

Table des matières

Avant-propos	1
René GUINEBRETIERE et Philippe GOUDEAU	
Chapitre 1. La jouvence du synchrotron européen ESRF : évolution ou révolution ?	7
Tobias SCHULLI et Gilbert CHAHINE	
1.1. Le synchrotron européen ESRF et l'EBS	7
1.2. Définition de la brillance	8
1.3. Bref historique des sources de rayons X et du rayonnement synchrotron	10
1.4. Origine de la grande brillance des sources synchrotron modernes . . .	10
1.5. Les onduleurs : dispositifs d'insertion dans les sources de troisième génération	14
1.6. Influence des paramètres du faisceau d'électrons sur les caractéristiques d'émission	18
1.7. Conséquences de l'amélioration de la source sur les lignes de lumière et sur les expériences	21
1.8. Augmentation du flux cohérent de la source	22
1.9. Les lignes exploitant des aimants de courbures	23
1.10. Bibliographie	31
Chapitre 2. Concepts généraux en tomographie haute résolution par rayons X	33
Pierre BLEUET	
2.1. Introduction	33

2.2. Les sources de rayonnement X pour la tomographie.	35
2.2.1. Le tube à rayons X	36
2.2.2. Le rayonnement synchrotron	39
2.3. L'échantillon et son environnement proche	40
2.3.1. La mécanique du porte-échantillon	40
2.3.2. La préparation d'échantillon	43
2.3.3. Les dégâts d'irradiation	44
2.4. Grandissement et détection	45
2.4.1. Grandissement.	45
2.4.2. Détection indirecte	46
2.4.3. Détection directe	47
2.5. La reconstruction	48
2.5.1. Formulation du problème direct	48
2.5.2. Reconstruction analytique.	49
2.5.3. Reconstruction algébrique.	53
2.6. Les artefacts : cause, correction	55
2.6.1. <i>Ring artefacts</i>	55
2.6.2. Axe de rotation	55
2.6.3. Bougé	56
2.6.4. Durcissement de spectre	56
2.6.5. Tomographie locale.	57
2.7. Autres contrastes.	57
2.7.1. Contraste de phase pour les matériaux légers	57
2.7.2. Contraste chimique par fluorescence des rayons X	58
2.7.3. Contraste cristallin par diffraction des rayons X.	59
2.8. Galerie d'images.	60
2.9. Bibliographie.	62

Chapitre 3. Systèmes complexes naturels et manufacturés : apport des techniques d'imagerie de rayons X 65

Laurent MICHOT

3.1. Introduction.	65
3.2. Les techniques d'imagerie de rayons X	67
3.2.1. Les techniques d'imagerie hyperspectrale dans le domaine des rayons X durs et tendres	68
3.2.1.1. La microfluorescence X.	68
3.2.1.2. La microdiffraction des rayons X	71
3.2.1.3. La micro-absorption X.	73
3.2.2. La microscopie X dans le domaine des X mous	78
3.2.2.1. La microscopie X en mode balayage : le STXM	80

3.2.3. La microscopie X en mode transmission : le TXM	82
3.3. Conclusion	85
3.4. Remerciements	86
3.5. Bibliographie	86

Chapitre 4. Apport des rayons X à l'étude de microstructures et propriétés mécaniques sous pression 93

Sébastien MERKEL, Nadège HILAIRET, Paul RATERRON et Angelika ROSA

4.1. Introduction	93
4.2. Techniques expérimentales de hautes pressions	95
4.2.1. Presses « gros volume »	95
4.2.2. Cellule à enclumes de diamant	96
4.3. Méthodes de caractérisation <i>in situ</i>	99
4.3.1. Déformations	99
4.3.2. Propriétés de polycristaux	100
4.3.2.1. Textures	100
4.3.2.2. Contraintes	103
4.3.3. État local	106
4.3.3.1. Diffraction dite multigrains	106
4.3.3.2. Défauts	108
4.4. Conclusion	110
4.5. Bibliographie	110

Chapitre 5. Diffusion et diffraction des rayons X aux petits angles et matière molle : cas des polymères semi-cristallins 117

