



# Présent et futur des lignes françaises de lumière à l'ESRF

Jeudi 16 janvier 2025 ESRF, Grenoble

Dr. Pascale Bayle-Guillemaud, directrice du CEA/IRIG

Dr. Sylvain Ravy, directeur adjoint scientifique, CNRS-Physique



Cérémonie des 30 ans F-CRG – 16/01/2025



# La Mission des F-CRG (French - Collaborating Research Group) co-pilotés par le CEA & CNRS

Renforcer et faciliter l'utilisation  
des techniques du rayonnement  
synchrotron par :

- l'accueil, l'accompagnement et la formation des scientifiques,
- le développement d'une instrumentation de pointe et d'outils d'analyse adaptés.



➤ 5 lignes F-CRG (46 lignes ESRF dont 14 CRG)

➤ 10 instruments

# Une évolution continue depuis 30 ans



1993 **BM02 D2AM**

X-ray diffraction & anomalous scattering  
→ 2012-2016 new goniometer & optics,  $\mu$ beam

1993 **BM32 / IF**

Surfaces and Interfaces  
→ 2006 new optics  
→ 2012-2015 new instruments ( $\mu$ -Laue, INS2)

- *Demande croissante*
- *Nouvelles possibilités de lignes acceptées par l'ESRF*
- *SOLEIL ouverture 2008*

1998 **BM30A / FIP**

X-ray diffraction  
on biological macromolecules  
→ 2011 High throughput crystallography  
on frozen & RT crystal

2002 **BM30B / FAME**

X-ray Absorption Spectroscopy  
→ 2006  $\mu$ -beam, 2011 High resolution

2020 **BM07 / FIP2**

X-ray diffraction on  
biological macromolecules

2016 **BM16 / FAME-UHD**

X-ray Absorption Spectroscopy  
High Resolution and Dilution



Cérémonie des 30 ans F-CRG – 16/01/2025



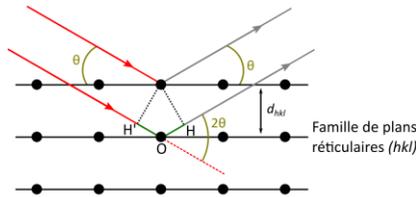
# Les 5 lignes françaises de lumière synchrotron à l'ESRF

## Etudes à l'échelle nanométrique de la structure et l'environnement chimique



### Diffraction/Diffusion

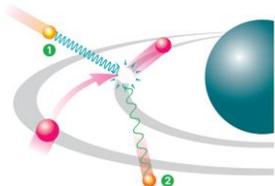
### Matériaux et Biologie



- **D2AM** : Diffraction/diffusion anormales pour la science des matériaux (étude de la structure et des propriétés des matériaux massifs et matière molle),
- **IF** : Diffraction/diffusion, surfaces et interfaces (étude des surfaces et interfaces des matériaux). Science des matériaux et Nanoscience,
- **FIP2** : Cristallographie macromoléculaire et physico-chimique (études structurales et mécanistiques de protéines et autres macromolécules biologiques, ainsi que de molécules issues de synthèse chimique),
- **FAME** : Spectroscopie d'absorption pour les sciences des matériaux, de la Terre et de l'environnement (géochimie de sols pollués, hydrothermalisme, catalyse, matériaux dopés, ...),
- **FAME-UHD** : Spectroscopie d'absorption d'éléments traces (à l'état naturel dans les sols, à la concentration physiologique dans les cellules, en conditions réelles d'utilisation, ...).

### Spectroscopie d'absorption

### Spéciation

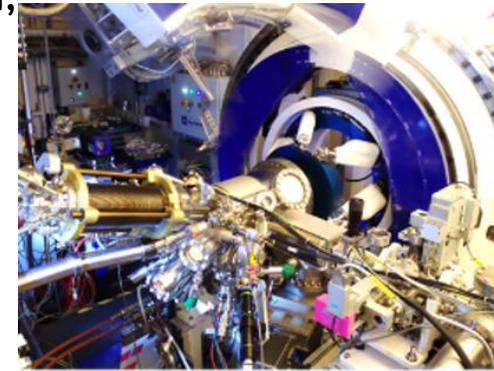


# Spécificités et atouts

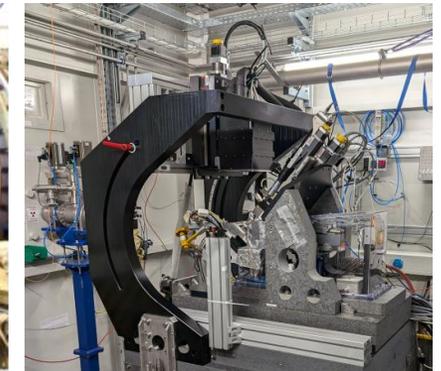
- **Utiliser au mieux le faisceau ESRF :**
  - Le synchrotron X le plus brillant au monde,
  - Propriétés de haut flux, de brillance et de cohérence du faisceau.
- **Rayons X durs :**
  - Etude de matériaux absorbants et épais, seuils d'absorption,
  - Matériaux enterrés ou présentant plusieurs couches,
  - ...
- **Instrumentation unique / en complément des instruments nationaux et internationaux :**
  - Diffraction  $\mu$ Laue,
  - Spectromètre d'absorption pour matériaux à haute dilution,
  - ...
- **Développements innovants ingénierie et en méthodologie d'analyse :**
  - In situ & operando,
  - Méthodologie d'analyse et gestions des données,
  - Expertise & support pour la communauté française.



