

Chimie

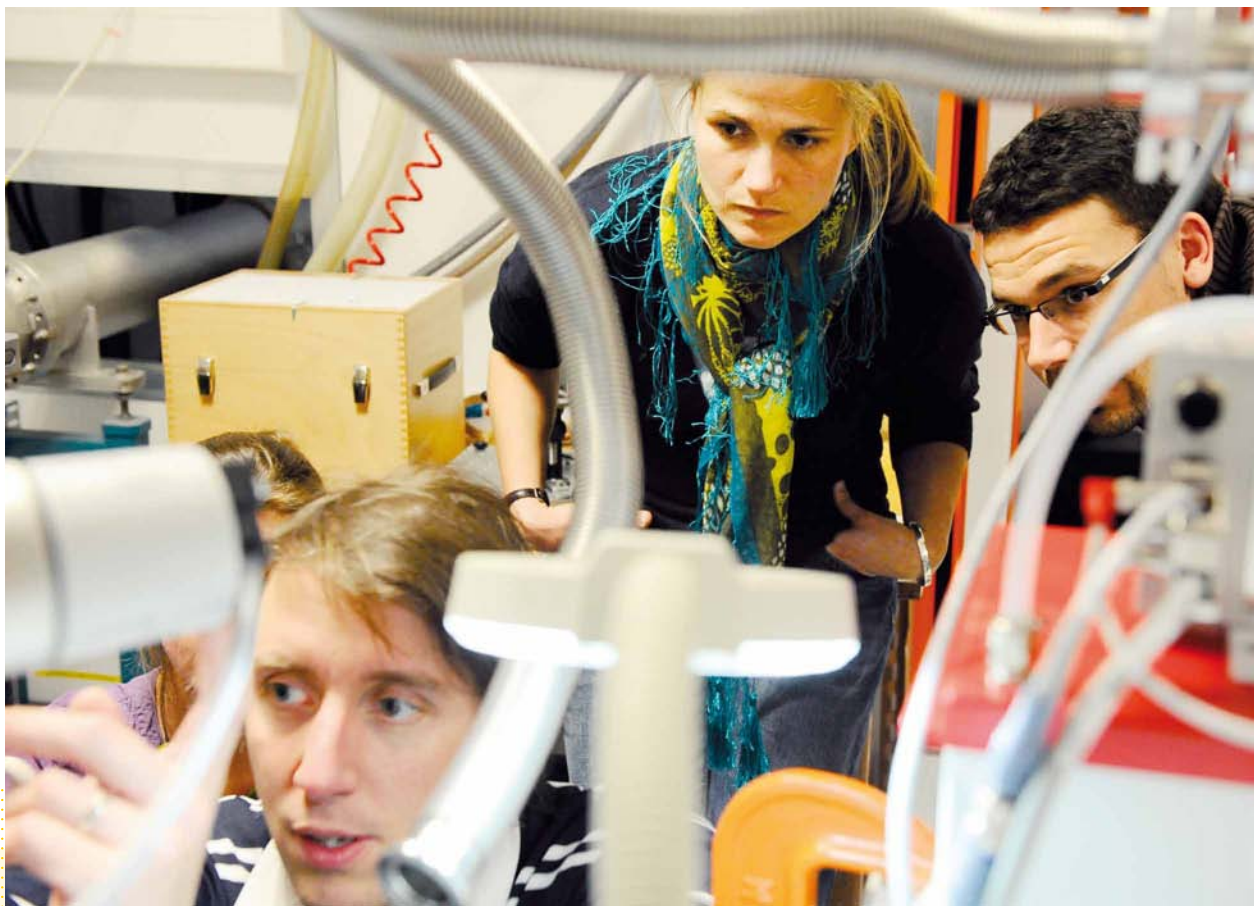
sous lumière



Le rayonnement synchrotron offre des possibilités uniques d'analyse et de compréhension des mécanismes élémentaires, de la réactivité et des propriétés des assemblages et des interfaces. Fondés sur les propriétés électroniques des éléments, ils sont au cœur de la chimie, une discipline fondamentale au sein des sciences de la nature, et dont l'omniprésence dans notre vie quotidienne conduit quelquefois à en oublier l'importance.