Sylvie TENCÉ-GIRAULT

5.1. Introduction	117
5.2. Présentation générale des polymères semi-cristallins	119
5.3. Diffusion et diffraction des rayons X aux petits angles et polymères semi-cristallins	122
5.3.1. Acquisition d'un diagramme	122
5.3.2. Traitement des diagrammes $I(q)$	124
5.3.3. Traitement des diagrammes $I(\varphi)$	126
5.4. Application de la diffusion des rayons X aux petits angles aux polymères semi-cristallins : cas du PVDF	128
5.4.1. Exemple 1 : structure et morphologie du PVDF, de la température ambiante à la fusion	131
5.4.2. Exemple 2 : le PVDF soumis à une traction uniaxiale, orientation, cavitation	134

5.4.2.1. Expériences au cours d'un essai de traction à température ambiante	134
5.4.2.2. Expériences DRXPA sur des éprouvettes étirées à différentes températures.	136
5.4.3. Exemple 3 : mélange de PVDF avec un copolymère à blocs, évolution de la morphologie	138
5.5. Conclusion	143
5.6. Remerciements.	144
5.7. Bibliographie.	144

Chapitre 6. Les rayons X pour la caractérisation *in situ* et *operando* de catalyseurs hétérogènes

Christèle LEGENS

6.1. Introduction.	147
6.2. Couplage DRX-DRIFT-GC pour le suivi de la synthèse Fischer-Tropsch	149
6.2.1. La réaction Fischer-Tropsch.	150
6.2.2. Description du couplage DRX-DRIFT-GC.	150
6.2.3. Application à l'étude d'un catalyseur au cobalt supporté sur alumine	152
6.2.3.1. Propriétés catalytiques.	152
6.2.3.2. Caractérisation par DRX <i>operando</i>	153
6.2.3.3. Caractérisation par DRIFT <i>operando</i>	154
6.2.4. Conclusion	157
6.3. XPS environnemental pour le suivi de l'évolution de la surface d'un catalyseur de type Fischer-Tropsch	160
6.3.1. Bref historique.	160
6.3.2. Principe de l'XPS environnemental	162
6.3.2.1. Interaction gaz-électrons	164
6.3.2.2. Le principe du pompage différentiel	165
6.3.2.3. Distance optimale échantillon-ouverture	167
6.3.2.4. Interaction gaz photons	168
6.3.2.5. Effets de charge.	170
6.3.3. Étude d'un catalyseur au cobalt supporté sur silice	172
6.3.4. Conclusion	175
6.4. L'EXAFS <i>in situ</i> pour le suivi de l'activation des catalyseurs d'hydrotraitement.	176
6.4.1. La spectroscopie d'absorption X	177
6.4.2. Montage expérimental et séquence analytique.	179

6.4.3. Évolution des spectres XANES du Mo en fonction de la température de sulfuration	180
6.4.4. Détermination du nombre de composantes principales et extraction des spectres purs par chimométrie	183
6.4.4.1. Analyse en composantes principales (ACP)	183
6.4.4.2. Spectres purs et concentrations déterminés par la méthode de résolution multivariée de courbe avec régressions alternées.	186
6.4.5. Identification des composés purs déterminés par MCR-ALS	189
6.4.5.1. La première composante MCR intermédiaire (PC2)	189
6.4.5.2. La deuxième composante MCR intermédiaire (PC3).	192
6.4.5.3. La composante sulfure finale.	193
6.4.6. Conclusion	196
6.5. Conclusion générale.	196
6.6. Remerciements.	197
6.7. Bibliographie.	197

Chapitre 7. Étude des domaines ferroélectriques à basse dimensionnalité : apport de la diffraction de rayons X 203

