est de comprendre le mécanisme de formation des nanoparticules métalliques pour en contrôler leur synthèse. Un des axes a consisté à coupler la spectroscopie d'absorption des rayons X (XANES) au mélange rapide d'un stopped-flow Biologic © en développant une cellule adaptée aux gammes de concentration en or (3mM). La formation des nanoparticules est obtenue par réduction par du borohydrure d'un sel d'or solubilisé. Ce sont des réactions qui peuvent être très rapides (une à quelques secondes pour des particules sphériques). La mesure du spectre

d'absorption en mode dispersif réalisée au seuil de l'or (XANES) a permis d'accéder quantitativement aux différents états d'oxydation de l'or (Au(III), Au(I), Au(0)) pendant la synthèse de nanoparticules en présence de ligands (acide décanoïque ou dodecylamine) (Fig 1). La très grande résolution temporelle (~100 ms) de ces expériences a permis d'établir la loi d'alimentation en Au(0) dans la solution, et de démontrer son rôle fondamental dans le contrôle de la taille finale des nanoparticules. Il a notamment été mis en évidence une très forte sursaturation transitoire en monomères d'Au(0) au plus fort de la nucléation des nanoparticules (1s), et l'absence d'agrégation secondaire pour ce schéma de synthèse. Ces expériences-clefs pour la compréhension des mécanismes réactionnels en cours lors de la formation de nanoparticules sont également utilisées pour comprendre le développement de l'anisotropie.

→ **Contacts :**
fabienne.testard@cea.fr
olivier.spalla@cea.fr
francois.baudalet@synchrotron-soleil.fr

Références : Abécassis B. et al, Langmuir 2010, (26)17, 13847-13854

... suite de la page 16

appliquée sur une molécule isolée. Il s'agit d'utiliser la durée de vie très courte d'une lacune créée en couche électronique interne d'un atome comme « horloge interne » de l'évolution du système ainsi excité. La condition requise pour extraire l'information pertinente est de combiner une résolution, tant à l'excitation qu'à l'analyse, inférieure à l'élargissement induit par la durée de vie finie du trou interne (dans l'exemple donné 100 meV correspond à une dynamique de quelques dizaines de femtosecondes).

Pour terminer ce bref aperçu des possibilités offertes à SOLEIL dans le domaine des études en temps résolu, signalons deux actions prospectives à plus ou moins long terme :

- le projet d'une ligne optimisée pour les cinétiques aux

temps courts pour les nanomatériaux en catalyse hétérogène et l'énergie (batteries). Ce projet, retenu dans le dispositif EQUIPEX, permettra aux communautés d'utiliser l'absorption rapide (QuickEXAFS) dans des conditions *in situ*.

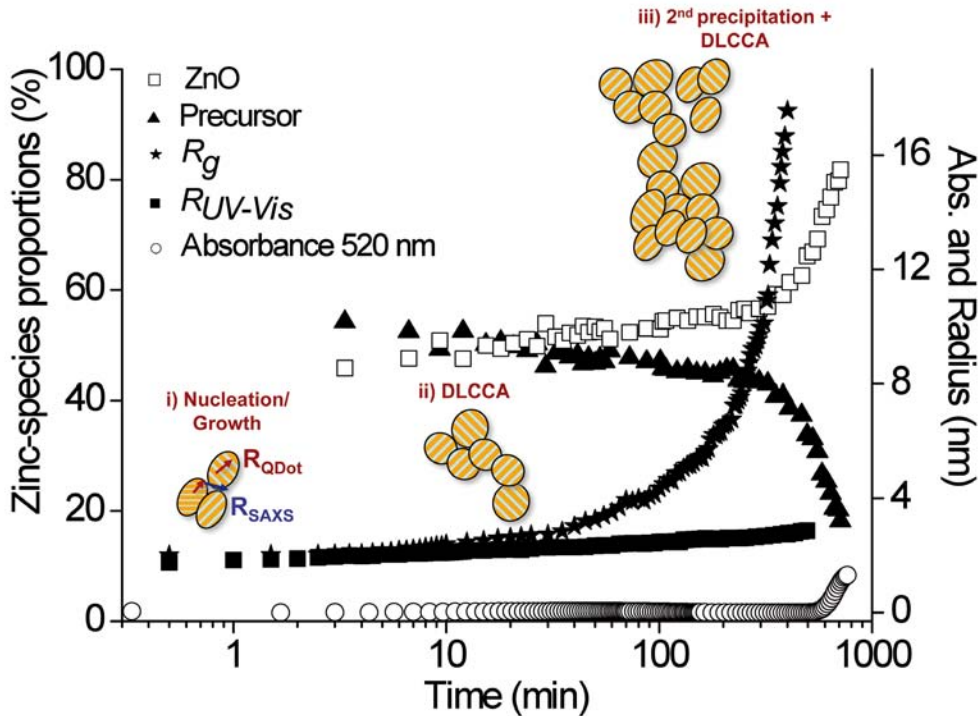
- la génération de pulses femtoseconde par interaction d'un laser fs intense avec le paquet d'électrons stocké dans l'anneau. Les pulses X ainsi générés dans les insertions des lignes TEMPO et CRISTAL seront ensuite extraits sur ces lignes pour des expériences de type pompe-sonde (cf. article p.11).