Chimie sous lumière

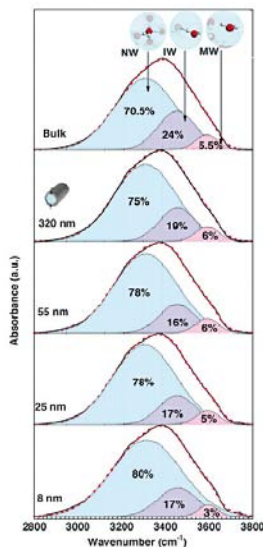


Une partie
de l'équipe
de la ligne AILES.

Les évolutions actuelles, pour ne pas dire les révolutions en termes d'innovations scientifiques et technologiques, s'accompagnent au quotidien de nouvelles applications qui nous concernent tous, qu'il s'agisse des énergies, des matériaux, de la santé, des transports ou des communications. Ce mouvement suscite de nouvelles exigences de connaissances fondamentales, et de maîtrise de qualité, avec des impacts économiques et environnementaux majeurs.

Les interfaces de la chimie avec les autres disciplines sont croissantes et les outils de caractérisation et d'analyse doivent y apporter toutes leurs contributions. Les synchrotrons de 3^e génération y jouent un rôle majeur. Les autres sources de lumière très intenses et pulsées y contribueront bientôt aussi. Les synchrotrons de 3^e génération permettent, par la gamme d'énergie et les propriétés des faisceaux de photons qu'ils délivrent, de mettre en œuvre toutes les méthodologies d'étude des interactions lumière-matière avec des précisions, des sensibilités et des résolutions qui ne cessent de croître, révélant des propriétés de la matière ignorées

jusqu'à ce jour mais indispensables aux exigences mentionnées précédemment. Pour réaliser ce dossier, nous nous sommes appuyés sur des résultats issus d'une sélection parmi les lignes de lumière SOLEIL dont les thématiques de recherche sont les plus fortement liées à la chimie. Les articles ainsi réunis illustrent les applications de la diffraction, de l'absorption X ou IR par les éléments, celles de l'absorption X avec des faisceaux polarisés, et quelques applications qui exploitent la cohérence du faisceau de rayons X. La variété des thématiques que ces méthodologies impactent fortement est remarquable, allant de la biologie aux auto-assemblages moléculaires, des batteries à la séquestration du CO₂, des matériaux nouveaux à ceux du Patrimoine, de l'asymétrie moléculaire aux atmosphères planétaires, ou encore de la chimie des nanoparticules et des interfaces à celle des organisations complexes, hétérogènes et hiérarchiques. En terme de méthodologie, les aspects temporels prennent également toute leur importance, qu'il s'agisse d'étudier des cinétiques de réactions ($\mu\text{s} \dots \text{ms}$) ou bien d'élucider des dynamiques ultra-rapides



Spectres IR dans la gamme spectrale 2800-4000 cm^{-1} (mode d'élongation des liaisons OH) de l'eau en volume et de l'eau confinée dans des pores de 8 nm, 55 nm et 320 nm. Les courbes ont été normalisées. Les spectres IR ont été mesurés dans le mode ATR puis corrigés pour compenser la variation de longueur de chemin effective. Poinçillés : données expérimentales ; courbe continue : ajustement global. La décomposition en trois composantes gaussiennes est présentée ainsi que les % de leurs contributions respectives.

AILES

Réseau aqueux dans les matériaux nanoporeux : le rôle des interfaces

Lorsque de l'eau est confinée dans une cavité nanoscopique, ses propriétés structurales et dynamiques sont modifiées par rapport à celles de l'eau en volume. Les propriétés de l'eau confinée dans des oxydes possèdent un intérêt fondamental ainsi qu'une pertinence pour les applications pratiques, mais l'état du réseau percolatif dans ces cavités rigides est très mal connu. La spectroscopie vibrationnelle est un outil puissant pour étudier l'eau car elle peut fournir des informations sur : (i) les vibrations intramoléculaires au-delà de 1000 cm^{-1} ; (ii) les raies de libration (rotations frustrées) entre 300 et 1000 cm^{-1} et (iii) les raies de translation dans la gamme d'énergie $30-300 \text{ cm}^{-1}$. Jusqu'à présent, la majorité des résultats ont été obtenus sur de l'eau confinée dans de la matière molle. En utilisant le faisceau de la ligne AILES, nous avons mesuré les spectres infrarouge de l'eau confinée dans de la silice poreuse pour différentes tailles de pores en utilisant la technique ATR (Attenuated Total Reflection, soit Réflexion Totale Atténuée). Nous avons choisi des verres de silice contenant un réseau bien défini de pores de tailles comprises entre 8 et 320 nm. Les spectres infrarouge de l'eau confinée dans des verres avec différentes tailles de pores sont présentés pour la région de l'étirement O-H accompagné du spectre équivalent pour l'eau en volume (voir figure). Les trois