D2AM



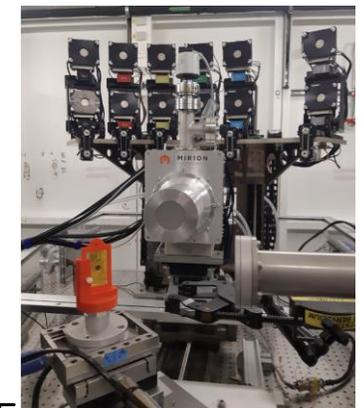
IF



FIP



FAME



# L'équipe F-CRG à l'ESRF



24 personnes (équival. temps plein) :

- chercheurs, ingénieurs, techniciens.

3 unités portent la structure d'exploitation :

- Institut Néel (CNRS, UGA),
- IRIG/IBS (CEA, CNRS, UGA),
- IRIG/MEM (CEA, UGA).

avec des laboratoires associés :

- IRIG/SYMMES (CEA, CNRS, UGA),
- OSUG (CNRS, UGA),
- SIMaP (CNRS, UGA, Grenoble INP),
- ICMG (CNRS, UGA),
- LiPhy (UGA, CNRS),
- LMGP (CNRS, Grenoble INP).





# La structure d'exploitation des F-CRG

## CONSEIL D'ADMINISTRATION

### Convention de collaboration :

- 60% CNRS – Instituts du CNRS Biologie, Chimie, Physique, Terre & Univers,
- 40% CEA – Direction du CEA / DRF.

Réunions 2 fois/an

## STRUCTURE D'EXPLOITATION

- **3 unités** : Institut Néel (CNRS, UGA)  
IRIG/IBS (CEA, CNRS, UGA), IRIG/MEM (CEA, UGA)
- **5 Lignes de lumières**
- **Gestion Financière**
- **Coordination comités de programmes avec SOLEIL**

## CONSEIL SCIENTIFIQUE

10 membres (Prés. V. Briois)  
Réunion annuelle

## L'accès aux temps de faisceau

### Temps attribué sur critères d'excellence scientifiques :

- pour  $\frac{2}{3}$  par les comités français (SOLEIL)
- pour  $\frac{1}{3}$  par les comités internationaux (ESRF)

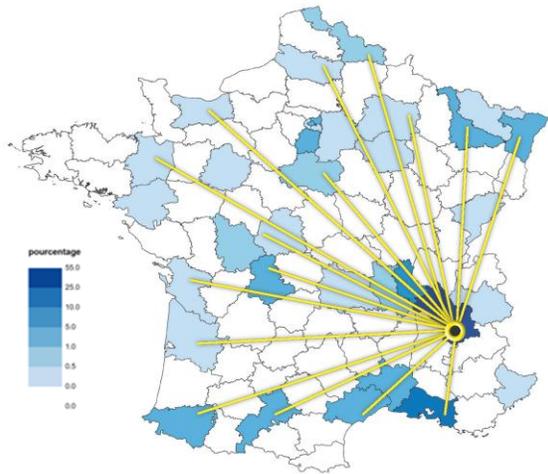
### Plusieurs modes d'accès (cf ESRF) :

- Proposition standard : une question scientifique
- Projet à long termes (LTP) : méthodologie
- Groupe d'expériences similaires (BAG)
- Sujets priorités (HUB) à impact sociétal

