

Sur les lignes de lumière et dans les laboratoires support de SOLEIL, les équipements évoluent en permanence, en fonction des besoins et des attentes des chercheurs. Cette nouvelle rubrique a pour but de présenter brièvement les derniers dispositifs en date, avec un focus plus particulier sur deux d'entre eux. Pour cette première édition, nous nous tournons vers DEIMOS et HERMES.

# Un nouveau microscope X à SOLEIL

## Explorer la matière à l'échelle nanoscopique

**H**ERMES est une ligne de lumière dédiée à la microscopie de rayons X mous. L'originalité de HERMES est de combiner deux approches différentes (STXM & XPEEM) sur la même ligne dans le but d'atteindre des résolutions spatiales inférieures à 20nm. Alors que le XPEEM est déjà opérationnel et ouvert aux utilisateurs depuis plusieurs années, le STXM est un nouveau dispositif récemment installé sur la ligne HERMES.

Le STXM permet de bénéficier de la haute cohérence du faisceau synchrotron pour focaliser de façon extrême les rayons X à l'aide d'optiques diffractives dédiées, jusqu'à quelques dizaines de nanomètres. Le faisceau est ensuite balayé sur la surface de l'échantillon (le balayage peut aussi être fait en faisant bouger l'échantillon sous le faisceau fixe) et les photons transmis sont collectés pour former une image agrandie de la zone balayée.

Le STXM est probablement parmi les méthodes les plus appropriées pour répondre à la demande croissante pour explorer les matériaux hétérogènes. En plus de tirer profit des propriétés uniques du synchrotron, il permet de combiner des méthodes spectroscopiques et microscopiques. Enfin, le STXM permet de fonctionner avec des environnements échantillons très versatiles : liquides, forts champs magnétiques, cryogénie... Ceci permet

de couvrir une large gamme de domaines scientifiques et de champs d'application : magnétisme, matière molle, biologie...

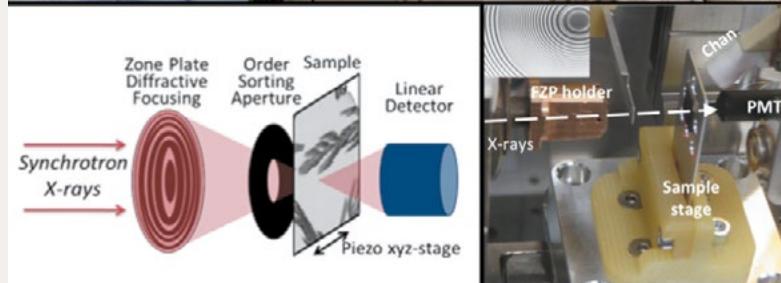
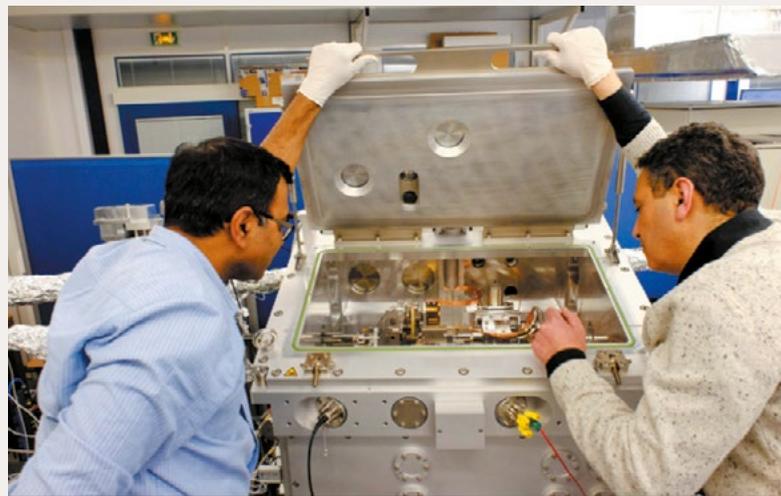
Le microscope STXM est actuellement opérationnel et ouvert aux utilisateurs.

Toutes les spécifications ciblées en termes de résolution spatiale et en énergie, flux... ont été atteintes.

→ **Contact :**  
rachid.belkhou@synchrotron-soleil.fr

Figure 1. Haut : Le microscope STXM installé sur la ligne HERMES.

