



ESRF

The European Synchrotron

DES RAYONS X POUR L'INNOVATION

VERS UNE MEILLEURE CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX PAR RAPPORT
AUX ÉQUIPEMENTS DE LABORATOIRES MÊME LES PLUS INNOVANTS



TABLE DES MATIÈRES

COMMENT L'ESRF VOUS PERMETTRA D'AVANCER DANS VOS RECHERCHES ?	3
L'ESRF : ALLER AU-DELÀ DES CAPACITÉS DES LABORATOIRES	4
APPLICATIONS	5
AÉROSPATIALE ET AUTOMOBILE	6
MATÉRIAUX AVANCÉS	7
AGRICULTURE ET ALIMENTS	8
CATALYSE ET CHIMIE	9
PRODUITS DE CONSOMMATION	10
ÉNERGIE	11
INGÉNIERIE ET MÉTALLURGIE	12
SANTÉ	13
EXPLOITATION MINIÈRE	14
NANOTECHNOLOGIES	15
PHARMA	16
PROGRAMMES EUROPÉENS	17
TRANSFERTS D'INSTRUMENTS ET DE TECHNOLOGIES	18
LES LABORATOIRES TECHNIQUES	20
COMMENT ACCÉDER À L'ESRF ?	22
NOUS CONTACTER	23



COMMENT L'ESRF VOUS PERMETTRA D'AVANCER DANS VOS RECHERCHES ?

Les rayonnements synchrotron sont de plus en plus utilisés pour répondre aux défis industriels liés au cycle de vie des matériaux : développement, fabrication, exploitation, vieillissement, usure, préservation, restauration, recyclage, évaluation, etc.

L'observation, la caractérisation et la compréhension de la structure de la matière sont au cœur de ces enjeux pour l'industrie.

Nos applications couvrent de nombreux domaines de la pharmacie et les biotechnologies, à la chimie et la catalyse, les produits de consommation, l'ingénierie de la construction et du transport, les nanotechnologies, l'énergie, l'environnement, la métallurgie et les matériaux avancés.



Nos principaux atouts:

- ANALYSES NON DESTRUCTIVES

caractérisation structurale des matériaux

- HAUTE RÉOLUTION SPATIALE

du millimètre au nanomètre, voire jusqu'à la résolution atomique

- RAPIDE

afin de suivre les procédés en temps réel

- HAUT DÉBIT

permettant la collecte routinière de données de milliers d'échantillons

- OPERANDO

pour le travail *in situ* dans des conditions réelles de production et d'exploitation (températures et pressions extrêmes, efforts mécaniques, environnements chimiques, etc.)

- UNE VASTE GAMME D'ENVIRONNEMENTS D'ÉCHANTILLONNAGE

fours, cryostats, cellules à enclumes de diamant, presses de grand volume, mélange en chaîne, système microfluidique, atmosphères gazeuses, etc.

- LABORATOIRES DE SOUTIENS SPÉCIALISÉS

pour la caractérisation hors ligne, la préparation d'échantillons, la métrologie, l'ingénierie de précision, et autres

**MACROMOLECULAR CRYSTALLOGRAPHY
FLUORESCENCE SPECTROSCOPY
MICROTOMOGRAPHY
DIFFRACTION IMAGING
TOPOGRAPHY
SURFACE DIFFRACTION
MICRO/NANO DIFFRACTION
X-RAY ABSORPTION FINE STRUCTURE
SMALL AND WIDE ANGLE X-RAY SCATTERING**

L'ESRF : ALLER AU-DELÀ DES CAPACITÉS DES LABORATOIRES

Les produits d'aujourd'hui sont basés sur des matériaux et des procédés de fabrication modernes en évolution constante. Pour relever ces défis, l'ESRF offre à l'industrie des perspectives uniques.

De nombreuses entreprises utilisent aujourd'hui des laboratoires techniques pour soutenir leur programme de R&D. L'ESRF, la source de rayons X la plus intense au monde, va bien au-delà des laboratoires conventionnels.

