

## SOLEIL tient ses promesses : état d'avancement et premiers résultats

P. Morin

*Synchrotron SOLEIL, l'Orme des Merisiers, 91192 Saint-Aubin, France*

**Résumé.** L'année 2008 restera une année particulièrement importante dans l'évolution de SOLEIL. Elle a été rythmée par la mise en exploitation des premières lignes de lumière et l'accueil des premiers utilisateurs. Sélectionnés par le premier appel à projet, ils ont ainsi été plus d'un millier sur les 11 premières lignes de lumière de SOLEIL. Parallèlement, la construction des lignes de phase 2 se poursuit. La mise en œuvre du programme scientifique initial s'accompagne également de nouvelles propositions qui visent, non seulement à l'actualisation des performances des lignes de phase 2, mais aussi à préparer la période 2012–2017 en offrant aux utilisateurs de SOLEIL de nouveaux outils d'exploration moléculaire et fonctionnelle. En particulier, les améliorations et les perspectives concernent l'imagerie et les approches temporelles, supportées par des développements innovants dans les domaines de l'optique et de la détection.

### 1. INTRODUCTION

SOLEIL, localisé sur le plateau de Saclay, est une installation de rayonnement synchrotron opérant à 2.75 GeV. Il a été conçu de manière à satisfaire les besoins d'une communauté d'utilisateurs très étendue dont les besoins vont des photons de basse énergie (IR, VUV) aux rayons X. On a tenu compte également de certaines spécificités des équipes françaises comme l'utilisation de la nature pulsée du faisceau pour les études de dynamique, tant dans le domaine VUV que dans les X. Dans le domaine des X, SOLEIL est une source remarquable avec un recouvrement avec le domaine de l'ESRF aux environs de 10 keV, domaine où la demande est en forte progression en particulier pour les besoins de caractérisation structurale et d'imagerie. Grâce aux onduleurs sous vide, on peut atteindre une brillance de  $10^{19}$  photons/s/0.1% bw/mm<sup>2</sup>/mrad<sup>2</sup> à 20 keV. Grâce à ses longues sections droites permettant, d'une part d'insérer des onduleurs de grandes périodes (photons de basse énergie), et d'autre part des onduleurs "minigap" (photons de haute énergie), SOLEIL parvient à offrir des qualités de faisceau exceptionnelles à toutes les communautés scientifiques concernées.

### 2. 1102 UTILISATEURS EN 2008 SUR LES LIGNES DE LUMIÈRE

Onze lignes sont entrées en opération en janvier 2008. Le bilan que nous pouvons établir en terme d'accueil pour l'ensemble de l'année 2008 est particulièrement satisfaisant. Pour les onze lignes concernées, 250 projets ont été réalisés correspondant à 2165 sessions de 8 heures (shifts). Le nombre total de chercheurs accueillis à SOLEIL en 2008 illustre l'impact, dès son ouverture, de SOLEIL dans les différentes communautés scientifiques. Son augmentation, avec l'ouverture des lignes de phase 2, sera tout aussi significative.

Ces premiers appels à projets font ressortir plus particulièrement le domaine des sciences de la vie et de la santé impliquant essentiellement trois lignes (PROXIMA1, SMIS, SWING) avec des études portant sur les macromolécules dans le cristal et en solution, et l'imagerie cellulaire. Cette forte demande ne pourra que se maintenir avec la mise en service de la ligne DISCO, dédiée à l'imagerie et spectroscopies en biologie. Le contexte des recherches en sciences du vivant, au sens large, se traduit légitimement par un besoin d'études multimodales et multitechniques à SOLEIL. Cette attente des communautés se traduira par l'évolution des spécificités des lignes de fin de phase 2 (PROXIMA2 et Microscopium) et

par l'objectif d'échelle nanométrique des lignes d'imageries inscrites dans les perspectives 2012–2017 de SOLEIL.

La demande est également significative de la part des communautés de la chimie dont le périmètre est large aussi bien en terme de lignes demandées que de diversité des projets. Les points émergents portent sur la réactivité, les propriétés chimiques et moléculaires, la chimie et la matière molle s'orientant vers des caractérisations micrométriques et sub-micrométriques. La pression sur les lignes d'absorption X est forte (SAMBA, ODE, DiffABS) et l'arrivée des lignes LUCIA et MARS l'amplifiera.

