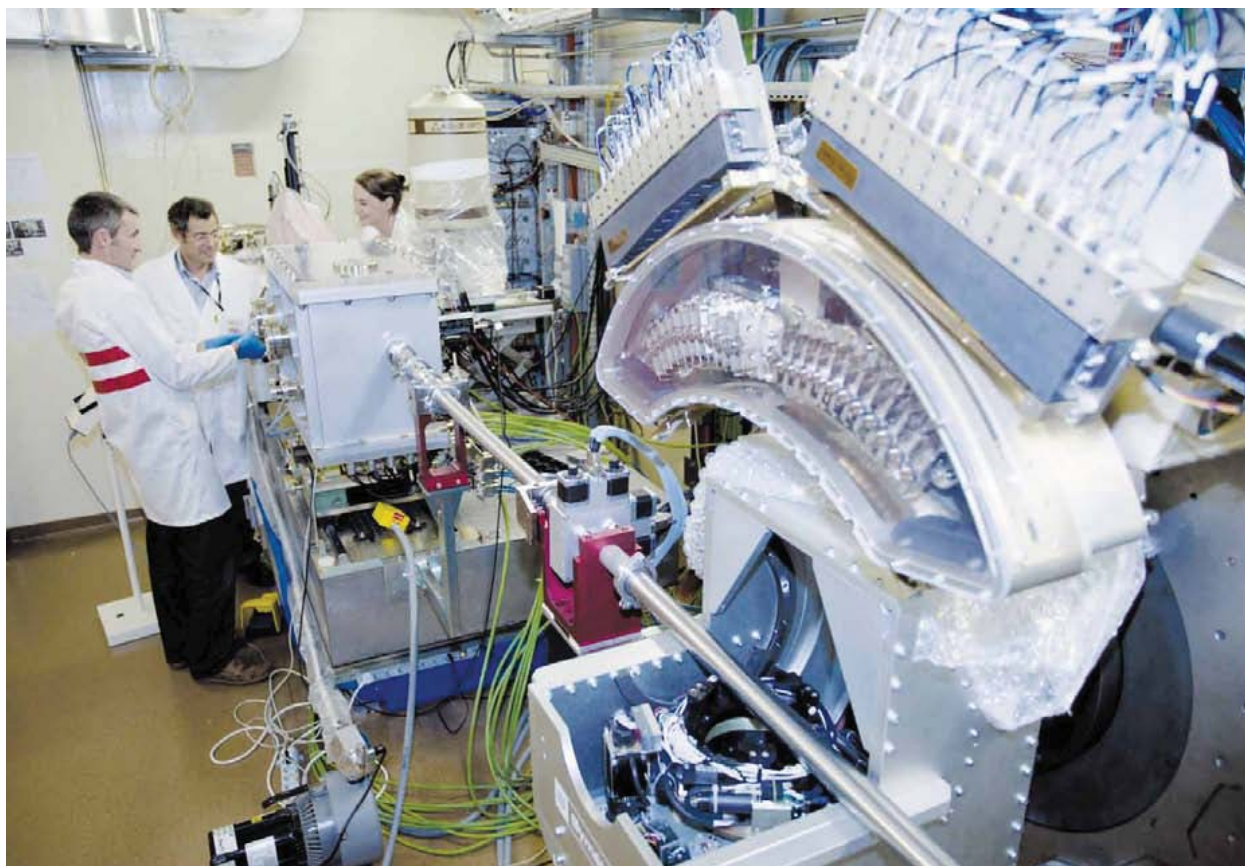


## RECHERCHE ET DÉVELOPPEMENT

# Des lignes de lumière sur mesure

SOLEIL, ce sont 29 lignes de lumière prévues pour 2015, dont 26 fonctionnent déjà actuellement. Pour pouvoir mener les recherches attendues par les chercheurs qui ont conçu et dirigent ces lignes, ainsi que les communautés scientifiques qui demandent à les utiliser, toutes les équipes de SOLEIL sont mobilisées. Elles adaptent ou mettent au point les équipements permettant de maintenir au meilleur niveau international les résultats scientifiques obtenus à SOLEIL. Du travail « sur mesure » pour des problématiques spécifiques à chaque ligne de lumière.



Dans la cabane expérimentale de la ligne MARS, dont on voit le diffractomètre au premier plan.