L'ESRF fonctionne comme un « supermicroscope » grâce à la brillance et aux qualités exceptionnelles de ses rayons X (100 milliards de fois plus brillants que ceux des sources conventionnelles), permettant ainsi de révéler la structure de la matière à de très hautes résolutions dans toute sa complexité. Ces rayons X permettent une caractérisation avancée des matériaux pour de très nombreux secteurs de l'industrie, jusqu'aux échelles micro, nano et atomique, souvent en temps réel et dans des conditions véritables de production ou d'exploitation.

Plus de 150 clients commerciaux ont utilisé les installations de l'ESRF pour des recherches propriétaires au cours des cinq dernières années.

L'industrie est impliquée dans environ 30 % de la recherche publique réalisée par les 9 000 scientifiques qui rendent visite à l'ESRF chaque année.

L'ESRF a développé la Source Extrêmement Brillante (EBS), un nouvel anneau de stockage extrêmement puissant qui va permettre aux chercheurs de l'industrie et des universités de réaliser des expériences impossibles auparavant. Les rayons X délivrés par ce nouvel anneau de stockage sont plus brillants et cohérents que toutes les autres sources du monde.

L'ESRF constitue un modèle de coopération internationale, avec le soutien de 22 pays.



APPLICATIONS



**AÉROSPATIALE
ET AUTOMOBILE**



**AGRICULTURE
ET ALIMENTS**



MATÉRIAUX AVANCÉS



**CATALYSE
ET CHIMIE**



**PRODUITS DE
CONSOMMATION**



ENERGIE

Les rayons X synchrotrons de l'ESRF caractérisent des matériaux dans des secteurs très variés tels que l'ingénierie, la pharmacie, les matériaux avancés, les aliments et l'énergie. Les rayons X synchrotrons peuvent généralement aider dans les secteurs qui dépendent fortement des performances des matériaux par une réelle amélioration de leur caractérisation.



PHARMA



NANOTECHNOLOGIES



**EXPLOITATION
MINIÈRE**



**INGÉNIERIE ET
MÉTALLURGIE**



SANTÉ



AÉROSPATIALE ET AUTOMOBILE

Que peut faire l'ESRF ?

- Caractérisation de matériaux composites et d'alliages avancés
- Caractérisation de mousses métalliques
- Étude de matériaux sous contrainte et pendant des essais de fatigue
- Distribution des contraintes en fonction de la profondeur dans les matériaux
- Spéciation des revêtements métalliques
- Analyse des performances des revêtements résistants à la corrosion
- Profil des contraintes de compression
- Analyse des éléments-traces dans le pétrole et les produits pétrochimiques
- Caractérisation des piles à combustible et des dispositifs de stockage de l'hydrogène
- Imagerie à grande vitesse des composants à moteurs
- Suivi des processus de combustion
- Suivi *in situ* de catalyse

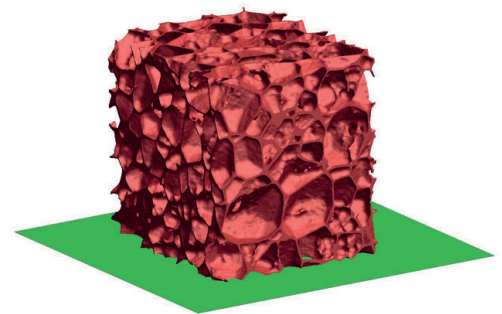


EXEMPLES

→ ArcelorMittal a réalisé avec MATEIS-INSA, des essais mécaniques sur des aciers avancés hautement résistants. Les dommages apparaissant lors d'essais de traction, ont été caractérisés par microtomographie de rayons X afin de suivre les phénomènes de nucléation du vide.

→ Pour tester la résistance des composants électroniques aux radiations, AIRBUS a utilisé des impulsions intenses de rayons X synchrotrons afin de simuler l'effet des ions lourds rencontrés dans les couches supérieures de l'atmosphère. Ces mesures ont permis de tester les couches actives profondes, en cartographiant la sensibilité sur l'ensemble des dispositifs, grâce à une bonne résolution spatiale.