Bas, à gauche : Schéma de principe d'un microscope STXM. Les rayons X sont focalisés à l'aide de lentilles Fresnel Zone-Plate. Un diaphragme placé en aval permet d'éliminer les ordres de diffraction supérieurs du faisceau diffracté. Le faisceau focalisé est balayé à travers la surface de l'échantillon (ou inversement). Les rayons X transmis au travers de l'échantillon sont collectés à l'aide d'un photomultiplicateur. Bas, à droite : Vue interne des platines de balayage du microscope.



# Un nouveau dispositif Très Basse Température sur DEIMOS

\* IPCMS : Institut de Physique et de Chimie des Matériaux de Strasbourg.  
\* IMPMC : Institut de Minéralogie, de Physique des Matériaux et de Cosmochimie (Paris).

#### Références:

[1] [https://en.wikipedia.org/wiki/Dilution\\_refrigerator](https://en.wikipedia.org/wiki/Dilution_refrigerator); P. Sainctavit & JP Kappler, Magnetism and Synchrotron Radiation, Lecture Notes in Physics, Springer, p. 235 (2001).

[2] I. Létard *et al.* J. of Appl. Phys. 101, 113920 (2007).

Les propriétés magnétiques de la matière dépendent essentiellement de deux paramètres physiques : la température (T) et le champ magnétique (H). Plus le rapport H/T est grand, plus l'état fondamental du système est accessible. Du point de vue expérimental, augmenter ce rapport en augmentant le champ, conduit rapidement à la limite des champs statiques (environ 15 teslas), au contraire diminuer T d'un facteur 20 est relativement aisé. Les entreprises de cryogénie proposent des cryostats avec des performances de quelques dizaines de mK, évidemment sans les contraintes de l'environnement rayonnement synchrotron (RS). Dans les centres de RS, sur une ligne dédiée au dichroïsme circulaire magnétique de rayons X (XMCD) on atteint généralement un rapport H/T de l'ordre de 1. Sur la ligne DEIMOS, CroMag est caractérisé par un rapport de 5 et le projet Dichro50 vise un rapport d'environ 100, grâce au développement d'un insert capable de mesurer du dichroïsme magnétique à T=50 mK (soit -273,05 °C).

## Les spécificités des dispositifs XMCD fonctionnant à très basses températures (TBT)

L'utilisation d'un réfrigérateur à dilution  $^3\text{He}-^4\text{He}$  [1] permettant des environnements TBT est courante pour les expériences de base, mais dans le cas de XMCD le dispositif nécessite un aimant supraconducteur (champs intenses), une isolation électrique de l'échantillon, des accès optiques, un environnement ultra-vide, une manipulation et un transfert d'échantillon *in situ*; toutes ces contraintes compliquent considérablement les développements expérimentaux du dichroïsme magnétique à TBT.

Depuis 20 ans, *via* des associations initiées avant la construction de SOLEIL, chercheurs et ingénieurs du LURE, de l'IPCMS\* et de l'IMPMC\*\*, ont étudié et mis en place des dispositifs dédiés aux études de XMCD à TBT. Ils détiennent toujours le record du monde des expériences TBT (T limite=300mK) dans les centres de RS, et ceci grâce au cryostat TBT-SOLEIL installé depuis 2006 sur la ligne SIM à SLS et dédié essentiellement aux études du magnétisme moléculaire.

## L'originalité du nouveau dispositif de DEIMOS

Pour des expériences d'absorption X à basse énergie et à TBT, l'échantillon doit être électriquement isolé et en contact avec la source froide. Les scientifiques susnommés ont inventé et validé l'utilisation d'une rondelle en saphir qui sépare la boîte à mélange en deux parties; ceci permet de vérifier le critère d'isolation sans rajouter d'impédance thermique : le porte-échantillon est en contact direct avec le bain d'He (mélange  $^3\text{He}-^4\text{He}$ ). Ils ont pu montrer, grâce à l'observation des phénomènes physiques attendus [2], que la température de l'échantillon était bien celle du bain d'hélium et donc celle du thermomètre plongé dans le liquide. Cette invention est un point clé du nouvel insert de DEIMOS et une promesse de réussite. Après une période de tests de faisabilité (2015), le dessin et la réalisation ont débuté juin 2016. Les premiers tests, sous faisceau, sont programmés début 2017.