## Au commencement était le bâtiment

La partie machine - accélérateurs et anneau de stockage - et les lignes de lumière de SOLEIL ont été construites sur une dalle de béton de 80 cm d'épaisseur, disposée sur 600 pieux en béton ancrés à 15 mètres de profondeur. Elles se trouvent donc comme « sur pilotis », sur une structure indépendante du reste du bâtiment, afin de minimiser l'impact sur la trajectoire des faisceaux d'électrons des vibrations produites autour du site (véhicules sur les routes voisines, par exemple), et d'éviter tout tassement lié à la présence d'argiles gonflants dans le sol.

Ces dispositions déjà contraignantes, car répondant à de strictes spécificités de stabilité, sont loin d'être suffisantes pour Nanoscopium. Cette ligne de lumière longue de 155 mètres (cf Rayon de SOLEIL n°21, p9) nécessite des contraintes 30 fois plus élevées, notamment pour ce qui est des déformations de la structure en rotation. Imaginez que vous deviez transpercer avec une flèche une pomme posée devant la Tour Eiffel, en visant depuis... Athènes. C'est équivalent à ce que l'on attend, en termes de précision, du faisceau de rayons X entre sa sortie du mur de l'anneau de stockage et un échantillon placé dans la cabine expérimentale de Nanoscopium. Les effets

liés au vent ou à la température - susceptibles d'engendrer des déformations bien supérieures aux critères de stabilité imposés - sont des paramètres classiquement pris en compte en architecture. Mais lorsqu'il faut raisonner pour des vibrations à de telles échelles de précision, cela devient beaucoup plus inhabituel. L'originalité du projet réside dans l'approche utilisée, plus que dans les moyens mis en œuvre. Dès 2008, les plans indiquent au millimètre près en quels points de la ligne la stabilité doit être maximale. Ensuite, les performances sont apportées par la géométrie et l'épaisseur de différentes dalles de béton, indépendantes et adaptées à



Dans la cabine optique de DEIMOS, mise en place d'un miroir.

chacun de ces points « stratégiques », sur lesquelles repose la ligne. Devant un tel challenge, il a fallu prendre des risques et se lancer, car il n'existe pas de précédent sur lequel se baser. Pari réussi : des tests réalisés fin octobre ont montré que les cabanes de Nanoscopium seront stables aux spécifications attendues.

### Des éléments d'insertion à la carte

À SOLEIL, 21 lignes fonctionnent sur éléments d'insertion, parfois avec deux onduleurs différents. Or, il n'y en a pas deux identiques ou presque, et certains d'entre eux ont été entièrement conçus à SOLEIL de façon à répondre exactement aux attentes des chercheurs (voir encadré). Mais cette volonté de travailler à la carte n'empêche pas une vision d'ensemble : parmi les éléments composant les onduleurs, certains sont présents dans plusieurs types différents, tels des briques élémentaires. Une stratégie du « double emploi » illustrée aussi par le fait que le wiggler modulateur, servant à créer des paquets d'électrons ultracourts pour les expériences de slicing réalisées sur les lignes CRISTAL et

TEMPO, est également utilisé comme source de lumière de la ligne PUMA (cf Rayon de SOLEIL n°20, p. 11) : un wiggler deux-en-un, en quelque sorte.

Plus classique, mais toujours dans un esprit d'optimisation de la machine, des onduleurs cantés permettent d'installer deux lignes de lumière sur une même section droite de l'anneau, pour les deux parties de la ligne PROXIMA2 et les lignes Nanoscopium/NTOMO. Et, de manière générale, c'est tout le réglage optique de l'anneau qui est pensé pour satisfaire les utilisateurs des lignes en termes de dimensions du faisceau d'électrons aux points source, en garantissant d'excellentes performances de fonctionnement de la machine (durée de vie du faisceau notamment).

Autre aspect très apprécié : après les périodes de maintenance, un week-end de faisceau suffit pour retrouver un vide compatible avec les conditions de réalisation des expériences ; les utilisateurs ne sont donc pas pénalisés. Cet avantage est dû au choix de recouvrir les parois des chambres à vide par dépôts NEG, sur 60 % de l'anneau. Cela rend le conditionnement de l'anneau beaucoup plus court en

phase de démarrage de la machine : gain de temps d'un facteur deux environ.

### Une optique... de pointe

Avec des lignes dont les performances attendues sont aux limites de la technologie actuelle, il faut forcément innover. Sur Nanoscopium, une optique fiable signifie que, sur la zone active, d'une centaine de millimètres de longueur et un mm de largeur, à la surface des miroirs, la déviation de hauteur acceptable est inférieure à 1 nm. Polir « du premier coup » un miroir à une telle précision n'est pas faisable, et ce sont des retouches locales qui permettent dans un second temps de ramener aux spécifications drastiques choisies une surface obtenue de façon « classique ». À ces retouches doit être corrélée une étape de nanométrie, car il faut vérifier que les spécifications demandées ont bien été respectées. Or, à cette échelle de dimension, les instruments de mesure manquent !

