

# SOLEIL, la métallurgie et les matériaux

Le synchrotron SOLEIL est la source française de rayonnement synchrotron, une lumière dont les caractéristiques, en termes de brillance et de longueurs d'onde - des IR lointains aux rayons X durs - permettent de percer les secrets les plus intimes de la matière.

SOLEIL assure deux missions :

- mener des projets internes de recherche scientifique et technologique d'excellence,
- soutenir la recherche et l'innovation réalisées par les laboratoires de recherche publics, les entreprises, les hôpitaux, les musées... dans un très large ensemble de disciplines et thématiques, tant en recherche fondamentale qu'en recherche appliquée.

Pour cela, les lignes de lumière de SOLEIL (29 en 2015) accueillent déjà chaque année plus de 2.500 utilisateurs, scientifiques ou industriels, 24h/24, 6 jours/7 et 230 jours/an.

## Trois modalités d'accès

Accessibilité des lignes de lumière de SOLEIL : 230 jours par an, 690 sessions de 8 heures par ligne. Jusqu'à 10% du temps de faisceau destinés aux projets industriels.

### Appels à projets scientifiques : modalité « classique »

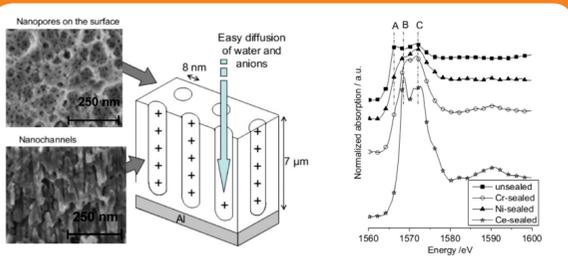
- Evaluation des projets par 6 Comités scientifiques, dans le cadre de 2 appels à projets annuels (février et septembre).
- Critères de sélection : qualité scientifique des projets et pertinence d'utilisation du rayonnement synchrotron.
- Gratuité totale, délai d'accès d'au moins 4 mois.
- Taux de sélection : en moyenne 50% de projets acceptés.
- Obligation de publier les résultats, avec mention de l'utilisation du synchrotron SOLEIL.

### Prestations facturées : modalités « à la carte »

- De la simple mise à disposition d'une ligne de lumière jusqu'à une prestation complète : de la préparation des échantillons à la rédaction du rapport d'analyse.
- Accès continu pendant les périodes de fonctionnement, sans sélection préalable.
- Délai minimisé (de quelques jours à quelques semaines).
- Garantie du niveau de confidentialité demandé par l'utilisateur.

### Recherche partenariale : modalité « sur mesure »

- Projets de R&D menés entre les équipes de SOLEIL et des équipes externes, publiques et/ou privées.
- Mise en commun de moyens (intellectuels, humains, techniques, financiers) par les différents partenaires, définition des règles de partage de la propriété et des modalités d'exploitation des résultats de la recherche.



## LUCIA

### Alliages d'aluminium et corrosion

#### Evolution structurale de nanopores d'aluminium auto-organisés en milieu aqueux - Etude par XANES

Depuis les années 40, le processus d'anodisation permet de produire d'épaisses couches d'oxyde à la surface des alliages d'aluminium, pour les protéger contre la corrosion. Ces couches s'auto-organisent en nanotubes ou nanocanaux, exploitables dans de multiples applications : membranes, catalyse, modèles pour structures nanométriques...

Afin de caractériser la structure et les propriétés chimiques jusqu'à alors très peu connues de ces nanopores, la technique de spectroscopie d'absorption XANES au seuil de l'Al a été utilisée sur la ligne de lumière LUCIA de SOLEIL.

Les résultats montrent que la structure de l'oxyde est constituée de 2/3 d'Al en coordination tétraédrique et 1/3 en coordination octaédrique. Un modèle structural basé sur des clusters de  $AlO_4/AlO_6$  est proposé pour décrire l'oxyde amorphe constituant les parois de la nanostructure. Autre résultat obtenu : l'immersion dans un bain d'acide (« colmatage »), utilisée pour améliorer les propriétés anti-corrosives, induit la transformation des clusters de  $AlO_4$  vers  $AlO_6$ .

Réf. : • Rocca E., Vantelon D., Reguer S., Mirambet F. (2012) Materials Chemistry and Physics, 134, 905-911.  
• Rocca E., Vantelon D., Gehin A., Augros M., Viola A. (2011) Acta Materialia, 59, pp. 962-970.