→ **Contact:**  
kappler@synchrotron-soleil.fr

## CD dispersif sur DISCO

La ligne DISCO comprend 3 stations expérimentales, dont une de dichroïsme circulaire avec rayonnement synchrotron (SRCD). Jusqu'à présent la technique mise en œuvre était le CD « classique » : l'absorption par l'échantillon de la lumière circulairement polarisée, successivement gauche puis droite, est mesurée longueur d'onde par longueur d'onde. La réalisation d'un spectre complet prend dans ce cas environ cinq minutes.

En utilisant les propriétés du rayonnement synchrotron, naturellement polarisé circulairement droit au-dessus de l'orbite des électrons et gauche au-dessous, il est possible d'enregistrer en une

seule fois les deux composantes droite/gauche de l'absorption par spectrographie. La seule limite de vitesse de mesure est alors celle de la chaîne de détection, soit de l'ordre de la microseconde par spectre complet. Cette technique, dite de CD dispersif, est en cours de mise en œuvre : l'intensificateur et la caméra sont en place, le spectrographe opérationnel, les mesures de polarimétrie ont été effectuées. À partir de début 2017, le dispositif rendra par exemple accessible le suivi « en direct » du repliement d'une protéine entière, en solution.

→ **Contact:**  
matthieu.refregiers@synchrotron-soleil.fr

## Le projet Dichro50

Le projet implique la fabrication d'un dispositif, avec une température limite de 50 mK et la mise en place dans le cryostat de DEIMOS, et ceci grâce au transfert de technologie et de savoir-faire de SOLEIL vers l'entreprise française CryoConcept. Dans le cadre de ce transfert de connaissances, le projet a été sélectionné pour un investissement de la SATT Paris-Saclay, mais aussi par trois autres programmes prestigieux (LabEx, PALM, ASTRE). De plus le projet a obtenu le support financier de 10 laboratoires européens à travers le consortium DILUX.

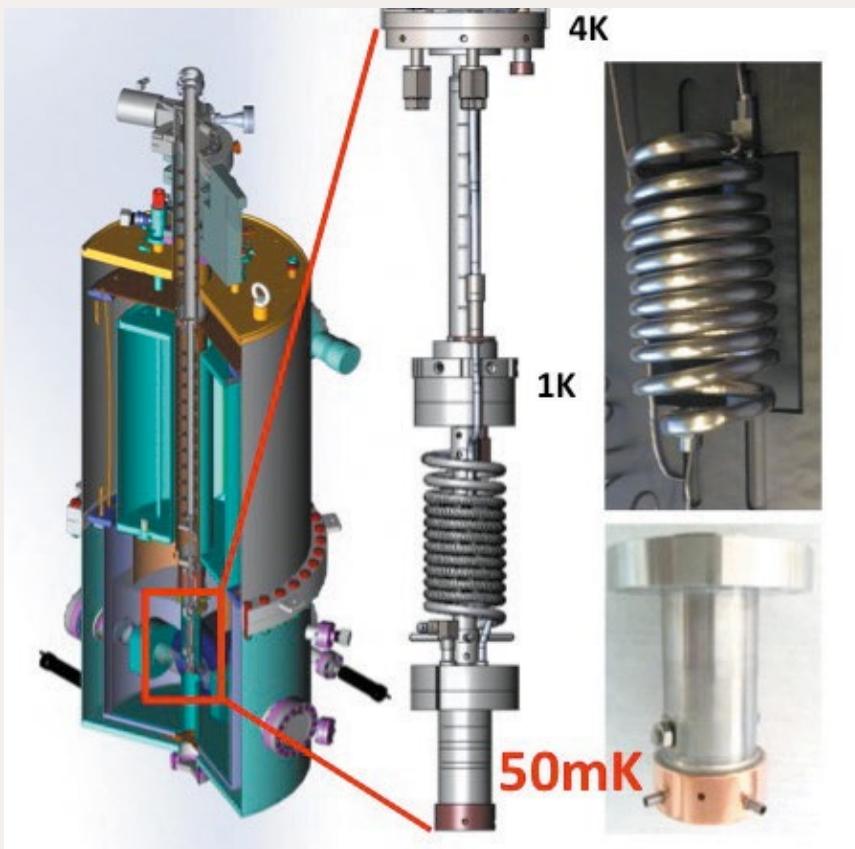


Figure 1 - à gauche : vue 3D d'une coupe du cryostat 7 teslas de DEIMOS, détails des derniers étages froids de la dilution ; à droite : photos des composants en cours de montage (avec l'aimable autorisation de Cryoconcept).

