

Avantages du Rayonnement Synchrotron

- **Hautes énergies (jusqu'à 500 keV)**
 - Grande longueur de pénétration des rayons X
 - Etudes dans le volume, non destructives
- **Grand flux de rayons X**
 - Possibilité d'acquérir des données très rapidement (< 1 ms)
 - Etudes de transformations rapides et irréversibles
- **Energies ajustables**
 - Sélection au niveau des éléments chimiques
 - Optimisation des résultats en fonction de la composition des échantillons
- **Faisceau focalisable (< 100 nm)**
 - Ajustement de la taille du faisceau en fonction de la zone à cartographier et de la taille des grains



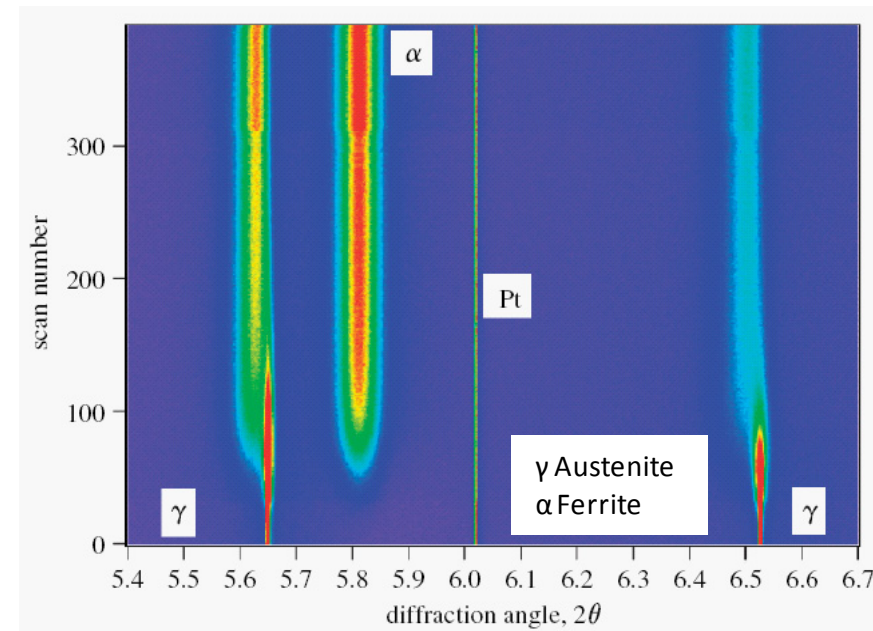
Diffraction de poudre haute résolution (ID31):

Etude *in situ* de la formation de la bainite

H.J. Stone et al., Proc. R. Soc. A, 464, 1009, (2008)