gaussiennes correspondent respectivement à de l'eau avec des liaisons H pleinement formées (NW), un état intermédiaire (IW) et avec aucune ou peu de liaisons H formées (MW). Les différences marquées par rapport au spectre de l'eau en volume suggèrent que le réseau aqueux est fortement perturbé même dans les grands pores. Nous constatons un renforcement de la formation du réseau lorsque la taille des pores diminue. Ceci indique que le confinement renforce les liaisons hydrogène entre les molécules d'eau voisines. Ce phénomène peut être lié à un ordre induit par les parois rigides des pores. D'autre part, le remplissage partiel des pores entraîne une modification importante du réseau de l'eau de manière analogue au chauffage du liquide, ce qui suggère que l'interface eau/air joue un rôle inverse de celui de l'interface silice. Ces molécules devraient en effet posséder des liaisons pendantes telles que celles qui existent dans l'eau à des températures supérieures. Il serait pertinent de vérifier l'effet de ces molécules d'eau faiblement liées sur la réactivité.

→ **Contacts : sophie.le-caer@cea.fr; pascale.roy@synchrotron-soleil.fr**

Lire également : S. Le Caer et al. PCCP, DOI: 10.1039/c1cp21980d

(ps... fs) qui gouvernent l'évolution de tel ou tel système sur une échelle plus longue.

Trois lignes de lumière supplémentaires

Aux lignes de lumière dont les résultats sont présentés dans ce dossier, viendront s'ajouter d'ici 2013 trois autres lignes qui contribueront également à la thématique « chimie ». Des lignes qui bénéficieront de développements technologiques majeurs concernant les optiques X et leurs composants, les détecteurs et les sources elles-mêmes. Ces développements sont eux-mêmes le fruit de recherches pluridisciplinaires, et leur mise en œuvre n'est possible que par des équipes aux compétences-métiers complémentaires. Elles permettent aujourd'hui d'aller encore plus loin et de concevoir et construire des lignes de plus de 150 mètres de long, exploitant la cohérence du faisceau et le focalisant jusqu'à des tailles de quelques nanomètres sur un même échantillon, pour des études multimodales (voir article, page 9). Avec de tels instruments au service des commu-

« SOLEIL RÉVÈLE LA STRUCTURE INTIME DES MATIÈRES ANCIENNES OU NOUVELLEMENT CONÇUES PAR LE CHIMISTE. C'EST UN OUTIL INCOMPARABLE POUR SONDER À L'ÉCHELLE ATOMIQUE LES ARRANGEMENTS DES ÉDIFICES OU LEUR RÉACTIVITÉ À TEMPS TRÈS COURTS. »

GILBERT CHAMBAUD, PROFESSEUR À L'UNIVERSITÉ DE MARNE-LA-VALLÉE

nautés scientifiques, le synchrotron SOLEIL offrira des méthodes et des outils d'analyse pour comprendre et explorer la matière à cette même échelle, avec des performances d'un ordre de grandeur supérieur aux possibilités actuelles.

Si les informations spatiales et d'imageries tridimensionnelles aux échelles nanométriques ont une importance évidente dans tous les domaines que couvrent la chimie, les informations temporelles ne le sont pas moins. De telles

DESIRS

Couplage piège à ion – Synchrotron dans le VUV : spectrométrie de masse et photoionisation de biopolymères en phase gaz

Un dispositif original vient d'être mis au point, couplant un spectromètre de masse à piège ionique (ion trap) commercial à la ligne DESIRS de SOLEIL, dont le rayonnement dans le VUV offre une large accordabilité de l'énergie des photons (5-40 eV) et un haut flux de photons (10^{12} – 10^{13} photons/s dans une bande passante de 0.1%). Cette forte quantité de photons permet d'obtenir un signal significatif malgré la faible concentration des espèces analysées : des ions positifs