# F-CRG – Quelques chiffres

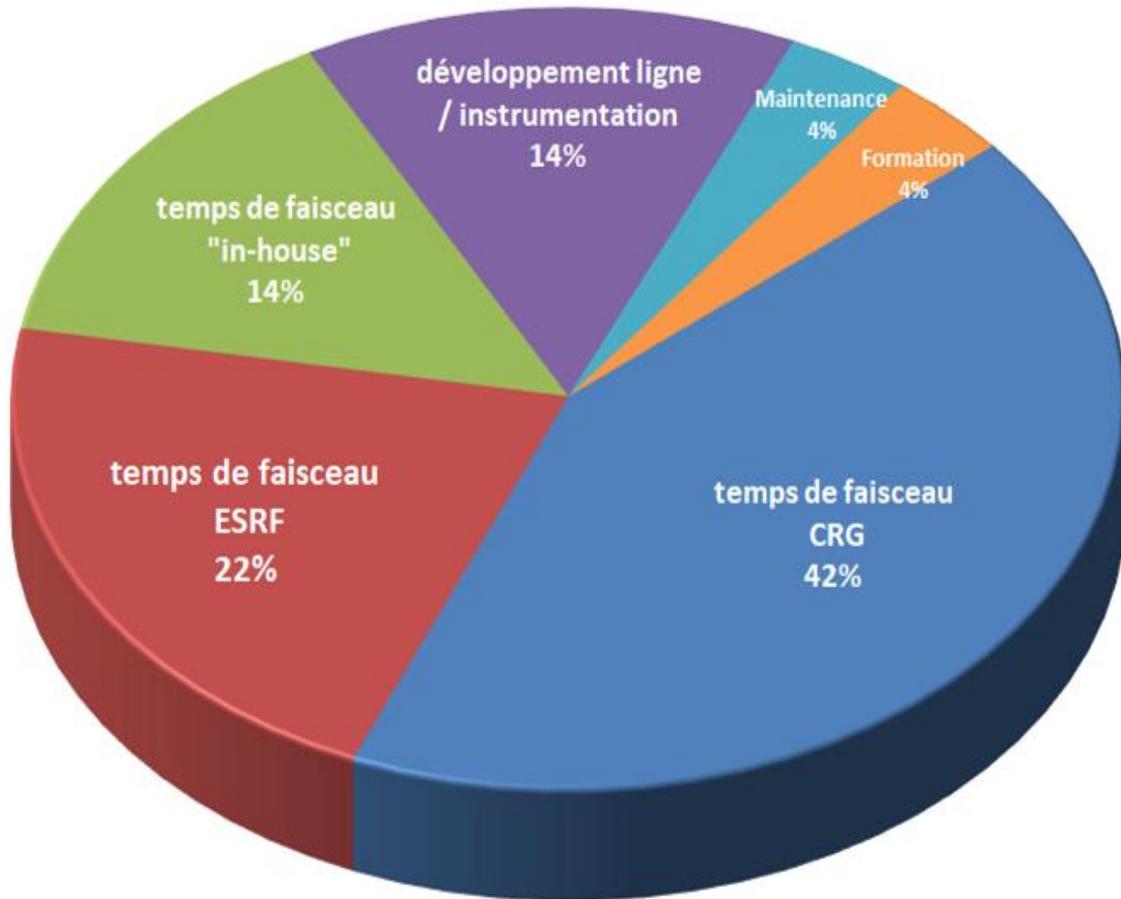
- 180 expériences par an (durée 1 à 6 jours)
- +500 utilisateurs par an
- 150 laboratoires français et 50 laboratoires étrangers
- +2500 publications depuis 1993