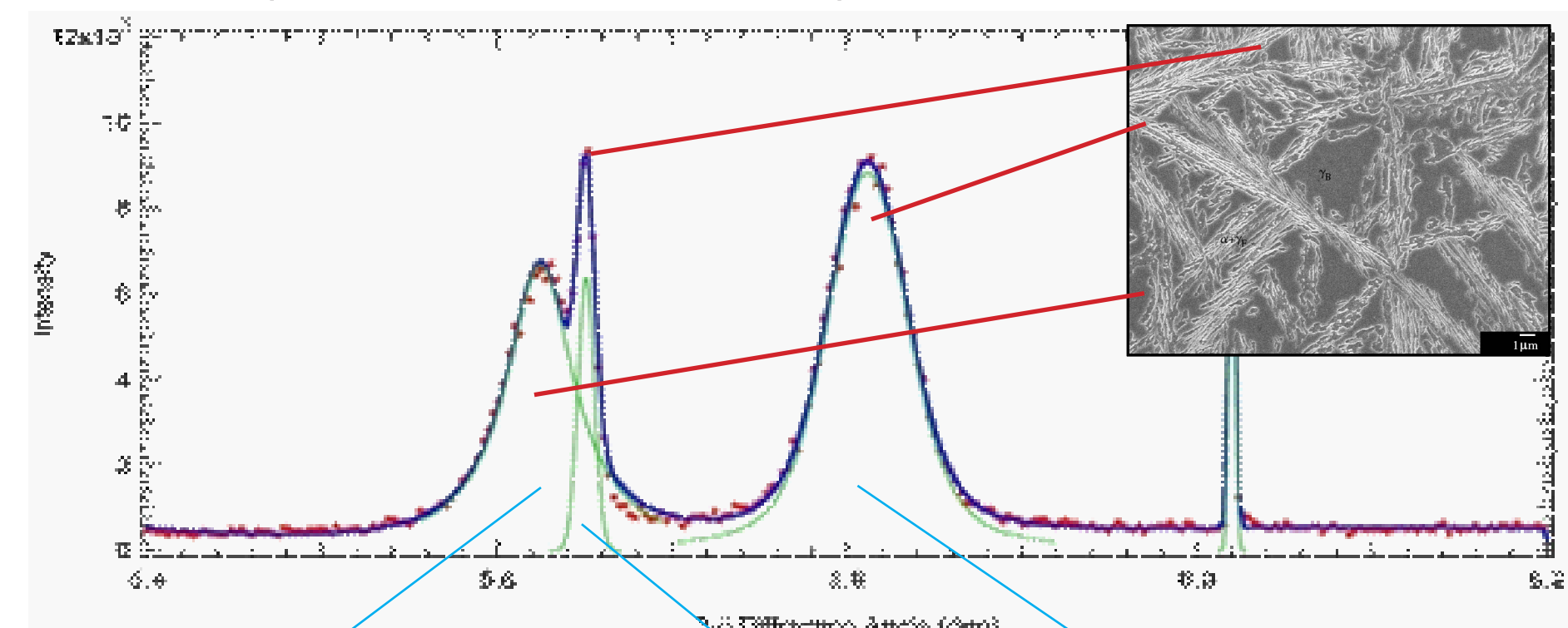
But

- Etudier l'évolution de la formation de bainite (nanostructurée par décomposition isothermale de l'austénite) en fonction du temps.
- Déterminer l'existence, dans la phase austénitique initiale, d'événements précurseurs à la transformation en bainite.

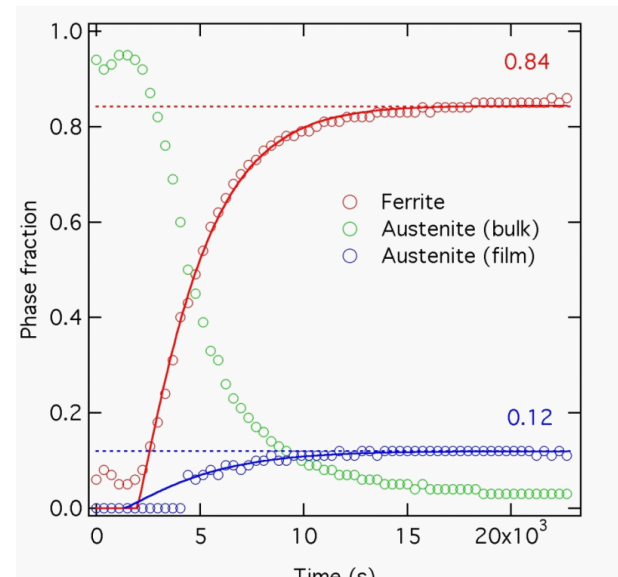


Acquisition des clichés de diffraction en continu - Environ 5 minutes / cliché

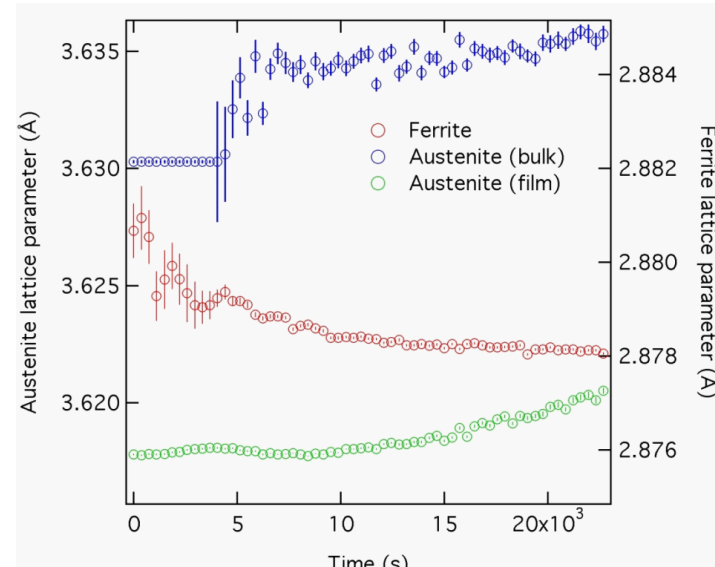
Evolution des pics de diffraction de l'austénite $\gamma(111)$ et de la ferrite $\alpha(110)$