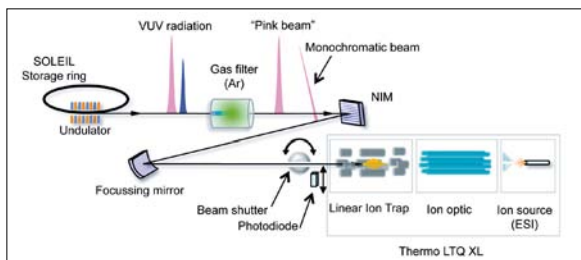


Schéma de principe du couplage du piège linéaire avec la ligne DESIRS. Le rayonnement VUV produit par l'ondulateur électromagnétique (HU640) OPHELIE2 de la ligne est débarrassé de ses harmoniques par filtre à gaz. Le « faisceau rose » ainsi obtenu fait 7 % de bande passante et peut soit être utilisé tel quel pour des expériences nécessitant beaucoup de flux (le monochromateur à l'ordre zéro) soit être rendu monochromatique avec des bandes passantes, en pratique de l'ordre de 10 meV. Un obturateur rapide permet de contrôler les temps d'irradiation des ions dans le piège.

ou négatifs de biopolymères (jusqu'à quelques dizaines de kDa) en phase gazeuse dont on veut comprendre la spectroscopie et le lien entre la structure et photodynamique. L'interaction entre le faisceau de photons et les ions stockés a lieu dans un volume de piégeage de $1 \times 10 \text{ mm}^3$, nécessitant un alignement très fin (à mieux que $100 \mu\text{m}$) de l'expérience par rapport à la ligne. Des premiers résultats obtenus sur le cytochrome c, une protéine de 12 kDa, montrent que le dispositif permet d'ioniser la molécule protonée dans de nombreux états de charge (4+, 5+... 15+), préalablement produits par électrospray et sélectionnés dans le piège. En mesurant le rendement d'ions des différentes espèces présentes dans le piège après interaction avec la RS produites par photoionisation et photofragmentation, en fonction de l'énergie des photons, on obtient des spectres dit « d'action », dont on peut tirer des informations d'ordre spectroscopique, telles que l'énergie d'ionisation. Cette énergie augmente avec la charge : plus la protéine est protonée, plus l'énergie nécessaire à lui arracher un électron est élevée (processus de photoionisation). Cependant, dans

le cas du cytochrome c cette augmentation est assez faible. Ceci pourrait être lié à une structure secondaire relativement souple de la molécule qui, exempte de ponts disulfure, est susceptible d'adopter en phase gazeuse différentes conformations, avec pour conséquence de diminuer le potentiel d'ionisation de la protéine. Ainsi, ces résultats renseignent déjà, indirectement, sur la structure tertiaire de la molécule étudiée, même sans étape de fragmentation - qui pourra être mise en œuvre par la suite.

La chimie analytique et structurale apparaît donc comme l'un des domaines de recherche pour lesquels ce dispositif est un outil prometteur. Pouvoir analyser en phase gazeuse de grosses molécules comme les protéines permet par ailleurs d'avoir accès à des mécanismes intramoléculaires tels que la fragmentation, le transfert de charge ou les processus d'ionisation. Enfin, on peut envisager l'étude des effets des radiations UV sur les molécules biologiques, une thématique plus médicale (photothérapie VUV).

➔ **Contacts :**
alexandre.giuliani@synchrotron-soleil.fr,
laurent.nahon@synchrotron-soleil.fr

... Suite de la page 15

informations sont essentielles pour ce qui concerne les réactivités, tout particulièrement dans les domaines de la catalyse et des énergies. SOLEIL apportera à ces communautés la ligne de lumière ROCK, dédiée à ces études, qui permettra de coupler le suivi des phénomènes catalytiques ou électrochimiques à l'échelle de quelques dizaines de millisecondes, par l'analyse quasi simultanée de l'état et de la spéciation de plusieurs éléments, de la formation ou de la transformation des composants, des réactifs et des produits. Les perspectives dans le domaine des études résolues en temps à SOLEIL sont d'autre part alimentées à court terme avec le développement du « slicing », technique permettant de transférer un peu d'énergie au paquet d'électron à l'aide d'un laser femtoseconde intense et de générer ainsi des pulses X de 100-150 fs (cf Rayon de SOLEIL n°20, p 11). Son intérêt majeur sera de viser des résolutions temporelles encore plus courtes.

Une science complexe, des outils adaptés

La chimie est créatrice, en interface avec l'ensemble des autres disciplines et au cœur d'une science qui gagne en complexité. Ses connexions avec la biologie ont toujours été fortes et se développent aujourd'hui par les innovations « biomimétiques » et « bioinspirées ». Les orientations nouvelles en science des matériaux sont majeures, tandis que la chimie supramoléculaire, les nano-objets et leurs applications, les hybridations organo-minérales, la matière molle, la chimie douce nourrissent des domaines nouveaux et émergents.

