

MATÉRIAUX

2014

24-28 nov.

Montpellier



RECUEIL DES RÉSUMÉS
Colloques 15

Sommaire

- [15 - Grands instruments et études des matériaux](#) (n=37)
- [Index des auteurs](#)

15 - Grands instruments et études des matériaux

KN-15-47

Structure de matériaux nanocomposites par diffusion aux petits angles (SAXS et SANS) : agrégation des nanoparticules et conformation des chaînes de polymère

15 - Grands instruments et études des matériaux

#KN-15-47

A. Banc, A.C. Genix, C. Dupas, J. Oberdisse.

Laboratoire Charles Coulomb - Montpellier (France).

L'incorporation de nanoparticules dans des matrices polymériques est couramment utilisée pour améliorer les propriétés des matériaux (mécaniques, thermiques, optiques, électriques, de transfert...). Ces dernières sont fortement dépendantes de la microstructure développée au sein du matériau. Alors que la fraction volumique et la taille des particules sont déterminées par la formulation, la dispersion est plus difficile à contrôler.

Dans cet exposé nous nous intéresserons à des nanocomposites modèles formulés à partir de solutions colloïdales de silice et de nanolatex d'acrylates qui permettent d'obtenir des nanocomposites aux dispersions de particules variées en utilisant différents paramètres : la charge de surface des nanoparticules, le rapport de taille entre les particules de latex et de silice (R), et la masse molaire des chaînes de polymères. Nous montrerons que des agrégats répulsifs de taille variable peuvent être obtenus en jouant sur le pH¹. Une bonne dispersion des particules est obtenue pour des tailles comparables de particules de polymère et de silice, alors qu'un réseau de particules de silice décorant les particules de latex est mis en évidence lorsque le rapport R est grand. Enfin, en diminuant la masse molaire de la matrice, des agrégats fractals de taille croissante sont générés². L'ensemble des dispersions

de silice a été étudié par la combinaison de techniques de diffusion aux petits angles (SAXS) réalisées sur des grands instruments (pour la large gamme de vecteur d'onde disponible) et de microscopie électronique à transmission (TEM). Nous verrons que pour de faibles fractions volumiques de particules les résultats SAXS et TEM ont pu être quantitativement corrélés par des simulations Monte Carlo d'agrégats polydispersés².

Par ailleurs la structure des chaînes de polymère a pu être suivie par des mesures de diffusion de neutrons (SANS) réalisées dans des conditions de contraste moyen nul (en utilisant des latex hydrogénés et deutérés). Nous verrons que la cinétique de dissolution de billes de latex au sein du matériau est impactée par les nanoparticules de silice alors que le rayon de giration des chaînes demeure constant³.

¹Tatou, M. et al *Macromolecules* 2011, 44, 8699.

²Banc, A. et al. submitted to *Macromolecules* 2014.

³Genix, AC. et al. *Macromolecules* 2012, 45, 1663.

CM-15-54

Elaboration et caractérisation structurale de films polymères ultraminces.

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-54

A. Lounis, S. Benfattoum, B. Guédioura, K. Chéraitia.

université - Alger (Algérie).

Elaboration et caractérisation structurale de films polymères ultraminces.

S. Benfattoum¹, A. Lounis*¹, B. Guedioura², K. Cheraitia

¹Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux. U.S.T.H.B, BP 32 El Alia. Alger. Algérie

²Division réacteur. CRND. Draria. 16050 Alger. Algérie.

*Auteur correspondant : zlounis@yahoo.com

Dans la panoplie d'outils d'études de films minces, la réflectivité spéculaire de neutrons ($\theta/2\theta$) est actuellement une technique directe permettant de déterminer des profils en profondeur des couches minces. Le travail consiste en l'élaboration et la caractérisation des films ultraminces à l'aide de la technique de la réflectivité spéculaire des neutrons thermiques (division réacteur NUR de Draria Alger)

L'élaboration des films minces se fera au moyen d'une nouvelle technique de préparation basée sur le dépôt d'un film mince sur une surface plane solide. Cette méthode connue sous le nom de «spin coating» permet d'obtenir des matériaux denses et homogènes de très faible épaisseur, après une évaporation rapide et totale du solvant. Le but de ce travail concerne la technique de réflectivité de neutrons. Nous déterminons les principales caractéristiques d'un film ultramince comme la mesure de l'épaisseur du film polymère, la densité et la rugosité des surfaces / interfaces [1, 2]. Deux types de films polymères ont été synthétisés: l'un en polyméthacrylate de méthyle et le second en triacétate de

cellulose avec un ajout de plastifiant (éther d' octyle o -nitrophényl) L'exploitation des spectres de réflectivité obtenus nous a permis de mesurer l'épaisseur de la peau d'un film membranaire ultramine de 160 nm. Pour compléter la caractérisation des films nous avons observé les surfaces au microscope électronique à balayage.

References

[1] J. Penfoldt, R. K Thomas "The application of the specular reflection of neutrons to the study of surfaces and interfaces" J. Phys.: Condens. Matter 2 ,(1990), 1369-1412.

[2] C. Fermon, F. Ott, A. Menelle. X-ray and neutron reflectivity: principles and applications. J. Daillant, A. Gibaud edition, 1999.

CM-15-88

Emissivité à haute température de revêtements métalliques pour l'optimisation thermique de l'instrumentation embarquée de la mission Solar Probe Plus

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-88

M. Balat-Pichelin ¹, E. Brodu ¹, J.L. Sans ¹, J.C. Kasper ².

¹PROMES-CNRS - Font-Romeu Odeillo (France), ²SAO Harvard - Cambridge, Ma (États-unis).

La mission Solar Probe Plus (NASA, lancement Juillet 2018) s'approchera de la couronne solaire à environ 6,6 millions de km (9,5 rayons solaires) de la surface du soleil dans une région qu'aucun autre satellite spatial n'a jamais rencontré, afin de comprendre le chauffage de la couronne solaire et l'accélération des vents solaires. Un bouclier de protection thermique protège la charge utile du rayonnement thermique et des vents solaires (protons). Toutefois, certaines parties métalliques de l'instrumentation de bord feront directement face au soleil pour effectuer des mesures in situ dans la couronne solaire : la coupelle de Faraday de SWEAP (Solar Wind Electrons Alphas and Protons investigation, SAO, Univ. Harvard, Etats-Unis) et les antennes de FIELDS (Electromagnetic Fields Investigation, SSL Univ. Berkeley, Etats-Unis). Parmi les propriétés des matériaux qui sont importantes pour ces deux instruments exposés au soleil, les propriétés thermo-radiatives sont déterminantes car elles conditionnent l'équilibre thermique.

Deux solutions ont été choisies pour optimiser la conception thermique de la coupelle de Faraday de l'instrument SWEAP pour abaisser sa température d'équilibre : 1 – l'utilisation de revêtements métalliques texturés à forte émissivité sur les parties de la coupelle non directement exposées au flux solaire et 2 – le recouvrement du fond de la coupelle, directement exposé au soleil, par un métal à faible rapport α/ε : absorptivité solaire/émissivité totale hémisphérique.

Les revêtements de forte émissivité étudiés sont des métaux réfractaires texturés : W sur W, Re sur TZM et Mo sur Mo. Ces revêtements sont chauffés jusqu'à 1900 K sous ultravide (10^{-5} Pa) en utilisant l'énergie solaire concentrée dans le réacteur MEDIASE placé au foyer du four solaire de 1 MW. L'émissivité dans les différentes gammes spectrales est obtenue en utilisant des filtres, comme par exemple de 0,6 à 2,8 μm approchant l'absorptivité solaire. L'émissivité totale (0,6 à 40 μm) directionnelle (mesurée) et hémisphérique (obtenue par intégration des données directionnelles) des échantillons a été obtenue dans la gamme de température de 1100 à 1900 K. Cette étude porte sur l'évolution des propriétés thermo-radiatives et de la microstructure des revêtements en fonction de la température et du temps. Les résultats obtenus sur ces revêtements à forte émissivité seront présentés et comparés à ceux d'échantillons non texturés (W, Re, Mo, W-25Re) obtenus précédemment.

CM-15-93

Oxydation de céramiques UHTC sous conditions extrêmes en four solaire

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-93

L. Charpentier ¹, M. Balat-Pichelin ¹, D. Sciti ², L. Silvestroni ².

¹PROMES-CNRS - Font-Romeu Odeillo (France), ²CNR-ISTEC - Faenza (Italie).

L'amélioration des techniques de frittage et de dépôt de revêtement a permis de favoriser la production de matériaux céramiques résistants à très hautes températures (UHTC), certains comme les carbures de zirconium et de hafnium présentant un point de fusion supérieur à 3000 K. Ces matériaux sont envisagés pour la conception de récepteurs solaires des futures centrales solaires à concentration, opérant à plus haute température que les actuels récepteurs métalliques. Le principal verrou à surmonter est l'oxydation des UHTC sous air, ce gaz caloporteur étant le moins cher et le moins polluant pour les systèmes solaires à concentration. L'introduction de silicium dans la composition permet, par la formation de silice protectrice en cours d'oxydation, de réduire la cinétique d'oxydation et d'augmenter la durée de vie du matériau.

Le laboratoire PROMES dispose sur son site d'Odeillo (66) de plusieurs fours solaires aux foyers desquels des réacteurs permettent d'étudier, sous différentes atmosphères, la réponse d'un matériau à de très hautes températures avec l'avantage d'un régime transitoire très court (quelques secondes suffisent pour passer de 300 à 2500 K). Le REacteur Hautes Pression et Température Solaire (REHPTS), placé au foyer du four solaire de 6 kW, est particulièrement adapté pour étudier la réponse d'un matériau candidat aux applications « récepteur solaire » et l'échantillon est placé de telle sorte qu'une surface de 1 cm² reçoive un flux solaire concentré homogène obtenu par défocalisation. Le REHPTS est équipé des outils d'analyse in-situ suivants : spectrométrie de masse, pyrométrie optique et capteur de pression, caméra vidéo. Les échantillons peuvent aussi être analysés après traitement par MEB, DRX, profilomètre optique 3D...

Des résultats seront présentés sur le comportement sous air de matériaux UHTC élaborés par frittage, candidats pour les récepteurs solaires du futur. La nature du carbure (ZrC ou HfC) ou de l'additif de frittage utilisé (TaSi₂, MoSi₂, ZrSi₂, SiC...) joue sur la tenue du matériau qui peut présenter différents faciès d'oxydation à 1800,

2000 et 2200 K : couches d'oxyde qui se détachent ou qui restent parfaitement adhérentes, formation de bulles liée à la production de silice liquide et de gaz CO, CO₂ ou SiO, variation de masse plus ou moins significative... Cette analyse permet d'identifier les candidats les moins affectés par le vieillissement à la température maximale de fonctionnement possible.

CM-15-143

Les matériaux d'électrode pour batteries Li-ion et la spectroscopie d'absorption des rayons X: approches ex situ, in situ et operando.

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-143

C. Marino ¹, M. Fehse ², A. Darwiche ³, M.T. Sougrati ³, L. Aldon ³, B. Donnadiou ³, J. Fullenwarth ³, B. Fraisse ³, L. Monconduit ³, L. Stievano ³.

¹Department of Chemistry - Munich (Allemagne), ²Institut de Recerca en Energia de Catalunya (IREC) - Barcelona (Espagne), ³ICGM-AIME UMR 5253 - Montpellier (France).