Les communautés des surfaces et interfaces ainsi que de la matière diluée se caractérisent par un nombre plus réduit de projets qui traduisent des expériences longues, typiques de la photoémission (étude des surfaces) et de la matière diluée. Ces communautés se verront enrichies bientôt des lignes PLEIADES et ANTARES, ce qui permettra de réduire la pression très élevée observée sur les lignes TEMPO, CASSIOPEE et DESIRS actuellement en fonctionnement. Les aspects sciences des matériaux et nanosciences sont couverts par deux comités de programme. L'ensemble représente une cinquantaine de projets pour le moment et le nombre de projets ira en augmentant dans le futur, avec la mise en service des lignes MicroFocus et DEIMOS.

Enfin, les communautés des sciences de la terre, de l'environnement et des matériaux anciens restent pour l'instant à un niveau modeste quant au nombre de sessions concernées, mais feront l'objet d'une montée en puissance avec, en particulier des lignes LUCIA et PSICHE et la réalisation de la plateforme IPANEMA, dédiée à l'étude des matériaux anciens.

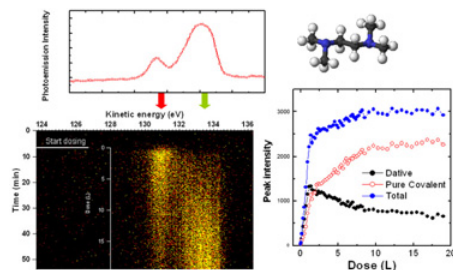
### 3. QUELQUES PREMIERS RÉSULTATS DES LIGNES

#### 3.1. TEMPO

La ligne TEMPO optimisée pour réaliser des expériences de photoémission résolue en temps dans le domaine des surfaces/interfaces, permet de couvrir ainsi la gamme des X-mous, de 100 eV jusqu'à 1500 eV avec une polarisation complètement ajustable. L'analyseur d'électron SCIENTA R4000 a pu être testé en mode résolution temporelle, montrant la possibilité d'isoler la contribution d'un pulse isolé (60 ps) de lumière.

Les optimisations des optiques permettent aujourd'hui d'atteindre en routine des résolutions de 10000 au seuil K de l'azote (410 eV). A titre d'exemple, nous mon-trons ici les premières études dynamiques qui ont pu être menées par des utilisateurs du LCPMR (UPMC), qui ont étudié l'adsorption de  $\text{Et}_3\text{N}$  sur  $\text{Si}(100)\text{-}2\times 1$  en fonction du temps. La figure ci-dessous (Fig. 1) montre la disparition progressive de l'état de surface, aux dépens de l'accroissement du nombre de liaisons Si–N.

Ce type d'expérience, menée à des échelles de temps encore plus courtes (en utilisant le mode 8 paquets dans l'anneau) permettra d'accéder aux détails des cinétiques de réactions chimiques induites en surface, d'un intérêt majeur pour la catalyse.



**Figure 1.** N,N,N',N'-tetramethyl-ethylene-diamine sur  $\text{Si}(001)\text{-}2\times 1$ .

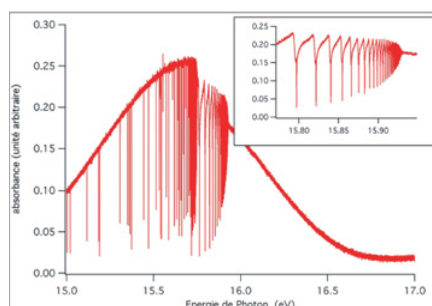
### 3.2. DESIRS

La ligne DESIRS accueille maintenant ses utilisateurs sur les deux branches disponibles, à savoir le spectromètre à très haute résolution par transformée de Fourier dans le VUV pour des applications en astrophysique et sur la branche monochromateur haute résolution (VUV) pour des applications en photophysique, astrophysique et exobiologie.

La polarisation, issue de l'onduleur électromagnétique HU640 dont l'unicité réside dans l'ajustement complet des paramètres de Stokes, est en cours de calibration, dans la gamme de 6.5–35 eV. L'expérience de coïncidence électron/ion est maintenant opérationnelle et permet de sélectionner l'énergie interne des fragments avec une résolution inégalée dans ce régime (0.7 meV). Enfin l'optimisation du spectromètre VUV transformée de Fourier a permis de faire tomber un nouveau record de résolution : 20  $\mu\text{eV}$  à 24 eV.