→ Infineum a étudié des dépôts carbonés sur les injecteurs diesel de voitures, susceptibles de compromettre le bon fonctionnement de l'injecteur et d'avoir une incidence sur le processus de combustion.



ÉTUDE DE CAS

Comment les mousses de sécurité des voitures se déforment-elles ?

Les véhicules modernes sont dotés d'une mousse dense, par exemple du polypropylène expansé (EPP), à l'intérieur des appui-têtes et pare-chocs. La fonction de cette mousse est d'amortir et de minimiser au maximum les contraintes que subissent les passagers en cas d'accident.

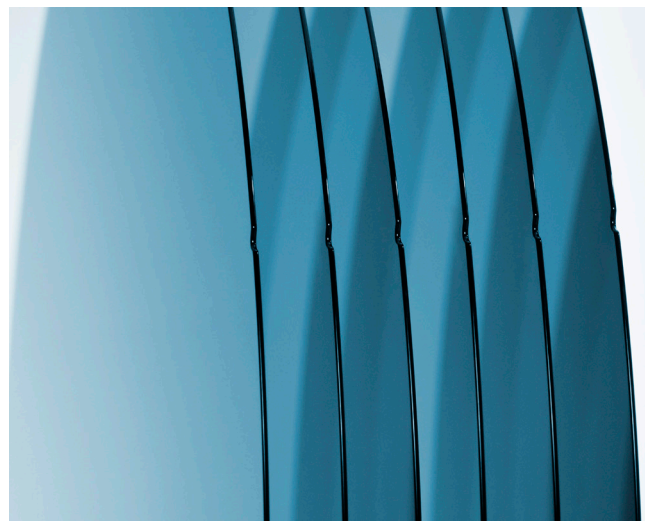
Des chercheurs de Jaguar Land Rover et de l'Université de Warwick ont étudié les propriétés d'absorption d'énergie de l'EPP sous déformation à l'ESRF. À l'aide de la ligne de lumière ID19, les chercheurs ont effectué une microtomographie rapide pour obtenir une image continue de leurs mousses EPP pendant la compression avec un dispositif spécifique de presse dédié. En incorporant les images 3D dans un modèle informatique, les chercheurs ont pu comprendre comment améliorer leur mousse et comment l'utiliser dans un véhicule pour des performances optimales.



MATÉRIAUX AVANCÉS

Que peut faire l'ESRF ?

- Micro-faisceaux de rayons X pour caractériser la nanostructure des composites renforcés de fibres et les fibres à haute performance
- Analyse de la porosité ouverte dans les mousses et de la porosité résiduelle dans les objets frittés
- Observations au cours du processus de frittage
- Analyse des déformations résiduelles et étude des matériaux sous contraintes
- Analyse des propriétés physico-chimiques par spectroscopie aux rayons X
- Caractérisation *in situ* dans les conditions de production et sous conditions extrêmes
- Étude en temps du devenir des chaînes moléculaires et des liaisons hydrogènes dans les polymères
- Suivi des mécanismes de destruction interne des composites en utilisant les liaisons hydrogènes dans les polymères



EXEMPLES

- ST Microelectronics a réalisé une microscopie de déformation à haute résolution pour contrôler le champ des déformations du silicium à proximité de vias traversants (TSV) de cuivre.
- L'imagerie des déformations par nano-faisceau a été utilisée pour caractériser les champs des déformations dans des composés de GaInN pour des applications opto-électroniques.
- Des expériences SAXS ont permis à BASF d'étudier la structure de peintures et de revêtements de surface avancées.

ÉTUDE DE CAS

Nano-imagerie *in situ* rapide du frittage de particules

Le frittage est utilisé pour traiter des céramiques, des métaux ou des composites denses ou poreux afin de leur faire adopter des formes souvent complexes et impossibles à réaliser par d'autres méthodes de fabrication. Au cours du frittage, qui fait intervenir chaleur et pression, des défauts rédhibitoires apparaissent souvent dans les formes complexes souhaitées et/ou dans les systèmes multimatériaux. Le développement de modèles capables de comprendre et de prédire la formation de tels défauts est crucial pour éviter ces problèmes.