La recherche de nouveaux matériaux d'électrodes de haute performance pour les batteries Li-ion nécessite d'une compréhension précise et approfondie des mécanismes de réaction électrochimique qui ont lieu pendant le processus de charge/décharge. Pour atteindre cet objectif, les études ex situ de matériaux d'électrode sont maintenant largement complétées par des mesures in situ utilisant des outils complémentaires tels que les techniques spectroscopiques et de diffraction, permettant la caractérisation à la fois structurales et électroniques des matériaux dans les conditions du cyclage électrochimique. Une approche in situ permet d'éviter de nombreux inconvénients liés au transfert de l'échantillon hors de la cellule de mesure, et l'altération d'espèces sensibles à l'air et/ou à l'humidité est ainsi évitée. L'utilisation de techniques dans des conditions operando, c.à.d. in situ dans les conditions de réaction, permet de suivre en direct le mécanisme électrochimique, en s'affranchissant des éventuels effets de relaxation, particulièrement critiques pour les électrodes à base de matériaux de conversion. Les problèmes d'échantillonnage sont également évités car l'échantillon reste dans la même position durant toute la série de mesures. Enfin, l'ensemble de l'étude est réalisée sur une batterie unique, supprimant ainsi les effets inhérents à la cellule.

Parmi les techniques applicables in situ et operando, la spectroscopie d'absorption des rayons X (XAS) est un outil particulièrement puissant. La XAS est une technique sélective quant à l'espèce atomique observée, et fournit des informations détaillées

sur les propriétés structurales à faible distance d'une grande variété de matériaux, notamment les matériaux d'électrodes pour batteries au lithium. Dans ce travail, nous présenterons son utilisation pour l'étude de deux familles de matériaux d'électrodes impliquant des mécanismes différents : les matériaux d'intercalation, avec les phosphates de structure olivine et les titanates, et les matériaux de conversion, avec les pnictogénures de métaux de transition. En particulier, la comparaison des résultats operando et ex situ de cette dernière famille de matériaux montrera l'importance des outils d'analyse en temps réel pour l'étude de réactions électrochimiques.

AF-15-159

Effet du temps et d'un polymère sur le comportement rhéologique d'une barbotine utilisée dans la céramique

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-159

L. Hammadi ¹, N.E. Boudjenane ², M. Belhadri ², M. Mekkaoui ².

¹Faculté des Sciences et de la Technologie, Université de Mascara, B.P. 763, Route de Mamounia, Mascara 29000, Algérie - Mascara (Algérie), ²Laboratoire de Rhéologie, Transport et Traitement des Fluides Complexes (LRTTFC), Faculté d'Architecture et de Génie civil, Département d'Hydraulique, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran (USTO MB) B.P. 1505 Oran-EL-M'naouar 31000, Algérie - Oran (Algérie).

Dans cet article, nous avons étudié l'effet du temps et du xanthane sur le comportement rhéologique d'une barbotine utilisée dans la fabrication de la céramique de la société CERAMIR Algérie. Le comportement viscoélastique du matériau étudié durant la phase de fluage et de recouvrance en fonction du temps est modélisé par le modèle de Kelvin-Voigt. L'augmentation du temps de fluage-recouvrance, montre une augmentation lente de la viscosité newtonienne correspondant au régime permanent et de la complaisance élastique instantanée et retardée. En revanche la présence de l'xanthane dans le mélange barbotine-xanthane a entraîné une augmentation de la viscosité apparente et une amélioration du paramètre structural de barbotine.

CM-15-171

Analyse in situ et en temps réel des effets d'un champ magnétique sur la solidification d'alliages métalliques

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-171

L. Abou Khalil ¹, G. Reinhart ¹, G. Salloum Abou Jaoude ¹, N. Mangelinck ¹, J. Wang ², Y. Fautrelle ³, H. Nguyen-Thi ¹.

¹Aix-Marseille Université & CNRS, IM2NP, UMR 7334, Campus Saint Jerome, Case 142, 13397 Marseille Cedex 20 - Marseille (France), ²Dept.of Material Science and Eng - Shanghai (Chine), ³SIMAP/EPM-Madylam/CNRS, ENSHMG BP 75, 38402 St. Martin d'Hères Cedex - Grenoble (France).

La solidification dirigée d'alliages métalliques consiste à former un solide à partir de sa phase liquide par un processus de refroidissement contrôlé. Il est bien connu que les propriétés du matériau final sont fortement liées aux microstructures formées durant la croissance ainsi qu'à la ségrégation qui les accompagne. Cette dernière est particulièrement sensible aux mouvements hydrodynamiques naturels dans le bain fondu, causé par la gravité, qui modifient les bilans locaux de température ainsi que concentration en soluté, et ensuite la dynamique de formation des microstructures [1].

L'application d'un champ magnétique est un moyen privilégié, sans contact, pour contrôler les mouvements convectifs dans le bain fondu. En effet, le champ magnétique permanent agit sur l'écoulement du métal liquide par un double effet: d'une part il crée une force électromagnétique de freinage (force de Lorentz), qui réduit les inclusions et améliore l'uniformité de la composition [2]. D'autre part, il interagit avec le courant thermoélectrique généré par l'effet de Seebeck au voisinage de l'interface liquide/solide et crée une force thermo-électro-magnétique, qui agit sur la phase liquide et la phase solide [3,4].

L'analyse des effets d'un champ magnétique permanent sur les microstructures de solidification a été réalisée *in situ* et en temps réel. Des expériences ont été effectuées, à l'ESRF-Grenoble, au cours desquelles l'application de la radiographie X synchrotron s'est révélée un outil d'étude pour suivre la dynamique de la solidification des alliages métalliques sous champ magnétique [5]. La visualisation *in situ* de la

solidification sous champ magnétique a montré que la trajectoire des grains équiaxes était totalement modifiée sous l'action de la force thermo-électro-magnétique [6]. La comparaison des expériences pour différents valeurs du gradient thermique et du refroidissement, avec un modèle simple supposant les particules solides sphériques montre un bon accord.

Références:

- [1] H.Nguyen-Thi, et al., Journal of Physics: Conference Series 327 (2011) 012012.
- [2] R.Moreau, Magnetohydrodynamics, Kluwer Publications, Dordrecht, The Netherlands, 1990.
- [3] J.A. Shercliff, J. Fluid Mech., 91 (1979) 231-251.
- [4] P. Lehmann, et al., Acta Materialia, 46 (1998) 4067-4079.
- [5] H.Nguyen Thi, et al., Comptes Rendus Physique, 13 (2012) 237-245.
- [6] J. Wang, et al., Appl. Phys. Lett., 101 (2012).

CM-15-195

Observation synchrotron en diffraction des rayons X de l'évolution cristallographique du titane- α après diffusion d'oxygène

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-195

J. Baillieux, D. Poquillon, B. Malard.

Université de Toulouse, CIRIMAT, INP-ENSIACET, 4 allée Emile Monso - BP 44362 - 31030 - Toulouse (France).

Les alliages de titane ont de nombreux atouts et sont largement utilisés dans les domaines du médical, du spatial et de l'aéronautique. La bonne rigidité spécifique des alliages de titane associée à leur excellente tenue à la corrosion en font des matériaux très utilisés dans l'industrie aéronautique et spatiale. Cependant, ils sont sensibles à l'oxydation qui doit être prise en compte car la forte réactivité du titane avec l'oxygène conduit non seulement à la formation d'une couche d'oxyde en surface (TiO_2) mais aussi à une diffusion et un enrichissement en oxygène du métal sous-jacent [1].

Cette solution solide formée est plus dure et plus fragile que le métal initial. Cette modification des propriétés mécaniques est à prendre en compte en particulier pour les structures minces. Il est cependant intéressant de relier l'enrichissement en oxygène non seulement à la dureté locale mais aussi à l'évolution des paramètres de la maille cristalline. En effet la diffusion et l'insertion de l'oxygène dans des sites octaédriques de la maille hexagonale du titane- α entraîne une évolution des paramètres de mailles a et c proportionnelle à la dureté et à la concentration en oxygène locale [2].

Le but de cette étude a été de caractériser l'évolution des paramètres de maille (a et c) directement sur la zone de diffusion d'un alliage de titane commercialement pur oxydé sous air. Sur plusieurs éprouvettes minces pré-oxydées dans différentes conditions, la zone de diffusion de l'ordre de la centaine de micromètres a été analysée par diffraction du rayonnement X Synchrotron. Les paramètres

microstructuraux mesurés ont ensuite été comparés aux analyses de microdureté et à la teneur en oxygène le long de la zone de diffusion.

[1] J.L. Murray and H.A Wriedt, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, (1987), 8(2), 148

[2] D. David, E.A. Garcia, X. Lucas and G. Beranger, J. Less Common. Met. (1979) 65, 51

CM-15-232

Caractérisation in situ sous rayonnement synchrotron de la transformation martensitique dans l'alliage superélastique Ti-24Nb-4Zr-8Sn

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-232

Y. Yang, P. Castany, M. Cornen, T. Gloriant.

Institute of Chemical Sciences of Rennes, UMR CNRS 6226, INSA Rennes - Rennes (France).

Les alliages de titane sont de très bons biomatériaux grâce à leur faible densité, leur haute résistance, leur bonne résistance à la corrosion et leur biocompatibilité. Par l'addition d'éléments b-stabilisateurs comme le niobium, la phase b-métastable peut être obtenue à la température ambiante. Cette phase possède alors un faible module d'Young et peut présenter des propriétés particulières de superélasticité et/ou de mémoire de forme. Ces propriétés sont dues à une transformation martensitique réversible entre une phase mère (la phase b, cubique centrée) et une phase martensite (la phase a", orthorhombique C-centrée) induite soit par température, soit sous l'action d'une contrainte externe (Stress-Induced Martensite, SIM). En raison de sa réversibilité, la transformation martensitique n'est pas facile à étudier dans l'alliage Ti-24Nb-4Zr-8Sn superélastique.

Pour caractériser cette transformation martensitique induite sous contrainte, nous avons donc réalisé des essais de traction cycliques in situ sous rayonnement synchrotron (SXR) à l'ESRF de Grenoble sur la ligne ID31. À partir des diffractogrammes obtenus, les paramètres de maille des deux phases b et a" ont été analysés à la charge et après la décharge. L'évolution des différents pics de diffraction et des paramètres de maille durant les cycles de traction révèle la séquence de déformation de cet alliage : la déformation élastique de la phase b se produit en premier lieu, suivie ensuite de la nucléation et la déformation élastique de la phase a", et finalement d'une déformation plastique du matériau.

AF-15-310

La dilatométrie optique - nouvelle technique d'analyse

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-310

H.W. Marx, M. Raithel.

Linseis Messgeräte GmbH - Selb (Allemagne).

La dilatométrie est une technique de mesure utilisée depuis des décennies pour la caractérisation de divers matériaux afin de déterminer leurs coefficients d'expansion. Nous allons aborder deux différentes méthodes de mesure par dilatométrie:

En premier temps, nous présenterons la dilatométrie traditionnelle, qui a pour but de mettre un piston poussoir en contact avec l'échantillon qui transmet alors le signal à un capteur de déplacement. La force exercée par ce piston peut influencer l'expansion de l'échantillon, notamment pour des échantillons mous qui se déforment sous une pression externe.

Dans un second temps, c'est la dilatométrie optique dont nous allons parler. Celle-ci évite le contact avec l'échantillon car la mesure se fait à l'aide d'une caméra CCD contrairement à la dilatométrie traditionnelle ! Les images acquises peuvent alors être évaluées pas seulement pour la mesure dilatométrique mais également pour d'autres caractéristiques comme le point de fusion, l'angle de contact, la mouillabilité, etc. Cette technique permet également l'analyse à l'intérieur de trous.