## Thématiques Scientifiques

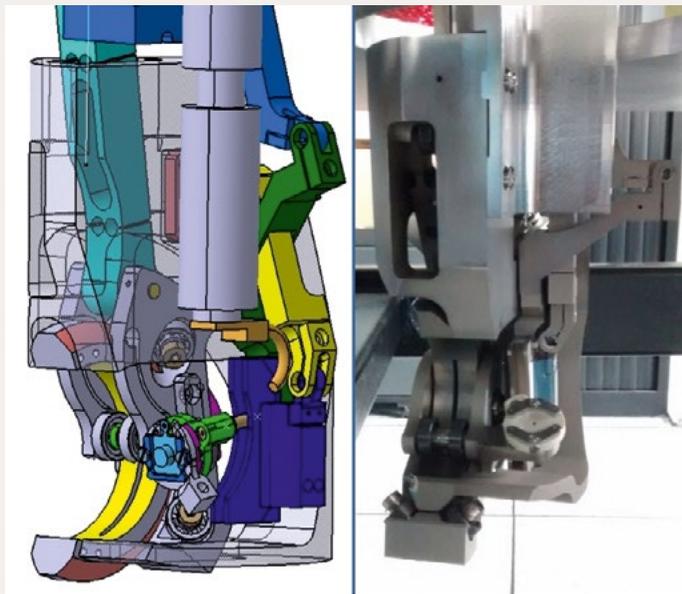
Les études magnétiques des aimants moléculaires (cf. Rayon de SOLEIL 25, p.4), des systèmes fortement corrélés, des ions paramagnétiques isolés, des amas super-paramagnétiques, de l'ordre magnétique dans les radicaux organiques ou encore des gaps supraconducteurs sont au cœur des thématiques de la communauté utilisant les dispositifs à Très Basse Température (TBT). Elles profitent au maximum des spécificités du dichroïsme magnétique, outil principal de la ligne de lumière DEIMOS.

## Scans continus dans l'espace réciproque sur SIXS

SIXS est dédiée à l'étude de la structure des surfaces, interfaces ou nano-objets par des techniques de diffusion/diffraction des rayons X. Cette ligne permet d'étudier des échantillons préparés sous vide ou dans des environnements divers (chambre de réactivité, cellules d'électrochimie, cuve de Langmuir...). Les mesures peuvent se faire *in situ*, *operando* et en temps réel. SIXS s'est dotée d'un détecteur hybride bidimensionnel couplé à un système d'atténuateurs automatiques, qui permettent d'enregistrer des données avec une très grande dynamique tout en restant toujours dans la plage linéaire de comptage. L'acquisition des données est réalisée grâce au pro-

tocole « FLYSCAN » (cf. Rayon de SOLEIL 22, p. 9), qui ouvre des possibilités d'acquisition des données dans l'espace réciproque à des vitesses jusqu'alors inégalées. Ce type de scan permet d'exploiter la précision des encodeurs des diffractomètres en garantissant des mesures à très haute résolution. Ces modalités de scans très rapides permettent, de plus, d'effectuer des mesures sur des systèmes évoluant sur des temps très courts. Ce nouveau mode d'acquisition sera disponible pour les utilisateurs en 2017.

→ **Contact:**  
alessandro.coati@synchrotron-soleil.fr



Vue 3D du nouveau manipulateur de CASSIOPEE, et photo du dispositif en décembre 2016.

... Suite de la page 11

### Manipulateur sur CASSIOPEE

L'une des deux branches de la ligne CASSIOPEE, dédiée à la spectroscopie de photoélectrons, est équipée d'une station de photoémission résolue en angle, à haute résolution en énergie; les mesures consistent alors à collecter les électrons en fonction de leur angle d'émission. Pour cela, l'échantillon est fixé à un manipulateur, qui l'oriente par rapport à l'analyseur d'électrons (fixe) et permet aussi de réguler la température de l'échantillon. Le manipulateur actuel oriente l'échantillon uniquement autour d'un axe vertical, et permet de le refroidir jusqu'à environ 5 K.