En utilisant notre ligne de lumière de tomographie ID16B, les chercheurs ont réalisé une observation 3D *in situ* du frittage de particules à haute température avec l'association sans précédent de temps de scan rapide et de haute résolution spatiale. Cette expérience a permis, pour la première fois, de déterminer la courbure locale du col, un paramètre caractéristique essentiel pour le frittage. Ce travail ouvre la voie au développement de meilleurs modèles prédictifs de fabrication.

La nano-tomographie de rayons X à haute température a des applications dans bien d'autres domaines, et permet de révéler des phénomènes rapides précédemment inaccessibles tels que la nucléation et la croissance de pores et de fissures, la synthèse de verres, et les processus de minéralisation à haute température.

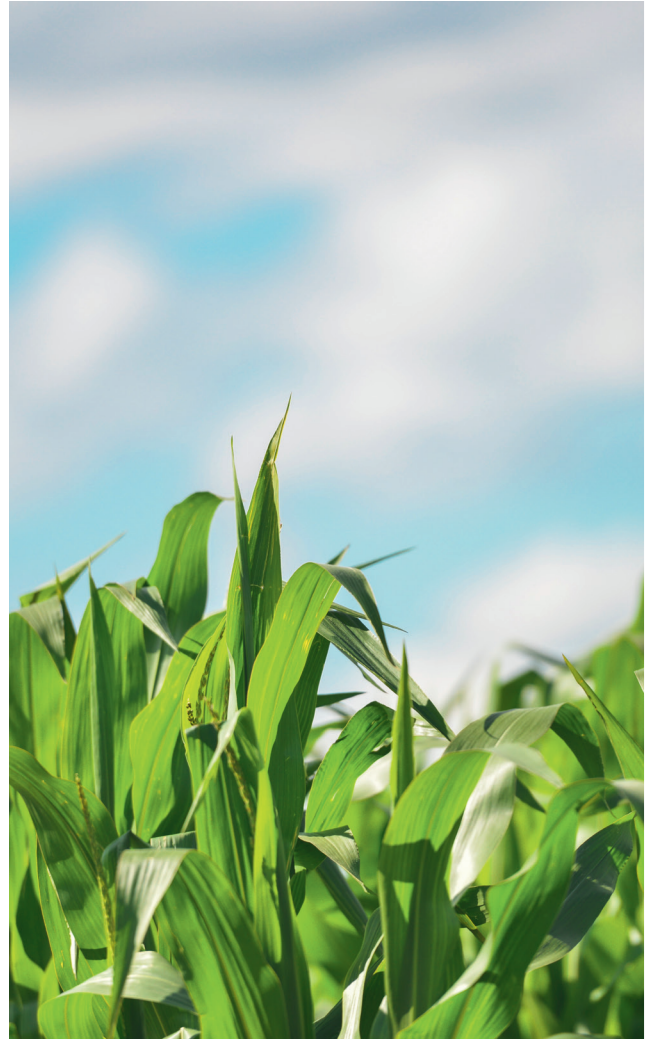
Villanova, J. et al, Materials Today (2017) ; doi: 10.1016/j.mattod.2017.06.001.



AGRICULTURE ET ALIMENTS

Que peut faire l'ESRF ?

- Corrélation des propriétés macroscopiques d'un échantillon avec sa microstructure
- Visualisation de la structure poreuse des échantillons à plusieurs échelles, par exemple, avec des légumes lyophilisés et des produits alimentaires aérés
- Compréhension des changements de microstructure des aliments soumis à des changements de températures excessives par imagerie tomographique à haute résolution
- Détection des éléments présents sous forme de traces et cartographie des groupes moléculaires et des structures à l'échelle nanoscopique
- Compréhension des processus de cristallisation et des transformations de phase dans les aliments
- Services complémentaires de caractérisation grâce au Partnership for Soft Condensed Matter (PSCM)