La dilatométrie optique présente d'autres avantages tels que :

- le couplage avec la technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC)
- la possibilité de l'utiliser comme un microscope chauffant
- la mesure en deux ou même 3 dimensions (2D, 3D)

Nous présenterons des vidéos avec des exemples d'applications.

AF-15-339

CACAO (Cibles d'Actinides et Cibles radioActives à Orsay): installation dédiée à la fabrication et à la caractérisation de couches minces radioactives

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-339

V. Petitbon-Thévenet ¹, C.O. Bacri ¹, J. Mottier ¹, H. Lefort ¹, F. Fortuna ², C. Le Naour ¹.

¹CNRS/IPNO - Orsay (France), ²CNRS/CSNSM - Orsay (France).

Motivations

Besoin de couches minces d'actinides (cibles à irradier sous faisceau) pour étude de la gestion des déchets nucléaires/synthèse et étude des éléments superlourds/communauté astrophysique

Moyens

La technique de fabrication est l'électrodéposition après purification du radioélément par séparation si nécessaire. Le développement de dépôts de Th et d'U sur une sous-couche mince ($e=750\text{nm}$) de \varnothing 8cm a été validé. Les premières cibles ont été utilisées au CERN. Une étude est en cours sur l'électrodépôt de Pu,Cm et Cf ainsi que le dépôt recto-verso d'U.

Une bonne connaissance de l'homogénéité du dépôt, de ses constituants (chimiques/isotopiques) et de son épaisseur est indispensable pour la réalisation des expériences de physique. En interne, la spectrométrie α permet de mesurer l'épaisseur des couches et de déterminer leurs contaminants. L'homogénéité est mesurée par autoradiographie.

Aucune installation nucléarisée n'est disponible en France mais nous avons pu réaliser des mesures RBS et MEB/EDX sur de l'U. Les résultats ont montré que le

dépôt était constitué d'un mélange complexe UO_2 , UO_3 , UO_3-H_2O , UO_4-H_2O , U_3O_8 plus épais que prévu. La structure de surface a montré une forte rugosité et des dislocations. Ces données sont essentielles pour anticiper la perte d'énergie du faisceau et des produits de réaction dans la cible.

Projet ACTIV

ACTIV permettra de réaliser la R&D nécessaire sur des matières radioactives grâce à des analyses de surface en zone surveillée et non contrôlée. Cette chambre à réaction, appelée C²ASCERA permettra des mesures par analyse par faisceaux d'ions (RBS,NRA,PIXE) et par MEB/EDX sur des échantillons jusqu'à 8 cm de diamètre.

Les 2 enjeux principaux sont d'assurer la non contamination de la ligne fournissant le faisceau d'ions (ARAMIS au CSNSM) et de garantir le confinement de la matière et la décontamination de la chambre et des matériels embarqués.

Le prototype C²ASCERA phase1 est en cours de test pour valider qu'aucune dissémination de la cible n'aura lieu sur la ligne de faisceau après une rupture de vide inopinée.

1er test : dispersion de fluorescéine et analyse spectrométrie visible

2ième test : dispersion d'un métal lourd comme l'oxyde de tantale et analyse RBS

3ième test : dispersion d'¹³¹I et spectroscopie gamma

Réseau de laboratoires de couches minces

Un réseau de laboratoires de fabrication et de caractérisation de couches minces est en cours de constitution via le programme européen CHANDA (new CHallenges for Nuclear DAta).

CM-15-345

Les ions rapides au service des matériaux

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-345

D. Muller.

ICube CNRS-Université de Strasbourg - Strasbourg (France).

Les ions ayant acquis de l'énergie lors d'une accélération dans un champ électrique (implanteur, accélérateur) cèdent leur énergie, lorsqu'ils pénètrent dans la matière, soit aux électrons (diffusion inélastiques) soit aux atomes (diffusion élastique). Ces deux modes de perte d'énergie dépendent de la nature du matériau, de l'ion et de son énergie. De ces échanges il en découle un effet de ralentissement et de diffusion des ions qui peuvent être mis à profit soit pour sonder la matière, soit la transformer.

Nous nous intéresserons dans un premier temps à l'interaction d'ions légers d'énergie de quelques MeV avec les atomes constitutifs des matériaux qui est à la base des méthodes d'analyse IBA (Ion Beam Analysis). Ces méthodes d'analyse (RBS, PIXE, NRA, ERDA, canalisation) se distinguent par la nature des rayonnements mesurés (nature des particules, photons) et des conditions d'analyse. Leurs principes, leurs forces et leurs faiblesses seront décrits à travers plusieurs exemples.

La modification de la matière par incrustation ou par irradiation par des ions est une méthode hors équilibre thermodynamique athermique qui permet d'accéder à des sursaturations, des changements de phase, des phénomènes d'auto-organisation qui seront évoqués dans un second temps. Un rapide tour d'horizon des multiples champs d'applications de ces processus allant des biomatériaux à l'archéométrie sera effectué.

Les outils nécessaires à de telles études, à savoir implantateurs et accélérateurs, leurs performances ainsi que le savoir-faire de ICube dans ce domaine seront présentés.

CM-15-632

Chemical composition of nano-phases studied by anomalous small-angle X-ray scattering (ASAXS)

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-632

M. Dumont ¹, I. Morfin ², F. De Geuser ³, L. Commin ⁴, F. Legendre ⁵, P. Maugis ¹, S. Jégou ⁶, L. Barrallier ⁶.

¹IM2NP UMR CNRS 7334 AMU - Marseille (France), ²Univ. Grenoble 1/CNRS, LIPhy UMR 5588 - Grenoble (France), ³SIMaP, Grenoble INP-UJF-CNRS - Grenoble (France), ⁴KIT, Institute for Applied Materials - Karlsruhe (Allemagne), ⁵CEA, DEN, SRMP - Gif-Sur-Yvette (France), ⁶MSMP-Arts et Métiers ParisTech - Aix-En-Provence (France).

Anomalous small-angle X-ray scattering (ASAXS) is a technique developed in the 1980s. It offers the opportunity to go further in the investigation of nano-objects by providing chemical information besides characteristic features like size and volume fraction given by classical SAXS. ASAXS is an element-selective technique based on the anomalous variation of the scattering factor near the absorption edge of one chosen element. This technique requires a tunable wavelength of the incident beam that is available on synchrotron radiation sources.

In this study, a simple approach is proposed and detailed to extract chemical information from anomalous SAXS data. To illustrate the procedure, two examples are treated by applying this data processing. The first one aims to discriminate between different possible phases in the Y-Ti-O system that may form nano-oxides in oxide-dispersion-strengthened (ODS) steels, materials for future nuclear plants. The second one deals with the composition of nano-precipitates formed in the diffusion layer of nitrided steels. Such information is of prime importance to evaluate the maximum nitrogen that can be introduced by such a surface treatment and thus the mechanical properties that can be achieved.

AF-15-633

Super 6T1 : le nouveau diffractomètre de neutrons dédié aux analyses de textures et de contraintes au LLB

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-633

V. Klosek, S. Gautrot, P. Lavie, M.H. Mathon.

CEA-IRAMIS-LLB (CEA-CNRS) - Gif-Sur-Yvette (France).

Ces dernières années ayant vu se développer un intérêt croissant pour la mesure des microdéformations ainsi que pour la caractérisation des hétérogénéités de comportements mécaniques inter- ou intraphases dans les matériaux (par exemple à travers la réalisation d'expériences de diffraction in situ sous chargement mécanique), nous avons entamé en 2012 la construction d'un nouveau diffractomètre de neutrons à haut flux et haute résolution, optimisé pour les caractérisations de textures cristallographiques, les mesures de déformations internes à partir de plusieurs réflexions $\{hkl\}$, ainsi que pour les analyses microstructurales et micromécaniques à partir de formes des raies de diffraction. En particulier, cet appareil « Super-6T1 » doit permettre, avec des temps d'acquisition relativement courts, d'étudier les textures dans des matériaux polyphasés, ou de basses symétries, ainsi que les hétérogénéités de déformation dans les matériaux polycristallins, notamment à travers l'analyse des réponses mécaniques des grains en fonction de leurs orientations cristallographiques.

En l'état actuel, l'instrument dispose déjà d'un nouveau berceau d'Euler innovant, avec 3 translations intégrées permettant des cartographies de déformations ou de texture, ainsi que d'un nouveau détecteur 2D (200x200mm²) et d'un jeu de 4 collimateurs radiaux couvrant une large gamme de divergences et de volumes de jauge. Nous avons également développé un passeur d'échantillon original permettant de mesurer les textures de 12 échantillons de manière séquentielle, sans intervention humaine. Enfin, une machine de traction compacte, adaptable sur le berceau et associée à un système de corrélation d'images, est disponible pour des mesures in situ de déformations internes, ainsi qu'un four pour les études de recristallisation in situ.

La prochaine étape de ce projet consistera à acquérir un double monochromateur focalisant, et à modifier la protection pour définir 3 angles de take-off possibles et ainsi avoir le choix entre 6 longueurs d'onde selon le matériau à mesurer. Cette caractéristique permettra notamment la cartographies de contraintes résiduelles dans des « petites » pièces d'ingénierie, avec une géométrie $2\theta \sim 90^\circ$.

CM-15-725

Mises en ordre monodimensionnelle et bidimensionnelle de surfaces vicinales de saphir étudiées par diffusion centrale des rayons X sous incidence rasante (GISAXS)

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-725

C. Matringe ¹, E. Thune ¹, D. Babonneau ², R. Guinebretière ¹.

¹Laboratoire Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surfaces (SPCTS - UMR CNRS 7315) Ecole Nationale Supérieure de Céramique Industrielle - Centre Européen de la Céramique, 12 rue Atlantis, 87068 - Limoges (France), ²Institut Pprime (UPR 3346) Université de Poitiers, boulevard Marie et Pierre Curie - Téléport 2, BP 30179, F - 86962 - Futuroscope-Chasseneuil (France).

Les systèmes nanostructurés composés de nanoparticules déposées à la surface d'oxyde présentent à la fois un intérêt fondamental et technologique. Ils peuvent être utilisés dans des domaines tels que l'électronique, l'optoélectronique et l'optique linéaire et non linéaire. Les propriétés finales de tels systèmes dépendent principalement de la forme et de la taille des nanoparticules déposées ainsi que de leur organisation sur la surface. Dans ce contexte général, l'utilisation de surfaces vicinales est un moyen intéressant pour réaliser des substrats gabarits sur lequel des particules peuvent être déposées [1],[2]. En effet, au cours de traitements thermiques, les marches, créées lors de la découpe du monocristal selon un plan légèrement désorienté par rapport à un plan cristallographique dense, vont se regrouper en paquets de marches conduisant ainsi à une surface organisée périodiquement dans une voire deux directions. La nanostructuration dépend à la fois de paramètres propres à l'échantillon (angles de miscut et d'azimut) et des conditions de traitement thermique (température, durée, atmosphère), nous permettant ainsi de contrôler la largeur des terrasses et la hauteur des marches.