Ci-contre un spectre obtenu par K. Ito, L. Nahon, N. D'Oliveira, D. Joyeux et collaborateurs, montrant la résolution des séries de Rydberg dans l'Argon, convergeant vers le seuil d'ionisation  $^2P_{1/2}$ .

Dans le domaine de l'astrophysique, les résultats de Pirali et collaborateurs (LPPM, Orsay) montrent la première analyse de l'adamantane, une molécule de type « diamantoïde ». Ces molécules, sorte de brique élémentaire de nanocristaux de diamant, pourraient permettre d'interpréter certaines raies inexplicables dans le domaine IR. Les spectres de coïncidence TPEPICO obtenus, montrent la structure vibrationnellement résolue de la molécule et permettent de déterminer des paramètres thermodynamiques indispensables pour sa modélisation.

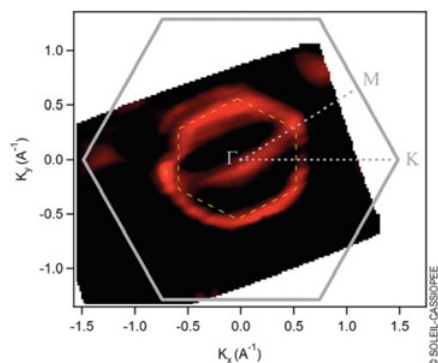


**Figure 2.** Spectre d'absorption de l'argon montrant les raies d'autoionisation au voisinage du seuil  $^2P_{1/2}$ .

### 3.3. CASSIOPEE

La ligne de photoémission CASSIOPEE est maintenant opérationnelle tant sur la branche d'analyse angulaire à haute résolution que sur la branche d'analyse résolue en spin. Les premiers utilisateurs ont été accueillis en milieu d'année. C'est la première mise en service d'un nouveau type de monochromateur (Petersen inversé) réalisé par la société BESTEC, intégrant des réseaux de type VLS/VGD, qui sera également utilisé sur les prochaines lignes X-mous.

Ci-contre, les premiers résultats obtenus par A.Nicolaou, V.Brouet et collaborateurs (LPS, Orsay) sur l'étude de la structure électronique de cobaltates ( $[\text{Bi}_2\text{Ba}_2\text{O}_2][\text{CoO}_2]$ ), constitués de plans triangulaires d'oxyde de cobalt ( $\text{CoO}_2$ ), séparés par des empilements de plans rectangulaires  $\text{BiO}$  et  $\text{BaO}$ . Ces composés supraconducteurs à  $-170^\circ\text{C}$ , encore mal connus, tirent leurs propriétés des électrons originaires de ces empilements de plans qui viennent doper les plans  $\text{CoO}_2$  formant des « métaux bidimensionnels ». La figure montre la cartographie de la surface de Fermi obtenue par analyse angulaire des photoélectrons et montre la symétrie hexagonale des plans  $\text{CoO}_2$ , ce qui confirme que ces plans sont bien la principale origine des propriétés de conduction du matériau et non les plans rectangulaires.

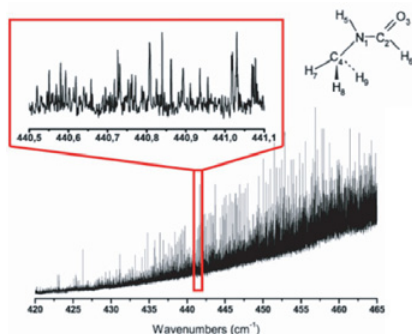


**Figure 3.** Surface de Fermi obtenue sur cobaltate, obtenue par photoémission angulaire.

### 3.4. AILES

L'utilisation de l'IR lointain requiert une stabilité exceptionnelle du faisceau et de son transport. Le résultat obtenu est maintenant particulièrement satisfaisant et permet de faire des mesures spectroscopiques à partir de  $5 \text{ cm}^{-1}$ ! La résolution ultime du spectromètre à haute résolution a été mesurée à  $.001 \text{ cm}^{-1}$  sur  $\text{NH}_3$ . L'implantation d'un jet supersonique pour étudier des molécules froides, prévue pour 2009, permettra de mettre à profit ces caractéristiques uniques pour obtenir de précieuses signatures astrophysiques.

Un des spectres obtenus parmi les premiers utilisateurs (Mc-Naughton (Monash University, Australie) dans l'infrarouge lointain du N-méthylformamide montre plusieurs milliers de pics rovibrationnels totalement résolus qui fourniront une information très précise sur les structures du N-méthylformamide cis et trans, systèmes modèles pour la compréhension de la liaison amide impliquée dans des phénomènes complexes comme le repliement des protéines.

