



# La diffraction à SOLEIL

Pierre Fertey

Ligne CRISTAL

# Paramètres principaux de l'anneau de stockage

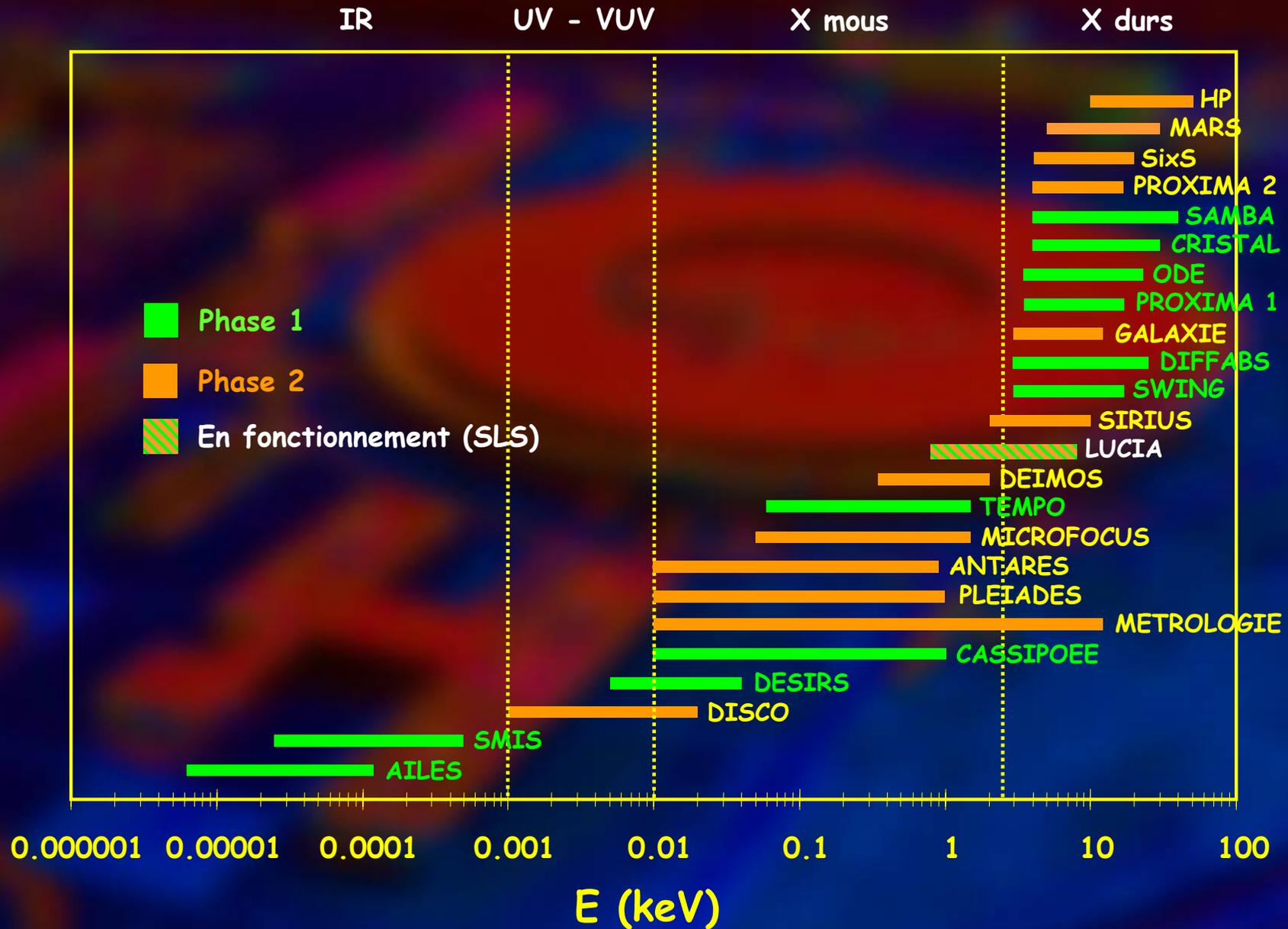
Energie nominale: *2.75 GeV*  
Circonférence: *354.097 m*  
Emittance Horizontale: *3.73 nm.rad*  
Emittance vertical: *37.3 pm.rad*  
Fréquence de révolution : *0.846 MHz*  
Dispersion d'énergie : *1.02 10<sup>-3</sup>*