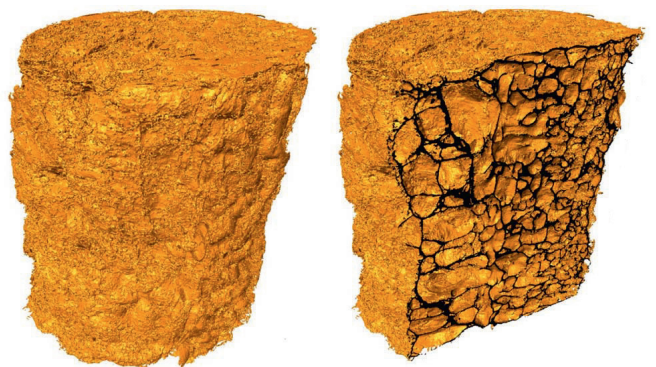


EXEMPLES

→ En vue de trouver des alternatives aux triglycérides cristallisés présents dans le beurre, des chercheurs d'Unilever ont étudié le mélange d' γ -oryzanol et de β -sitostérol en utilisant la diffusion de rayons X aux petits / grands angles, et ont découvert qu'ils avaient créé un réseau de tubules dans l'huile comestible.

→ Grâce à la tomographie à haute résolution, Unilever a pu observer l'évolution de la microstructure de la crème glacée en fonction des changements de température, donc amélioration des produits.

→ Des chercheurs de l'industrie ont utilisé la microscopie aux rayons X pour observer les différents ingrédients d'un bouillon-cube avec pour objectif l'améliorer de sa formulation.



ÉTUDE DE CAS

Amélioration des propriétés des carottes déshydratées

La plupart des fruits et légumes déshydratés sont produits par séchage à l'air, avec pour conséquence une dégradation de leur qualité. Des produits de meilleure qualité peuvent être obtenus par des méthodes de lyophilisation plus coûteuses. Des chercheurs d'Unilever ont évalué quantitativement l'impact de la vitesse des prétraitements de lyophilisation, blanchiment et congélation sur la microstructure ainsi que sur les propriétés de réhydratation des carottes d'hiver, en utilisant la microtomographie aux rayons X, entre autres techniques. Ils ont été en mesure de prédire une relation entre la vitesse de congélation et les dommages causés par la gélification. Les vitesses d'absorption de l'eau peuvent être expliquées par la structure poreuse induite pendant la lyophilisation. À l'état réhydraté, l'anisotropie et l'intégrité structurale restante ont pu être corrélées à la qualité de la texture.

Van Dalen G. et al, InsideFood Symposium, 9-12 avril 2013, Louvain, Belgique.



CATALYSE ET CHIMIE

Que peut faire l'ESRF ?

- Obtention d'informations sur les liaisons chimiques
- Mesures *in situ* qualitatives et quantitatives pendant la catalyse à une résolution de l'ordre de la milliseconde sur une plage de concentration très variée
- Analyse de la forme, de la taille et de la densité de nanoparticules
- Obtention d'images 3D des matrices et détection d'éléments présents sous forme de traces de haute résolution
- Détermination quantitative des états d'oxydation des espèces à concentrations ultra-diluées
- Étude des réactions intermédiaires
- Caractérisation des batteries et des piles à combustible en fonctionnement
- Analyse de la distribution de phase de granules de catalyseur