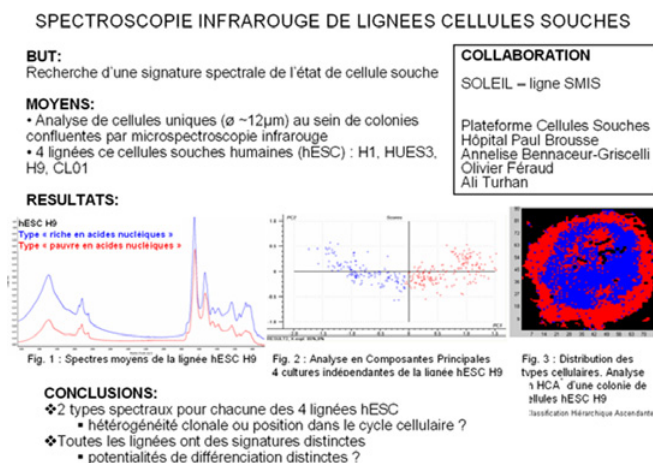


**Figure 4.** Spectre d'absorption du méthylformamide obtenu par transformée de Fourier.

### 3.5. SMIS

Sur cette ligne de microscopie Infrarouge, près de 85% des projets accueillis cette première année relèvent de la communauté biologie-santé, particulièrement du milieu de la recherche clinique. Les études réalisées en 2008 portaient sur des tissus et des cellules afin de différencier états sains et états pathologiques, ou des populations clonales au sein de cellules souches. Ces travaux impliquent l'étude de collections importantes afin d'en déduire des analyses statistiquement significatives. Les autres projets sur cette ligne concernent des travaux menés dans le domaine des matériaux anciens,

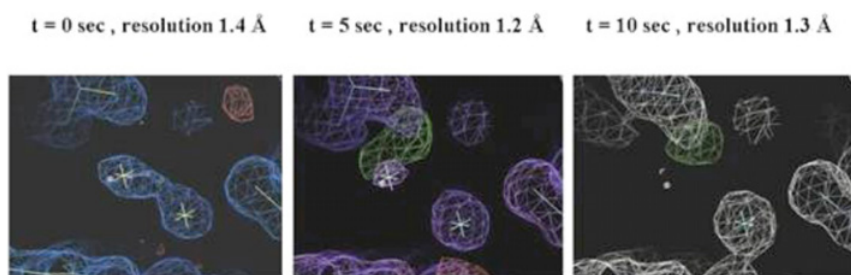
en particulier sur des instruments de musique du 18<sup>ème</sup> siècle qui ont conduit à des observations extrêmement intéressantes.



**Figure 5.** Imagerie de lignée de cellules souches.

### 3.6. PROXIMA1

Cette ligne dédiée à la cristallographie biologique se caractérise par la plus grande rotation d'utilisateurs depuis sa mise en service, avec une durée moyenne de 4 sessions de 8 heures par groupe accueilli. La figure 6 illustre la qualité (liée à la stabilité de la ligne) des données que l'on peut extraire. Un nombre important de projets ont été réalisés en 2008, avec une statistique remarquable: une structure tridimensionnelle résolue par jour de faisceau depuis mars, soit 25 structures par remplacement moléculaire et 25 structures ab-initio. L'installation du robot passeur d'échantillon est prévue pour 2009. Cet équipement contribuera encore à augmenter la forte attractivité de cette ligne.



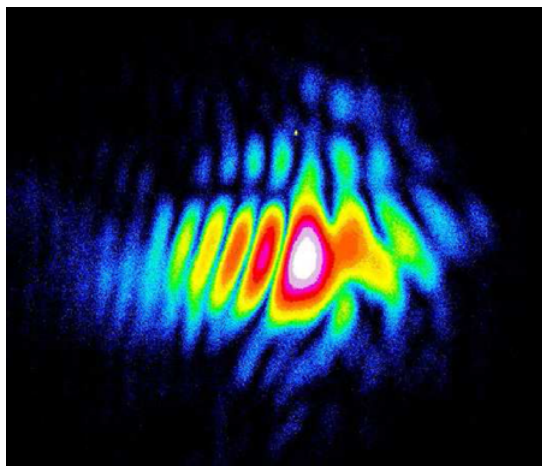
**Figure 6.** Suivi de la catalyse enzymatique dans les cristaux.