Ces actions bénéficieront directement des développements spécifiques entrepris au niveau de la détection (détecteur XPad, déviation locale du faisceau, etc.)

SAMBA- SWING

Études résolues en temps de la formation et de la croissance de points quantiques de ZnO

Figure 1 : Evolution temporelle de la proportion des différentes espèces contenant du zinc déterminée par EXAFS (points quantiques ZnO et précurseurs), de la valeur d'absorbance à 520 nm et du rayon des points quantiques déterminés par UV-Vis, RUV-Vis, et du rayon de giration des diffuseurs déterminé par SAXS, R_g .



Ces dernières années, la synthèse de nanoparticules a suscité un intérêt considérable de la part des chercheurs en raison de leurs propriétés électroniques, luminescentes, opto-électroniques et catalytiques qui varient fortement en fonction de la taille de la particule. L'élargissement de la bande interdite en fonction de la réduction de la taille de la particule est l'un des sujets les plus étudiés dans le domaine des nanoparticules semi-conductrices. La compréhension des processus de nucléation et de croissance de telles nanoparticules est de première importance pour l'ajustement fin de leurs tailles et de leurs propriétés. Dans ce contexte, les résultats obtenus à SOLEIL sur les lignes de lumière SWING et SAMBA lors de l'observation in situ de la formation de points quantiques de ZnO, induite par l'ajout d'une solution de KOH ($[OH^-]/[Zn] = 0,5$) à une solution éthanolique d'oxy-acétate de zinc à 40°C, ont été

combinés avec succès afin de comprendre la complexité des mécanismes mis en jeu. L'absorption in situ UV-visible résolue en temps a été combinée aux techniques de Diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) et de Structure fine d'absorption des rayons X (XAFS) et a permis de relier ces deux techniques de rayonnement synchrotron en redimensionnant les deux expériences résolues en temps. L'observation par XAFS a permis de déterminer les proportions des phases à base de Zn présentes en fonction du temps (les boîtes quantiques de ZnO et les précurseurs d'oxy-acétate de zinc n'ayant pas subi de réaction) ainsi que de révéler des transformations par paliers : i) augmentation rapide du nombre de points quantiques de ZnO (~47 %) au détriment des précurseurs ; puis ii) un régime transitoire sans augmentation du nombre de points quantiques de ZnO mais avec une augmentation des

diamètres révélée par les mesures UV-visible ; et enfin iii) une augmentation jusqu'à ~82 % du nombre de points quantiques au cours d'une période pendant laquelle les mesures UV-visible montrent une agrégation ou une forte croissance des particules. En mettant l'analyse SAXS en perspective avec les conclusions tirées de XAFS et des mesures UV-visible, il a été démontré que les processus par paliers qui se produisent lors de la formation des nanocristaux colloïdaux de ZnO sont : i) nucléation et croissance de points quantiques de ZnO ; ii) croissance d'agrégats compacts de points quantiques de ZnO suivie d'une croissance d'agrégats fractals décrite par un modèle d'agrégation limitée par la diffusion ; et enfin iii) nucléation secondaire et agrégation fractale.

