

# LABORATOIRE LÉON BRILLOUIN



PHYSIQUE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE,  
PHYSIQUE DES MATERIAUX,  
MÉTALLURGIE,  
NANO-OBJETS,  
POLYMÈRES,  
BIOSCIENCES,  
SCIENCES DE LA TERRE,  
ARCHÉOLOGIE,

.....



## Laboratoire National de diffusion neutronique

AU SERVICE DE LA SCIENCE  
ET DE L'INDUSTRIE

<http://www.llb.cea.fr>

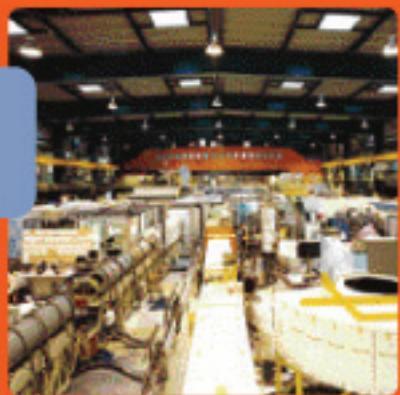


# LE LABORATOIRE LÉON BRILLOUIN (LLB)

est un Laboratoire National financé conjointement par le Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS) et le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA).

Très Grande Installation (TGI), le LLB fait partie d'un réseau Européen et bénéficie d'un support de l'Union Européenne.

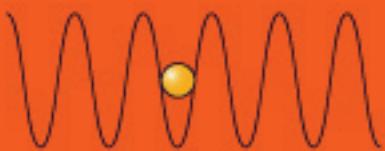
**SES MISSIONS** ▶ Promouvoir l'utilisation de la diffraction et de la spectroscopie neutronique. ▶ Accueillir et assister les équipes d'expérimentateurs venant réaliser des expériences. ▶ Conduire une recherche sur ses propres programmes scientifiques.



## LE NEUTRON ■■■

Une particule bien adaptée  
à l'exploration de la matière

ONDE ET PARTICULE  
SONT DEUX REPRÉSENTATIONS  
D'UNE MÊME RÉALITÉ.



Vitesse ( $v$ ), énergie ( $E$ ), longueur d'onde ( $\lambda$ ) et vecteur d'ondes ( $\vec{k}$ ) sont liés par les relations :

$$E = \frac{1}{2} mv^2 ; \lambda = \frac{h}{mv} ; \vec{k} = \frac{2\pi m}{h} \vec{v}$$

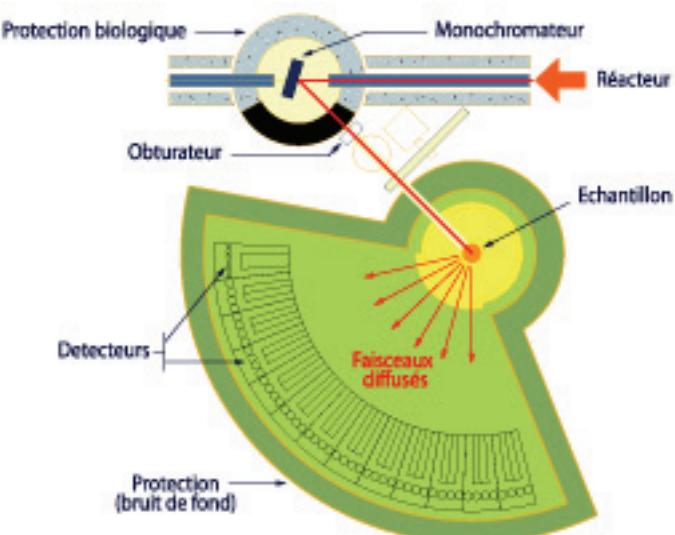
( $m$  = masse du neutron,  $h$  = constante de Planck)

$$\lambda = 0,18 \text{ nm} \leftrightarrow E = 25 \text{ meV} \leftrightarrow v = 2200 \text{ m/s}$$

- L'énergie des neutrons dont la longueur d'onde est proche de la distance entre deux atomes se trouve être comparable aux énergies d'excitations des atomes et des moments magnétiques au sein de la matière.
- ▶ **Détermination de la structure atomique**
- ▶ **Mesure de la dynamique des atomes et des moments magnétiques**
- Les neutrons interagissent avec les noyaux des atomes ; ils sont sensibles à l'isotope.
- ▶ **Bonne visibilité des atomes légers**
- ▶ **Marquage ciblé par substitution isotopique**
- Les neutrons sont fortement diffusés par les moments magnétiques.
- ▶ **Outil le plus performant pour déterminer les structures magnétiques**
- Les neutrons sont faiblement absorbés par la matière.
- ▶ **Exploration en profondeur de la matière**