Sections droites: *12 m x 4 ; 7 m x 12 ; 3.8 m x 8*

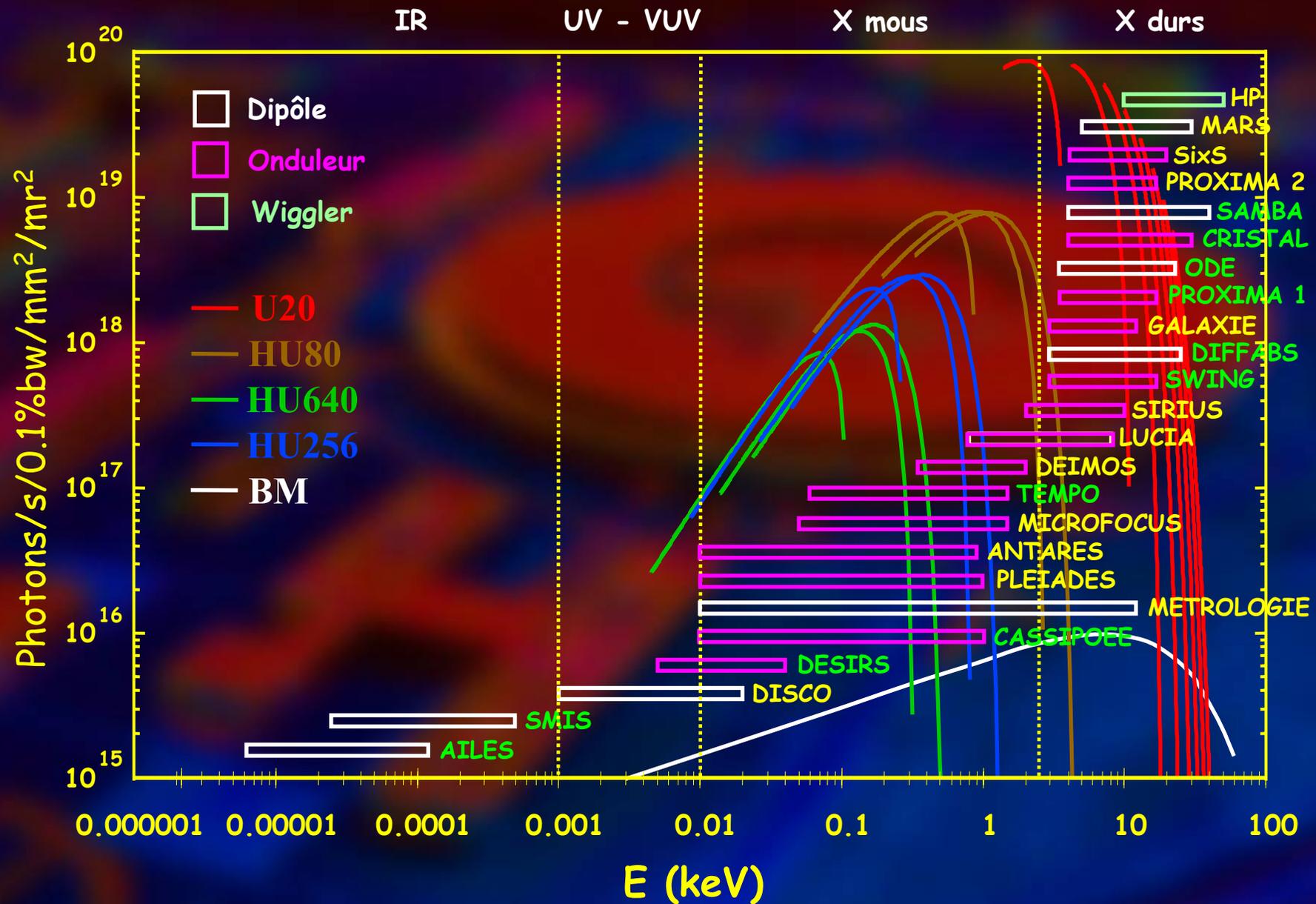
Mode de fonctionnement:	Multipaquets	Structure temporelle (~ 30ps / 150 ns)
Courant max (mA):	500	8x10
Durée de vie (h):	15	18

# Domaine spectral

# 24 lignes de lumière



# Sources et Brillance



## Quelques dates importantes:

### 2006 :

15 mai : 1<sup>er</sup> électron dans l'anneau (sans cavité RF)

2 juin : 1<sup>er</sup> faisceau stocké dans l'anneau

13 septembre : 1<sup>er</sup> faisceau sur DiffAbs

20 septembre : 300 mA stockés

21 septembre : 1<sup>er</sup> faisceau Tempo

11 octobre : 1<sup>er</sup> spectre EXAFS sur DiffAbs

13 octobre : 1<sup>er</sup> faisceau Ode

12 décembre : 1<sup>er</sup> faisceau Samba

13 décembre : 1<sup>er</sup> faisceau Désir

18 décembre : inauguration

### 2007 :

8 février : 1<sup>er</sup> faisceau Cassiopée

8 février : 1<sup>er</sup> faisceau Proxima 1

...

# La Diffraction / Diffusion à Soleil: Physique de la matière condensée

## Structure - dynamique

### CRISTAL

(4 - 30 keV)

Structure complexe  
Matériaux hors équilibre  
Transition de phase  
Densité électronique  
Transitions ultra-rapides (qq 10 ps)

### DIFFABS

(3 - 25 keV)

Couplage des techniques de  
diffraction et d'absorption  
DAFS  
Microfocalisation

### PSICHé

(15 - 50 keV)

Très haute pression ( $\rightarrow 200$  GPa),  
Cellule à grande ouverture ( $\rightarrow 100^\circ$ )  
chauffage par laser  
Basse température

Mode monochromatique  
Mode dispersif

# La Diffraction / Diffusion à Soleil: Physique de la matière condensée

Structure - dynamique

## Systèmes 2D

Diffraction, Diffusion en incidence rasante

**SIRIUS**

(2 - 10 keV)

**SiXS**

(4 - 20 keV)

Surface, interfaces, nano-structures

ex. étude interface liquide-  
liquide, liquide-solide, solide-gaz

Étude in-situ sous ultra-vide des  
mécanismes de croissance de nano-  
objets (structure, ordre, dynamique)

Hétérogénéités de la matière aux échelles nm  $\rightarrow$  1  $\mu$ m

Diffusion aux petits angles, GISAXS

**SWING**

(4 - 30 keV)

ex. échantillons nano-structurés (taille,  
morphologie, organisation, distribution taille,  
interactions)

# La Diffraction / Diffusion à Soleil: Physique de la matière condensée

## Magnétisme

Réflectivité + sensibilité magnétique des X polarisés

Diffusion magnétique résonnante

**MICROFOCUS**  
(50 - 1500 eV)

**SIRIUS**  
(2 - 10 keV)

**SiXS**  
(4 - 20 keV)

ex. : caractérisation magnétique de multicouches,  
nano structures magnétiques complexes...

# La Diffraction / Diffusion à Soleil: Chimie et Sciences de la vie

## CRISTAL

(4 - 30 keV)

Densité électronique:  
caractéristiques de la liaison  
chimique

## DIFFABS

(3 - 25 keV)

Chimie en conditions très  
haute température  
Synthèse, transitions de  
phase solide/solide,  
solide/liquide

## SWING

(4 - 30 keV)

Modulation de la densité  
électronique de qq Å à 1 µm

## MARS

(5 - 30 keV)

Diffraction et absorption sur la  
matière radioactive  
Transformation physico-chimiques  
in-situ

## PROXIMA 1

(5 - 15 keV)

Bio-cristallographie

## PROXIMA 2

(5 - 15 keV)

Petits cristaux

# La Diffraction / Diffusion à Soleil sur monocristal:

- Physique de la matière condensée

Structure - dynamique

CRISTAL

DIFFABS

HP

SIRIUS SIXS

SWING

Magnétisme

MICROFOCUS

SIRIUS

SIXS

- Chimie

CRISTAL

DIFFABS

SWING

- Sciences de la vie

PROXIMA 1

PROXIMA 2

- ...