## Nos utilisateurs

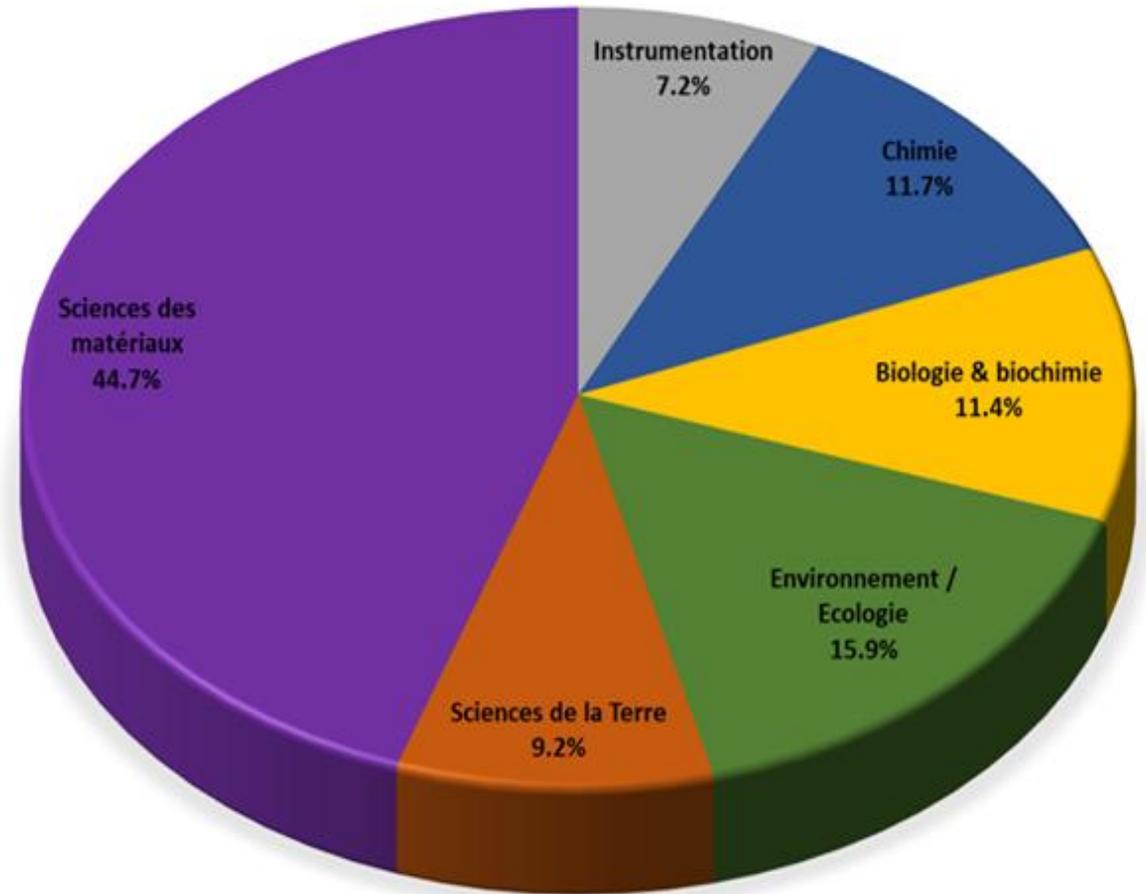




# Répartition du temps de faisceau

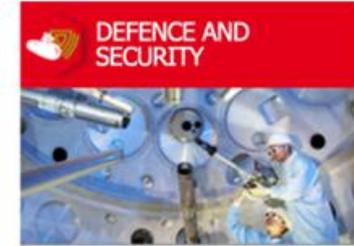
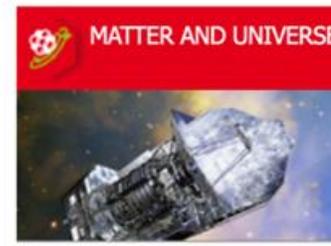


250 jours de faisceau par an  
160 distribués par les comités



Thématiques scientifiques

# Une grande diversité de thématiques scientifiques



- Micro-électronique Si
- LEDs nitrides
- Électronique de puissance
- Métallisation
- Nouveaux matériaux (structure/propriétés)

- Batteries
- Photovoltaïques
- Systèmes catalytiques
- Pile à combustible
- Stockage hydrogène

- Cristallographie macromoléculaire
- Agents infectieux
- Maladies non-infectieuses
- Biologie environnementale

- Gaine pour crayons de combustible nucléaire
- Ions des matériaux de stockage
- Spectroscopie de composés d'uranium

- Géosciences
- Environnement et écologie
- Biologie et biochimie

- Haute pression
- Conditions extrêmes

- Matériaux
- Appareils stratégiques

## -Transferts technologiques

## -Soutien aux programmes de recherches et à l'industrie



Exemple secteur des semiconducteurs

Exemple secteur énergie



Cérémonie des 30 ans F-CRG – 16/01/2025



# Expertise au près de la communauté scientifique française et Formation

- **Expertise** pour faciliter l'accès aux techniques synchrotron,
- **Workshops** pour rassembler la communauté utilisatrice,
- **Ecoles** HERCULES, ASTER'X, Met@Bio, ...
- **Sessions de travaux pratiques** de cristallographie macromoléculaire, de diffraction (étudiants EPN, Grenoble INP-UGA, Universités et écoles doctorales), ...



Ecole Thématique annuelle ASTER'X



Workshop de perspectives (2019)

# Les modes de financements actuels

Tutelles :



+ Proactivité des laboratoires associés

Grands projets nationaux et internationaux :

Maintien des performances instrumentales (PIA): EcoX, CRG/F, PlanEx...

Upgrade en cours : PIA3 Equipex+ Magnifix (9,02 M€),  
PEPR DIADEM-ESRF (3,24 M€).



PROGRAMME  
DE RECHERCHE  
MATÉRIAUX  
ÉMERGENTS

Appels à projet : PEPR DIADEM, TASE, Batterie, NUMPEX...

ANR, CNRS et CEA, et européens

(CALIPSO/HIZPAD, SintBAT, BACCARA, ECO2LIB...)



Un fort ancrage local :

Les territoires (Région), UGA (Labex, thèses...) et Synergies ESRF (Europe, méthodologie)