## PRINCIPE D'UNE EXPÉRIENCE ■■■

Après "préparation", les neutrons issus du réacteur ORPHEE sont dirigés vers l'échantillon. Par interaction avec les atomes, ils changent de direction, d'énergie et parfois de spin. De la modification de ces grandeurs, on déduit des informations précieuses sur la structure atomique et magnétique ainsi que sur la dynamique des atomes et des moments magnétiques présents dans l'échantillon. On choisit, selon la grandeur à mesurer et la nature de l'échantillon, le spectromètre le mieux adapté.

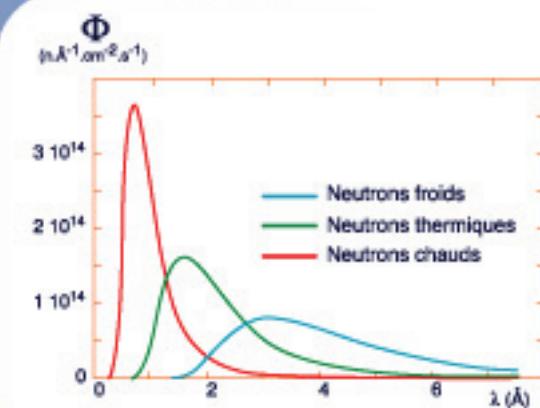


# LE RÉACTEUR ORPHÉE



est un réacteur à fission d'une puissance de 14 MW. Son cœur, très compact, est plongé dans un bidon d'eau lourde.

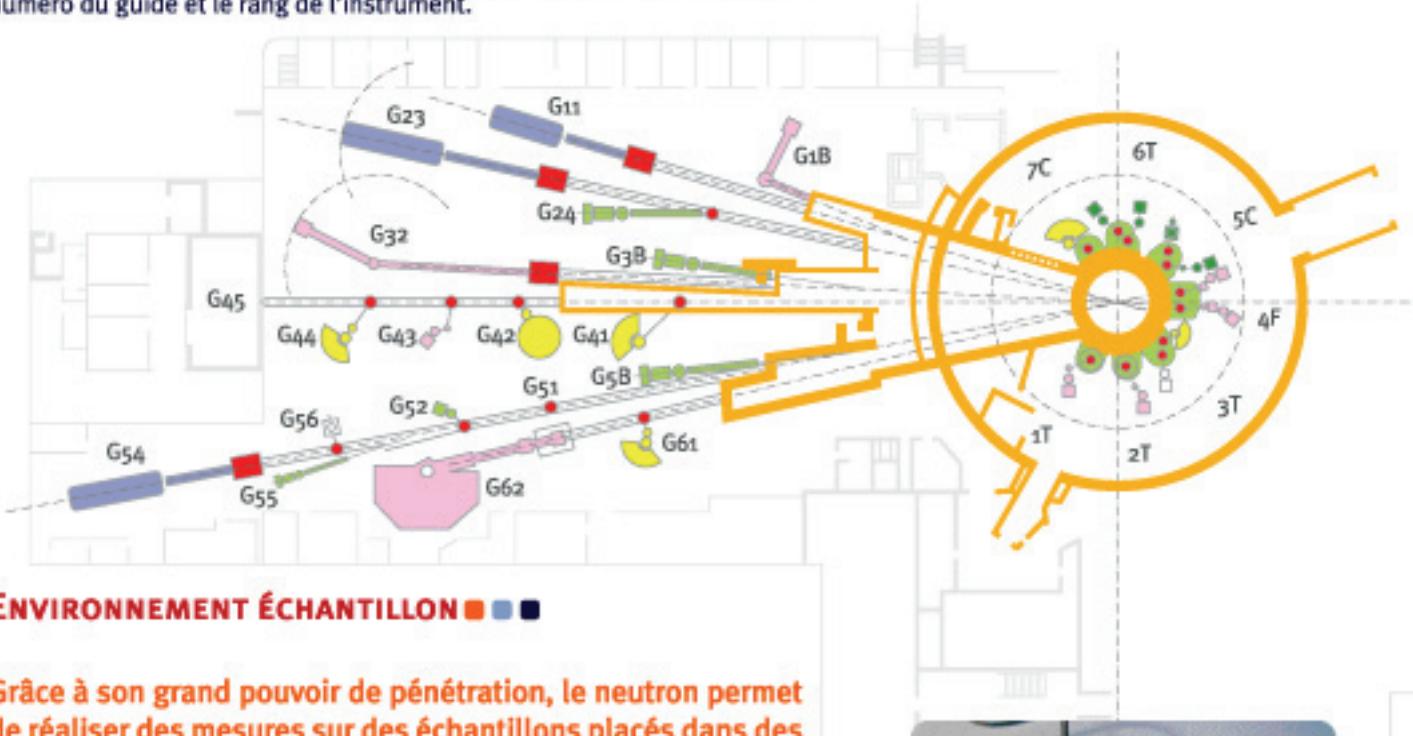
Grâce à ses modérateurs à 20, 300 et 1400 K, il fournit des faisceaux dont l'énergie a une distribution maxwellienne autour de 100 meV ( $\lambda \sim 0,08$  nm), 25 meV (0,18 nm), et 5 meV (0,35 nm).