Evolution des fractions atomiques



Evolution des paramètres de maille



Résultats

- Deux populations d'austénite évoluent au cours de la transformation : l'austénite de départ et une variété enrichie en carbone (film mince).
- Les paramètres de maille de la variété enrichie en carbone augmentent avec le temps et sa fraction atomique. Ceci est cohérent avec un comportement de partitionnement du carbone.
- L'asymétrie des pics de diffraction est due à une distribution hétérogène du carbone dans l'austénite.

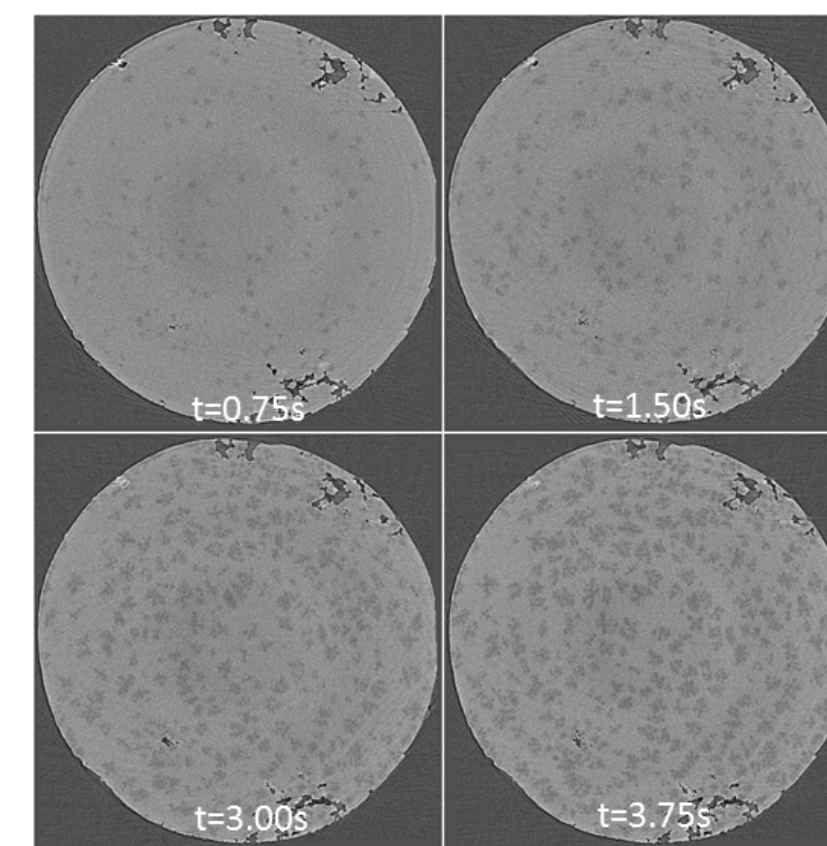
Tomographie ultra-rapide (ID15):