→ **Contacts :** sandrap@iq.unesp.br
valerie.briois@synchrotron-soleil.fr
florian.meneau@synchrotron-soleil.fr
caetano@synchrotron-soleil.fr

Le format NeXus,

un pas de plus vers l'homogénéité



“
Nexus est un bon candidat pour harmoniser les données
 ”

Stéphane Poirier,
 division Informatique de
 SOLEIL – groupe « contrôle
 commande acquisition »

Qu'est-ce que le format NeXus, quel est son intérêt?

Le format NeXus n'a pas été inventé pour le synchrotron SOLEIL. Il est né aux alentours de 1996 dans des instituts de recherche qui utilisent des sources de neutrons pour analyser la matière. Les laboratoires avaient besoin d'un format permettant d'enregistrer des données plus importantes en volume et en variété. On peut y stocker à la fois les données expérimentales et les données de contexte de l'expérience. Ils se sont appuyés sur un format déjà existant développé dans les laboratoires américains : le format HDF (hierarchical data format), extrêmement puissant mais assez complexe à utiliser. Le format NeXus est une couche d'accès qui simplifie l'utilisation de HDF et spécifie aussi le contenu des fichiers. La plus importante valeur ajoutée de NeXus est qu'il n'impose pas de contraintes en terme de nombre et de volume d'informations que l'on peut stocker dans le fichier, contrairement à la plupart des formats jusqu'alors utilisés.

Pourquoi le format NeXus est-il intéressant pour SOLEIL?

Je suis arrivé à SOLEIL en 2004 et ma mission était de définir un moyen d'enregistrer les données : quel format et avec quels outils. J'ai consacré mes premiers mois à la recherche du format « idéal » et je suis tombé sur NeXus. Les sources de neutrons et de rayonnement synchrotron permettent des recherches qui sont relativement proches, donc la spécification que j'ai trouvée avec le format NeXus était applicable en l'état. Aujourd'hui, de plus en plus, sur les lignes de lumière, les mesures enregistrées représentent des volumes d'information très importants et qui vont toujours croître. Ainsi, les formats textes classiques que les gens utilisaient auparavant se sont révélés inadaptés. D'autre part, l'une des contraintes qui était imposée pour le site était d'utiliser la même chose pour toutes les lignes. Il fallait donc un format générique pour répondre aux besoins divers. Il y a par ailleurs un effort au niveau européen pour essayer d'harmoniser les formats de données et NeXus est un bon candidat. Mais ce n'est pas le seul. Maintenant, à SOLEIL, en

collaboration avec un institut australien (ANSTO), nous essayons d'aller au-delà de NeXus et de nous affranchir complètement du format de données. Avoir standardisé le format des fichiers de données produites par ses lignes de lumière permet à SOLEIL de disposer d'une « bibliothèque » de données expérimentales, bibliothèque dont on peut explorer informatiquement le contenu, par exemple par le biais de l'application Web TWIST. SOLEIL possède ainsi la mémoire scientifique des expériences qui ont eu lieu sur ses lignes. Gérer les données expérimentales à large échelle est novateur dans le monde des synchrotrons, et nous positionne très favorablement dans les différents projets européens (PANDATA, PNI...) liés à cette problématique. Aujourd'hui, nous profitons de cette position pour essayer de convaincre les informaticiens des instituts partenaires (ESRF, DESY, etc) de nous rejoindre dans l'approche « CommonDataModel », projet ambitieux qui a pour but d'unifier l'accès aux données scientifiques depuis les logiciels d'analyse de données. Affaire à suivre, donc.

Avez-vous rencontré des difficultés pour faire accepter NeXus à SOLEIL?