## 25 INSTRUMENTS À LA DISPOSITION DES SCIENTIFIQUES ■■■

Choisir l'instrument le mieux adapté à la mesure expérimentale souhaitée :

Dans le hall réacteur, chaque instrument est repéré par une lettre T, F ou C pour indiquer s'il reçoit un faisceau de neutrons, thermiques, froids ou chauds, précédé d'un chiffre qui le localise. Les instruments du hall des guides sont désignés par la lettre G suivie de deux chiffres indiquant le numéro du guide et le rang de l'instrument.



## ENVIRONNEMENT ÉCHANTILLON ■■■

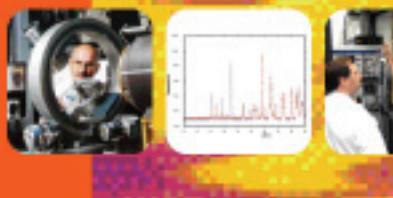
Grâce à son grand pouvoir de pénétration, le neutron permet de réaliser des mesures sur des échantillons placés dans des environnements particuliers ou soumis à des conditions extrêmes telles que celles rencontrées au centre de la Terre ou sur des planètes lointaines. Ces mesures font émerger des propriétés nouvelles, souvent inattendues.

- Basses et hautes températures : 50 mK à 2000 K.
- Champs magnétiques intenses : jusqu'à 10 teslas.
- Très hautes pressions : jusqu'à 50 GP (500 000 atm).
- Champ électrique.
- Faisceau laser (phénomènes photo-induits).
- Application de contraintes mécaniques (solides).
- Ecoulement avec cisaillement (fluides).
- .....



Cellule pour mesure sous très haute pression

# DIFFUSION TOTALE



## DIFFRACTOMÈTRES "POUDRES"

C'est le spectromètre le plus simple. Un faisceau, rendu monochromatique par réflexion de Bragg sur un cristal, est dirigé sur un échantillon. Les neutrons diffusés sont comptabilisés par des multidéTECTeurs ou des bancs de détecteurs qui permettent une acquisition très rapide des spectres. Ces instruments sont particulièrement adaptés pour les mesures sur poudres, polycristaux, liquides et matériaux amorphes. Les spectres sont analysés avec des programmes de traitements de données très puissants. Ces expériences permettent de déterminer :

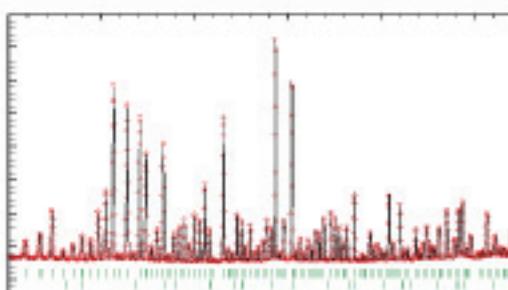
- ▶ Dans les cristaux, la symétrie de la maille et pour chaque atome, sa position moyenne et l'espace qu'il occupe .
- ▶ Dans les systèmes désordonnés, les fonctions de corrélations de paires.