Solidification d'un alliage d'aluminium

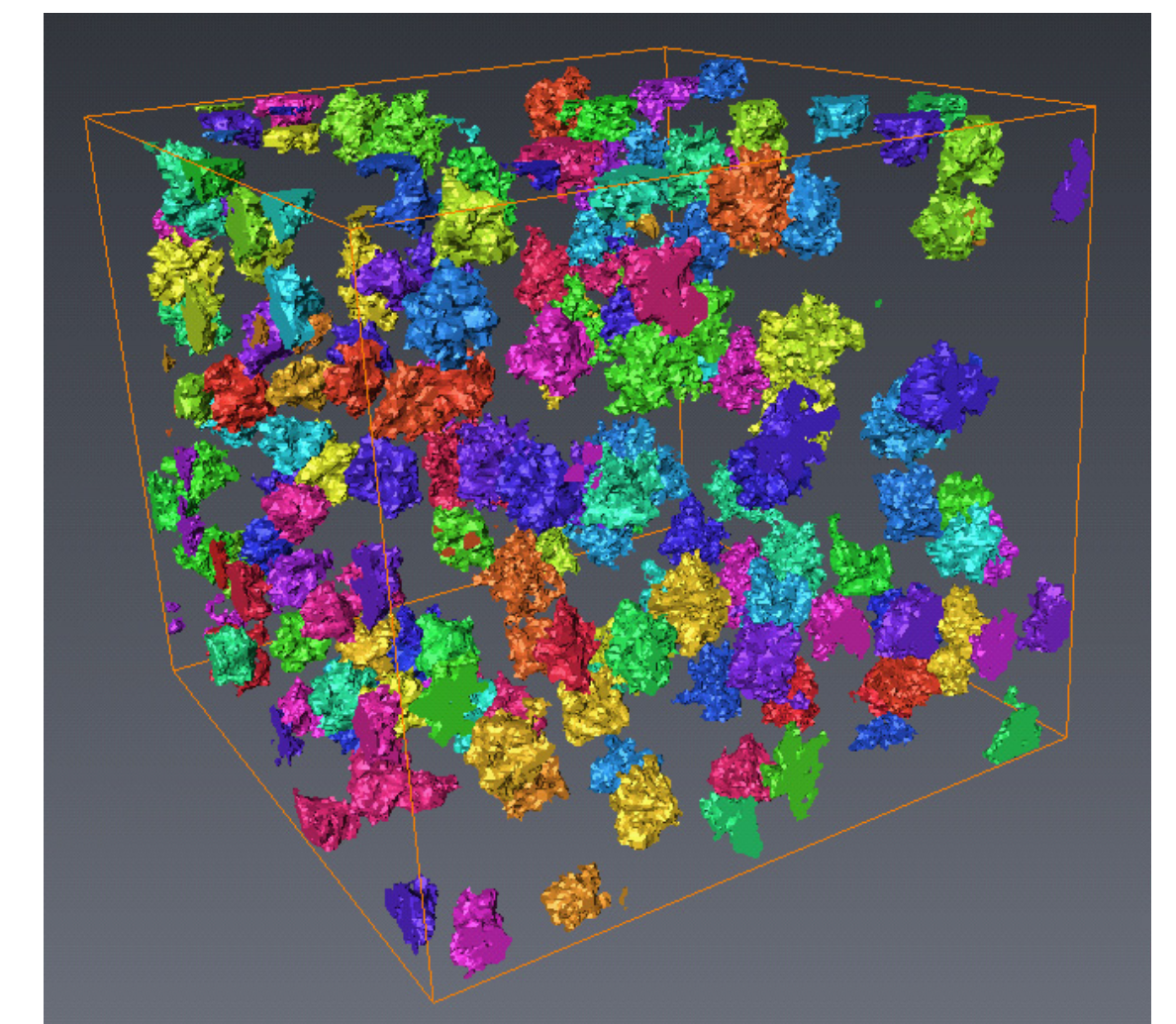
L. Salvo et al., Trans Indian Inst Met, (2012)

But

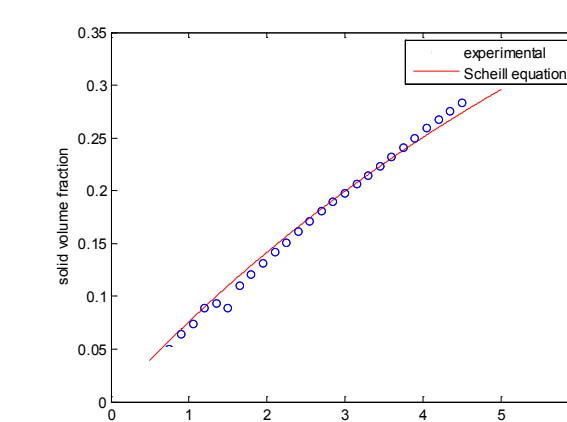
- Suivre la formation, la composition et la croissance de dendrites lors de la solidification d'un alliage d'aluminium modèle (AlCu20%) au cours d'un refroidissement rapide (5°C/s).