Cérémonie des 30 ans F-CRG – 16/01/2025

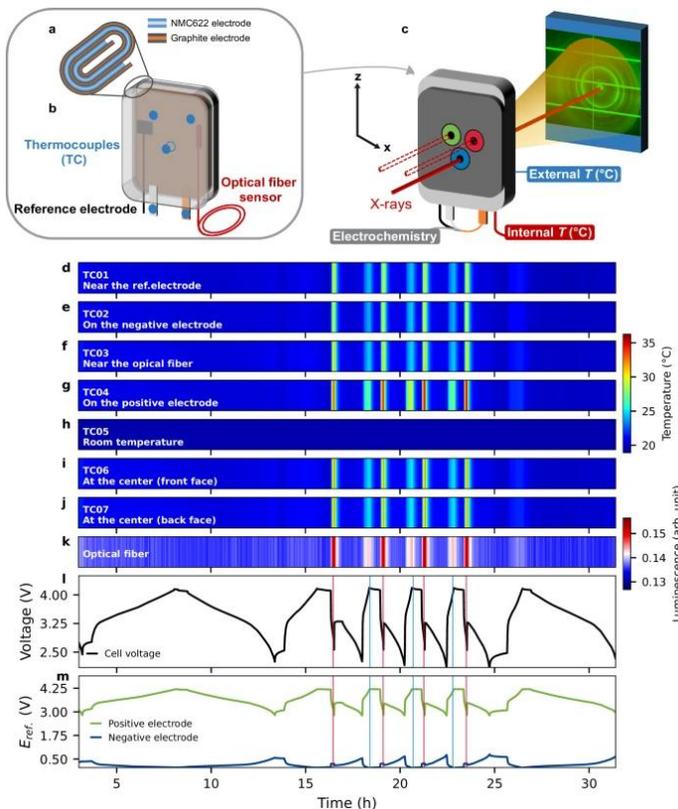


# Batteries - énergie

## Revealing how internal sensors in a smart battery impact the local graphite lithiation mechanism

Annabel Olgo, Sylvie Genies, Romain Franchi, Cédric Septet, Quentin Jacquet, Quentin Berrod, Rasmus Palm, Pascale Chenevier, Elise Villemin, Claire Villeveille, Nils Blanc, Samuel Tardif, Olivier Raccurt & Sandrine Lyonnard

*Nature Communications* volume 15, 10258 (2024)



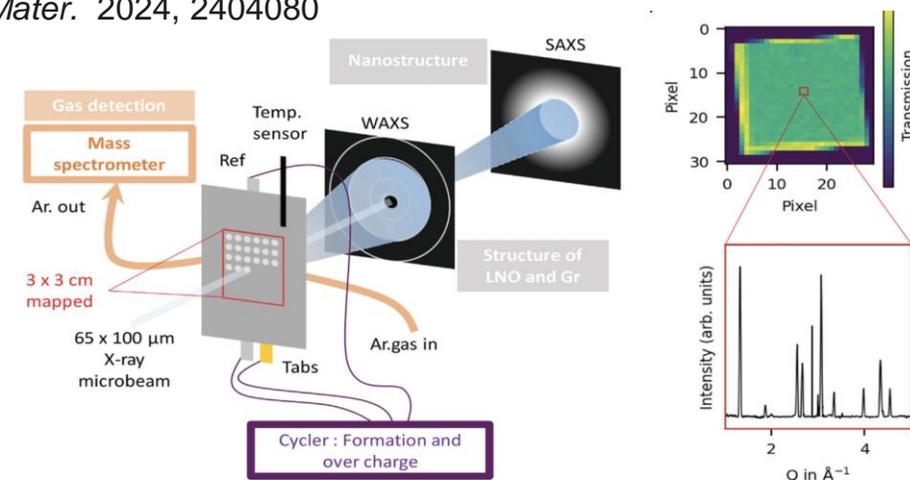
Mesures *operando* de l'impact de la présence de capteurs dans les batteries instrumentées.

Impact local sur la cinétique de lithiation du graphite.

## Mapping Reaction Mechanism During Overcharge of a LiNiO<sub>2</sub>/Graphite–Silicon Lithium-Ion Battery: A Correlative *Operando* Approach by Simultaneous Gas Analysis and Synchrotron Scattering Techniques

Quentin Jacquet, Irina Profatilova, Loïc Baggetto, Bouthayna Alrifai, Elisabeth Addes, Paul Chassagne, Nils Blanc, Samuel Tardif, Lise Daniel, Sandrine Lyonnard

*Adv. Energy Mater.* 2024, 2404080

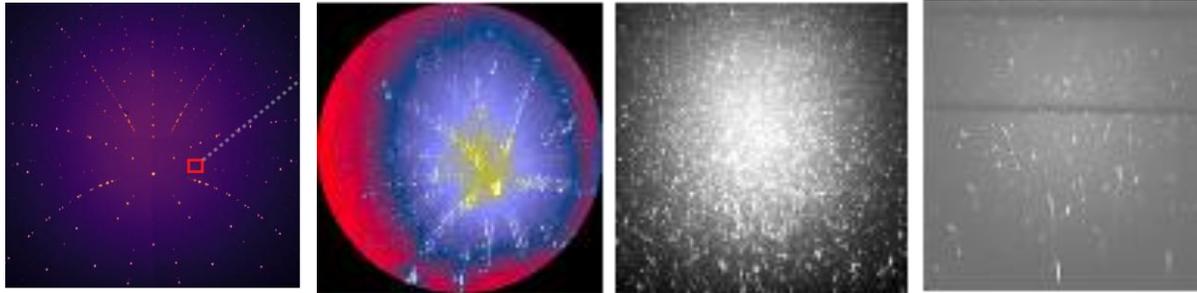


Étude couplée structure/chimie *operando* des mécanismes survenant lors de surcharge de batteries du type lithium-graphite