La morphologie des surfaces vicinales, après traitement thermique, a été étudiée par deux techniques expérimentales complémentaires : la microscopie à force atomique

(AFM) et la diffusion centrale des rayons X sous incidence rasante (GISAXS). Dans cette communication, nous nous intéresserons plus particulièrement aux résultats obtenus par GISAXS sur la ligne BM02 à l'ESRF (Grenoble). Grâce à un montage spécifique récemment installé sur cette ligne, nous avons été capables d'orienter précisément les marches présentes sur les surfaces étudiées par rapport à la direction du faisceau incident de rayons X. Puis, des cartes du réseau réciproque proche de l'origine ont pu être enregistrées sur un détecteur 2D par la rotation de l'échantillon sur 360°. La modélisation des signaux obtenus, en utilisant le logiciel FitGISAXS [3], nous permet de déterminer la morphologie et l'organisation de la surface. Nous montrerons que la surface organisée dans deux directions de l'espace, peut être considérée comme étant une assemblée de tétraèdres tronqués disposés sur un réseau rectangulaire centré.

[1] R. Bachelet et al., *Nanotechnology*, 18 (2007) 015301

[2] E. Thune et al., *Applied Surface Science*, 256 (2009) 924-928

[3] D. Babonneau, *Journal of Applied Crystallography*, 43 (2010) 929-936

CM-15-843

Reconstruction de modèles réalistes de kérogènes par simulations Hybrid Reverse Monte Carlo

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-843

C. Bousige ¹, R. Pellenq ¹, F.J. Ulm ², B. Coasne ¹.

¹MIT-CNRS - Cambridge (États-unis), ²MIT - Cambridge (États-unis).

Les gaz et huiles de schistes appartiennent à la classe des réservoirs d'hydrocarbures non conventionnels et représentent une ressource potentielle très importante. Les schistes riches en matière organique sont des composites naturels puisqu'ils sont une mixture de différents minéraux inorganiques ainsi que de matière carbonée poreuse et désordonnée, appelée kérogène. Afin de comprendre et prédire les propriétés d'adsorption, de transport, de résistance mécanique de tels carbones poreux, il convient d'élaborer des modèles atomiques réalistes permettant d'établir un lien fiable entre la structure et ses différentes propriétés. De tels modèles atomiques peuvent être obtenus par le biais de simulations Hybrid Reverse Monte Carlo (HRMC) [1,2]. Dans ces simulations, un modèle atomique numérique est produit en utilisant à la fois un champ de force réactif, permettant de décrire la chimie du matériau, et en utilisant une contrainte expérimentale sur la fonction de distribution de paires.

Dans cette présentation, nous détaillerons la méthode HRMC employée pour obtenir des structures de kérogènes de maturités variées. Les fonctions de distribution de paires expérimentales ont été obtenues par des mesures de diffraction des rayons X (ID11 à l'ESRF, Grenoble) ainsi que des neutrons (NOMAD à SNS, Oak Ridge, USA). Les modèles obtenus sont ensuite utilisés dans diverses simulations permettant de comparer mesures et simulations pour les propriétés d'adsorption et de transport, mais aussi pour la résistance mécanique ainsi que la spectroscopie. En particulier, des mesures de densités d'états (DOS) par diffusion inélastique des neutrons ont été réalisées sur le spectromètre VISION (SNS, Oak Ridge, USA), et nous montrerons la complémentarité entre dynamique moléculaire, DOS, spectroscopies Raman et infra rouge dans ces échantillons.

[1] R. McGreevy and L. Pusztai, *Mol. Sim.* 1, 359 (1988)

[2] S. Jain et al., *Langmuir* 22, 9942 (2006)

CM-15-862

Etude du mécanisme de fluoration utilisé pour la production de faisceaux de terres rares radioactifs auprès d'un accélérateur de particules

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-862

S. Tusseau Nenez ¹, N. Barré-Boscher ¹, S. Nowak ², J.P. Quisefit ³, F. Brisset ⁴, B. Roussière ¹, C. Lau ¹, M.C. Mhamed ¹, E. Cottereau ¹, I. Deloncle ⁵, H. Croizet ¹, T. Corbin ¹, M.A. Cardona ⁶, D. Hojman ⁶, N. Goutev ⁷, M. Yavahcova ⁷.

¹IPNO CNRS-Université Paris Sud - Orsay (France), ²ITODYS CNRS-Université Paris Diderot - Paris (France), ³LISA CNRS-Université Paris Diderot - Paris (France), ⁴ICMMO CNRS-Université Paris Sud - Orsay (France), ⁵CSNSM CNRS-Université Paris Sud - Orsay (France), ⁶CNEA-Departamento de Física - Buenos Aires (Argentine), ⁷INRNE-Bulgarian Academy of Sciences - Sofia (Bulgarie).

La structure nucléaire des noyaux riches en neutrons de la région des terres rares est encore mal connue. L'installation ALTO [1], à l'Institut de Physique Nucléaire d'Orsay, permet de délivrer des faisceaux d'ions radioactifs à partir de la photofission de l'uranium 238. Une cible de carbure d'uranium portée à très haute température (2000-2200°C) est bombardée par des électrons à 50 MeV induisant des produits de fission qui sont ensuite ionisés dans une source d'ions [2]. Cette installation permet d'étudier ces noyaux de terres rares à condition d'améliorer leur relâchement par la cible. En effet, les isotopes formés pouvant avoir des durées de vies proches de la seconde, il est impératif de les sortir rapidement de la cible. De plus, ces isotopes peu volatiles [3,4] sont connus pour se fixer à sa surface. Sur la base de premiers essais [5], nous étudions la fluoration des lanthanides par l'ajout de CF₄ dans l'ensemble cible-source pour améliorer les relâchements en produisant des espèces moléculaires fluorées.

Nous avons réalisé des tests sur un séparateur d'isotopes hors-ligne à partir d'échantillons non radioactifs pour définir les conditions optimales d'exploitation en ligne. Tous les lanthanides ont été étudiés via quatre séries d'expériences. Les espèces ionisées sont alors identifiées par spectrométrie de masse. A partir d'un

débit de CF_4 de 1.10^{-3} mbar.L.s⁻¹, les intensités des espèces ionisées (Ln^+ et LnF_n^+) sont significativement augmentées, montrant l'efficacité de la fluoration.

L'utilisation conjointe de la diffraction des rayons X, de la fluorescence X et de la microscopie électronique à balayage associée à l'analyse X a permis d'appréhender les mécanismes physico-chimiques mis en jeu. Au chauffage, les oxydes sont réduits par le graphite en métaux [6]. Les métaux de terres rares diffusent vers la surface des pastilles provoquant son éclatement. Après injection de CF_4 , l'essentiel des terres rares est extrait des pastilles et est effectivement mesuré.

Forts des résultats hors-ligne, des tests en ligne sont programmés en 2014 pour mesurer, sans puis avec CF_4 , les taux de productions des noyaux radioactifs de lanthanides mais aussi leurs temps et cinétique de relâchement.

[1] S. Essabaa et al., NIMB, 37(2013)p.218

[2] B. Roussière et al., NIMB 246(2006)p.288

[3] A. Piotrowski et al., NIMB 1(1984)p.1

[4] H. Mach et al., Phys. Rev. Lett., 56(1986)p.1547

[5] P. Hoff et al., NIM. 172(1980)p.413

[6] D.M. Goltz et al., Spectro. Acta B 50(1995)p.1365

CM-15-864

Développement d'un nouvel accélérateur de particules pour le test de matériaux

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-864

J. Eck, D. Lavielle, T. Millera.

TRAD - Labège (France).

Dans le cadre du programme Cosmic Vision 2015-2025 de l'Agence Spatiale Européenne, la mission JUICE (JUperiter ICy moons Explorer) est extrêmement ambitieuse d'un point de vue scientifique et technique.

La sonde va devoir faire face à des environnements (radiatif, thermique) qui vont induire des contraintes extrêmes et relativement nouvelles sur les matériaux par rapport à celles typiquement rencontrées lors des missions classiques (GEO, LEO). Les matériaux envisagés vont devoir résister à cet environnement de manière à assurer le fonctionnement optimal des instruments embarqués.

Lors de la mission, les matériaux vont être exposés à des températures pouvant descendre jusqu'à -220°C ainsi qu'à des flux d'électrons de forte énergie (jusqu'à 100 MeV).

Basé sur l'implication de TRAD lors d'études précédentes en rapport avec la mission, un nouveau moyen d'essai d'irradiation est en cours de développement afin d'évaluer le comportement des matériaux potentiels dans des conditions représentatives.

Le moyen d'essai VEISpa (Vacuum Electron Irradiation facility for Spatialization), basé sur la technologie LINAC, va permettre de réaliser des irradiations électrons jusqu'à une énergie de 4 MeV, sous vide secondaire (10^{-6} mbar) et dans une gamme de température comprise entre -150°C et $+200^{\circ}\text{C}$. Deux modes de fonctionnement seront disponibles (faible et fort flux) afin d'accroître le champ d'application de l'instrument. Les caractéristiques du faisceau sont optimisées grâce à une configuration spécifique de la section accélératrice.

Les échantillons pourront être irradiés dans une large gamme de température de par l'utilisation de plaques thermo-régulées, intégrant un chauffage résistif et un refroidissement par circulation d'azote liquide. Des mesures électriques in-situ seront également possibles afin d'évaluer l'évolution des propriétés d'intérêt des matériaux testés lors de l'essai.

Dans le cadre de précédentes études, il a déjà été constaté que l'irradiation de polymères sous leur température de transition vitreuse peut conduire à des évolutions spécifiques de leur comportement. Ce moyen d'essai permettra d'étudier les effets combinés de la température et de l'irradiation sur l'évolution des propriétés physico-chimiques des matériaux.

CM-15-887

LUCIA : ligne de spectroscopie d'absorption des rayons X micro-focalisée dans le domaine des X tendres de SOLEIL

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-887

N. Trcera, D. Vantelon, D. Roy, B. Lassalle, P. Lagarde.

Synchrotron SOLEIL, L'orme des Merisiers, BP48 St Aubin - 91192 Gif Sur Yvette Cedex (France).

La ligne "LUCIA" (Ligne Utilisée pour la Caractérisation par Imagerie et Absorption) [1] est dédiée à des expériences de micro-absorption X (μ -XAS) et de micro-fluorescence X (μ -XRF) dans le domaine des rayons X dits "tendres" (0,8-8 keV) permettant des expériences de spectroscopie au seuil K des éléments depuis le sodium (Na) jusqu'au Fer (Fe) et au seuil L du Nickel (Ni) au Gadolinium (Gd) ainsi qu'aux seuils M des terres rares et des actinides. LUCIA permet d'appliquer ces deux techniques non destructives à la mesure d'échantillons hétérogènes, de réaliser des cartographies élémentaires à l'échelle du spot de photons ($2,5 \times 2,5 \mu\text{m}^2$), et de décrire l'environnement local autour de ces éléments. Les deux techniques de μ -XRF et μ -XAS peuvent être combinées avec d'autres microtechniques, comme la spectroscopie Raman, donnant accès à des informations structurales complémentaires simultanées et en un même point.

Quelques résultats scientifiques marquants obtenus ces dix dernières années et en lien avec des développements récents seront présentés tels que : (i) l'augmentation de la gamme en énergie étendue vers les basses énergies, permettant entre autres d'atteindre les seuils L des éléments de transition complémentaires des seuils K déjà couverts, (ii) des expériences de cinétique grâce au développement des scans en énergie continus, (iii) des expériences de physique des surfaces grâce au développement d'une enceinte ultra vide.