Cette complexité de la science moderne, potentiel d'innovation et de bien-être, requiert des plateformes d'analyses et de caractérisations d'excellence, parmi lesquelles le synchrotron national SOLEIL contribuera pleinement par ses développements et ses performances.

SIRIUS

Monocouche d'alcanes semi-fluorés

Les alcanes semi-fluorés ($C_nF_{2n+1}C_mH_{2m+1}$) sont constitués d'une chaîne hydrogénée hydrophobe et d'une chaîne fluorée hydrophobe et lipophile*. Ces molécules présentent de nombreuses potentialités d'applications en raison de ces propriétés antagonistes et de la capacité des chaînes fluorées de transporter les gaz dans des domaines allant de la pharmacologie aux émulsions. Nombre de ces applications dépendent de leur capacité d'auto assemblage qui reste mal comprise. Dans le cas de monocouches déposées à la surface de l'eau (film de Langmuir) ou transférées sur substrats solides, les résultats obtenus par différentes techniques (microscopies optiques, AFM, diffraction rasante ou réflectivité des rayons X) apparaissent contradictoires. Les descriptions varient d'une monocouche homogène avec des molécules organisées en un réseau hexagonal, à la formation de domaines dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètre, mais dont la forme varie énormément d'une étude à l'autre (circulaire, spirales, oblongue, ...).^{1,2}

Nous avons étudié ce système par diffusion aux petits et grands angles des rayons X rasants (GISAXS et



GIXD). Ces deux techniques permettent de déterminer l'organisation des molécules (GIXD) et les éventuelles organisation supramoléculaires (formation de domaines) ou fluctuations de densité (GISAXS).

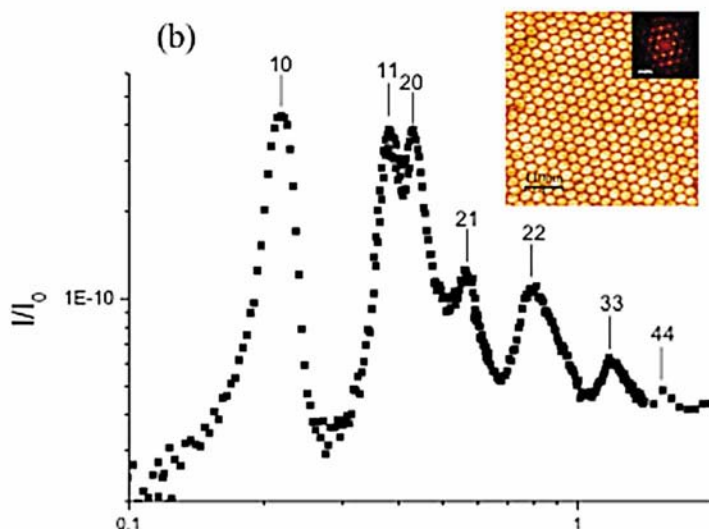
Appliquées aux couches d'alcane semi-fluorés à l'interface eau-air, ces expériences ont mis en évidence la présence de deux réseaux à deux échelles différentes. On observe bien l'organisation des molécules sur un réseau hexagonal dont le paramètre correspond à la section des blocs fluorés ($2,7 \text{ nm}^2$). On remarque cependant que la portée de cet ordre est limitée à quelques molécules. On observe également la présence d'un second réseau hexagonal dont le paramètre particulièrement grand varie de 30 nm à 50 nm en fonction

Cuve de Langmuir installée à l'ESRF pour des expériences de GISAXS sur la ligne ID10B. Un tel montage sera disponible sur SIRIUS.

de l'architecture moléculaire^{3,4,5}. Ce second réseau est compatible avec une organisation cristalline de domaines circulaires. La faible portée de l'ordre moléculaire s'explique alors en considérant que les molécules sont organisées à l'intérieur de ces domaines sans que ces derniers aient de relation de phase bien déterminée. L'observation simultanée de ces deux réseaux permet de clore la controverse quant à la structure de ces monocouches, aussi bien à la surface de l'eau que sur substrat solide. Ces mesures pourront prochainement être effectuées simultanément sur le même échantillon sur substrat solide ou liquide sur la ligne SIRIUS grâce à son diffractomètre présentant deux bras pour supporter détecteurs et fentes de collimation, ainsi qu'un environnement échantillon dédié.

* Les molécules ont été fournies par M.-P. Krafft (ICS, Strasbourg) et E. Filipe (IST, Lisbonne).