Pour gagner en performances et en confort de mesure un nouveau manipulateur, développé dans le cadre de la collaboration entre SOLEIL et MAX IV, est en cours d'installation. Il permettra cette fois trois rotations: autour de l'axe vertical, d'un axe horizontal passant par la surface de l'échantillon, et de la normale à la surface de l'échantillon; la température minimum sera de 9-10K. Premiers tests prévus pour janvier 2017.

→ **Contact:**  
patrick.lefevre@synchrotron-soleil.fr

### NanoIR sur SMIS

Le microscope nanoIR est une technologie basée sur le couplage d'un microscope à force atomique (AFM) avec une source IR, dans le but d'effectuer de la spectroscopie et de l'imagerie IR à l'échelle nanométrique. L'intérêt majeur de cette approche est de repousser les limites de résolution qui, pour les microscopes IR classiques, sont de quelques

microns. Le microscope nanoIR2s comporte deux approches physiques différentes pour réaliser les mesures d'absorption, l'une photothermique (développée par l'équipe d'A. Dazzi, Paris-Sud) et l'autre optique. Dans les deux cas, l'idée est de sonder la surface d'un échantillon avec la pointe d'un AFM (dont l'extrémité atteint 10 nm) et d'en mesurer l'absorption locale pendant l'irradiation du rayonnement IR. Dans la première approche, dite AFMIR, la pointe AFM enregistre la dilatation locale de l'échantillon quand celui-ci chauffe en absorbant la longueur d'onde incidente. La fréquence de répétition de la source IR est accordée sur la fréquence de résonance de la pointe AFM améliorant la sensibilité de plusieurs ordres de grandeurs et permettant de mesurer des objets épais de quelques nm seulement. La seconde approche, dite SNOM, utilise la pointe comme une antenne qui va concentrer le champ électromagnétique incident et rétrodiffuser une onde porteuse de l'information chimique. Cette technologie a fait ses preuves et a déjà permis d'analyser des objets aussi petits que des assemblages protéiques (fibrilles amyloïdes) ou encore de détecter des nanoparticules à l'intérieur de cellules de macrophages. La possibilité d'obtenir un spectre vibrationnel (IR) à l'échelle nanométrique ouvre la porte à un nombre incroyable d'applications, et ce dans tous les domaines scientifiques (biologie, science des matériaux, agronomie, chimie, photonique, etc). Le système commercial fonctionne généralement avec un laser accordable qui ne permet pas de couvrir toute la gamme de l'IR et est souvent très instable en énergie. Le projet mené sur SMIS est de coupler le microscope nanoIR2s au rayonnement synchrotron, pour pouvoir réaliser des spectres IR sur une gamme qu'aucun laboratoire ne peut fournir et avoir ainsi accès à une analyse plus poussée de la matière à l'échelle nanométrique.

→ **Contact:**  
alexandre.dazzi@u-psud.fr

### Purification de protéines au laboratoire de biologie

Pour purifier des molécules en solution avant leur analyse sur les lignes de lumière, le Laboratoire de biologie dispose d'un système HPLC Agilent technologies avec une colonne d'exclusion stérique (séparation en fonction de la taille): l'HPLC-SEC. Cette technique est calibrée avec des protéines globulaires. Pour des molécules non globulaires, en bâtonnet ou au contraire plus compactes, le temps de rétention ne suffit pas à évaluer leur masse moléculaire avec certitude. Un détecteur de diffusion de lumière laser multi-angles (MALLS) et un réfractomètre (RI) sont à présent couplés à l'HPLC-SEC. Ils permettent d'évaluer la masse molaire de chaque molécule éluée, indépendamment du temps de rétention sur la colonne et du coefficient d'extinction molaire « théorique » (calculé pour une protéine à partir de sa séquence en acides aminés). Ce dispositif a déjà montré notamment son efficacité sur une protéine dont le profil d'éluion correspondait à un dimère, mais qui s'est avérée être un monomère. Il peut donc apporter des informations structurales essentielles et complémentaires à celles données par le SAXS ou le SRCD. Pour des molécules non uniquement peptidiques (protéines glycosylées, membranaires), l'interprétation des résultats peut être plus complexe; cette expertise est en cours d'acquisition.

→ **Contact:**  
gabriel.david@synchrotron-soleil.fr