Dominique  
Thiaudière



Andr ea  
Somogyi



Filipe  
Alves



Solenn  
Reguer

Originalit  de la ligne de lumi re :

* tudier une grande vari t  de mat riaux en combinant diffraction des rayons X, spectroscopies d'absorption et de fluorescence.*

Analyse effectu e et informations compl mentaires extraites sur la m me zone de l' chantillon, dans des conditions physico-chimiques identiques.

Techniques d'analyse :

Absorption: EXAFS/XANES, XRF

Diffusion  lastique: XRD, Diffusion diffuse / WAXS, r flectom trie, DAFS



# Thématiques scientifiques

## ❖ Hautes Températures ( $800^{\circ}\text{C} < T < 3000^{\circ}\text{C}$ )

- Caractérisation structurale d'oxydes, de métaux et d'alliages métalliques à l'état fondu
- Transition de phases et mécanismes de fusion
- Synthèse de matériaux denses et nanostructurés

## ❖ Films minces et interfaces

- Propriétés mécaniques des films minces
- Structure des interfaces électrochimiques à l'échelle atomique
- Films minces multiphasés
- Nanomatériaux

## ❖ Microfaisceaux

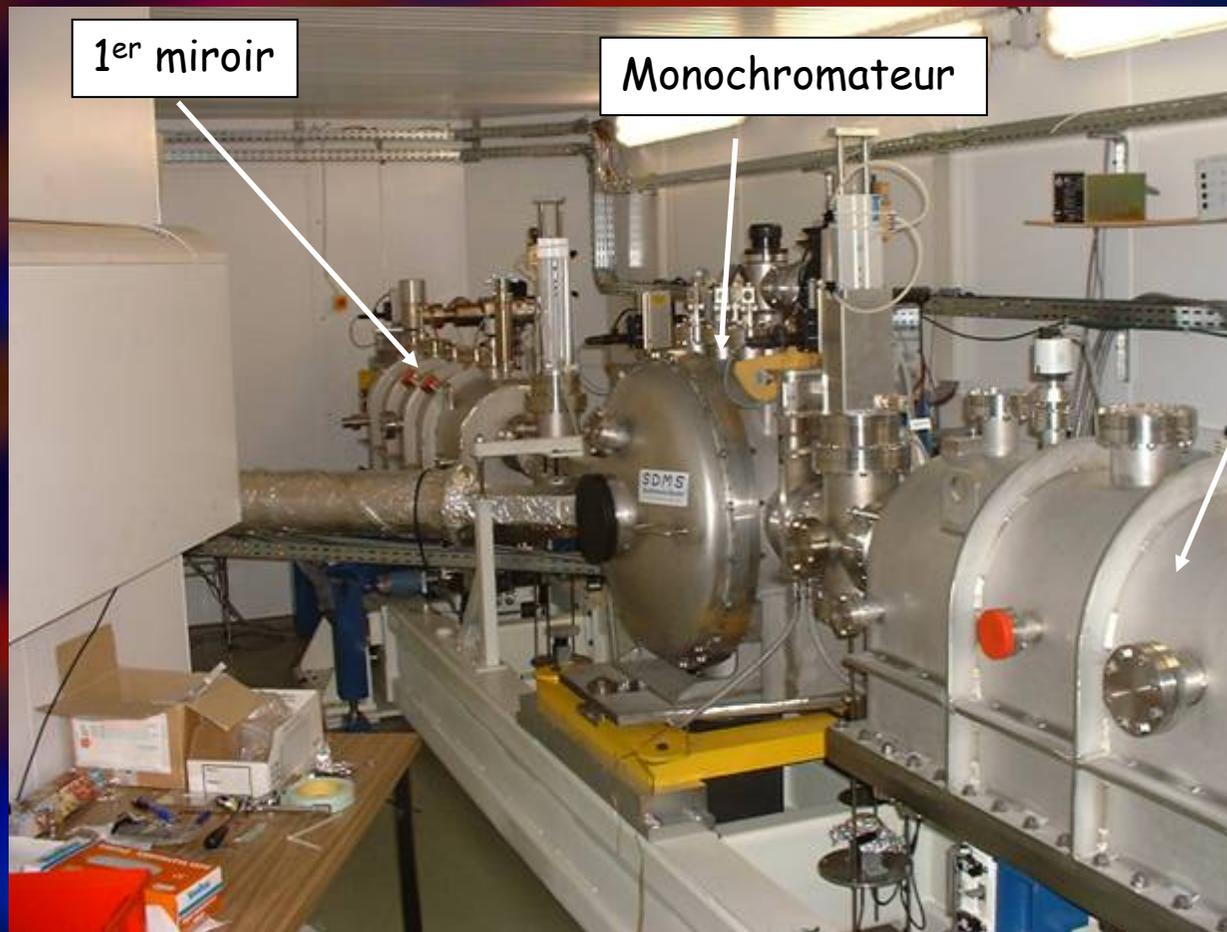
- Défauts dans des films minces
- Caractérisation de polluants
- Matériaux du patrimoine



# Principales caractéristiques

Source: Aimant de courbure (  $B = 1.71 \text{ T}$ ,  $E_c = 8.6 \text{ keV}$ ,  $\text{Ouvx} = 6 \text{ mrad}$  )

Optique principale: Miroir1 (Rh/Si) // Monochromateur Si(111) // Miroir2 (Rh/Si)