Référence

[1] A.-M Flank, G. Cauchon, P. Lagarde, S. Bac, M. Janousch, R. Wetter, and J.-M. Dubuisson., F. Langlois, M. Idir, T. Moreno, D. Vantelon, LUCIA, A Microfocus soft

XAS beamline, NIM in Physics Research B, 246 p. 269-274 (2006)

CM-15-943

Gradients de microstructure et de déformation à l'échelle micrométrique mesurés par DAXM : optimisation de la méthode

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-943

J.B. Marijon ¹, F. Grannerat ², O. Robach ², J.S. Micha ³, O. Castelneau ¹.

¹cnrs - Paris (France), ²cea - Grenoble (France), ³cnrs - Grenoble (France).

La technique de microdiffraction Laue [1-2] permet de mesurer la microstructure et le champ des déformations élastiques dans les matériaux polycristallins (et des contraintes associées) avec une résolution spatiale micrométrique. La technique de DAXM [3-4] (Differential-Aperture X-ray Microscopy), qui peut être considérée comme une extension de la microdiffraction Laue, permet, grâce à un système d'ombrage et une analyse par triangulation, d'obtenir une information en profondeur avec la même résolution spatiale, sur une distance correspondant à la profondeur de pénétration du faisceau de rayons X incident dans l'échantillon (typiquement quelques dizaines de microns).

La précision de la mesure est fortement dépendante de la qualité de la calibration du montage expérimental. L'ombre du fil absorbant sur différents pixels du détecteur CCD et différentes position de ce fil permet l'identification du modèle physique décrivant l'émergence du signal de fluorescence, et donc d'estimer les paramètres géométriques du montage. Les clichés de Laue peuvent ensuite être décomposés et analysés en fonction de la profondeur sous-surface considérée. La technique a été mise en place récemment sur la ligne CRG BM32 à l'ESRF. Un développement actuel consiste à la paralléliser l'expérience, en balayant en parallèle devant l'échantillon non plus un fil mais un grand nombre de fils absorbants.

Au cours de cet exposé, nous présenterons les résolutions obtenues avec le montage actuel, ainsi que les résultats dans le cas d'un échantillon soumis in-situ à une déformation in-situ hétérogène et contrôlée.

- [1] Valek B, thèse « x-ray microdiffraction studies of mechanical behavior and electromigration in thin film structures » Universiter de Stanford 2003
- [2] J. Petit, M. Bornert, F. Hofmann, O. Robach, J.S. Micha, O. Ulrich, C. Le Bourlot, D. Faurie, A.M. Korsunsky, O. Castelnau « Combining Laue microdiffraction and digital image correlation for improved stress field measurements with micrometer spatial resolution » , Elsevier 2010
- [3] B.C. Larson, Wenge Yang, J.Z. Tischler, G.E. Ice, J.D. Budai, W. Liu, H. Weiland « Micron-resolution 3-D measurement of local orientations near a grain-boundary inplane-strained aluminum using X-ray microbeams » international journal of Plasticity 20 (2004) 543–560
- [4] J.-S. Chunga, S. Isa, V. Greene, O. Broadwater, W. Liu, G.E. Ice “Multiple differential-aperture microscopy” Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 582 (2007) 212–214

AF-15-988

Etude par Diffraction Résolue en Temps des mécanismes de formation de matériaux céramiques obtenus par combustion auto-propagée

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-988

H. Boutefnouchet ¹, C. Curfs ².

¹LM2S - Annaba (Algérie), ²ESRF - Grenoble (France).

La synthèse par réaction auto-propagée, SHS est une application des procédés exothermiques qui a connu un grand essor dans le domaine des sciences des matériaux notamment pour la synthèse de matériaux avancés tels que céramiques, composites, et intermétalliques. La particularité que présente cette technique ne réside pas dans le fait qu'elle permet de synthétiser des produits très purs, mais de le faire avec un équipement réduit dans un temps extrêmement court que nul autre procédé connu à ce jour, ne peut égaler.

Toutefois, pour produire de tels matériaux, particulièrement, devant la rapidité des phénomènes intervenants au cours des réactions SHS, il est nécessaire de comprendre les mécanismes intimes qui contrôlent ces réactions. A cet effet, la diffraction résolue en temps, s'avère une technique bien adaptée pour suivre de près le déroulement de la réaction de synthèse.

Dans la présente étude, la diffraction X résolue en temps utilisant le rayonnement synchrotron a été réalisée pour suivre en temps réel la formation des céramiques composites TiC-MgO et TiC-Al₂O₃. Grâce aux propriétés du faisceau de rayons X utilisé, ces expériences ont été réalisées en transmission avec un temps d'acquisition de l'ordre de 0.03 seconde.

Les résultats obtenus montrent que le comportement du système Ti-C vis-à-vis des deux oxydes n'est pas le même. Bien que les deux additifs soient de même nature chimique, la réaction SHS est beaucoup plus lente en présence de la magnésie.

CM-15-1142

INFLUENCE DES CONDITIONS DE REVEU SUR LA PRECIPITATION D'UN ACIER MARAGING INOXYDABLE POUR APPLICATIONS AERONAUTIQUES

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1142

C. Le Nué¹, J.M. Cloué², M.H. Mathon³, S. Puech⁴, D. Béchet⁴, D. Delagnes¹.

¹Mines Albi, Institut Clément Ader - Albi (France), ²CIRIMAT-ENSIACET - Toulouse (France), ³Laboratoire Léon Brillouin CEA-CNRS - Saclay (France), ⁴AUBERT&DUVAL - Les Ancizes (France).

La famille des aciers maraging inoxydables repose sur le système Fe-Ni-Cr-Mo-Ti-Al. Elle possède un potentiel remarquable en termes de compromis résistance mécanique - ténacité qui dépasse largement celle des autres nuances inoxydables. Cet aspect est essentiel dans le cadre des allègements des structures aéronautiques nécessaires pour limiter la consommation, les niveaux de bruit ainsi que les émissions de CO₂ et d'oxyde d'azote (NO_x). Toutefois, au delà de cet énorme potentiel, la propriété de ténacité nécessite d'être optimisée. En effet, cette caractéristique reste, dans ce cas précis, encore trop dispersée après traitement thermique et doit être améliorée. Ainsi, des tests mécaniques et des investigations microstructurales poussées ont été réalisés afin d'en comprendre l'origine.

Pour atteindre cet objectif, cette étude a débuté par la caractérisation des microstructures en termes de nature, quantité, morphologie et localisation des phases précipitées dans la martensite en lattes. L'évolution de la microstructure en fonction des conditions de revenu a ainsi été étudiée de manière approfondie par des expériences de diffusion de neutrons aux petits angles réalisées au Laboratoire Léon Brillouin. Cette technique a permis de lever les difficultés d'identification et de quantification des phases précipitées qui sont ici de taille nanométrique, et nous a

donné accès aux statistiques de taille des particules ainsi qu'aux fractions volumiques. Cette étude a été menée sur une nuance de composition chimique 12%Cr, 11%Ni, 2%Mo, 1,5%Al, 0,3%Ti (% massique) traitée selon différentes conditions de revenu. Des observations en microscopie électronique ainsi que des expériences de diffraction de rayons X ont apporté des éléments complémentaires à ce programme expérimental.

Les premiers résultats montrent que le revenu provoque la formation de deux types de phase intermétallique, la phase η -Ni₃(Ti,Al) (HC, structure DO₂₄, a=5.101Å, c=8.8306Å) et la phase β -NiAl (CC, structure B2, a=2.887Å). En plus de la formation de ces phases précipitées durcissantes, le revenu a également pour effet de favoriser la germination et la croissance d'austénite dite « de réversion ». Les conditions de formation de cette phase ont fait l'objet d'une attention particulière car elle influence la ténacité et modifie la composition chimique de la martensite.

CM-15-1234

Caractérisation de microstructures – Apport de la micro-tomographie X basée sur l'utilisation du rayonnement synchrotron

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1234

B. Fayard, O. Guiraud, P. Latil, E. Leccia, J. Doucet.

Novitom - Grenoble (France).

La compréhension et la maîtrise des propriétés des nouveaux matériaux nécessite une connaissance précise de leur organisation à l'échelle micro- voire nanométrique. De nombreuses techniques de microscopie électronique ou à faisceaux d'ions permettent de les étudier, avec pour principal atout une très bonne résolution spatiale et pour principal inconvénient des préparations d'échantillons destructives qui peuvent de plus s'avérer délicates. La dernière décennie a vu l'essor de la micro-tomographie X comme outil de caractérisation 3D alternatif. Cette technique permet en effet de visualiser et numériser la microstructure interne de tous types de matériaux, de manière non destructive à des résolutions spatiales variant de quelques dizaines de microns à des dimensions sub-micrométriques. Cette approche permet donc (i) de quantifier et mesurer de manière non destructive une vaste gamme de défauts internes liés aux procédés de fabrication des matériaux ou produits sous contraintes mécaniques ou thermiques ; (ii) de visualiser l'agencement 3D des différentes phases de matériaux composites, métalliques, multi-phasés; (iii) de fournir des descripteurs de microstructure indispensables à la simulation du comportement macroscopique de ces matériaux.

La micro-tomographie X basée sur l'utilisation du rayonnement synchrotron va encore plus loin que la micro-tomographie réalisée en laboratoire et propose des capacités d'analyse non-destructive uniques dans plusieurs domaines :

- Possibilité de réaliser des caractérisations à l'échelle sub-micrométrique même sur des matériaux très denses grâce à l'utilisation de faisceaux de haute énergie (>100 keV)
- Obtention d'images contrastées même sur des matériaux très peu absorbants ou

possédant des composants de densité voisine grâce à l'utilisation du contraste de phase et des méthode d'estimation de la phase

- Réalisation de scans 3D à très haute résolution spatiale (<50 nm) sur une large gamme de matériaux grâce à la nano-tomographie synchrotron
- Possibilité de suivi dynamique en environnement contrôlé (contraintes mécaniques, température ...) grâce à des modes d'acquisition rapide (1 scan 3D réalisé en moins d'une seconde)

Dans cette présentation, des exemples de problématiques spécifiques illustrant les atouts du rayonnement synchrotron pour la micro-tomographie X seront présentés. Ces exemples couvriront un panel assez large de matériaux et de problématiques.

CM-15-1266

In-Situ Neutron Diffraction Studies of Electrode Materials for Li-ion Batteries

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1266

M. Bianchini ¹, E. Suard ², L. Croguennec ³, C. Masquelier ⁴.

¹ILL-LRCS-ICMCB - Grenoble (France), ²ILL - Grenoble (France), ³ICMCB - Bordeaux (France), ⁴LRCS - Amiens (France).

In-situ techniques proved to be exceptionally useful tools to understand electrode materials for Li-ion batteries. However in-situ neutron diffraction (ND) knew a slow development, due to the intrinsic difficulties it held. Among the main limiting factors, the high amount of electrode active material required for ND to obtain a sufficient statistics, which makes electrochemistry challenging; and the strong scattering coming from the different parts of the battery (steel, Al, Cu etc, strong coherent scattering) and from the electrolytes which are rich in hydrogen and carbon (high incoherent scattering). To overcome these problems, we have designed a new electrochemical cell, manufactured with a completely neutron-transparent (Ti,Zr) alloy. The scheme is reported in ref (1). In addition, a deuterated electrolyte was used to minimize the incoherent background coming from the cell. This way we are able to combine, for the first time, good electrochemical properties and the ability to collect neutron diffraction patterns *operando*, with good statistics and no other Bragg peaks than those of the electrode material of interest. This allows detailed structural determinations of electrode materials by Rietveld refinement during operation. The cell was validated using well-known battery materials such as LiFePO_4 and $\text{Li}_{1.1}\text{Mn}_{1.9}\text{O}_4$. The electrochemical signatures of the two materials were verified even with more than 200 mg of active material. To test the quality of the ND patterns, we measured for both materials fully assembled *in-situ* cells on the D20 diffractometer. The Rietveld refinement technique was used to demonstrate the possibility of its use on in-situ ND patterns (1). A real *operando* experiment was also conducted, where the active material LiFePO_4 was charged at C/24; upon charge 24 neutron diffraction patterns were acquired and refined. Results of this analysis will be presented. After these tests, the cell is now ready to be used to study new challenging materials. As an example, we measured the charge *operando* of a series of spinel materials $\text{Li}_{1+x}\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ ($x=0, 0.05, 0.1$). From the data we observed how the material evolution upon charge strongly depends on x , varying from a series of two-phase reactions to a solid solution. Results from the refinement of these data will be presented.