### 3.7. CRISTAL

La ligne CRISTAL est maintenant pleinement opérationnelle sur ses trois diffractomètres permettant de réaliser des expériences de diffraction de poudre, ou bien sur monocristaux. Un des aspects prometteurs sur cette ligne, est l'utilisation de la cohérence transverse du faisceau pour remonter, par analyse des franges d'interférence d'une réflexion isolée, aux détails structuraux de l'échantillon.

C'est ce qui a pu être observé par des chercheurs de «l'Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence» qui ont étudié un film mince polycristallin (200 nm) d'or, constitué de

grains. En utilisant des fentes de haute précision à 10 cm de l'échantillon, on peut éclairer une zone de  $10\ \mu\text{m}$  par  $10\ \mu\text{m}$ . L'image ci-contre montre le diagramme de diffraction d'une réflexion (111) d'un grain unique, permettant en principe de retrouver la forme et les contraintes locales du grain. L'obtention de tels diagrammes est maintenant possible à SOLEIL et ouvre la route à de nouvelles études.



**Figure 7.** Diagramme de diffraction cohérente obtenu à 10 keV sur un grain d'or isolé.

#### 4. 2009–2011, UNE DEUXIÈME PHASE DE MISE EN SERVICE

La ligne DISCO qui sera disponible courant 2009 est une ligne dans le VUV avec trois branches : l'imagerie cellulaire, le dichroïsme circulaire et la spectrométrie de masse. Sa construction doit s'achever en mai 2009, avec ouverture aux utilisateurs dans la deuxième moitié de 2009. On peut dès à présent prévoir une très forte demande de la communauté des sciences du vivant, en particulier dans le cadre des collaborations avec l'INRA et l'Institut Curie impliquant des ANR, des doctorants et des post-doctorants. Quatre autres nouvelles lignes entreront en exploitation dans le courant de l'année 2009 : MARS, PLEIADES, METROLOGIE, LUCIA, dans des domaines aussi différents que l'étude des matériaux fortement radioactifs, la photoionisation d'espèces diluées, la métrologie et calibration et enfin l'imagerie micrométrique par absorption pour la science des matériaux et l'environnement.

La construction de deux nouvelles lignes Xmous ANTARES, DEIMOS est bien avancée et les premiers utilisateurs experts sont prévus fin 2009. Viendront ensuite trois lignes de diffraction de plus hautes énergies (SIXS, SIRIUS, GALAXIES), puis la seconde ligne PROXIMA2 dont la mise en service est planifiée courant 2011.

Les études pour l'implantation de la ligne PSICHE, dédiée aux études sous hautes pressions, sont terminées et les avant-projets des deux dernières lignes du programme (Micro-Xmou et Microscopium) viennent d'être validées. Elles se situeront elles-aussi au plus haut niveau de la compétitivité internationale.

L'accueil des premiers utilisateurs sur toutes les lignes de phase 1 a permis de confronter les performances atteintes avec les attentes des communautés. On ne peut que se réjouir de la satisfaction exprimée des premiers et nombreux utilisateurs, la forte demande perçue au niveau des comités de programme et l'attractivité internationale qui se reflète par 25% de demandes d'accès international. Les premiers résultats apparaissent doré et déjà sous forme synthétique au travers d'une nouvelle rubrique de notre site WEB (« en direct des lignes ») et bien sûr avec la prochaine publication des 22 premiers articles dans les revues scientifiques de haut niveau.

Alors que la fin de la construction des dernières lignes du programme se profile, une nouvelle phase (phase 3) prospective est envisagée qui devrait faire une large place à l'imagerie à l'échelle nanométrique, que se soit par nanofocalisation des faisceaux ou bien par l'utilisation de la cohérence intrinsèque du rayonnement, ou bien par l'étude de processus résolus dans le temps à l'échelle femtoseconde (projet slicing). La tomographie par contraste de phase ou d'absorption est envisagée, afin de satisfaire la demande croissante en biologie-santé, environnement, matériaux anciens.

## **5. Références**

Les résultats présentés dans cet article sont trop récents pour pouvoir être référencés. Le lecteur intéressés est encouragé à consulter le site de WEB de SOLEIL ([www.synchrotron-soleil.fr](http://www.synchrotron-soleil.fr)) pour de plus amples informations sur les lignes de SOLEIL et leurs avancées récentes.