Il a fallu convaincre, ce qui est toujours un peu lent. La plus grosse barrière est que, pour exploiter un fichier HDF, il faut un logiciel qui sache le lire. Nous commençons toute juste à développer les premiers outils d'analyse qui utilisent directement les données au format NeXus. Dans l'intervalle, pour que les gens puissent travailler, nous avons développé une « moulinette » qui permet de relier les fichiers NeXus qui sont produits et de récupérer les données dans des fichiers textes. Il y a un outil, FOXTROT, qui est en production sur la ligne SWING. Il permet d'analyser les images dont les données sont écrites au format NeXus. Il est déjà en production sur cette ligne et on est en train de commencer à le déployer sur d'autres lignes.

→ Pour en savoir + www.synchrotron-soleil.fr/Soleil
 toutesActualites/2009/TWIST

→ Contact : stephane.poirier@synchrotron-soleil.fr

EN BREF

SOLEIL IMPLIQUÉ DANS LE RÉSEAU PARIS-SACLAY-INNOVATION

SOLEIL fait partie des 18 acteurs de la valorisation de la recherche, de la création et du développement d'entreprises de technologies innovantes regroupés dans le réseau Paris-Saclay-Innovation pour permettre au monde économique d'accéder aux moyens expérimentaux de recherche et aux compétences scientifiques et techniques des laboratoires du plateau de Saclay et de la vallée de l'Yvette. Le réseau anime un site web bilingue de présentation de son offre (www.paris-saclay-innovation.fr) et était présent au Salon TechInnov d'Orly le 10 février 2011.

L'ICM CHOISIT LA MÊME SOLUTION DE STOCKAGE INNOVANTE DE DONNÉES QUE SOLEIL

L'Institut du Cerveau et de la Moelle épinière (ICM) vient de se doter de la solution de stockage innovante de données scientifiques Active Circle, déjà mise en œuvre à SOLEIL. Une visite par l'ICM des installations de SOLEIL et une discussion avec les experts de la Division Informatique ont contribué au choix final de la solution Active Circle, proposée par une entreprise française dont le siège est situé à Jouy-en-Josas, à proximité immédiate du plateau de Saclay.



TOUT EST CHIMIE... SURTOUT CETTE ANNÉE

L'année 2011 a été proclamée Année internationale de la chimie par les Nations Unies. SOLEIL a choisi, comme souvent, la voie expérimentale pour animer cette année exceptionnelle : au programme notamment jardin de cristaux, luminescence et phosphorescence, polymères super-absorbants... un nouvel atelier didactique testé et plébiscité par le public, lors de la dernière Fête de la Science en octobre 2010.

RÉGION CENTRE Graines de chercheurs



Huit jeunes et deux enseignants de la région Centre ont monté en 2009 un atelier expérimental intitulé « les experts des protéines : de la purification du lysozyme à la résolution de sa structure » sur la ligne de lumière PROXIMA1. SOLEIL a exceptionnellement accepté de libérer quelques heures de faisceau pour ces jeunes scientifiques en devenir, particulièrement motivés.

→ Pour en savoir + <http://www.synchrotron-soleil.fr/Presse/Videos/Graines-de-Chercheurs>



10

Dix ans depuis la décision de construire SOLEIL intervenue en septembre 2000. Une année-clef pour SOLEIL, et un livre publié aux éditions Le POMMIER pour mesurer le chemin parcouru.

→ www.editions-lepommier.fr

ile de Science

Association, réflexion, médiation

Créée en 1992, l'association Ile de Science engage, année après année, ses partenaires scientifiques et industriels dans une réflexion sur la science et la technologie.

Prochain rendez-vous le 12 mai 2011 à HEC pour une journée thématique consacrée à l'innovation ouverte. Ile de Science organise également « la science près de chez vous », un village de sciences pluridisciplinaire qui attire chaque année plus de 2500 personnes sur le Plateau de Saclay.

→ www.iledescience.org

“
Dans un synchrotron,
les instruments
les plus modernes
et perfectionnés
permettent aussi
l'étude d'objets
et de technologies
des sociétés du
passé. C'est
fascinant.



Solenn Reguer,
scientifique sur la ligne de
lumière DIFFABS.