Bibliography: M. Bianchini, J. B. Leriche, J.-L. Laborier, L. Gendrin, E. Suard, L. Croguennec and C. Masquelier, *Journal of The Electrochemical Society*, 160 (2013), A2176.

AF-15-1295

Mesures de la conductivité thermique – nouveau LFA 467 HyperFlash

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-1295

G. Jacquier, T. Choucroun.

NETZSCH - Dardilly (France).

NETZSCH développe et commercialise depuis plus de 50 ans des instruments d'analyse thermique pour tous les secteurs d'activité et sur la plus large gamme de température de -260°C à 2800°C.

NETZSCH est le leader mondial concernant la fourniture d'instruments de haute précision pour les mesures thermophysiques. Nous proposons tous les appareils permettant de déterminer la conductivité thermique d'un matériau : calorimètre différentiel à balayage (DSC), dilatomètre (DIL) et analyse laser flash (LFA).

Le nouveau LFA 467 HyperFlash peut effectuer des mesures de diffusivité et de conductivité thermiques de -100°C jusqu'à 500°C, avec une seule configuration d'instrument – sans devoir changer le détecteur ou le four.

La grande variété de portes échantillons disponibles permet de mesurer tout type de matériau tel que les solides, les poudres, les liquides, ...

Un des avantages uniques du LFA 467 HyperFlash est sa capacité à mesurer simultanément jusqu'à 16 échantillons sur toute la gamme de température. Cela permet un maximum d'échantillons mesurés avec un minimum de temps et d'effort de préparation.

Des systèmes de remplissage sont disponibles pour le remplissage automatique des réservoirs du détecteur et du four, permettant une utilisation ininterrompue du LFA.

Le système breveté ZoomOptics optimise le champ de vision du détecteur, éliminant ainsi toutes influences causées par l'appareil. Le résultat est une augmentation significative de la précision des résultats de mesure.

Le LFA 467 HyperFlash offre un taux d'acquisition de 2 MHz – une valeur sans précédent pour les systèmes LFA. Les films minces et les matériaux hautement conducteurs exigent un taux d'acquisition très élevé pour l'enregistrement précis de l'augmentation rapide de la température sur la surface supérieure de l'échantillon.

CM-15-1299

Apport des neutrons et du rayonnement synchrotron dans le développement des matériaux ODS

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1299

Y. De Carlan ¹, J.L. Béchade ¹, S. Zhong ², X. Boulnat ³, N. Sallez ⁴, V. Klosek ⁵, M.H. Mathon ⁵.

¹CEA - Saclay (France), ²School of Materials Science and Engineering - Shanghai (Chine), ³CEA - INSA - Lyon (France), ⁴SIMAP - Grenoble (France), ⁵LLB - Saclay (France).

Les aciers Fe-9/18 Cr ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sont des matériaux renforcés par une dispersion nanométrique d'oxydes. Obtenus par métallurgie des poudres, ils se caractérisent par des propriétés mécaniques remarquables et sont susceptibles d'être utilisées pour différentes applications à haute température et/ou sous irradiation.

Ils présentent des comportements très singuliers et leur optimisation bénéficie largement des résultats obtenus grâce à leur caractérisation par Diffraction et par Diffusion des Neutrons aux Petits Angles. Le but de cet exposé est de présenter la métallurgie très spécifique des ODS et de montrer comment l'utilisation des grands instruments comme le Laboratoire Léon Brillouin ou le synchrotron Soleil a permis de mieux comprendre ces matériaux et guide leur développement.

AF-15-1451

Using Light to see Neutrons and Accessing the 2D High Resolution: Barotron, a new pulse for neutron scattering

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-1451

P. Baroni, L. Noirez, A. Laverdun.

Laboratoire Léon Brillouin CE Saclay - Gif Sur Yvette (France).

Laboratoire Léon Brillouin (CEA-CNRS), Ce-Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette Cédex, France

A new type of position sensitive detector (PSD) has been built at the Laboratoire Léon Brillouin. With 250000 pixels and a 16 bit dynamic range, the Barotron is well adapted for elastic neutron scattering studies. In contrast to conventional gas chamber detectors, this PSD uses a coupling of a photoemission means adapted for the neutron radiation and a cooled low-light level charge-coupled detection (CCD) device. The result is a two-dimensional detector with a large detection area (260 mm x 260 mm), a very low detection threshold (<1 neutron/cm²/s), a true 16 bits dynamic range and a high spatial resolution (0.5 mm x 0.5 mm). This new neutron detector offers a performance which is competitive with those of the best synchrotron equipment in terms of a very detailed and quantitative observation of the reciprocal space.

Exemple of high resolution 2D neutron scattering pattern recorded on Barotron (acquisition time: 900s, wavelength:2.3Å). Sample: a 1mm thick sample of PTFE (Teflon*) stretched along the horizontal direction. PTFE is a semi-crystalline polymer. The pattern indicates that the stretching has induced the orientation of the crystallites.

References:

[1] patent n°0502379, 24/03/2005 - PCT

[2] L. Noirez, P. Baroni, Applied Physics Letters 90 (2007) 243111

CM-15-1484

Dispositifs d'irradiation dans le réacteur Jules Horowitz dédiés à l'étude du comportement des matériaux en support aux parcs de réacteurs de puissance actuels et futurs.

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1484

C. Colin ¹, J. Pierre ¹, C. Blandin ¹, C. Gonnier ¹, M. Auclair ², F. Rozenblum ².

¹CEA/DEN/DER/SRJH - Saint Paul Lez Durance (France),

²CEA/DEN/DRSN/SIREN - Gif Sur Yvette (France).

Avant leurs utilisations en centrales nucléaires, les matériaux et les combustibles nucléaires industriels doivent suivre un long processus de qualification avec différentes étapes de sélection, de caractérisation puis d'optimisation, avec notamment une qualification de sûreté. Ces études sont le plus souvent associées à une modélisation multi-physique complexe du comportement des matériaux. Mais au final, elles exigent des expériences d'irradiation bien contrôlées et bien instrumentées dans des réacteurs de recherche spécifiques (de type « Materials Testing Reactors ou MTR »). Au regard des besoins à long terme de ce genre d'expériences et du vieillissement des MTR en Europe, il a été décidé de construire un nouveau réacteur à hautes performances au CEA de Cadarache, le Réacteur Jules Horowitz (RJH). RJH actuellement en cours de construction, est un réacteur de type piscine de 100 MW. Ce nouveau grand outil servira d'appui aux études relatives à l'utilisation des réacteurs de puissance actuels (GEN II&III), aussi bien qu'à celles associées à la conception des systèmes du futurs (GEN IV). Le but de cette présentation est de décrire les principaux dispositifs d'essai en cours de développement au CEA et consacrés à l'irradiation de matériaux dans le RJH, en cœur ou en réflecteur. Ces dispositifs seront tels que les conditions expérimentales pourront être choisies dans une large gamme de températures d'irradiation et de flux neutroniques. Une attention particulière est portée à l'amélioration de la stabilité

thermique et des gradients des zones d'intérêt dans les échantillons(en dépit d'un fort échauffement g)et à une amélioration de l'instrumentation associée à ces irradiations expérimentales. Quelques dispositifs spécifiques en appui aux études des réacteurs à eau légère seront décrits plus spécifiquement: qualification des aciers de cuve de réacteur, étude de la corrosion sous contraintes assistée par l'irradiation (IASCC), ou études du fluage-gonflement des matériaux de structure.

KN-15-1524

Ouvrir les caractérisations offertes par les neutrons et le rayonnement de synchrotron à l'industrie micro et nano-électronique

15 - Grands instruments et études des matériaux

#KN-15-1524

E. Capria ¹, J. Beaucour ², R. Kluender ³, E. Mitchell ¹, J.C. Royer ³, J. Segura-Ruiz ².

¹European Synchrotron radiation Facility - Grenoble (France), ²Institute Laue Langevin - Grenoble (France), ³Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives - Grenoble (France).

Dans le monde entier, nous constatons une prise de conscience grandissante quant au fait que les Grands Instruments sont un élément clé, non seulement pour la recherche universitaire et fondamentale, mais aussi pour le cycle complet d'innovation, de la recherche industrielle au développement. Toutefois, l'industrie possède ses propres exigences de travail, pas toujours compatibles avec le mode de fonctionnement des Grands Instruments.

L'Institut de Recherche Technologique NanoElec (IRT NE) est un partenariat public-privé entre l'Agence Nationale Française de Recherche (ANR) et le Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA). Il comprend plusieurs partenaires dans les secteurs publics et privé - y compris les infrastructures européennes de recherche European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) et l'Institut Laue Langevin (ILL), deux installations leaders respectivement dans la fourniture de rayonnement synchrotron et de neutrons. Les activités du programme de caractérisation avancée de l'IRT NanoElec s'adressent en particulier aux technologies d'intégration 3D, la nano-photonique sur silicium et les substrats de silicium sur isolant (SOI).

Le financement de l'IRT NE soutient la recherche industrielle dans la nano-électronique à l'ESRF et à l'ILL en fournissant du personnel ainsi que des équipements disponibles au CEA sur la Plate-forme de Nano-Characterisation (PFNC). Les échantillons industriels sont suivis de la préparation hors-ligne à la

caractérisation complète, en incluant l'analyse des données. Le but est de rassembler les chercheurs des Grands Instruments et ceux de l'industrie et de leur permettre d'apprendre à travailler ensemble.

Pendant notre présentation nous illustrerons les premiers résultats de ce programme de caractérisation industrielle. Au delà de la présentation des principaux résultats scientifiques, l'accent sera mis sur les possibilités, les limites et la viabilité de ces caractérisations avancées, Elles seront présentées dans leur contexte économique, sur la base des besoins de l'industrie et de la valorisation des produits tout au long de la chaîne de la valeur. Enfin, les perspectives de développements futurs, cohérentes avec les road maps technologiques de l'industrie électroniques et les tendances principales réelles, seront abordées.

CM-15-1591

Structure et dynamique du composé Li₄C₆₀ par diffusion des neutrons.

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1591

S. Rols.

Institut Laue-Langevin - Grenoble (France).

Dans cette communication, on s'intéresse à la structure et à la dynamique du conducteur ionique Li₄C₆₀ que l'on aborde par des techniques de diffusion des neutrons. La diffraction permet de mettre en lumière la nature polymère du réseau des fullerènes. La dynamique du réseau est étudiée par diffusion inélastique des neutrons et interprétée par des calculs de type DFT. Les modes de vibration du sous-réseau Li sont identifiés dans les spectres expérimentaux à des fréquences situées entre 15 et 30 meV. Ces modes apparaissent couplés aux modes de libration des molécules de C₆₀, suggérant que les propriétés de transport ioniques de ce matériaux sont entretenues par les vibrations du réseau polymère.