# Détermination des déformations assistée par l'IA

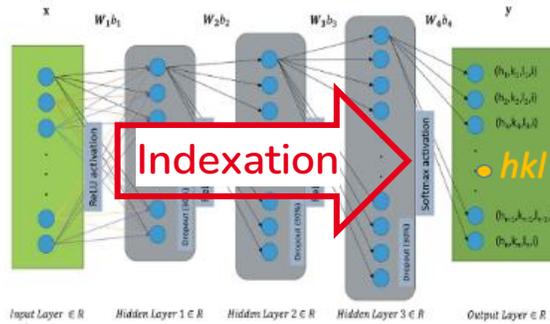
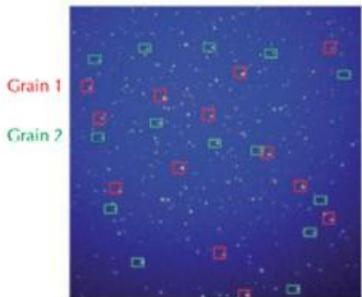


Analyse en temps réel des clichés de diffraction (10 000 images)

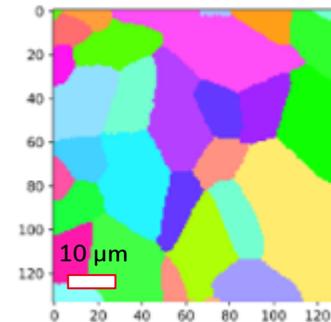


- Entraînement avec toutes les symétries cristallines,
- Séparation des signaux de diagrammes complexes,
- Indexation, puis raffinement qui permet d'accéder aux déformations,
- Analyse de défauts.

Diagramme de diffraction



Cartographie orientation / déformation



Temps de prédiction : 0,5 – 2 s / image (polycristal)

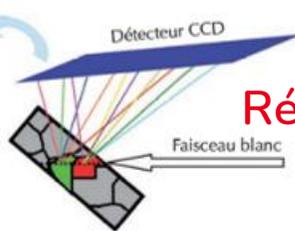
Analyse cartographie en ligne.

Précision : >85- 95 %

Temps d'entraînement : 25 s – 1 heure

Portable & accessible à distance

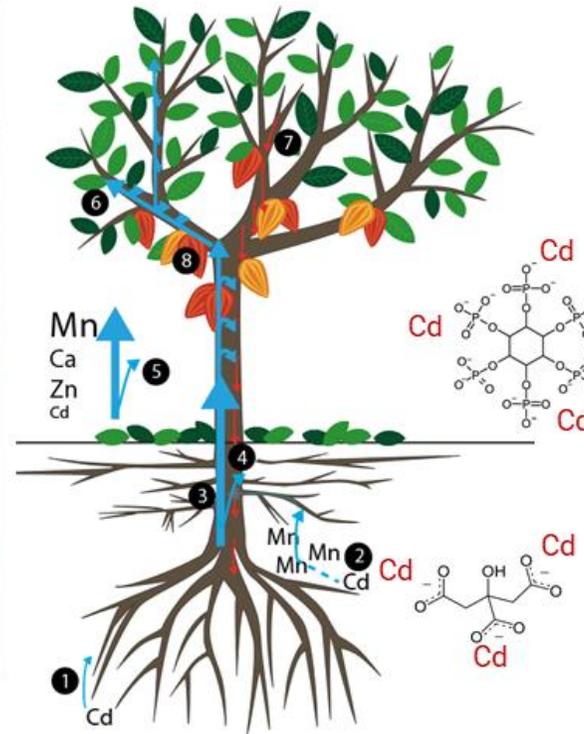
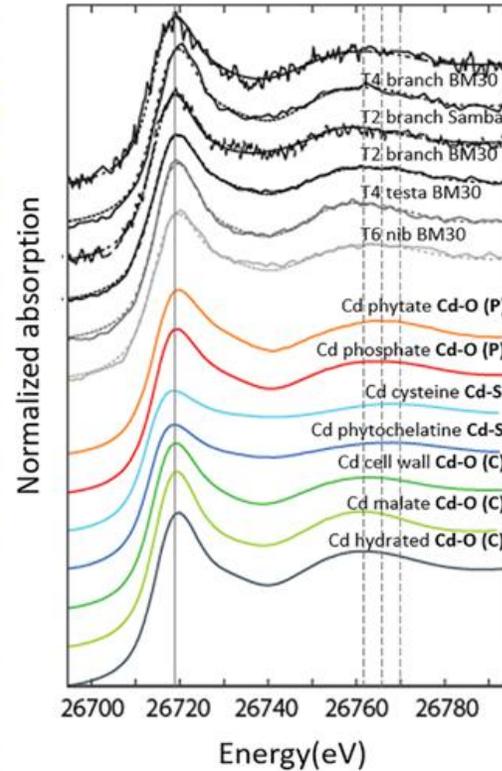
Réseaux de neurones



R.R.P. Purushottam Raj Purohit et al., *J. Appl. Cryst.* 55 (2022) 737

# Environnement et écologie

Mécanisme de migration du Cd du sol jusqu'au fèves de cacao dans des sols pollués et non pollués, contrôle des conditions de fermentation pour limiter le Cd dans la poudre de cacao.