Nathalie LEMÉE, Alexandre BOULLE et Ingrid CANERO INFANTE

7.1. Introduction : de l'importance des domaines dans les matériaux ferroélectriques à basse dimensionnalité	203
7.1.1. Quelques généralités sur les matériaux ferroélectriques	204
7.1.2. Apport de la diffraction de rayons X à l'étude des matériaux ferroélectriques	206
7.1.3. Les structures en domaines dans les couches minces ferroélectriques	207
7.1.3.1. Les structures polydomaines à 90°	208
7.1.3.2. Les structures polydomaines à 180°.	209
7.1.4. Ingénierie des domaines dans les ferroélectriques : applications potentielles	210
7.2. Intérêt des super-réseaux pour l'étude des structures en domaines dans les ferroélectriques à basse dimensionnalité	211
7.3. Étude des domaines dans des super-réseaux ferroélectriques par diffraction des rayons X.	213
7.3.1. Étude d'une structure en domaines ferroélectriques/ferroélastiques.	213
7.3.2. Étude d'une structure polydomaines ferroélectriques.	217

7.3.2.1. Mise en évidence des structures en domaines à 180°	218
7.3.2.2. Mise en évidence de la rotation de la polarisation	219
7.3.2.3. Mise en évidence d'une symétrie monoclinique de la structure polaire.	220
7.3.3. Impact de la structure en domaines sur la transition de phase . . .	224
7.3.4. Modélisation du profil de diffusion diffuse des nanodomains ferroélectriques	225
7.4. Conclusion	228
7.5. Remerciements.	228
7.6. Bibliographie.	229

Chapitre 8. L'éclairage à base de diodes électroluminescentes : le rôle des luminophores 235

Geneviève CHADEYRON et Audrey POTDEVIN

8.1. L'éclairage : généralités	235
8.1.1. Comment comparer la qualité des différentes sources d'éclairage ?	235
8.2. Les lampes à LED	238
8.2.1. Les LED et la génération de la lumière blanche	240
8.2.2. L'architecture des LED commerciales.	242
8.3. Qu'est-ce qu'un luminophore ?	243
8.3.1. Les luminophores pour l'éclairage LED	244
8.3.2. Intégration du ou des luminophore(s) avec les LED	245
8.4. Luminophores de formulation $Y_3Al_5O_{12}$ activés par des ions de terre rares	247
8.4.1. Le procédé sol-gel et la voie solvothermale	247
8.4.1.1. Synthèse par le procédé sol-gel de la matrice $Y_3Al_5O_{12}$ activée par l'ion Ce^{3+} ou Tb^{3+}	248
8.4.1.2. Synthèse par voie solvothermale de la matrice $Y_3Al_5O_{12}$: Ce^{3+}	248
8.4.2. Caractérisations structurales et morphologiques.	249
8.4.3. Diffusion des rayons X aux petits angles et spectroscopie d'absorption X	255
8.4.3.1. Diffusion des rayons X aux petits angles.	255
8.4.3.2. Spectroscopie d'absorption X	259
8.5. Conclusion	266
8.6. Bibliographie.	266

Chapitre 9. Les rayons X pour l'étude des matériaux du patrimoine	269
Claire GERVAIS	
9.1. Introduction.	269
9.1.1. Les matériaux du patrimoine	270
9.1.2. Spécificités des matériaux du patrimoine	270
9.2. Un domaine interdisciplinaire bien démarqué	273
9.3. Matériaux du patrimoine, des matériaux d'avenir ?	275
9.3.1. Le bleu de Prusse : un matériau multifonctionnel de demain	275
9.3.2. Les poteries vernissées : nanophotonique de pointe.	276
9.3.3. Les fers archéologiques : estimer l'avenir lointain	276
9.3.4. Les matériaux anciens : un territoire riche de matériaux inexplorés	277
9.4. Avancées récentes dans l'étude des matériaux du patrimoine par les rayons X.	278
9.4.1. Composition chimique : fluorescence X	278
9.4.2. Composition structurale à grande échelle : diffraction des rayons X.	281
9.4.3. Composition structurale locale : spectroscopie d'absorption X	283
9.4.4. Microstructure : tomographie aux rayons X	286
9.5. Le futur des rayons X pour les matériaux du passé	289
9.6. Conclusion	290
9.7. Bibliographie.	290
Liste des auteurs	301
Index	303