Spectre GISAXS d'une couche de F8H18 à la pression bidimensionnelle de 5 mNm^{-1} . Les pics de diffraction sont indexés sur une structure hexagonale de paramètre $40,3 \text{ nm}$. Insert : Image AFM d'une couche de F8H18 déposée par spin coating sur solide montrant l'organisation en domaines mis en évidence par GISAXS sur l'eau.



1. G. Zhang et al. J. Am. Chem. Soc. 127, (2005) 10412 ; A. Gonzalez-Perez et al. Soft Matter, 3, (2007) 191.
2. L. Bardin et al. Thin Solid Films, (2010) 519.
3. L. Bardin et al. à paraître dans Langmuir.
4. L. Bartin, Thèse université Paris VI, 2010.
5. P. Fontaine et al. J. Am. Chem. Soc. 127(2005) 512-513

→ **Contacts :**
 philippe.fontaine@synchrotron-soleil.fr ;
 michel.goldmann@insp.jussieu.fr

SAMBA

Quick-EXAFS et traque du soufre

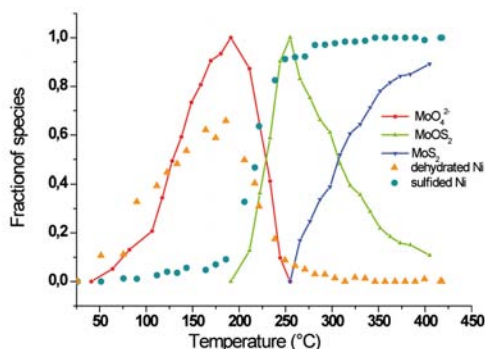


Figure 1 : Proportions des différentes phases de molybdène et de nickel présentes au cours de la sulfuration du catalyseur NiMo séché.



Figure 2 : Montage expérimental.

Pour répondre aux législations environnementales de plus en plus sévères et obtenir des produits pétroliers « propres », l'industrie pétrolière doit améliorer les procédés d'hydrotraitement et plus particulièrement le procédé d'hydrodésulfuration (HDS) qui consiste à éliminer la majeure partie des composés soufrés produisant des molécules polluantes après combustion dans un moteur (SO_x). La réaction d'HDS nécessite

l'utilisation d'un catalyseur bimétallique hétérogène constitué généralement d'une phase lamellaire sulfurée de molybdène, MoS₂, et d'un promoteur (Ni ou Co) localisé en « décoration » à la périphérie des feuillets de MoS₂¹. Pour former les espèces actives, le catalyseur, initialement préparé sous forme oxyde, subit un traitement de sulfuration sous flux de gaz H₂S. L'activité et la sélectivité du catalyseur dépendent à la fois de la bonne dispersion de la phase active sur le support et de la bonne décoration des feuillets par le promoteur. L'amélioration des performances du catalyseur passe donc par la maîtrise de la préparation de ces espèces actives et par la compréhension fine des mécanismes réactionnels mis en jeu. Grâce aux nouveaux équipements de la ligne de lumière SAMBA² (double monochromateur Quick-EXAFS, cellule d'analyse³, système de distribution de gaz...) nous avons pour la première fois réalisé l'analyse in situ simultanée des seuils K du nickel et du molybdène sur un même échantillon dans des conditions réalistes de sulfuration. Nous avons ainsi pu déterminer le processus de sulfuration de catalyseurs dont les paramètres de préparation ont été variés. Ainsi au cours de la sulfuration du catalyseur séché, deux phases

intermédiaires ont été identifiées par XAS : un molybdate isolé MoO₄²⁻ qui se transforme en un oxysulfure {MoOS₂} avant de se convertir en MoS₂. En outre la caractérisation simultanée des deux éléments Ni et Mo a révélé que la sulfuration du promoteur débute avant celle du molybdène. La cinétique de sulfuration du nickel est alors en compétition avec la déshydratation de l'espèce oxyde avant de suivre la cinétique de sulfuration du molybdène avec le même taux de conversion et de la même plage de température. Ces résultats nous amènent à la conclusion que seulement dans la deuxième étape de sulfuration, la phase active MoS₂ décorée par le promoteur est formée et qu'environ 10 % du promoteur forme une phase sulfurée NiS_x non active. Ainsi, de l'élaboration à son activation puis à sa mise en condition de réaction, chacune des étapes clefs de la vie du catalyseur peut être aujourd'hui caractérisée in situ dans des conditions réelles de fonctionnement sur la ligne SAMBA.