KN-15-1593

Diffusion des neutrons pour la caractérisation de biomatériaux

15 - Grands instruments et études des matériaux

#KN-15-1593

G. Fragneto.

ILL - Grenoble (France).

Les techniques dans l'espace réel, comme le microscope à force atomique, ont beaucoup progressé au cours des dernières décennies. Cependant, la diffusion de neutrons donne des résultats complémentaires, et reste très utilisée. Une des applications de plus en plus fréquente est l'étude de la structure à l'échelle nanométrique de bio-matériaux aux interfaces. Ça inclut l'étude de membranes cellulaires, d'interaction de ces membranes avec des molécules biologiques très variées comme des protéines, des peptides, des vecteurs d'ADN pour en citer quelques uns [1].

Par exemple, les profils de densité des protéines adsorbées sur des brosses de polymères ont été caractérisés par réflectométrie neutronique (NR). Contrairement aux techniques classiques, NR permet de distinguer directement entre l'adsorption primaire à la surface de greffage, l'adsorption secondaire sur le bord extérieur de la brosse, et l'adsorption tertiaire entre les chaînes de polymère [2]. La sensibilité de la technique est améliorée par l'utilisation de protéine deutérée. Des études récentes [3] sur des anticorps de PEG, dont les implications dans le domaine de la fonctionnalisation biocompatible sont encore peu explorées, montrent la liaison avec les groupes terminaux des chaînes de PEG et la formation de couches denses couvrant la périphérie de la brosse. Des études structurales précises par NR fournissent une base précieuse pour la conception rationnelle de fonctionnalisation de surface avec un matériel qui soit replant pour les protéines et peut aider à comprendre les mécanismes par lesquels les anticorps conduisent à l'échec des brosses dans les applications in vivo.

Une revue des applications de la diffusion des neutrons pour la caractérisation de biomatériaux et les perspectives futures sera donnée.

[1] G Fragneto ,The European Physical Journal Special Topics 213, 32 (2012) [2] E. Schneck, A. Schollier, A. Halperin, M. Moulin, M. Haertlein, M. Sferrazza, G. Fragneto Langmuir 29, 14178 (2013)

[3] Schneck E., et al. in preparation.

CM-15-1619

Films multicouches à base de nanocristaux de cellulose : relation entre structure et propriétés mécaniques et/ou optiques.

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1619

C. Martin.

ILL - Grenoble (France).

Ce projet de recherche s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre le CERMAV et l'ILL. Il a pour but l'étude de films multicouches à base de nanocristaux de cellulose (CNC) et tente d'établir la relation entre la structure interne de ces films et leurs propriétés mécaniques et/ou optiques. Les CNC sont des nanoparticules biosourcées en forme de bâtonnets produites par l'hydrolyse à l'acide sulfurique de fibres de cellulose. Les nombreux avantages des CNCs (module d'Young de 150 GPa, formation de phases chirales nématiques, faible densité, non toxicité, grande surface spécifique, etc) en font des briques élémentaires particulièrement attractives pour l'élaboration de nanocomposites biosourcés et expliquent l'intérêt croissant des mondes industriels et académiques pour ces nanoparticules. Au cours des dix dernières années, les CNC ont été associés à différents types de polymère pour former, grâce à la méthode d'assemblage couche par couche, des films minces aux architectures modulables. Dans ce projet, nous proposons d'étudier un système hybride innovant composé de CNC chargés négativement associés à des nanoplaquettes hexagonales de Gibbsite (GW) chargées positivement. Ce système organique/inorganique fait de nanoparticules 1D et 2D pourrait présenter d'intéressantes propriétés mécaniques, optiques et barrières. Nous avons pu montrer que les paramètres physico chimiques comme la force ionique des suspensions et la présence d'une étape de séchage lors des séquences d'adsorption, influencent de façon drastique l'architecture interne des films multicouches (GW/CNC) qui a été caractérisée par AFM et réflectivité des neutrons. Pour chaque architecture interne, le module d'Young a été mesuré par la technique SIEBIMM (Mac Master University) et relié à la structure des films.

CM-15-1627

Small Angle Neutron Scattering for Materials, Magnetism and (soft) Matter

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1627

G. Chaboussant.

Laboratoire Léon Brillouin, UMR12 CEA-CNRS - Gif Sur Yvette (France).

Small-Angle Neutron Scattering (SANS) is a well-known technique especially well adapted to research in soft matter, materials and nanosciences. SANS is particularly powerful in the study of complex systems, with isotopic labeling and contrast variation method, but also for large-scale structures (magnetic or not). The new SANS machine at LLB, called PA20, will be presented. It is part of the LLB instrumental upgrade program "CAP2015". PA20 will not only maintain LLB's capabilities in SANS, but also considerably extend them in terms of SANS for magnetism with a polarized neutron option and Grazing Incidence SANS (GISANS), with an improved dynamical Q-range. The total length of PA20 will be 40 m, including a 20 m detector tank containing high-resolution/high-eff

ciency XY detectors. PA20 will allow faster measurements, with "single shot" access to a wider range of scattering vectors, on small samples (few mm in size). In addition, polarized neutrons will enable magnetic studies in both SANS and GISANS configurations. Studies of nanostructured surfaces and interfaces (deposited or embedded nano-objects), magnetic domain formation, multilayered materials or magnetic thin films through specular and off-specular signals will be possible through GISANS setups. The versatility of PA20 should contribute to enlarge the neutron user community towards materials sciences and nanosciences.

CM-15-1723

MINOS, Centre d'excellence pour les matériaux du nucléaire : recherche de base et appliquée pour l'optimisation et l'innovation des matériaux des systèmes nucléaires actuels et futurs

15 - Grands instruments et études des matériaux

#CM-15-1723

C. Gallé.

CEA, DEN/DANS/DMN, Saclay - F-91191 Gif-Sur-Yvette (France).

L'énergie d'origine nucléaire contribue, dans de nombreux pays, au mix énergétique pour produire de l'électricité. Dans la perspective d'étendre la durée de fonctionnement des réacteurs de 2nde génération, d'optimiser les combustibles des réacteurs de 2nde et 3^ème génération et de développer les systèmes pour les réacteurs de 4^ème génération, le renforcement de la recherche sur les matériaux est un enjeu majeur. Dans les réacteurs actuels, les matériaux sont soumis à des conditions de service sévères qui couplent les effets de l'irradiation, la température, les contraintes mécaniques et la corrosion. En conditions accidentelles, les sollicitations extrêmes sont susceptibles de remettre en cause les propriétés et les fonctionnalités des matériaux et donc la sûreté des réacteurs. Dans ce contexte, il est essentiel de développer une recherche innovante et en rupture sur les matériaux afin d'accroître leurs performances ainsi que la fiabilité des modèles prédictifs de comportement. C'est dans ce cadre que la Division de l'énergie nucléaire (DEN) du CEA a créé, en 2011, le Centre d'excellence pour les matériaux du nucléaire MINOS. Ce centre rassemble les compétences, les moyens et l'expertise scientifique et technique du CEA dans les domaines des sciences des matériaux et de l'ingénierie pour les applications en énergie nucléaire. MINOS a pour mission de promouvoir la recherche sur les matériaux, d'identifier de nouveaux axes de recherche et de contribuer à la formation en sciences des matériaux. Au sein de MINOS, les acteurs de la recherche évoluent dans les domaines de la chimie, de la physique, de la mécanique et du comportement sous irradiation avec des moyens de tout premier plan. MINOS soutient des partenariats stratégiques et réalise des programmes de recherche innovants en liaison avec l'élaboration, la caractérisation, la

phénoménologie comportementale, la modélisation/simulation des matériaux et des structures pour les besoins des industriels du nucléaire (<http://www.materials.cea.fr/minos>). La conférence « MATÉRIAUX » est l'occasion de présenter le centre MINOS et de faire état de résultats sur des sujets majeurs : l'effet de l'irradiation sur les aciers d'internes et d'aciers modèles de cuve (plateforme JANNuS-Saclay), la modélisation multi-échelle des combustibles (plateforme PLEIADES), la caractérisation d'aciers ODS avec la ligne de lumière MARS (synchrotron SOLEIL) et la corrosion des aciers en milieu sodium (dispositif CORRONa).

KN-15-1725

La diffusion neutronique, un outil puissant pour l'étude des matériaux y compris in situ et/ou en temps réel

15 - Grands instruments et études des matériaux

#KN-15-1725

O. Isnard.

Université de Grenoble Alpes / CNRS - Grenoble (France).

La diffusion neutronique est un outil puissant pour l'étude des matériaux tant d'un point de vue fondamental qu'appliqué, adapté pour examiner la structure et la dynamique à l'échelle atomique et nanoscopique.. Bien que moins connu que les rayons X, son accès est largement ouvert à la communauté qui bénéficie du potentiel offert par les sources disponibles sur le sol français, Laboratoire Léon Brillouin (www-llb.cea.fr/) et Institut Laue Langevin (www.ill.eu/fr/). Les études neutroniques viennent compléter et enrichir les études classiques effectuées par diffraction de rayons X, mesures calorimétriques etc...L'application de la méthode dans sa diversité est largement couverte dans la série des cours d'écoles organisées par la Société Française de la Neutronique (<http://www.sfn.asso.fr/ecoles-thematiques/>).

Dans cet exposé, nous mettons l'accent sur les aspects particulièrement intéressants pour l'étude des matériaux. Au travers d'exemples choisis dans divers champs scientifiques allant de la métallurgie à la chimie ou la physique, nous illustrerons les possibilités offertes par ces techniques neutroniques en insistant sur les spécificités de ce rayonnement et ses limitations. Le potentiel d'études réalisées in situ voire en temps réel afin de suivre les transitions de phases et réactions sera aussi évoqué et comparé à celui d'autres techniques.

Références

- 1) O. Isnard, C.R. Physique 8 (2007) 789-805
- 2) O. Isnard J. de Phys. IV 103 (2003) p133.
- 3) "Nanoscale Magnetic materials and Applications", Springer-Verlag New York Inc. (2009) Editeurs : J.P. Liu et al. ISBN-10: 038785598X
- 4) "Etudes structurales par diffraction neutronique in situ et ou en temps reel" O. Isnard Ed. Collection SFN 9 (2008) 35-47 DOI: 10.1051/sfn:2008004

AF-15-1738

Neutron et matériaux

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-1738

A. Desmedt, M. Plazanet, C. Loupiac, J. Combet, G. Rousse, V. Klosek, F. Porcher, J. Jestin, V. Cristiglio, M. Boehm, P. Fouquet.

Société Française de Neutronique (France).