1<sup>er</sup> miroir

Monochromateur

2<sup>ème</sup> miroir



# Principales caractéristiques

Source: Aimant de courbure (  $B = 1.71 \text{ T}$ ,  $E_c = 8.6 \text{ keV}$ ,  $\text{Ouvx} = 6 \text{ mrad}$  )

Optique principale: Miroir1 (Rh/Si) // Monochromateur Si(111) // Miroir2 (Rh/Si)

2 modes de fonctionnement:

## Mode "standard"

Obtenu à l'aide de l'optique principale  
(opérationnel en 2007)

- domaine en énergie : 3 - 23 keV
- résolution en énergie :  $\sim 10^{-4}$
- taille :  $0.140 \times 0.240 \text{ mm}^2$  (H x V)
- flux :  $10^{12} - 10^{13} \text{ ph. sec}^{-1}$
- divergence : H = 7.14 - 2.90 mrad  
V = 0.54 - 0.20 mrad

## Mode "microfaisceau"

Ajout d'une optique focalisante secondaire  
(opérationnel en 2008)

- domaine en énergie : 3 - 19 keV
- résolution en énergie :  $\sim 10^{-4}$
- taille :  $14 \times 11 \text{ }\mu\text{m}^2$  (H x V)
- flux :  $10^{10} - 10^{11} \text{ ph. sec}^{-1}$
- divergence : H = 2.87 - 0.98 mrad  
V = 6.22 - 2.14 mrad
- possibilité d'une taille plus réduite



# Poste expérimental

- Le poste expérimental :

diffractomètre 6 cercles Newport

4 cercles pour l'orientation de l'échantillon

2 cercles pour la détection

(+2 cercles pour un analyseur arrière)



- La détection :

Transfert des détecteurs de H10 / LURE (Scintillateurs, détecteurs à gaz, etc.)

Un détecteur à gaz (30°, grande dynamique, la milliseconde)

Un détecteur multi-éléments (pour la fluorescence)

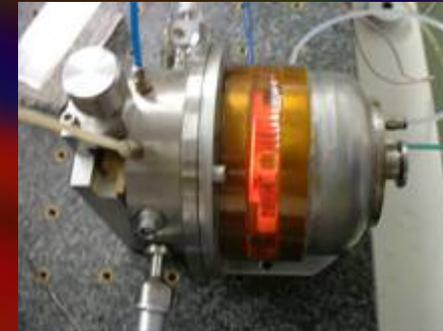
Une caméra CCD (pour la diffraction)



# Environnements échantillon

- Des fours : (échantillons poudres et films minces)

Transfert du four de H10/LURE 500°C sous air  
800°C sous vide

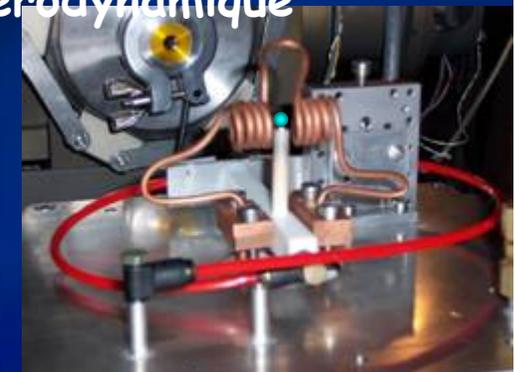


Four commercial BÜHLER 1800°C sous atmosphère contrôlée  
2400°C sous vide  
1600°C avec porte échantillon tournant

- 2 lasers CO2 (240 W + 100 W) + cellule spécifique
- Un système de chauffage RF couplé à la lévitation aérodynamique

Type d'échantillons : Métaux et alliages sous forme de bille

Domaines en température : < 3000°C





Andrew  
Thompson



Eric  
Girard



Pierre  
Legrand



Olga  
Rudenko



Patrick  
Gourhant



Lucile  
Roussier

## Ligne dédiée à la cristallographie des protéines

MAD, SAD autour des seuils d'absorption courants

Collecte de données à haute résolution ( $\sim 0.8\text{\AA}$ )

Grande maille, petits cristaux



## Principales caractéristiques

Source: U20 sur section droite courte

Optique: monochromateur **Channel cut + miroirs K-B:**

Energies: **5keV** (2.48Å) → **15keV** (0.82Å)

Bandpass: Si (111)  $2 \times 10^{-4}$ , Si (311)  $8 \times 10^{-5}$

Taille faisceau @ échant.: **(100µm)<sup>2</sup> - (250µm)<sup>2</sup>**

Flux ~  $10^{13}$  ph/s @ 1Å using Si (111)

Beam stability at sample : **< 2 µm**

Goniomètre: **3 cercles (kappa)**

sphère de confusion ~ **7µm**

cylindre de confusion sur  $\Phi$  < 1.5 µm, sur  $\omega$  < 2.0 µm

Expérience:

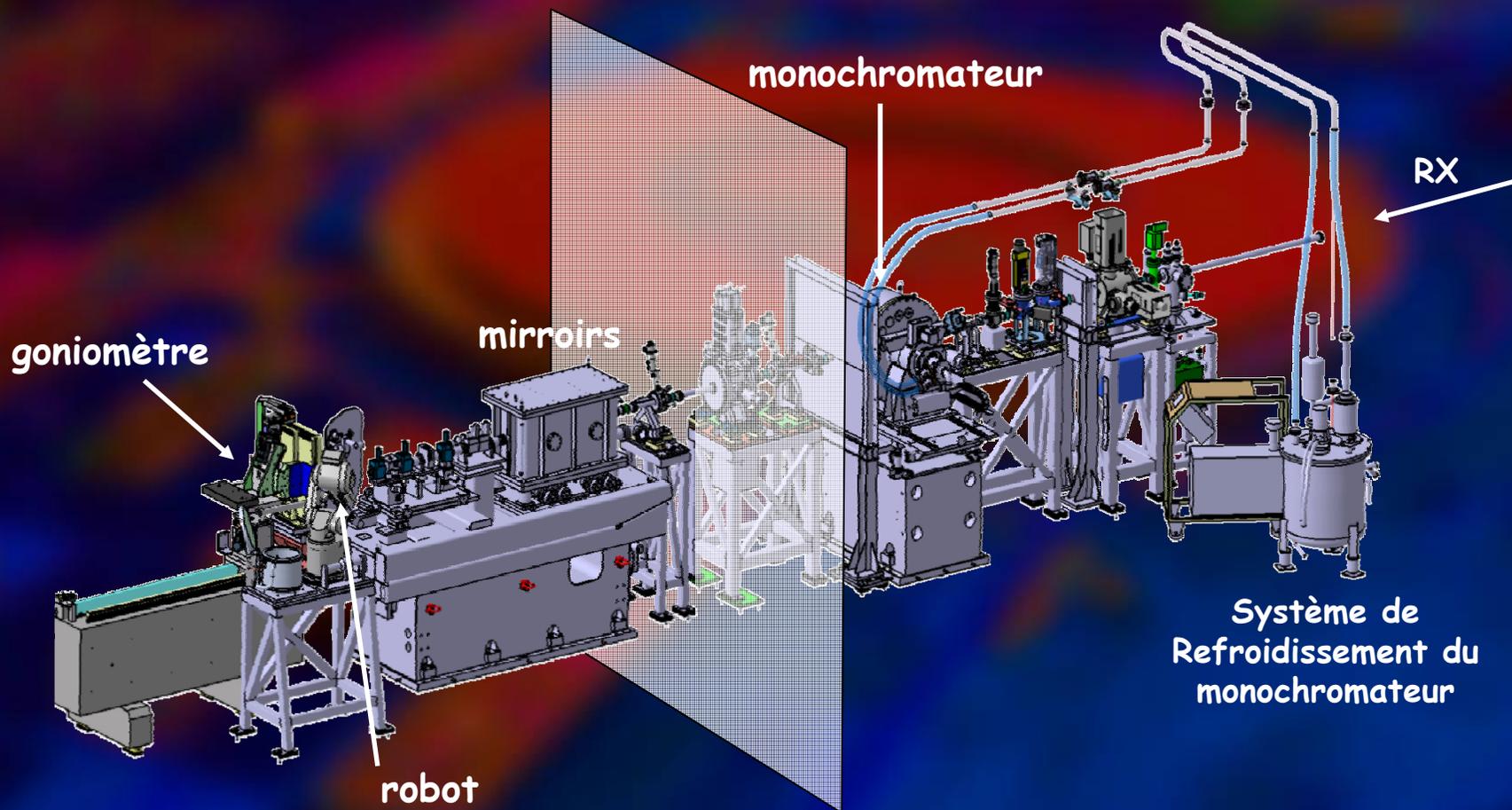
détecteur à large fenêtre d'entrée (35 x 45 cm<sup>2</sup>), MCA + détecteur fluo.

Robot passeur d'échantillon

Soufflette azote

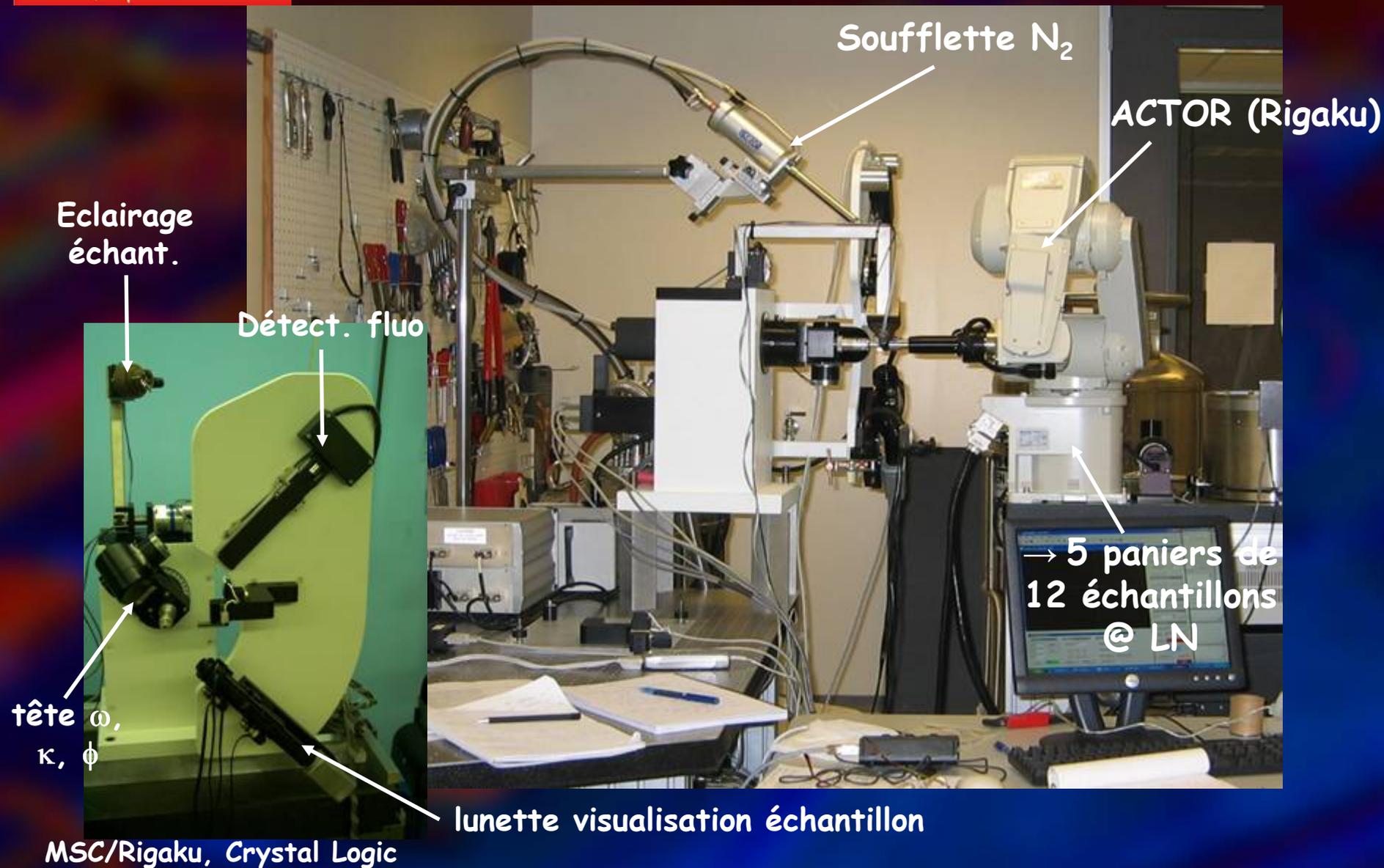
Diagnostiques et alignement automatiques