→ **Contacts :**
amelie.rochet@synchrotron-soleil.fr;
valerie.briois@synchrotron-soleil.fr

1. H. Topsøe & B. S. Clausen, *Catalysis Reviews-Science and Engineering*, 1984, **26**, 395-420.
2. V. Briois et al. *UVX 2010* (2011), EDP-Sciences 41-47.
3. A. Rochet et al. *Catal. Today*, 2011, **171**, 186-191.

SWING

Matériaux nanocomposites avec renforcement anisotrope contrôlé déclenché par auto-assemblage magnétique

Parmi la gamme complète des matériaux à base de polymères, les nanocomposites remplis de colloïdes durs sont les plus largement utilisés dans l'industrie en raison de leurs excellentes propriétés de renforcement. Cependant, la compréhension et la description des contributions locales des charges et des chaînes sur la réponse macroscopique du matériau en déformation restent à établir. Il est bien connu qu'une diminution de la taille des nanoparticules de renforcement jusqu'à l'échelle nanométrique produit une augmentation de la surface de contact entre les charges et les chaînes de polymères qui améliore grandement les propriétés mécaniques des

nanocomposites¹. L'originalité de nos travaux réside dans l'application d'un champ magnétique externe modéré pendant le traitement des nanocomposites, ce qui provoque l'apparition d'un grand nombre de structures anisotropes. Les nanoparticules magnétiques sphériques, ou charges, s'auto-organisent et forment des structures allant d'un aspect quasi-isotrope jusqu'à des chaînes de nanoparticules alignées et dispersées de manière homogène. Ces résultats ont été démontrés par une étude structurale combinant les expériences de diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) effectuées sur la ligne de lumière SWING avec des expériences de

microscopie électronique à transmission (TEM) (Figure 1). L'anisotropie résultante des propriétés mécaniques est remarquable. Le module de Young peut atteindre des valeurs trois fois supérieures lorsque le matériau en volume est étiré parallèlement aux chaînes par rapport à un étirement perpendiculaire. Ces résultats présentent une corrélation quantitative linéaire avec l'anisotropie de la microstructure. Une telle corrélation quantitative est révélatrice, tant du point de vue du traitement des nanocomposites que de la compréhension de la relation entre la nanostructure locale des charges et les propriétés macroscopiques du matériau. Du point de vue des applications, ces résultats ouvrent

CRISTAL

Les liaisons chimiques révélées par diffraction des rayons X à haute résolution

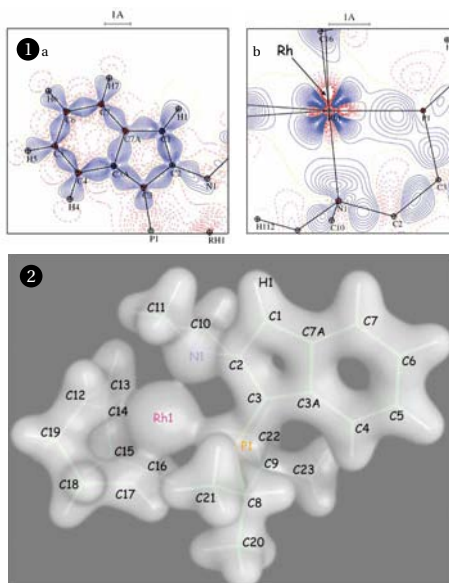


Figure 1a : carte de densité de déformation statique (densité électronique restante après soustraction de la contribution des électrons de cœur) dans les cycles aromatiques d'un complexe du Rhodium, faisant clairement apparaître les liaisons C-C (contour = 0.05 \AA^{-3}).

Figure 1b : carte de densité de déformation statique autour de l'atome de Rhodium (contour = 0.05 \AA^{-3}).

Figure 2 : Représentation tridimensionnelle de la densité électronique (statique) totale dans un complexe de rhodium dans sa forme zwitterionique.

La diffraction des rayons X est une technique incontournable pour déterminer les structures atomiques des matériaux à l'état cristallin. Elle s'applique aussi bien à l'étude des matériaux contenant quelques atomes par maille qu'à des composés en comportant plusieurs milliers (ex. macromolécules telles que les protéines). La technique de la diffraction par les monocristaux reste la plus performante pour les analyses les plus poussées. En particulier, lorsque la qualité cristalline de l'échantillon s'y prête, les intensités diffractées par les plans cristallins jusqu'aux plus grands angles d'incidence (i.e. grands vecteurs de diffusion) peuvent être mesurées permettant non seulement de remonter aux positions et aux déplacements atomiques mais également à la distribution électronique à l'échelle atomique et moléculaire.