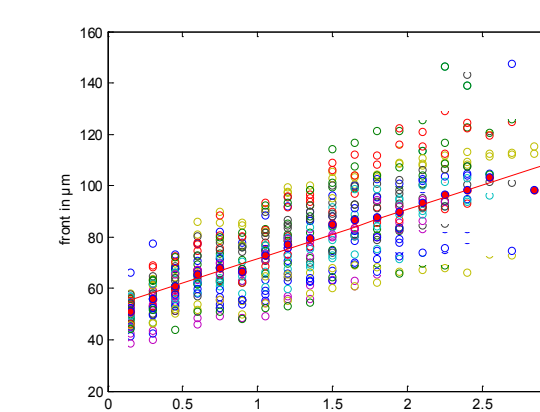
Tomographie 2D :
1 image/0.15 s (600 projections d'une durée de 0.25 ms/projection) 70 scans au total pour 1 expérience optique $2.2 \mu\text{m}$



Rendu 3D des dendrites à $t = 0.75$ s



La fraction solide suit l'équation de Scheil avec 4.6°C/s



Évolution de la vitesse du front de solidification basée sur le suivi de 37 dendrites

Résultats

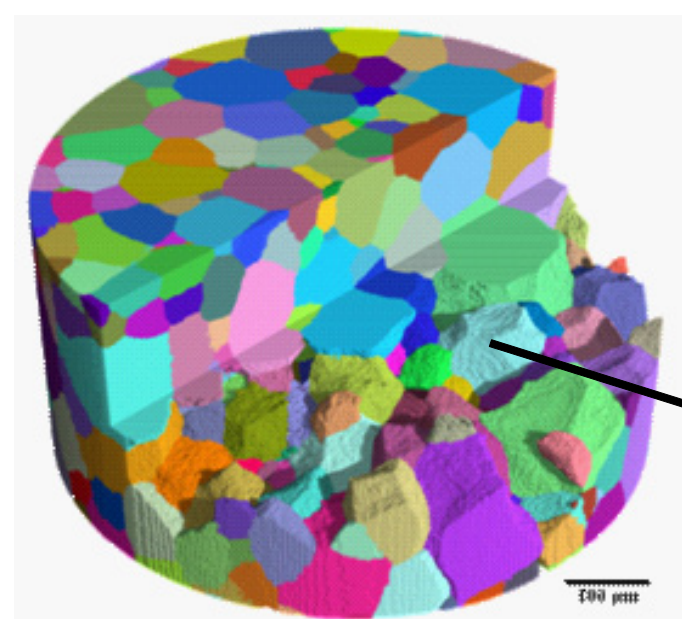
- Le premier stade de la solidification a pu être observé lors d'un refroidissement à une vitesse industrielle (grâce aux 7 tomos/s).
- Les dendrites grossissent librement jusqu'à 0.22 de fraction solide.
- Les dendrites grossissent avec une vitesse constante de $15 - 20 \mu\text{m/s}$.
- Le ratio surface/volume des dendrites reste quasiment constant.

Tomographie à contraste de phase DCT (ID11-ID19):