Analyse des données: logiciel propriétaire + MOSFLM, XDS, D\*TREK





# 3 cercles K + Robot passeur d'échantillons





Sylvain  
Ravy



Frédéric  
Picca



Pierre  
Fertey



Erik  
Elkaïm



Fabien  
Legrand

Ligne dédiée à la cristallographie et à l'étude  
de la structure de la matière condensée

- Flux important : Intensités faibles  
Structures complexes  
Petits cristaux ( $< 50 \mu\text{m}$ )  
Densité électronique  
Pulsé : Expériences en temps résolu
- Haute résolution: précision des mesures  
Séparation de phases  
Résolution de structures ab initio *Poudres*  
Diffraction cohérente



## Principales caractéristiques

Source: U20 sur section droite courte

Optique: monochromateur double cristaux à sortie fixe + 1 paire de miroirs

Deux paires de cristaux Si(111) et Si(311)

Sortie fixe

Focalisation sagittale

Impact fixe sur 2<sup>nd</sup> cristal

Refroidissement à l'azote liquide (PMax = 135 W), premier cristal à 120 K

Miroir M1 bimorphe

M2 plan

Energies: **4keV** (3.1Å) → **30keV** (0.4Å)

Taille faisceau @ échant.: ~ **(50µm)<sup>2</sup> → 1\*3 mm<sup>2</sup>**

Flux > **10<sup>13</sup> ph/s @ 8 keV Si (111)**

~ **3.10<sup>10</sup> @ 30 keV Si(311)**

Expériences:

3 diffractomètres en ligne

- 2 pour monocristaux
- 1 pour poudres

18 Décembre 2006

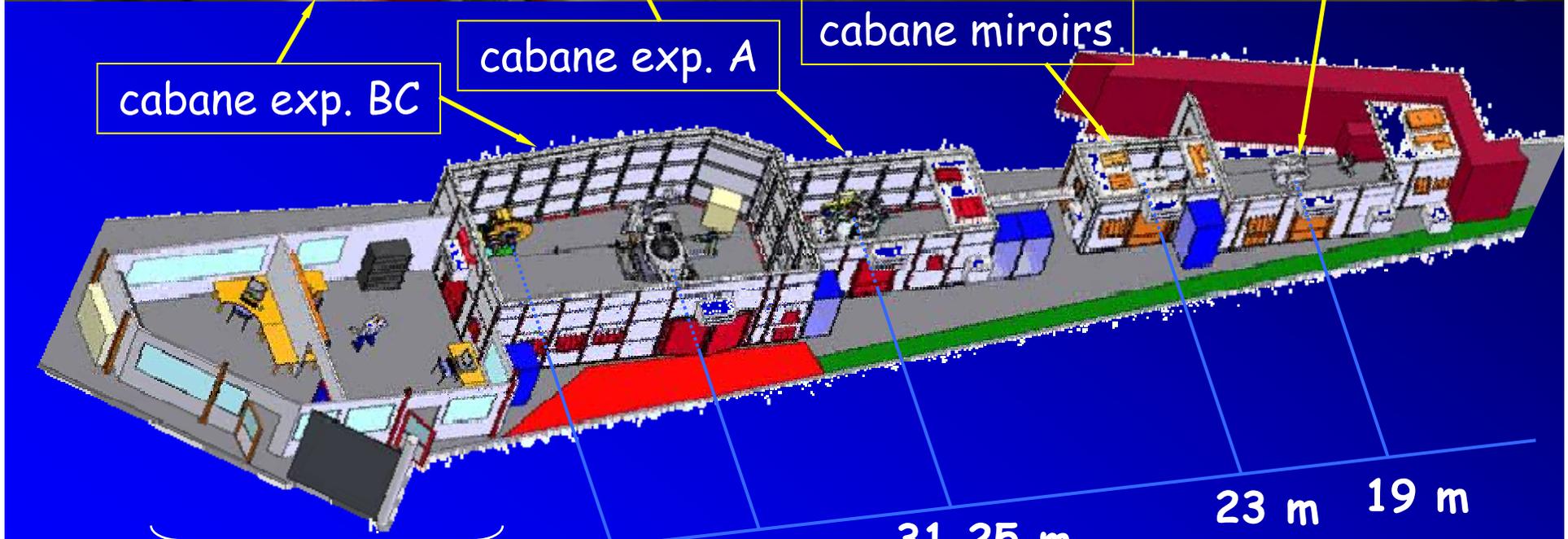


cabane faisceau blanc

cabane miroirs

cabane exp. A

cabane exp. BC



salles de commandes et de vie

39,5 m

36 m

31,25 m

23 m

19 m

0 m = source (U20)

# 6-C Diffractometer

DIFFABS + CRISTAL

- 6-circles Kappa : 4-circles sample + 2 circles detector (+ 3 analyzer)
- Bulky environments
- Detectors :
  - CCD 4-C
  - Direct illuminated CCD
  - Point detectors
- General characteristics :
  - Weight : ~ 4.5 T
  - Volume available at sample ( $\varnothing \sim 60$  cm)
  - Load on phi circle : 20 kg (35 kg max)
  - SOC sample = 60  $\mu\text{m}$
  - SOC detector = 44  $\mu\text{m}$  (70 kg @ 400 mm)
  - COC  $\mu$  and  $\gamma < 10$   $\mu\text{m}$
  - Velocity : 4 et 8°. $s^{-1}$
  - Resolution (encoders) : 0.0001°
  - Accuracy : 0.001°
- Control system software : SOLEIL