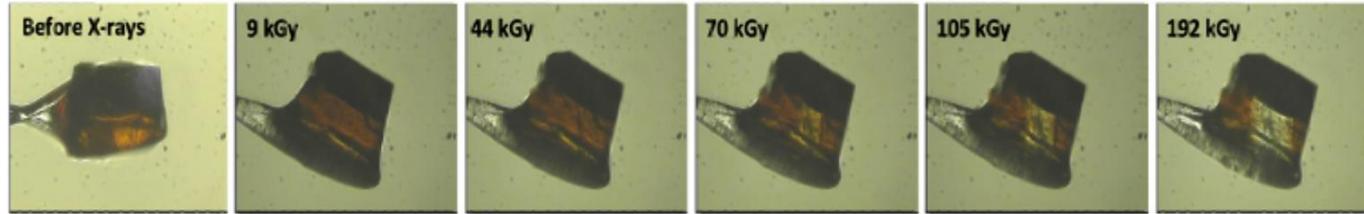
Suivi de la mobilisation du Cd lors de la fermentation des fèves :  
Recherche des conditions optimales de fermentation (pH et température) favorisant la mobilité du Cd afin de réduire sa concentration dans les fèves.



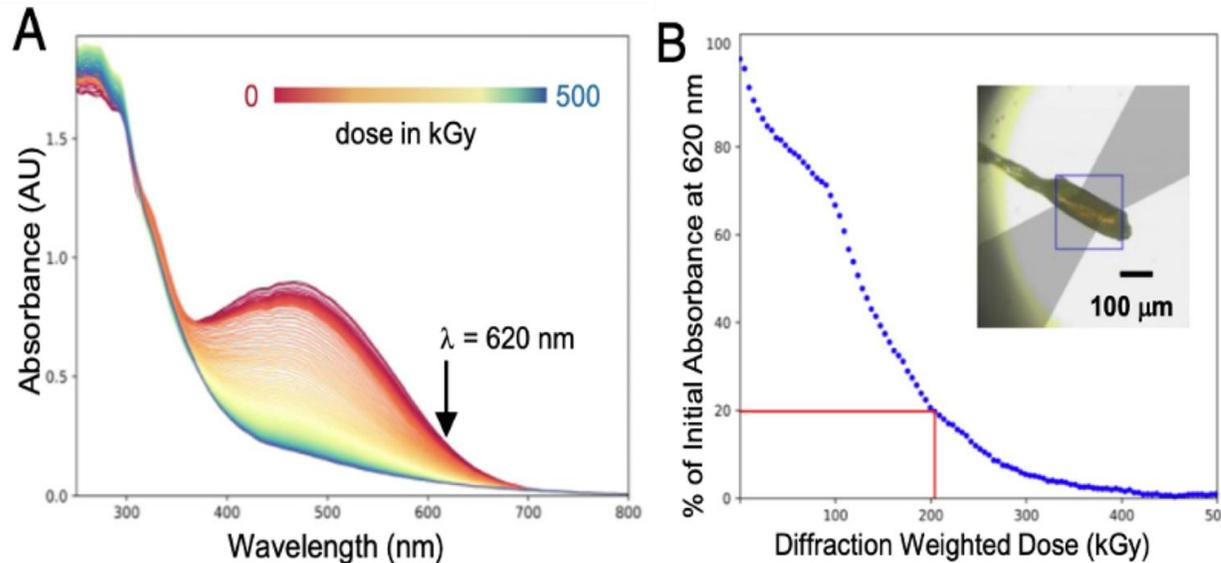
Blommaert et al., *Frontiers in Plant Science* 13, 1055912 (2022)  
Blommaert et al., *Food Chemistry* 431 137068 (2024)

# Biologie structurale à température ambiante

Etude de la dynamique d'une métalloprotéine par cristallographie à température ambiante couplée à la spectroscopie d'absorption UV-Visible – *Bolton et al., PNAS (2024)*



La spectroscopie d'absorption UV-Visible sur cristal permet de suivre la réduction par les rayons X d'un centre métallique au sein du cristal. Les changements structuraux associés sont suivis par diffraction X.