Les grands instruments de recherche, tels que les sources neutroniques, constituent des outils de choix pour accéder aux propriétés structurales et dynamiques de la matière dans un large éventail de thématiques allant du magnétisme à la matière molle en passant par les sciences moléculaires et les matériaux [1]. Les nombreux travaux publiés chaque année répondent aux grands enjeux sociétaux que sont la recherche fondamentale, l'énergie, la santé ou l'environnement et plus spécifiquement, les matériaux. La richesse des informations sondées par « l'outil neutronique » tient dans le panel de techniques accessibles: la diffraction de neutrons, la diffusion aux petits angles, la diffusion quasiélastique ou inélastique de neutrons, l'imagerie ou la réflectométrie [2]. Les propriétés exceptionnelles des neutrons sont à l'origine de cette diversité disciplinaire: longueurs d'onde et énergies proches des échelles spatio-temporelles des matériaux, faible absorption par la matière et caractérisation non destructive, spin du neutron donnant accès aux propriétés magnétiques ou encore sélectivité du signal via le contraste isotopique. Ces atouts sont exploités depuis de nombreuses années par les chercheurs [3] grâce aux sources disponibles sur le territoire français (le Laboratoire Léon Brillouin à Saclay et l'Institut Laue Langevin à Grenoble) et dans un avenir proche, grâce à la construction d'une nouvelle source à spallation européenne en Suède (ESS lund). L'apport de la neutronique dans l'étude des matériaux sera illustré à travers plusieurs exemples tels que le stockage d'hydrogène, les piles à combustibles, les batteries, les verres, les matériaux d'intérêt géologique ou encore les contraintes résiduels de matériaux massiques.

[1] « Neutron, Sciences and Perspectives », EPJ ST, Eds E. Janod, F. Leclercq-Hugueux, H. Mutka, J. Teixeira (2012).

[2] libre accès aux volumes des écoles thématiques de la Société Française de la Neutronique. Collection SFN – EDP sur <http://www.neutron-sciences.org>

[3] <http://www.sfn.asso.fr>

AF-15-1739

Etude d'Alliages à Mémoire de Forme par Diffraction à l'ESRF

15 - Grands instruments et études des matériaux

#AF-15-1739

C. Curfs ¹, P. Sittner ², J. Pilch ², B. Malard ³.

¹ESRF - Grenoble (France), ²Institute of Physics - Prague (Tchèque, république), ³CIRIMAT-ENSIACET - Toulouse (France).

Since its discovery in the early 1960s, near equiatomic Ni-Ti alloy has attracted a lot of attention due to its unique functional properties (superelasticity, one-way and two-way shape memory) and its excellent mechanical properties (low elastic anisotropy, high resistance to corrosion and abrasion, ...). Its crystallographic structure can change from the cubic austenite to the monoclinic martensite through the application of temperature or strain. It is from this reversible phase transformation that the unique functional properties of NiTi originate.

Ni-Ti alloys are mainly produced in the form of thin wires in a cold-worked state, which do not show any specific properties. To achieve the functional properties, a heat treatment, which traditionally can take up to 1 hour in a furnace, is needed. Recently, a non-conventional technique called Final Thermo-Mechanical Treatment by Electric Current (FTMT-EC) has been developed, enabling a reduction in the time needed to heat treat a wire down to a few milliseconds.

New results related to the influence of this new heat treatment on the evolution of the microstructure and to properties of the wires which have been subjected to this new technique will be shown. These results are based on data obtained from experiments performed at the ESRF, on the Material Science Beamline ID11 and the High Resolution Powder Diffraction Beamline ID31.

MATÉRIAUX

2014

24-28 nov.

Montpellier

Index des auteurs

Index des auteurs :

A

Abou Khalil L. [00171](#) | CM-15-171
Aldon L. [00143](#) | CM-15-143
Auclair M. [01484](#) | CM-15-1484

B

Babonneau D. [00725](#) | CM-15-725
Bacri C.O. [00339](#) | AF-15-339
Baillieux J. [00195](#) | CM-15-195
Balat-Pichelin M. [00088](#) | CM-15-88, [00093](#) | CM-15-93
Banc A. [00047](#) | KN-15-47
Baroni P. [01451](#) | AF-15-1451
Barrallier L. [00632](#) | CM-15-632
Barré-Boscher N. [00862](#) | CM-15-862
Beaucour J. [01524](#) | KN-15-1524
Béchade J.L. [01299](#) | CM-15-1299
Béchet D. [01142](#) | CM-15-1142
Belhadri M. [00159](#) | AF-15-159
Benfattoum S. [00054](#) | CM-15-54
Bianchini M. [01266](#) | CM-15-1266
Blandin C. [01484](#) | CM-15-1484
Boehm M. [01738](#) | AF-15-1738
Boudjenane N.E. [00159](#) | AF-15-159
Boulnat X. [01299](#) | CM-15-1299
Bousige C. [00843](#) | CM-15-843
Boutefnouchet H. [00988](#) | AF-15-988
Brisset F. [00862](#) | CM-15-862
Brodu E. [00088](#) | CM-15-88

C

Capria E. [01524](#) | KN-15-1524
Cardona M.A. [00862](#) | CM-15-862
Castany P. [00232](#) | CM-15-232
Castelnau O. [00943](#) | CM-15-943
Chaboussant G. [01627](#) | CM-15-1627
Charpentier L. [00093](#) | CM-15-93
Chéraitia K. [00054](#) | CM-15-54
Choucroun T. [01295](#) | AF-15-1295
Cloué J.M. [01142](#) | CM-15-1142
Coasne B. [00843](#) | CM-15-843
Colin C. [01484](#) | CM-15-1484
Combet J. [01738](#) | AF-15-1738
Commin L. [00632](#) | CM-15-632
Corbin T. [00862](#) | CM-15-862
Cornen M. [00232](#) | CM-15-232
Cottereau E. [00862](#) | CM-15-862
Cristiglio V. [01738](#) | AF-15-1738
Croguennec L. [01266](#) | CM-15-1266
Croizet H. [00862](#) | CM-15-862
Curfs C. [00988](#) | AF-15-988, [01739](#) | AF-15-1739

D

Darwiche A. [00143](#) | CM-15-143
De Carlan Y. [01299](#) | CM-15-1299
De Geuser F. [00632](#) | CM-15-632
Delagnes D. [01142](#) | CM-15-1142
Deloncle I. [00862](#) | CM-15-862
Desmedt A. [01738](#) | AF-15-1738
Donnadieu B. [00143](#) | CM-15-143
Doucet J. [01234](#) | CM-15-1234
Dumont M. [00632](#) | CM-15-632
Dupas C. [00047](#) | KN-15-47

E

Eck J. [00864](#) | CM-15-864

F

Fautrelle Y. [00171](#) | CM-15-171
Fayard B. [01234](#) | CM-15-1234
Fehse M. [00143](#) | CM-15-143
Fortuna F. [00339](#) | AF-15-339
Fouquet P. [01738](#) | AF-15-1738
Fragneto G. [01593](#) | KN-15-1593
Fraisie B. [00143](#) | CM-15-143
Fullenwarth J. [00143](#) | CM-15-143

G

Gallé C. [01723](#) | CM-15-1723
Gautrot S. [00633](#) | AF-15-633
Genix A.C. [00047](#) | KN-15-47
Gloriant T. [00232](#) | CM-15-232
Gonnier C. [01484](#) | CM-15-1484
Goutev N. [00862](#) | CM-15-862
Grannerat F. [00943](#) | CM-15-943
Guédioura B. [00054](#) | CM-15-54
Guinebretière R. [00725](#) | CM-15-725
Guiraud O. [01234](#) | CM-15-1234

H

Hammadi L. [00159](#) | AF-15-159
Hojman D. [00862](#) | CM-15-862

I

Isnard O. [01725](#) | KN-15-1725

J

Jacquier G. [01295](#) | AF-15-1295
Jégou S. [00632](#) | CM-15-632
Jestin J. [01738](#) | AF-15-1738

K

Kasper J.C. [00088](#) | CM-15-88
Klosek V. [00633](#) | AF-15-633, [01299](#) | CM-15-1299, [01738](#) | AF-15-1738
Kluender R. [01524](#) | KN-15-1524

L

Lagarde P. [00887](#) | CM-15-887
Lassalle B. [00887](#) | CM-15-887
Latil P. [01234](#) | CM-15-1234
Lau C. [00862](#) | CM-15-862
Laverdun A. [01451](#) | AF-15-1451
Lavie P. [00633](#) | AF-15-633
Lavielle D. [00864](#) | CM-15-864
Le Naour C. [00339](#) | AF-15-339
Le Nué C. [01142](#) | CM-15-1142
Leccia E. [01234](#) | CM-15-1234
Lefort H. [00339](#) | AF-15-339
Legendre F. [00632](#) | CM-15-632
Lounis A. [00054](#) | CM-15-54
Loupiac C. [01738](#) | AF-15-1738

M

Malard B. [00195](#) | CM-15-195, [01739](#) | AF-15-1739
Mangelinck N. [00171](#) | CM-15-171
Marijon J.B. [00943](#) | CM-15-943
Marino C. [00143](#) | CM-15-143
Martin C. [01619](#) | CM-15-1619
Marx H.W. [00310](#) | AF-15-310
Masquelier C. [01266](#) | CM-15-1266
Mathon M.H. [00633](#) | AF-15-633, [01142](#) | CM-15-1142, [01299](#) | CM-15-1299
Matringe C. [00725](#) | CM-15-725
Maugis P. [00632](#) | CM-15-632
Mekkaoui M. [00159](#) | AF-15-159
Mhamed M.C. [00862](#) | CM-15-862
Micha J.S. [00943](#) | CM-15-943
Millera T. [00864](#) | CM-15-864
Mitchell E. [01524](#) | KN-15-1524
Monconduit L. [00143](#) | CM-15-143
Morfin I. [00632](#) | CM-15-632
Mottier J. [00339](#) | AF-15-339
Muller D. [00345](#) | CM-15-345

N

Nguyen-Thi H. [00171](#) | CM-15-171
Noirez L. [01451](#) | AF-15-1451
Nowak S. [00862](#) | CM-15-862

O

Oberdisse J. [00047](#) | KN-15-47

P

Pellenq R. [00843](#) | CM-15-843
Petitbon-Thévenet V. [00339](#) | AF-15-339
Pierre J. [01484](#) | CM-15-1484
Pilch J. [01739](#) | AF-15-1739
Plazanet M. [01738](#) | AF-15-1738
Poquillon D. [00195](#) | CM-15-195
Porcher F. [01738](#) | AF-15-1738
Puech S. [01142](#) | CM-15-1142

Q

Quisefit J.P. [00862](#) | CM-15-862

R

Raithel M. [00310](#) | AF-15-310

Reinhart G. [00171](#) | CM-15-171
Robach O. [00943](#) | CM-15-943
Rols S. [01591](#) | CM-15-1591
Rousse G. [01738](#) | AF-15-1738
Roussi re B. [00862](#) | CM-15-862
Roy D. [00887](#) | CM-15-887
Royer J.C. [01524](#) | KN-15-1524
Rozenblum F. [01484](#) | CM-15-1484

S

Sallez N. [01299](#) | CM-15-1299
Salloum Abou Jaoude G. [00171](#) | CM-15-171
Sans J.L. [00088](#) | CM-15-88
Sciti D. [00093](#) | CM-15-93
Segura-Ruiz J. [01524](#) | KN-15-1524
Silvestroni L. [00093](#) | CM-15-93
Sittner P. [01739](#) | AF-15-1739
Sougrati M.T. [00143](#) | CM-15-143
Stievano L. [00143](#) | CM-15-143
Suard E. [01266](#) | CM-15-1266

T

Thune E. [00725](#) | CM-15-725
Trcera N. [00887](#) | CM-15-887
Tusseau Nenez S. [00862](#) | CM-15-862

U

Ulm F.J. [00843](#) | CM-15-843

V

Vantelon D. [00887](#) | CM-15-887

W

Wang J. [00171](#) | CM-15-171

Y

Yang Y. [00232](#) | CM-15-232
Yavahcova M. [00862](#) | CM-15-862

Z

Zhong S. [01299](#) | CM-15-1299