CONTACT : delphine.vantelon@synchrotron-soleil.fr

## SAMBA

### Résistance à la chaleur de polymères (PMMA - Plexiglas®) Rôle des ions métalliques dans les argiles synthétiques - Etude par Quick-XAS

Il est connu que la stabilité thermique des polymères peut être améliorée par l'ajout d'argiles synthétiques de dimensions nanométriques. Jusqu'à récemment, la stabilité apportée par ces argiles était attribuée à des effets de barrière de diffusion, de restriction de mouvement et la formation de charbon. Mais, ces dernières années, un rôle des cations de métaux de transition présents dans les argiles a été proposé.

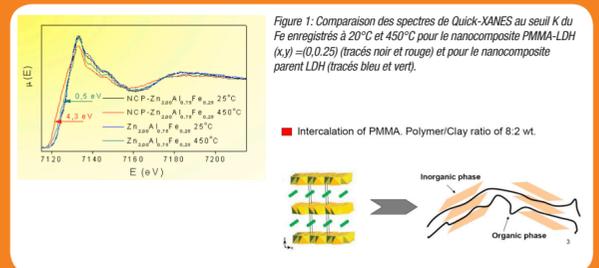
Cette 2<sup>e</sup> hypothèse a été testée sur la ligne de lumière SAMBA de SOLEIL par analyse QuickEXAFS aux seuils K du Cu, Zn et Fe de nanocomposites associant le polymère (PMMA) aux argiles synthétiques type hydroxydes anioniques double lamellaire (HDL), de composition :  $[Zn_{1-x}Cu_x(Al_{1-y}Fe_y)(OH)_2(C_2H_5)_2H_2O]$ , avec (x,y)=(0,0), (1,0), (0,0.25), (1,0.5)

La stabilité thermique des nanocomposites est améliorée en réduisant la quantité de cuivre (x) et en augmentant la quantité de fer (y) dans les argiles anioniques synthétiques (analyse thermogravimétrique).

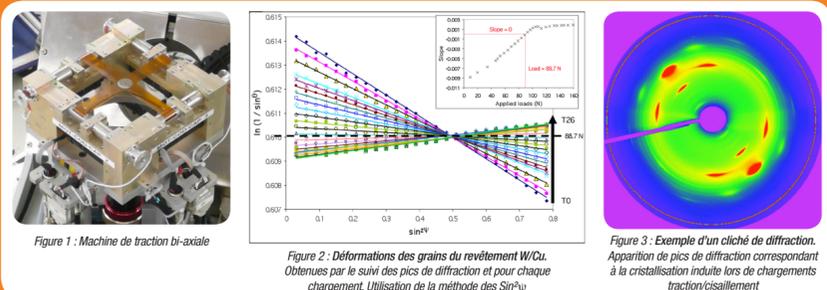
Les spectres de Quick-XAS expliquent ces données : les ions  $Cu^{2+}$  sont réduits en nanodomains  $Cu(O)$  sous l'effet de la chaleur, et l'effet barrière de l'argile est perdu.

Par contre, les ions  $Fe^{2+}$  piègent bien les radicaux durant la décomposition thermique du polymère et augmentent ainsi légèrement sa stabilité thermique.

CONTACTS : • H. W. P. Carvalho, S. H. Pulcinelli & C. V. Santilli : UNESP-Chemistry Institute, Araraquara, Brazil • F. Leroux : LMI-Université Blaise Pascal, Clermont Ferrand  
• V. Briois : Synchrotron SOLEIL, Saint-Aubin ; valerie.briois@synchrotron-soleil.fr



Intercalation of PMMA. Polymer/Clay ratio of 8:2 wt.



## DIFFABS

### Comportement et propriétés mécaniques de matériaux Traction et cisaillement - Etude in situ par diffraction et absorption X

Les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle nanométrique interviennent au niveau de la protection et de la durabilité (revêtement) mais aussi du fonctionnement (applications en optique ou microélectronique). Les enjeux industriels sont donc considérables.

Un dispositif de traction biaxiale original a été développé sur la ligne de lumière DIFFABS de SOLEIL (cf figure 1).

Il permet d'étudier le comportement mécanique de films ultra-minces métalliques déposés sur substrats souples. Les expériences combinent des mesures in situ de diffraction X (XRD ; cf figure 2), réflectivité X (XRR) et absorption X (XAS) + corrélation d'images numériques (DIC).

Sur des élastomères, un second dispositif également développé sur DIFFABS permet par exemple de suivre la cristallisation induite du caoutchouc sous chargement multiaxial, par des mesures de diffraction X in situ en traction / cisaillement (cf figure 3).