C'est pourquoi depuis 2010 le groupe Optique de SOLEIL met au point en collaboration avec deux entreprises locales, EOTECH et MB Optique, un microscope interférentiel qui permettra de contrôler ces miroirs d'ultra haute précision mais aussi d'autres éléments optiques de SOLEIL. Du fait de sa résolution cet instrument a un champ d'observation réduit. Pour mesurer une surface optique on la déplace pas à pas sous l'instrument. Un grand nombre de jeux de données est ainsi collecté. Ils doivent être raccordés, après soustraction de la référence interne de l'interféromètre, pour obtenir une topographie de la surface optique ; on parle de « stitching interferometry ». Une difficulté vient de ce que la référence n'est pas connue de façon absolue. La solution en cours de développement se base sur le fait qu'un même point de la surface est mesuré plusieurs fois, chaque mesure mettant en jeu un point différent de la référence. Grâce à la résolution et la stabilité de l'instrument et à la redondance des mesures la surface testée et la référence sont toutes deux reconstruites.

Le microscope et les algorithmes de stitching, pour lesquels des synchrotrons et des fabricants d'optiques ont manifesté leur intérêt, sont actuellement en cours de validation sur des surfaces tests. Les logiciels sont développés pour fonctionner de façon modulaire, il sera par exemple possible

- **Nanoscopium** : premier onduleur sous vide cryogénique (à 77K) avec aimants PrFeB.
- **DEIMOS** : onduleur sous vide issu de la combinaison originale de deux concepts préexistants - couplage aimants permanents et électroaimants / bobines à plaques de cuivre - pour changer la direction de polarisation (hélicoïdale droite / gauche) du faisceau de RX avec une fréquence de 5 Hz.
- **SIRIUS** : onduleur Apple II de très courte période permettant d'avoir des rayons X de haute énergie avec une polarisation linéaire.



Discussion au sein du groupe « Conception et Ingénierie ».

d'en substituer certaines parties par du software préexistant à SOLEIL : on retrouve, comme pour les Sources, la volonté de valoriser notre existant.

Les lignes de SOLEIL vont bénéficier d'un autre développement du Groupe Optique, les réseaux multicouches alternés (MCA). Dans des conditions particulières d'incidence du faisceau, les MCA ont à la fois les avantages d'un réseau multicouche et d'un cristal : comme ce dernier ils permettent de privilégier un ordre de diffraction du faisceau incident (pour cela son énergie doit être supérieure à 1000 eV), et ils ont un « comportement multicouche » en donnant un fort gain de réflectivité.

La préparation de ces réseaux, assez complexe, est une collaboration entre la société Horiba Jobin-Yvon et SOLEIL et l'Institut d'optique. Jobin-Yvon fournit le « substrat réseau » (base de Si) gravé selon la période et la profondeur cibles demandées. Puis à SOLEIL on caractérise la gravure avec l'AFM. Ces paramètres étant connus, on optimise, par simulation numérique, l'efficacité de diffraction pour définir le multicouche optimal. On procède alors, à l'Institut d'Optique, au dépôt des multicouches ( $\text{Mo}_2\text{CB}_4\text{C}$ ,  $\text{MoB}_4\text{C}$  ou  $\text{CrB}_4\text{C}$ ) avec les épaisseurs calculées. Un dernier contrôle a lieu sur la ligne de métrologie à la longueur d'onde d'utilisation.

Le MCA de DEIMOS va bientôt être monté sur la ligne, puis suivront SURIUS et HERMES.

### Positionner l'échantillon

Le positionnement de l'échantillon sous le faisceau de photons répond lui aussi à de très fortes exigences. Qu'il s'agisse de faire varier l'angle d'incidence des rayons X pour les mesures de nanoARPES d'ANTARES (cf Rayon de SOLEIL n°21, p. 4), de déplacer l'échantillon sous le faisceau des RX d'HERMES pour en reconstituer des images 2D chimiques par microscopie STXM, ou de faire tourner cet échantillon pour obtenir des images 3D par tomographie sur la ligne ANATOMIX, dans tous les cas les résolutions sont de l'ordre de quelques dizaines de nm. A ces échelles aucune mécanique n'est parfaite. Les défauts périodiques d'un guidage utilisant des billes ou des rouleaux sont évités en remplaçant ces mouvements de rotation par des systèmes basés sur la déformation de pièces, les flexeurs, qui permettent de réaliser des déplacements précis à l'échelle nanométrique. Les zones à analyser pouvant atteindre plusieurs millimètres, les dispositifs employés sont constitués d'un « double étage » : le premier, entièrement conçu par le Groupe Conception et Ingénierie de SOLEIL, permet de se déplacer sur l'échantillon où chaque zone est ensuite balayée finement grâce au second étage (courses totales de 50 microns pour ANTARES), disponible dans le commerce. On obtient ainsi une mosaïque des zones consécutivement analysées.