## STRUCTURE ATOMIQUE

Le diffractogramme d'un matériau cristallisé présente des pics (pics de Bragg) dont la position et l'intensité sont liées à la structure de la maille élémentaire. Les échantillons peuvent être des cristaux inorganiques, moléculaires ou biologiques. La structure est corrélée aux propriétés physiques, chimiques, pharmaceutiques, environnementales, ... du matériau.

Grâce à leurs propriétés spécifiques, les neutrons "volent" bien les atomes légers, en particulier l'hydrogène. Le choix de l'instrument est dicté par l'ordre de grandeur du paramètre de la maille cristalline et la résolution désirée.



Comparaison entre l'expérience (points) et l'ajustement à une hypothèse de structure (courbe continue)

## Structure magnétique

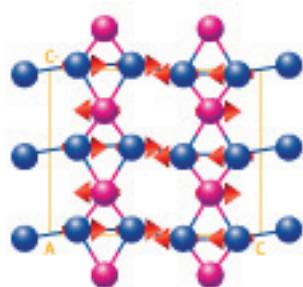
Le magnétisme de la matière est dû à la présence de moments magnétiques microscopiques (petits aimants) portés par chacun des atomes (généralement par les électrons). Selon le matériau, dans une phase magnétique ordonnée ces petits moments peuvent être :

- ▶ Soit tous parallèles (ferromagnétisme).
- ▶ Soit égaux et opposés 2 à 2 (antiferromagnétisme) et parfois ordonnés de façon plus compliquée : ferrimagnétisme, structure hélicoïdale, ....

La diffusion neutronique permet, en température et sous champ, une détermination précise de ces structures.



Aimant permanent (ferromagnétique)

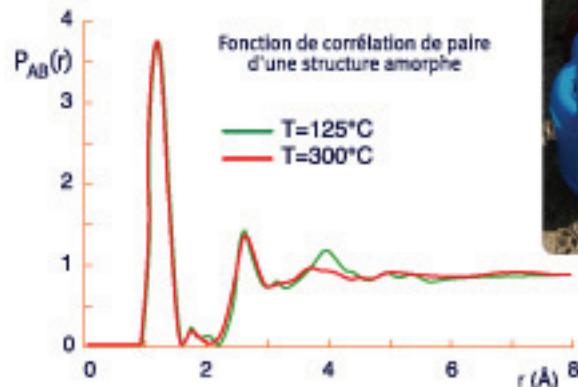


$\text{Co}_3(\text{OD})_2(\text{SO}_4)_2$   
(antiferromagnétique canté)



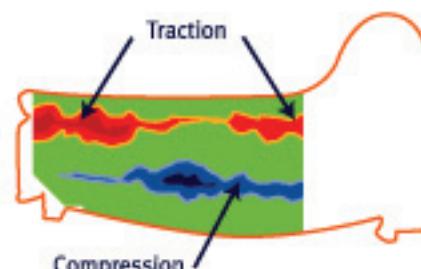
## SYSTÈMES DÉSORDONNÉS

Dans les liquides et amorphes, il n'est plus possible de déterminer la position exacte des atomes mais seulement le voisinage de chacun d'eux en terme probabiliste (ordre à courte distance). Cet ordre se caractérise par la fonction de corrélation de paire  $P_{AB}(r)$ , probabilité de trouver un atome de type B à la distance  $r$  d'un atome de type A. La diffusion de neutrons mesure la transformée de Fourier de cette fonction.



## CONTRAINTE ET TEXTURE

En mesurant la variation spatiale du paramètre de la maille cristalline, on peut dresser une cartographie 3D de l'état de contrainte d'une pièce mécanique industrielle avec une résolution de 1 mm<sup>3</sup>. Le pouvoir de pénétration des neutrons permet d'établir ces cartes pour des pièces industrielles telles que des carters de moteur ou des longerons d'avion.

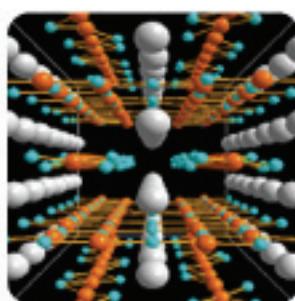


Analyse des contraintes dans une roue de wagon après 1 400 000 Km de fonctionnement