Réf. : • Djaziri S., Renault P.-O., Hild F., Le Bourhis E., Goudeau Ph., Thiaudière D., Faurie, D. (2011) J. Appl. Cryst. 44, 1071-79.  
• Pannier Y., Proudhon H., Mocuta C., Thiaudière D., Cantournet S. (2011) J. Synchrotron Radiation, 18(6), 907.  
CONTACT : dominique.thiaudiere@synchrotron-soleil.fr

## CRISTAL

### Structure d'un grain d'or Etude par diffraction X cohérente

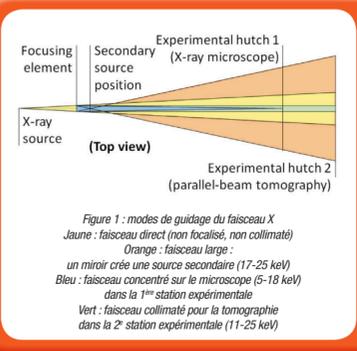
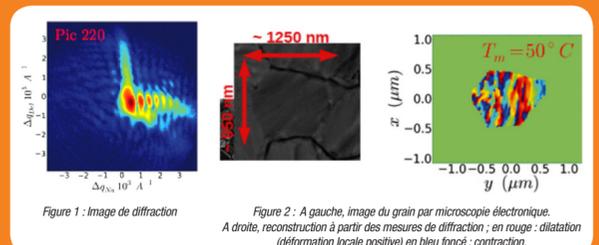
Les synchrotrons de 3<sup>ème</sup> génération permettent d'obtenir des sources de rayons X intenses, de quelques  $\mu m$  et quasi parallèles, caractéristiques favorables pour obtenir des faisceaux X cohérents. L'analyse des figures de diffraction obtenues avec de tels faisceaux permet alors en principe une reconstruction de l'échantillon.

Cette technique a été appliquée sur les lignes CRISTAL (SOLEIL) et ID01 (ESRF) pour étudier un grain d'or isolé, de taille inférieure à  $1 \mu m$ , faisant partie d'un film mince d'or polycristallin déposé sur un substrat de verre. La difficulté réside dans le fait que le faisceau cohérent doit uniquement éclairer le grain à étudier, de manière à l'isoler et à ne considérer que sa seule contribution.

Une fois les images de diffraction collectées, le but est de « reconstruire » l'objet diffractant à partir de ces images, en appliquant de manière itérative des transformées de Fourier directes et inverses aux images de diffraction et en imposant des contraintes à chaque cycle (ex : taille maximale de l'objet). La carte des déformations internes de l'objet alors obtenue n'est accessible que par cette technique.

Ainsi, les auteurs ont récemment déterminé le champ de déformations du grain d'or ainsi que son évolution avec la température.

Réf. : • Vaxelaire N., Proudhon H., Labat S., Kirchlechner C., Keckes J., Jacques V. L. R., Ravy S., Forest S., Thomas O. (2010) New Journal of Physics 12, 035018. | CONTACT : sylvain.ravy@synchrotron-soleil.fr



## En 2015 à SOLEIL : NTOMO

### Micro et nano-imagerie X plein champ

#### Etude de matériaux par tomographie et microscopie X

En construction à SOLEIL, la ligne de lumière NTOMO aura pour but de donner des images 2 ou 3D des échantillons étudiés, grâce à un faisceau X cohérent obtenu notamment grâce à la grande longueur de la ligne (200 m).

NTOMO sera dédiée aux techniques d'imagerie de plein champ par un faisceau X qui pourra atteindre 4 cm de large. L'apport supplémentaire est l'extrême sensibilité des techniques employées, qui permettent d'imager des zones de l'échantillon invisibles avec les techniques classiques, par manque de contraste.

Seront ainsi visibles : microstructures, structures cachées, réseaux poreux (mousses...), réseaux fibreux et vasculaires, défauts (fissures...).

Applications : étude des processus de transport (percolation, flux sanguin), de croissance ou de défaillance et, plus généralement, microstructure d'échantillons ne pouvant être découpés.

CONTACT : timm.weltkamp@synchrotron-soleil.fr



### Témoignage

Sylvie Loison, ingénieur R&D chez Snecma Propulsion Solide (SPS), travaille dans un centre d'excellence technique et industriel pour les matériaux composites thermosturcturaux.

« L'étude réalisée en 2 phases à SOLEIL, dans le cadre d'une prestation complète d'analyse par spectroscopie de photoélectrons X, a permis d'augmenter considérablement nos connaissances des matériaux fibreux par rapport aux informations données par les équipements de laboratoire traditionnels, notamment dans une optique de caractérisation différentielle des fibres utilisées dans les applications aérospatiales ».

CONTACT Industrie : philippe.deblay@synchrotron-soleil.fr