Comme pour les bâtiments, évoqués

plus haut, la sensibilité aux vibrations transmises et à la chaleur sont à prendre en compte. Pour limiter les variations en température, les matériaux choisis ont de faibles coefficients de dilatation, les moteurs sont piézo-électriques et ne chauffent donc pas du tout à l'arrêt, et des astuces de montage, jouant sur les directions dans lesquelles a lieu la dilatation, en neutralisent les effets. La difficulté augmente encore dans le cas d'instruments sous vide (HERMES) car la chaleur se dissipe moins.

La dimension temporelle est également à prendre en compte : sur Nanoscopium, les positions relatives des éléments optiques (miroirs, fentes) produisant une source secondaire de RX doivent être stables au micron pendant 8 heures, pour obtenir un nanofaisceau stable sur l'échantillon qui se situe 70 mètres plus loin. Pour le mesurer, une sorte de « niveau d'eau » électronique est installée depuis les moniteurs de faisceau dans l'anneau jusqu'au marbre où sera placé l'échantillon, à plus de 150 mètres de distance. Ce dispositif (HLS, Hydrostatic Leveling System), a été optimisé par le groupe Alignement et Métrologie de SOLEIL, à partir d'un instrument commercial.

Puis, au cours de l'analyse de l'échantillon, les nanodéplacements doivent être suivis et contrôlés. Là encore, il existe deux niveaux de mesure : pour une résolution de quelques dizaines de nm des modèles commerciaux de règles optiques suffisent. Pour une plus grande précision, des interféromètres spécifiques sont développés à SOLEIL. Celui d'ANTARES est en fonctionnement, celui d'HERMES est en train d'être défini. Les informations (analyse de franges d'interférence créées entre un faisceau lumineux de référence et un faisceau de mesure) permettent de corriger les éventuels défauts de la mécanique qui faussent les déplacements.

### Détecter le signal...

Les sources de 3<sup>e</sup> génération comme SOLEIL permettent la réalisation d'expériences nécessitant des prises de mesures résolues à la fois finement dans l'espace et dans le temps, tout en conservant une grande dynamique d'information. Afin de disposer de détecteurs à la hauteur des performances de sa machine, SOLEIL a collaboré avec le Centre de physique des particules de Marseille (CPPM) et la ligne de lumière CRG-D2AM de l'ESRF pour

développer une nouvelle génération de détecteurs 2D dits à pixels hybrides (cf Rayon de SOLEIL n°21, p. 20). Adaptés aux caractéristiques de ses lignes X durs, ils sont constitués d'un capteur dont la face arrière est pixélisée, chaque pixel étant couplé à une électronique de comptage réalisée dans un circuit dédié. Comme des détecteurs basés sur des caméras CCD, ces « XPAD3 » mesurent le nombre de photons émis par l'échantillon et leur position, mais ils offrent plusieurs avantages supplémentaires. On peut fixer un seuil d'énergie au-delà duquel ces photons sont détectés, ce qui permet de réduire le bruit et d'identifier de manière précise les photons émis, notamment au cours d'expériences utilisant un faisceau incident polychromatique (diffraction de Laue). Autre atout : le capteur peut être classiquement en Si, ou en CdTe, plus sensible aux RX de haute énergie (> 15 keV).

Des développements méthodologiques ont aussi été effectués au niveau du système d'exploitation du XPAD3 de façon à fortement améliorer la dynamique de mesure : il est possible d'accumuler les enregistrements de photons détectés au cours de centaines voire milliers de cycles de répétition d'une même expérience, d'une durée de l'ordre de la seconde. En synchronisant le XPAD et le cycle de l'expérience, les données sont stockées dans des registres de mémoire correspondant aux N phases du cycle ; et, au final, le XPAD fournit non pas Nx1000 images, mais N, ce qui simplifie grandement le traitement des données.