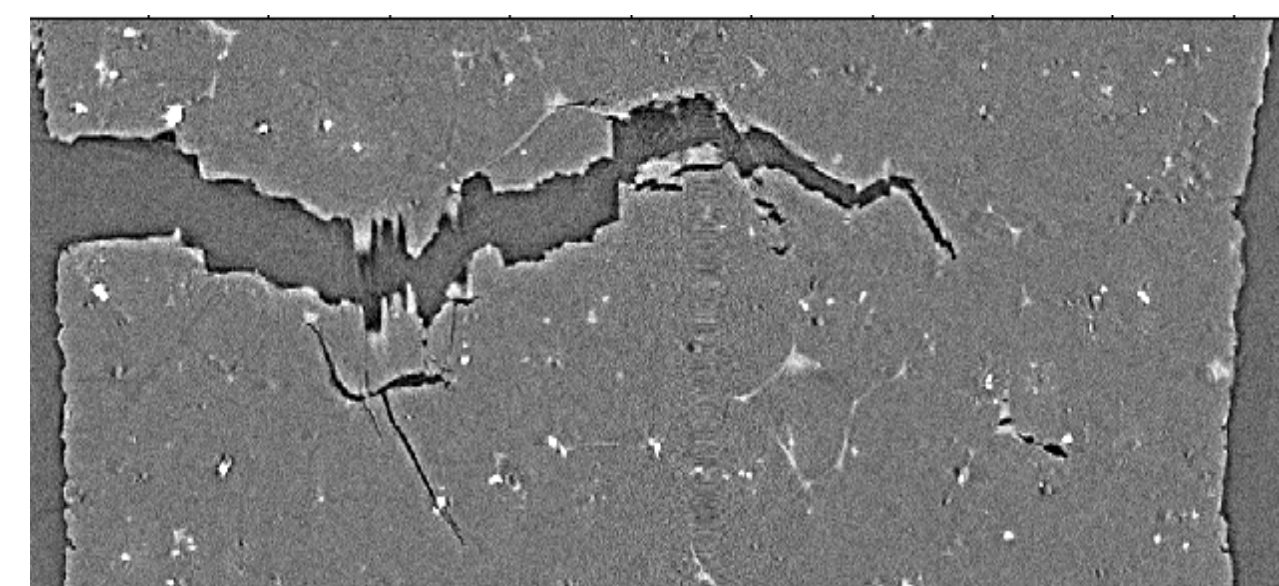
A. King et al., Science, 321, 382, (2008)

But

- Étudier des matériaux polycristallins en combinant diffraction et imagerie
- Cartographier la forme et l'orientation des grains.



Cartographie 3D des grains...



...associée simultanément à la tomographie

ACCÈS

• Accès gratuit

- Allocation de temps de faisceau à une institution académique ou un industriel, à travers un système de proposition de projets.
- Les expériences doivent donner lieu à publication.
- Frais de déplacement, logement et nourriture pris en charge par l'ESRF.

• Accès par collaboration ou contrat R&D

- Co-financement ESRF/industriel ou/et institution d'un thésard ou post-doc.
- Partenariat à long terme, contrat R&D.
- Collaboration via projet ANR ou européen.

• Accès propriétaire

- Achat de temps de faisceau avec aide locale.
- Support supplémentaire possible pour l'analyse des données.
- Résultats confidentiels, droits de propriété intellectuelle au client.

Exemples de lignes de lumière et techniques disponibles

• Diffraction

- ID31: Diffraction de poudres haute-résolution et contraintes résiduelles
- ID11: Diffraction de poudres et polycristaux résolue en temps – Nano faisceau - Texture
- ID15: Diffraction de poudres et polycristaux – Echantillons denses et/ou épais – Texture – Contraintes résiduelles

• Tomographie

- ID15: Tomographie ultra-rapide : temps d'acquisition < 1 ms
- ID19: Tomographie à haute et moyenne résolution : de $0.3 \mu\text{m}$ à $30 \mu\text{m}$
- ID22: Tomographie à très haute résolution : $< 100\text{nm}$

• Combinaison diffraction/tomographie

- ID11: Diffraction à contraste de phase (DCT) – Diffraction 3D (3DXRD)
- ID15: Combinaison diffraction (poudre, PDF...) et tomographie

Exemples d'environnements de l'échantillon

• Etudes en températures

- Chauffage jusqu'à 1200°C (four radiant (2×1 kW), four laser, four à lampes...) et au-delà (four à induction (6 kW)), montées en température très rapides ($\rightarrow 200$ K/min), différentes atmosphères ((vide, air, oxydantes, inertes...))
- Refroidissement, de 2 K à T_{amb} (cryostat) ou de 70 K à 500 K (cryostream)

• Machines de traction de 3 à 50 kN, combinaison traction/chauffage, sous atmosphère inertes...

• Equipements sur mesure

- Machines thermo-mécaniques pour la micro-tomographie
- Four spécifiques (atmosphères, géométrie de l'échantillon...)
- Machine à broyer
- Cellules de mise sous pression de gaz (jusqu'à 200 bars, gaz corrosifs...)