## DIFFRACTOMÈTRE ■■■

### "MONOCRISTAUX" (ou 4 cercles)

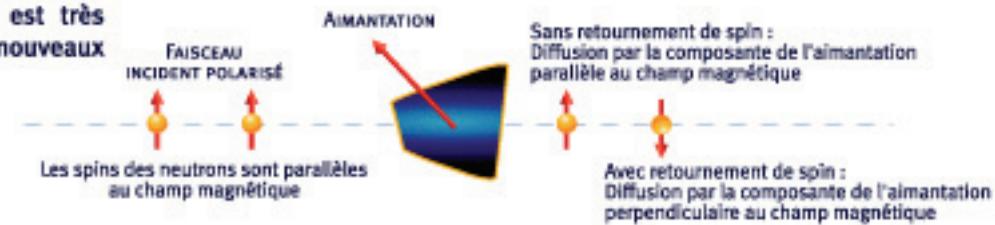
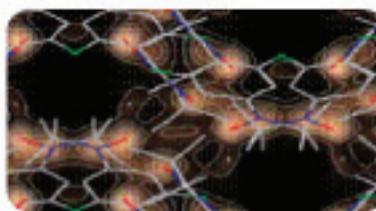
Mesuré sur un monocristal, le spectre de diffraction d'un matériau contient des informations structurales et magnétiques plus complètes car non moyennées. La préparation des échantillons est plus complexe mais certains problèmes ne sont résolus qu'à ce prix.



## DIFFRACTOMÈTRE ■■■

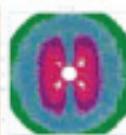
### "NEUTRONS POLARISÉS"

Certains spectromètres mesurent le changement de la direction du spin du neutron après diffusion. Cette technique permet de déterminer, avec la plus grande précision, les structures magnétiques. Plus généralement, elle permet de dresser des cartes de densité de spin au sein des cristaux magnétiques même si le magnétisme est très faible : aimants moléculaires, nouveaux composés magnétiques, ...

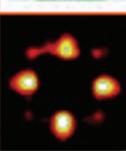


## DIFFUSION AUX PETITS ANGLES ■■■

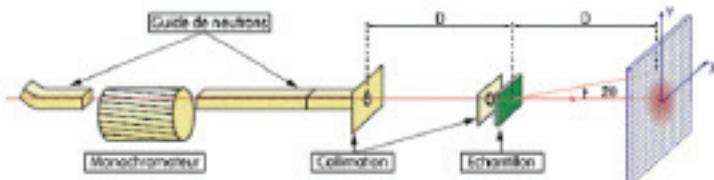
Produite par des objets de taille nanométrique (polymères, micelles, vésicules, protéines, précipités, fluctuations critiques, vortex, ...), la diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA) permet la mesure des longueurs (entre ~0,1 et ~100 nm) qui caractérisent ces objets.



Spectre DNPA produit par le déplacement relatif de particules dures dans une matrice de polymères sous l'effet d'un étirement



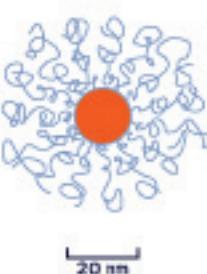
Diffusion par un réseau de vortex (vortex = tubes de phase normale dans un supraconducteur de type II plongé dans un champ magnétique)



### TECHNIQUE DE VARIATION DE CONTRASTE

Pour étudier la matière molle, la forte différence d'amplitude de diffusion entre les isotopes H et D de l'hydrogène permet :

- de marquer sélectivement un élément parmi un ensemble
- dans un objet composite, d'annuler le contraste entre le solvant et l'un des composants et donc de le rendre invisible.



La proportion H/D rend le solvant "orange" ; seuls les cheveux diffusent



le mélange solvant H/D est "bleu" ; on ne voit que le cœur

Cheveux de polymères greffés sur une bille de silice (des couleurs différentes symbolisent des "densités de diffusion" différentes).

## RÉFLECTOMÉTRIE : STRUCTURE

### ET MAGNÉTISME DE SURFACE

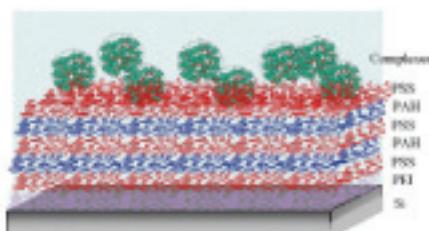
### ET D'INTERFACE ■■■

L'étude de couches de 1 à 100 nm d'épaisseur, au voisinage d'une interface entre 2 milieux, est possible par réflexion des neutrons. On peut déterminer :

- Un profil de composition.
- Une rugosité de surface.
- L'apparition d'une organisation en strates
- .....