Enfin, dans un synchrotron comme SOLEIL les durées d'impulsion de photons permettent d'étudier des phénomènes dynamiques à l'échelle des picosecondes ( $10^{-12}$  s), et grâce à la nouvelle technique de slicing (cf Rayon de SOLEIL n°20, p11) on atteint même des impulsions femtoseconde ( $10^{-15}$  s). Pour cela, un échantillon est excité avec un laser puis sondé avec le rayonnement synchrotron à différents intervalles de temps après excitation. Ces mesures dites « pompe-sonde » sont répétées à la fréquence du laser - soit jusqu'à 10 kHz - afin d'obtenir un nombre suffisant de données. Pour ce type d'expérience, les paquets d'électrons circulent dans l'anneau à une fréquence de 847 kHz ; il y a donc près de 85 fois plus de pulses « sondes » que « pompe », et il faut arriver à sélectionner les impulsions de photons qui suivent immédiatement l'excitation laser. Jusqu'alors, la solution consistait à ar-

rêter par un système d'écran mécanique les paquets d'électrons « en surplus » ; une solution chère, difficile à mettre en place et à régler, et limitée à une fréquence de 1 kHz. Grâce à l'XPAD 3.2, la sélection se fait au niveau de la détection : ne sont comptabilisés que les photons émis suite au pulse-sonde d'intérêt. Pour cela, un signal électronique synchronisé sur le système radiofréquence de l'anneau de stockage inhibe et désinhibe successivement l'ensemble des pixels du compteur, au fil du passage des paquets d'électrons. Un « chopper » électronique qui a déjà fait ses preuves sur la ligne CRISTAL.

### ... et l'acquérir, « à la volée »

Face à l'évolution des moyens de mesure et aux contraintes d'optimisation d'emploi du temps de faisceau, l'enjeu est d'obtenir le maximum de données en un minimum de temps - tout en étant capable, avant de lancer une expérience, de valider les conditions expérimentales pour s'assurer d'acquérir des données pertinentes. D'où le besoin d'avoir un feed-back en temps réel sur l'acquisition en cours. C'est le but du fly-scan dont le principe est de mesurer en parallèle plusieurs dimensions de l'expérience : par exemple la position du détecteur, l'intensité du faisceau de photons et une information expérimentale (mesure de fluorescence, d'absorption, ou de diffraction avec le XPAD par exemple), et ceci non plus pas à pas mais à la volée. Une dimension est ainsi mesurée en continu et toutes les autres lui sont associées, l'idée étant d'ajouter autant de dimensions supplémentaires que souhaité.

Ce système sans précédent d'acquisition simultanée multi-techniques « made in SOLEIL » s'appuie d'une part

sur l'existence d'une horloge commune à tous les systèmes de mesure (un signal électronique distribué dont le rôle est de synchroniser les acquisitions). Il nécessite d'autre part une infrastructure logicielle ad hoc, développée autour du format NeXus (cf Rayon de SOLEIL n°20, p. 20), qui permet l'homogénéisation des données. Quand le signal de synchronisation déclenche un des acteurs du système, celui-ci génère une série de données stockée dans un fichier élémentaire individuel, propre au dispositif déclenché. Et, en sortie, l'ensemble des fichiers individuels relatifs à l'expérience est fusionné (« mergé ») dans un fichier unique. Il devient ainsi possible de corréler des systèmes totalement indépendants, toute l'information étant ramenée à une même base de temps.

Dans un premier temps, le fly-scan de SOLEIL est mis au point dans le cadre de Nanoscopium, et sera à terme proposé à d'autres lignes.

La mise en place de ce système d'acquisition implique également tout un volet gestion - stockage, traitement, mise à disposition des utilisateurs - de l'énorme flux de données généré, en mobilisant notamment l'infrastructure de stockage de données de SOLEIL.

Un défi de taille, que la Division Informatique et Electronique de SOLEIL travaille actuellement à relever.

### → Contacts :

[eynard@synchrotron-soleil.fr](mailto:eynard@synchrotron-soleil.fr);  
[coupric@synchrotron-soleil.fr](mailto:coupric@synchrotron-soleil.fr);  
[polack@synchrotron-soleil.fr](mailto:polack@synchrotron-soleil.fr);  
[giorgetta@synchrotron-soleil.fr](mailto:giorgetta@synchrotron-soleil.fr);  
[hustache@synchrotron-soleil.fr](mailto:hustache@synchrotron-soleil.fr);  
[leclercq@synchrotron-soleil.fr](mailto:leclercq@synchrotron-soleil.fr)

1- NEG (non evaporative getter) : alliage de Titane, Zirconium et Vanadium déposé en couche de  $\sim 1 \mu\text{m}$  d'épaisseur.



Dans le  
laboratoire  
« Détecteurs »