ANDOR  
Back illuminated  
1024 \* 1024 13  $\mu\text{m}$



**Resonant, Coherent Diffraction, Diffuse scattering**

# Diffractometre 4-Cercles Kappa

Newport/Micro-Contrôle S.A.  
Oxford Diffraction Ltd

$SOC_{\text{samp}}$  :  $< 8 \mu\text{m}$

$SOC_{\text{detect}}$  :  $25 - 45 \mu\text{m}$

$COC_{\phi,\omega}$  :  $\sim 4 \mu\text{m}$

2D Detector :

CCD : Ruby ( $\varnothing = 135 \text{ mm}$ )

2048 x 2048 ( $48\mu\text{m}$ )

tapper ratio: 2:1

Readout time 2s (4x4) to 8s (1x1)

+

1 point detector

Control + data acquisition + data reduction :

Dedicated software (IS<sup>4</sup>CCD ~ CrysAlis CCD@Oxford Diffraction)



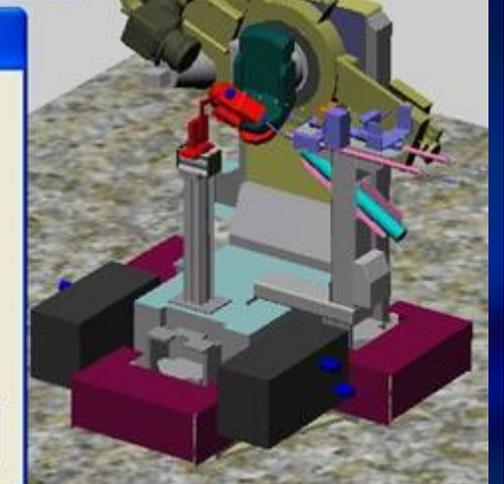
**Structure, Electron density**

# Maquette virtuelle

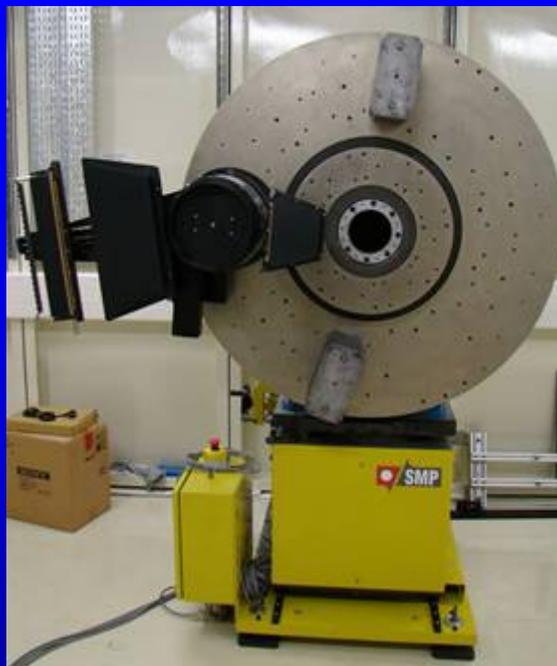


Systeme anti-collision

Modulaire: ajout possible  
d'objet 3D pour decrire des  
environnements echantillon



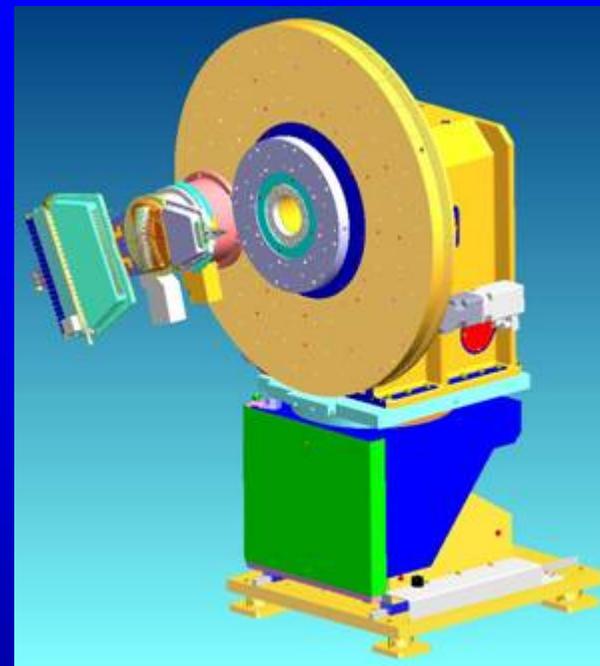
# 2-Circle (powder) Diffractometer (SMP- Bron)



- 1" Abs. Precision
- Res. Mini.  $0.004^\circ$

- 65 kg (det.),
- 30 kg (samp.)