L'utilisation d'un faisceau incident polarisé donne un accès au magnétisme dans les couches minces : magnétisme de surface, couplage magnétique entre couches minces, magnétisme d'interface, ... sans oublier les nano-objets de la spintronique.

Elaboration de biopuces : dépôt sur silicium de complexes protéines-polyélectrolytes



## NEUTRONOGRAPHIE ■■■

Analogue et dans son principe à un examen par radiographie X, la radiographie neutrons fournit des informations spécifiques : par exemple visualiser des éléments contenant de l'hydrogène dans des structures métalliques.

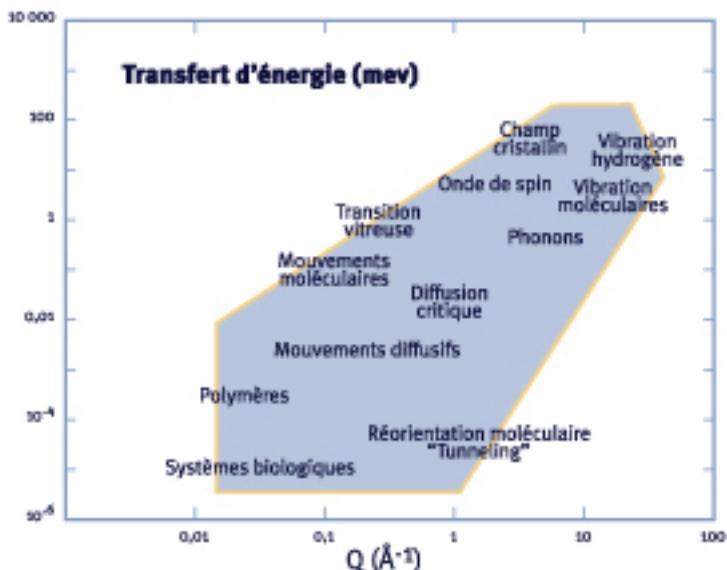


Radiographie neutrons de vérins pyrotechniques ARIANE ; il manque un joint caoutchouc

# DIFFUSION INÉLASTIQUE

L'analyse du changement d'énergie des neutrons lors du processus de diffusion renseigne sur les excitations atomique et magnétique dans l'échantillon. Caractériser une excitation, c'est définir sa nature et la relation entre son énergie et son vecteur d'onde (relation de dispersion).

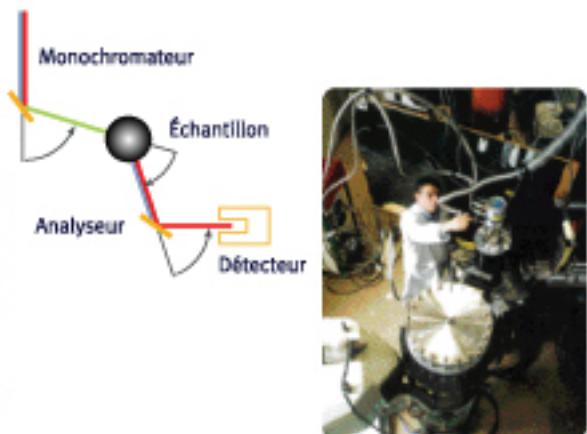
Ci-contre : Plan énergie, vecteur d'onde (remarquer la double échelle logarithmique) pour les différentes excitations rencontrées dans la matière condensée et mesurables par diffusion neutronique.



## SPECTROMÈTRE "TROIS AXES"

Le monochromateur sélectionne, par réflexion de Bragg, une longueur d'onde. En raison des processus de diffusion inélastique le faisceau qui émerge de l'échantillon devient polychromatique. Par balayage angulaire, le cristal analyseur refléchit successivement chacune des longueurs d'onde vers le compteur. La dénomination de "trois axes" fait référence aux axes de rotation du monochromateur, de l'échantillon et de l'analyseur.