Conférence ISDSB 2010



Au Centre
Lehmann (de
gauche à droite):
M. Van der Rest,
J.J. Girerd,
J. Janin,
G. Bricogne et
V. Ramakrishnan.

DEUX CENT UN PARTICIPANTS DE 18 PAYS, dont un nombre substantiel de doctorants et de post-docs, ont suivi le « 3rd International Symposium on Diffraction Structural Biology » (ISDSB2010) qui s'est tenu du 25 au 28 Mai 2010 au centre Lehmann de l'Université Paris-Sud à Orsay et à SOLEIL, structure organisatrice. Le comité exécutif était constitué de N. Sakabe et N. Yasuoka (Japon), J. E. Johnson (USA), J.R. Helliwell (GB) et R. Fourme (France) assisté d'un comité scientifique international. Cette conférence était la 3^e d'une série initiée par la Japan Society for

the Promotion of Science (JSPS) (comité 169 présidé par N. Sakabe) et la première hors du Japon. L'objectif est de réunir des scientifiques parmi les leaders de l'utilisation des méthodes de diffraction et de diffusion des rayons X, des électrons et des neutrons en biologie structurale (fondamentale et appliquée). La réunion comportait 8 sessions : Electron microscopy - X-ray imaging, tomography - Drug and vaccine design - Protonation states - Large bio molécules - Membrane proteins - Protein structure/function - X-ray technologies - Structural genomics. Trente trois contributions invitées se sont succédées, données par Venki Ramakrishnan (Lauréat Nobel de chimie 2009 pour sa contribution à l'élucidation de la structure du ribosome), et 6 conférenciers pléniers (Wolfgang Baumeister, Tom Blundell, Gérard Bricogne, Wayne Hendrickson, Claudio Luchinat, Dmitri Svergun et Ichiro Tanaka). Deux séances de posters (résultats structuraux, instrumentation et méthodes) se sont tenues à SOLEIL, ainsi qu'une

exposition de firmes commerciales. Durant la réception d'ouverture, le directeur de SOLEIL, Michel van der Rest, avait suscité une réunion plus restreinte autour du lauréat Nobel et des conférenciers pléniers. Les intervenants y ont défendu fortement la nécessaire préservation d'une véritable recherche fondamentale, source majeure de créativité et d'innovation, avec également un effort renforcé d'information des citoyens.

La prochaine réunion ISDSB se tiendra au Japon, sans doute en 2013.

Conférence financée par SOLEIL, la Région Ile de France, le CEA, le CNRS, l'Université Paris-Sud et des firmes industrielles. L'IUCR et l'ECA ont financé des bourses pour jeunes chercheurs.

→ **Contact :**
roger.fourme@synchrotron-soleil.fr

→ www.synchrotron-soleil.fr/workshops/2010/ISDSB
→ www.synchrotron-soleil.fr/Presse/Videos/ISDSB2010

Actes: Journal of Synchrotron Radiation, Janvier 2011.



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







Combinaison de techniques

Workshop on Simultaneous Combination of Spectroscopies with X-ray Absorption, Scattering and Diffraction

Synchrotron-SOLEIL - S' Aubin - France

24th-25th June 2010




Organised by



LE SECOND COLLOQUE SUR LES COMBINAISONS SIMULTANÉES DE SPECTROSCOPIES AVEC L'ABSORPTION, la diffusion et la diffraction des rayons X s'est tenu à SOLEIL les 24 et 25 juin 2010. Au cours de ces dernières années, les études synchrotron utilisant un couplage avec des techniques spectroscopiques de laboratoire, comme le Raman et l'absorption UV-Vis, se sont multipliées sur différents centres synchrotron (ESRF, SLS, SOLEIL) et ceci pour différentes techniques de caractérisation structurale dans le domaine des X-durs (Absorption X, diffusion et diffraction). A SOLEIL, les lignes de lumière développant ce type de couplages sont SAMBA, CRISTAL, SWING LUCIA, DiffAbs, ODE et PX1. Ces études ont montré à quel point combiner les techniques pouvait être profitable à la compréhension des systèmes ainsi caractérisés. Le colloque était l'occasion d'un partage d'expériences entre scientifiques de ligne de lumière et utilisateurs ayant mis en œuvre de telles études. Les objectifs du colloque étaient de montrer, par des présentations orales et

des communications par poster, ce qui est réalisé sur différentes lignes de lumière et d'organiser une table ronde pour discuter de l'aspect technique de la mise en œuvre des couplages. Le colloque a ainsi accueilli plus de 80 participants venus de 12 pays différents.