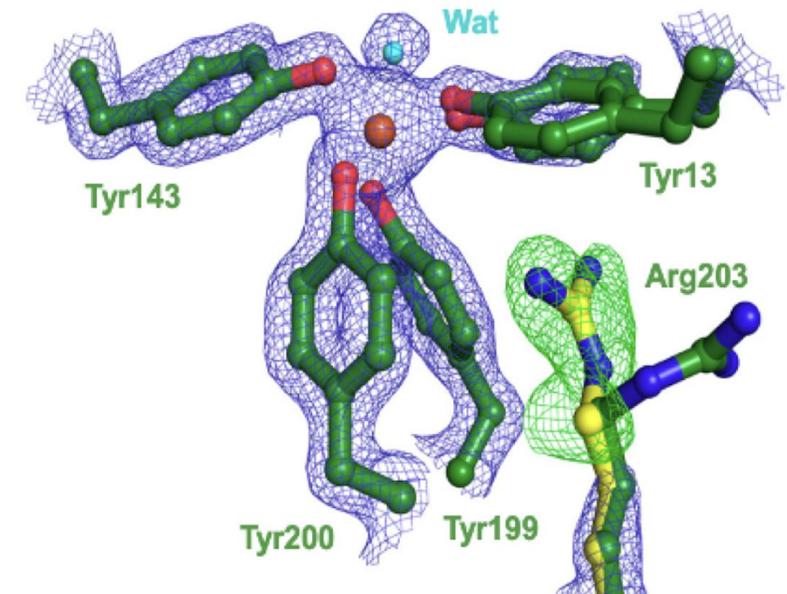
PNAS

RESEARCH ARTICLE

BIOPHYSICS AND COMPUTATIONAL BIOLOGY

OPEN ACCESS

**A redox switch allows binding of Fe(II) and Fe(III) ions in the cyanobacterial iron-binding protein FutA from *Prochlorococcus***



Recrutement d'un résidu arginine dans la sphère de coordination du métal



# Futur : suite à l'upgrade de l'ESRF (EBS)

## Les grands enjeux en cours des F-CRG

Générer des résultats scientifiques au meilleur niveau international.

Maintenir les instruments et méthodologies au plus haut niveau. Projets Magnifix et DIADEM-ESRF.

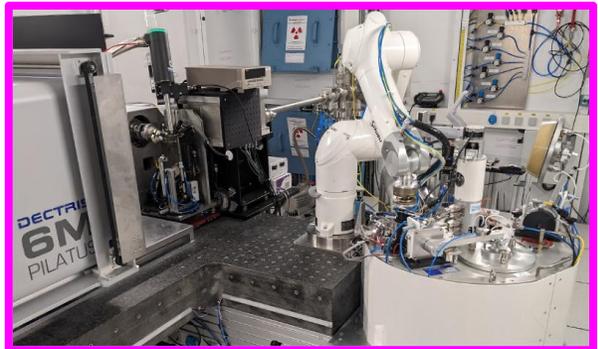
→ Automatisation de l'acquisition des mesures, et accélération des analyses.

→ Accompagner les transitions numériques, Big Data et Intelligence Artificielle (IA)

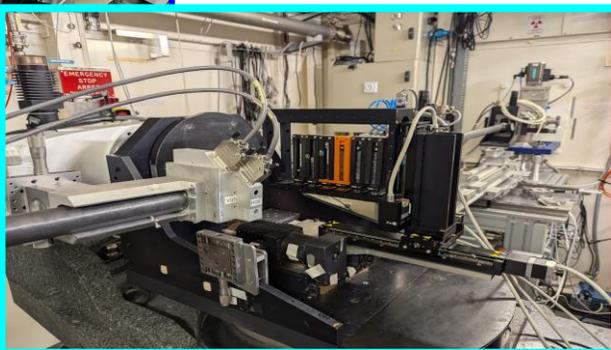
→ Former les communautés



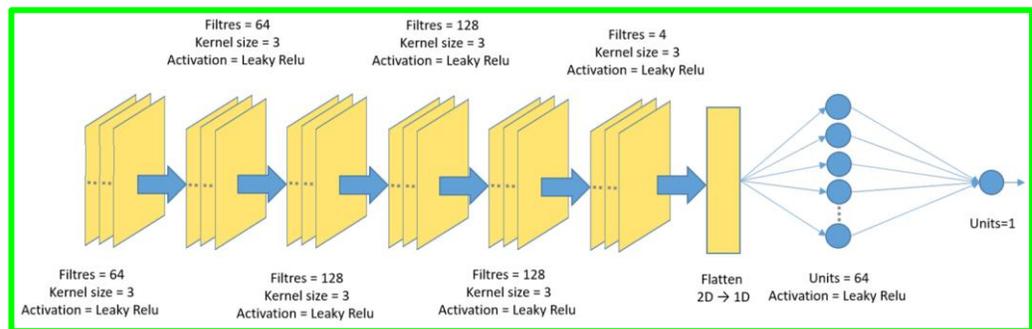
Robot pour matériaux émergents



Robot haut débit pour la biologie



Chargeur échantillon pour microélectronique



Assistance IA pour acquisition et analyse



# Remerciements



L'ESRF pour son hébergement, les laboratoires supports et nos soutiens financiers.

Toutes les personnes ayant contribuées à la belle histoire des F-CRG.

Et vous... pour votre attention !