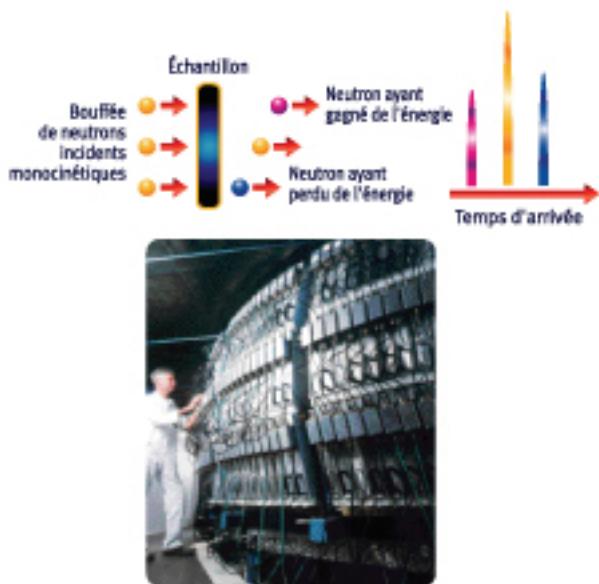
Cette technique est particulièrement bien adaptée au tracé de courbes de dispersion des excitations collectives : phonons, magnons, etc.



## SPECTROMÈTRE "TEMPS DE VOL"

On envoie sur l'échantillon un "paquet" de neutrons monocinétiques. Ceux des neutrons qui, par diffusion inélastique dans l'échantillon, gagnent ou perdent de l'énergie voient leur vitesse respectivement augmenter ou diminuer. En mesurant le temps d'arrivée de chaque neutron dans un détecteur situé à une distance connue, on en déduit sa modification de vitesse, donc son échange d'énergie avec les atomes de l'échantillon.

Cette technique est par exemple, bien adaptée à la caractérisation des mouvements individuels, de vibration, de rotation ou de translation, d'éléments à forte diffusion incohérente comme l'hydrogène : cristaux moléculaires, polymères, molécules biologiques, ...

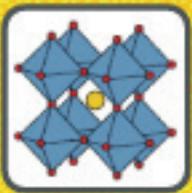


## SPECTROMÈTRE "ÉCHO DE SPIN"

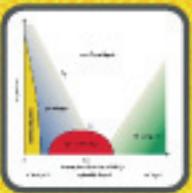
La rotation du spin du neutron soumis à un champ magnétique (précession de Larmor) fournit un chronomètre de grande précision. Cet effet va servir à mesurer le changement de vitesse, c'est à dire d'énergie, du neutron lors de la diffusion.

Extrêmement précise, cette technique permet de mesurer des changements d'énergie de quelques nano-eV tels que ceux que l'on rencontre dans certaines transitions dynamiques de phase (transition vitreuse), dans les dynamiques moléculaires quantiques (effet tunnel), ou encore dans les systèmes biologiques.





STRUCTURE CRYSTALLINE

EXCITATIONS COLLECTIVES  
RELATION DE DISPERSION

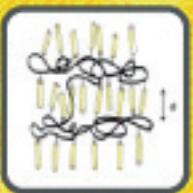
SUPRACONDUCTIVITÉ



INTERACTION MAGNÉTIQUE



AGRÉGAT MOLÉCULAIRE



CRISTAUX LIQUIDES



MULTICOUCHE MAGNÉTIQUE



BIOPHYSIQUE



PRODUITS PHARMACEUTIQUES



CONTRAINTE MÉCANIQUE

MÉTALLURGIE :  
MICROSTRUCTURE

MÉTÉRIAUX COMPOSITES

## Sur le plateau de Saclay,

Dans un environnement scientifique exceptionnel

(SYNCHROTRON SOLEIL, LABORATOIRES CNRS, CEA, UNIVERSITÉ d'ORSAY)



Le LLB vous accueille

### EXPÉRIENCES PONCTUELLES :

Dates de soumission : 1<sup>er</sup> avril et 1<sup>er</sup> octobre

### STAGE POST-DOCCTORAL

### DÉTACHEMENT, ANNÉE SABBATIQUE

### PRÉPARATION DE THÈSE :

- Magnétisme et supraconductivité.
- Structure et transition de phase.
- Science des matériaux et applications industrielles.
- Physico-chimie : matière molle, polyélectrolytes, molécules greffées, ...
- Biologie.

### FORMATION COURTE :

- FAN du LLB, séminaires et cours à la demande dans les laboratoires et modules d'enseignement avec le concours de la SFN (Société Française de la Nucléaire).



**LABORATOIRE LÉON BRILLOUIN**

CEA SACLAY-91191 Gif sur Yvette-Cedex

TEL. : 33 (0) 1 69 08 52 41

<http://www.llb.cea.fr>