A la suite de deux conférences plénières sur la spectroscopie d'absorption en UV-Visible et sur l'intérêt de combiner les spectroscopies vibrationnelles aux techniques de rayonnement synchrotron, 19 communications orales ont été présentées dans 4 sessions dédiées aux différentes thématiques utilisant cette approche couplée, à savoir catalyse, biologie, physique des matériaux, genèse des nanomatériaux. Au cours d'une table ronde les participants, scientifiques et industriels, ont pu échanger sur l'état de l'art ainsi que sur les évolutions à venir.

Les travaux présentés pendant ce colloque donneront lieu à publication dans un numéro spécial de « Phase Transitions ».

→ **Contact : valerie.briois@synchrotron-soleil.fr**



Sixième Colloque des utilisateurs de SOLEIL

La 6^e édition du Colloque des Utilisateurs de SOLEIL s'est tenue les 19 et 20 janvier 2011 à l'Ecole Polytechnique (Palaiseau) et à SOLEIL.

Ce rendez-vous annuel pour la communauté des utilisateurs du rayonnement synchrotron fut l'occasion de recueillir les dernières informations sur la machine et les performances des lignes, et de faire le point sur les perspectives à SOLEIL.

Il était constitué de 3 conférences plénières couvrant les thèmes de recherche suivants : utilisation de la microscopie STXM (soft-x-ray scanning transmission x-ray microscopy) en sciences de la Terre et de l'environnement, par K. Benzerara (IMPMC et ligne HERMES, SOLEIL) ; photoionisation moléculaire, par R. Doerner (Université de Francfort) ; utilisation de la diffraction cohérente en physique de la matière condensée, par S. Ravy (SOLEIL). Après le succès des sessions parallèles

rencontré lors de la session 2010, le Comité des Utilisateurs a souhaité y consacrer une demi-journée complète, tout en maintenant les tables rondes dans chacune des communautés, pour des échanges entre utilisateurs et responsables de lignes. Un temps de convivialité a également été organisé à SOLEIL le 19 janvier après-midi avec la séance posters, les stands d'entreprises et la visite du synchrotron.

→ www.synchrotron-soleil.fr/Workshops/2011/SUM11/

Deux workshops satellites à ce Colloque étaient également organisés, les 17 et 18 janvier 2011 :

« RIXS - New prospects for Resonant Inelastic soft X-ray Scattering ». Ce workshop visait à amorcer un échange entre la communauté des spécialistes du RIXS et de potentiels utilisateurs, intéressés par les fortes potentialités de cette technique pour la recherche sur les propriétés physiques

et chimiques des matériaux, à l'état solide mais aussi en phases liquide ou gazeuse. Les atouts du nouveau spectromètre d'émission X, développé conjointement par le Laboratoire de Chimie Physique-Matière et Rayonnement (UPMC-Paris) et SOLEIL, et bientôt disponible sur la ligne SEXTANTS, ont notamment été évoqués.

→ www.synchrotron-soleil.fr/Workshops/2011/SatelliteSoft-RIXS

« IPANEMA 2011 – Synchrotron radiation for ancient materials ». Poursuite du travail de définition réalisé par les groupes de travail d'IPANEMA depuis 2008 (100 scientifiques impliqués), ce workshop s'adressait aux chercheurs des domaines de l'archéologie, la paléontologie, la conservation et les environnements anciens, déjà utilisateurs des techniques synchrotron ou désirant se familiariser à celles-ci.