De telles expériences requièrent une mesure très précise d'un grand nombre de facteurs de structures et sont couramment réalisées avec des diffractomètres et des sources de rayons X de laboratoire. En revanche, dans les cas difficiles ou l'échantillon est très absorbant et/ou parfait (phénomènes d'extinction), le rayonnement synchrotron (ex. la ligne CRISTAL à

SOLEIL) reste l'ultime recours (brillance, accordabilité de la longueur d'onde, diffraction à courte longueur d'onde) pour minimiser ces effets qui nuisent à la précision des mesures. Les contributions des électrons de cœur et des électrons de valence peuvent alors être distinguées (modèle multipolaire de la densité électronique), autorisant une modélisation de la déformation des nuages électroniques sous l'effet des interactions interatomiques et de la formation des liaisons chimiques. Ainsi, ces expériences donnent non seulement accès à l'arrangement des atomes dans le motif ou dans l'unité asymétrique mais surtout aux interactions interatomiques/liaisons chimiques et donc, d'une manière plus générale, aux propriétés physico-chimiques des matériaux étudiés.

→ Contacts :

pierre.fertey@synchrotron-soleil.fr;
EI-Eulmi.Bendeif@crm2.uhp-nancy.fr

Références :

www.synchrotron-soleil.fr/Soleil/ToutesActualites/2009/ComplexeRhodium
P. Coppens, "X-Ray Charge Densities and Chemical Bonding", International Union of Crystallography Texts on Crystallography (1997)
R.W.F. Bader, "Atoms in Molecules, a Quantum Theory", Clarendon Press, Oxford, New York (1990).

la voie à la conception de nouveaux types de matériaux, dont les propriétés peuvent être anticipées, ainsi qu'au choix et à l'optimisation des paramètres régissant les propriétés finales du matériau (taille des nanoparticules, contenu en charges, intensité du champ appliqué, etc.). D'un point de vue fondamental, une telle corrélation quantitative permettra d'approfondir la compréhension des modèles mécaniques macroscopiques actuels en fournissant l'échelle de longueur spatiale pertinente de telles nanostructures.

J. Jordan J. et al. Materials Science and Engineering A. 2005, 393, 1-11

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

Pour plus d'informations :

Robbes, AS et al. Macromolecules 2010, 43(13), 5785-5796.
Robbes AS et al. Macromolecules 2011, in press.

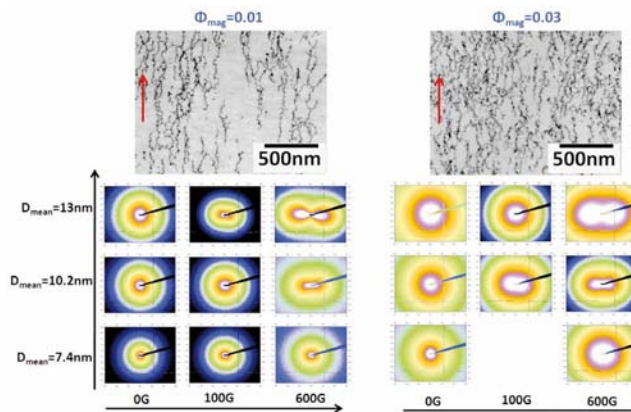


Figure 1 : Influence du champ magnétique sur la dispersion de la nanoparticule dans deux régimes concentrés en fonction de la taille de la nanoparticule. Distributions SAXS 2-D dans l'espace réciproque de la nanostructure des films pour $\Phi_{\text{mag}}=0,01$ (à gauche) et $\Phi_{\text{mag}}=0,03$ (à droite), et pour trois diamètres moyens de nanoparticules (de bas en haut : nanoparticules S ($D_{\text{moy}}=7,4 \text{ nm}$),

nanoparticules M ($D_{\text{moy}}=10,2 \text{ nm}$) et nanoparticules L ($D_{\text{moy}}=13 \text{ nm}$) pour trois valeurs du champ magnétique (de gauche à droite : $B=0 \text{ Gauss}$, $B=100 \text{ Gauss}$ et $B=600 \text{ Gauss}$). Images TEM correspondantes de films pour $\Phi_{\text{mag}}=0,01$ et $\Phi_{\text{mag}}=0,03$ pour des nanoparticules L ($D_{\text{moy}}=13 \text{ nm}$) synthétisées dans un champ magnétique de 600 Gauss. La flèche rouge indique la direction du champ magnétique appliqué.