MARS + CRISTAL

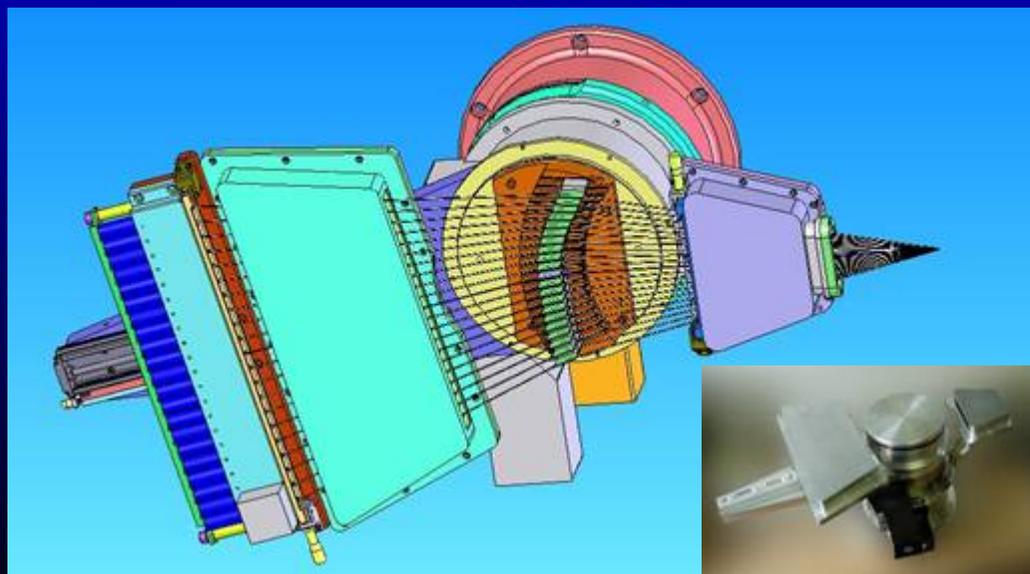


- Multi Xstal Analyzer
- 21 Si(111) crystals

Collaboration :

- LPS(Orsay)
- LdC(Grenoble)

***Ab initio* Structure det.  
Phase transitions**





## Environnements échantillon

- Basse température

Displex ARS (Air Product) DE-202K Cryostat (4 K) spéciale 6C

He ou N<sub>2</sub> : Helitran LT-3G (2 K): sans vibration

Cryoflux (He, N<sub>2</sub> gaz) CryoIndustries of America



- Haute température Soufflette → ~ 900°C

- Pression ex. cellule à enclume de diamant...

- Laser ex. photo-cristallographie...





# Outils pour la cristallographie

Développement d'outils spécifiques: « librairie hkl » : (F. Picca)

Orientation de l'échantillon: pseudo axe de rotation

un vrai outil de cristallographie!!

Traitement images (cristallographie)

Dans un premier temps logiciel(s) propriétaire(s)

ex. CrysAlis RED @ Oxford Diffraction

Control Salsa HKL

**KAPPA**

**komega**

- << [ ] >> + Stop

**-0.00062 °**

0.0 000.000000 <-- ATK

**kappa**

- << [ ] >> + Stop

**0.16690 °**

0.0 000.000000 <-- ATK

**kphi**

- << [ ] >> + Stop

**20.00000 °**

0.0 020.000000 <-- ATK

**EULERIAN**

**omega**

- << [ ] >> + AxisStop

**90.05 °**

0.0 0000.00 -- ATK

**chi**

- << [ ] >> + AxisStop

**-0.13 °**

0.0 0000.00 -- ATK

**phi**

- << [ ] >> + AxisStop

**-69.95 °**

0.0 0000.00 -- ATK

**mu**

- << [ ] >> + Stop

**-0.00 °**

0.0 000000.00 <-- ATK

**DETECTOR**

**delta**

- << [ ] >> + Stop

**89.99987 °**

0.0 090.000000 <-- ATK

**gamma**

- << [ ] >> + Stop

**0.562 °**

0.0 000000.00 <-- ATK

**ANALYZER**

- [ ] + command-name

0.0 000.00 <-- ATK

- [ ] + command-name

0.0 000.00 <-- ATK

- [ ] + command-name

0.0 000.00 <-- ATK

**PSEUDO AXIS**

- [ ] + command-name

Inc 0.0 000.00 Unit co... ATK

- [ ] + command-name

Inc 0.0 000.00 Unit co... ATK

**test/diff2/psi**

- << [ ] >> + AxisStop

**0.00 °**

Inc 0.0 0000.00 <-- ATK

**HKL**

H	K	L
<b>-0.595 No unit</b>	<b>-0.002 No unit</b>	<b>1.283 No unit</b>
00000.000	00000.000	00000.000
set(H,K,L)	Abort	

**CPCI6602**

start abort 0.0

Integration	CPT	CPT	CPT	CPT
000000	000000	000000	000000	000000
000.00	000000	000000	000000	000000

File Edit Help

Control Salsa HKL

ATK Panel New Crystal Copy Crystal Delete Crystal

Reciprocal Space

H K L

-0.000 N 1.000 N 0.000 N

0000.00 0000.00 0000.00

setθ(K,L)

Abort

Axes

μ 0.00 No unit ω -2.95 No unit  
κ -134.76 No unit φ 147.05 No unit  
δ 60.00 No unit γ 0.00 No unit

Source Configuration Mode

1.540 No unit simulated

Calcul Mode

Bisector  
Omega = 2theta / 2.  
there is no parameters for this mode.

Parameter	Value

CurrentUBMatrix

4.079990	0.000000	0.000000
0.000000	4.079990	0.000000
0.000000	0.000000	4.079990

SimulatedModeComputedAngles

000000 ,delta = 60.000000Å\*,gamma = 0.000000Å\*,kappa = -134.755927Å\*,komega = -2.954835Å\*,kphi = 147.045165Å\*,mu = 0.000000Å\*

Clear

Crystal Configuration

Cu

Lattices

- A 1.540
- B 1.540
- C 1.540
- Alpha 90.000
- Beta 90.000
- Gamma 90.000

Configure

Reflections

add remove compute U affine goto reflection

index	H	K	L	relevance	affinement	μ	ω	κ	φ	δ	γ

Axes Values

Simulate Mode : μ 0000.00 ω 0000.00 κ 0000.00 φ 0000.00 δ 0000.00 γ

test/diff2/kappa6c SIMULATED mode active : Motors DONT move hkl calculations ready.

# Ouverture aux utilisateurs :

Diffabs: fin septembre 2007

Dominique Thiaudiere

Andrea Somogyi

Proxima 1: courant septembre 2007

Andy Thompson

Pierre Legrand

Eric Girard

Cristal: mars 2008

Sylvain Ravy

Erik Elkaim

Pierre Fertey

[prenom.nom@synchrotron-soleil.fr](mailto:prenom.nom@synchrotron-soleil.fr)