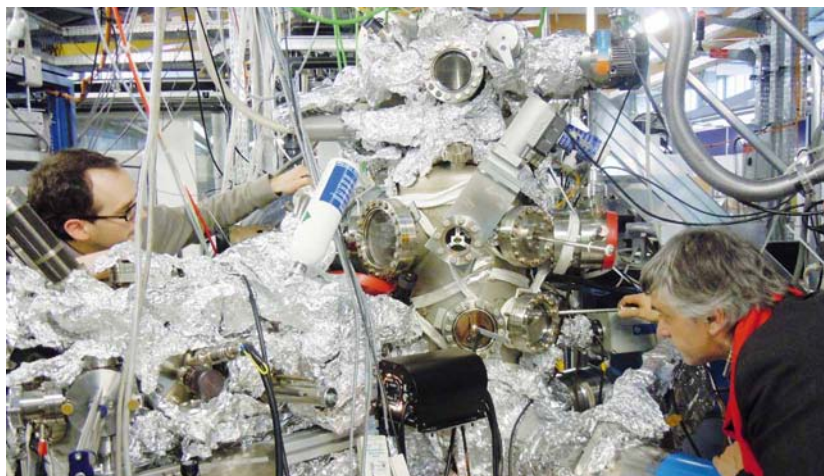
→ www.synchrotron-soleil.fr/Workshops/2011/SatelliteIPANEMA11

PHOTOVOLTAÏQUE

TEMPO mise sur
l'énergie solaire

Elément de base des panneaux solaires, les cellules photovoltaïques sont des composants électroniques qui, exposés au soleil, produisent de l'électricité. Jusqu'à présent elles étaient essentiellement constituées de semi-conducteurs en silicium, mais de nouvelles générations de cellules photovoltaïques sont à l'étude, notamment sous les rayons X de la ligne TEMPO.

Les cellules photovoltaïques « classiques », faites en silicium, présentent un bon rendement (12 à 20 %), mais leur coût est important et la matière première risque de s'épuiser. De nouveaux espoirs viennent du développement de cellules photovoltaïques organiques à base de polymères, qui s'avèrent moins coûteuses financièrement et énergétiquement à la fabrication, et sont biodégradables, souples et légères. Malheureusement, leur rendement est médiocre (2 à 5 %) car elles n'absorbent pas efficacement les rayonnements solaires de plus faible énergie - rouge et infrarouge - et elles sont instables à long terme. L'insertion de nanoparticules absorbant les rayonnements dans le proche infrarouge devrait permettre de pallier l'inconvénient du manque de sensibilité dans cette partie du spectre solaire. L'équipe de W. Flavell (Univ. de Manchester) a mené des expériences en ce sens sur la ligne TEMPO, afin d'étudier la structure électronique de



En haut : Mathieu Silly (à gauche) et Fausto Sirotti (à droite) pendant une série de mesures de spectroscopie de photoélectrons X mous sur TEMPO.

nanoparticules de sulfure de plomb (PbS) par spectroscopie de photoélectrons X mous. L'étude vise à corréler les propriétés électroniques et la taille des nanoparticules pour, à terme, contrôler la taille de ces nanoparticules dans le but d'optimiser l'extraction d'énergie du spectre solaire dans toute sa gamme, du rouge aux ultraviolets. Des études sont également en cours pour observer directement les phénomènes d'absorption des photons par les cellules photovoltaïques, grâce à des mesures couplant le rayonnement synchrotron et des impulsions laser.

→ **Contact :**
mathieu.silly@synchrotron-soleil.fr



Trois infos sur le photovoltaïque

1 La conversion de la lumière en électricité, ou effet photovoltaïque, a été découverte par Antoine Becquerel en 1839. Il faudra attendre près d'un siècle pour que les scientifiques approfondissent et exploitent ce phénomène de la physique.

2 La principale propriété électronique étudiée dans les travaux cités ici est la largeur de la « bande interdite », dont dépend la capacité du matériau à conduire l'électricité. Chez les matériaux conducteurs, cette largeur est nulle.

3 Les modes de synthèse classiques des nanoparticules de PbS font appel à des solvants ou autres réactifs à toxicité élevée. Ces chercheurs se sont intéressés à une nouvelle voie de synthèse, plus « verte » que les précédentes : l'huile d'olive sert de solvant !