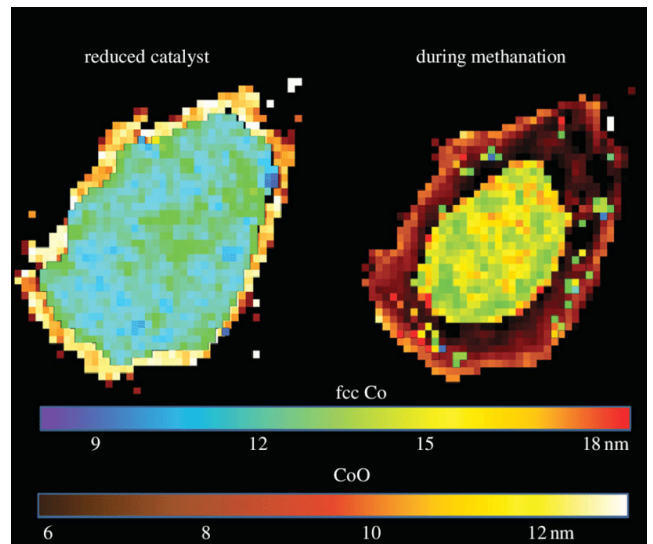


EXEMPLES

→ Afin de trouver des catalyseurs plus efficaces pour la réduction des NO_x, Haldor Topsøe a utilisé la spectroscopie d'absorption des rayons X *in situ* pour comprendre ainsi les relations entre structures et propriétés dans les zéolites dopées au cuivre.

→ Toyota Motor Corporation a utilisé la spectroscopie d'absorption des rayons X à dispersion d'énergie pour étudier, en temps réel, les composants à base de métaux nobles d'un pot catalyseur d'échappement d'un véhicule en fonctionnement.

→ La diffraction de rayons X en incidence rasante à haute énergie couplée avec de la spectrométrie de masse ont permis aux chercheurs de suivre l'évolution des nanoparticules composées d'alliage lors de l'oxydation catalytique de monoxyde de carbone à 550 K et à des pressions quasi atmosphériques.



ÉTUDE DE CAS

Amélioration des catalyseurs de Fischer-Tropsch

Des chercheurs de British Petroleum, de l'University College de Londres et de Finden Ltd ont étudié des granules de catalyseur de Fischer-Tropsch en action en utilisant la puissante technique de la tomographie par diffraction de rayons X sur les lignes de lumière ID11, ID15 et ID31 de l'ESRF.

La tomographie par diffraction de rayons X *in situ* combinée à la tomographie de fonction de corrélation de paires a été utilisée pour étudier un catalyseur Co/ γ -Al₂O₃ de 3 mm pour la synthèse Fischer-Tropsch. Ce travail a été réalisé *in situ* sur de véritables granules de catalyseur. Cette combinaison de techniques est particulièrement efficace pour mieux appréhender l'évolution de phases complexes de nanoparticules de Co et d'acquérir ainsi une compréhension complète des relations entre structure et activité dans les systèmes de catalyseurs.



PRODUITS DE CONSOMMATION

Que peut faire l'ESRF ?

- Donner des informations microstructurales sur les produits de consommation en vue de les améliorer
- Corrélation des propriétés macroscopiques d'un échantillon avec sa microstructure
- Études structurales à haut débit pour l'analyse des zones des formulations
- Étude du comportement réel du produit dans différentes conditions (chaleur, humidité, etc.)
- Obtention d'informations détaillées concernant la rhéologie et la stabilité des produits
- Caractérisation haute performance en vue de visualiser des matériaux nanostructurés complexes à différentes échelles
- Analyse des matériaux dans des conditions de procédés industriels d'exploitation
- Études des mélanges et de rhéologie en temps réel



EXEMPLES

- Des chercheurs de L'Oréal ont utilisé un dispositif microfluidique combiné à la diffusion aux rayons X aux petits angles pour comprendre comment les déodorants arrêtent la propagation de la transpiration.
- P&G a étudié un détergent censé nettoyer à 15°C en utilisant la microstructure des formulations colloïdales obtenue par SAXS pour affiner les performances et la stabilité du produit.
- La micro-diffraction de rayons X a été utilisée pour tester la pénétration des crèmes dans l'épiderme.



ÉTUDE DE CAS

Maintien de la stabilité des après-shampoings au cours du temps

Les après-shampoings reposent sur une dispersion des phases cristallines liquides qui réagit avec l'écoulement de l'eau pour lubrifier et protéger les fibres capillaires. La stabilité de ces produits est vitale pour garantir une performance constante. En vue de valider la stabilité des après-shampoings produits par Unilever, y compris de multiples ingrédients et leurs permutations, les échantillons ont été envoyés à l'ESRF pour y réaliser un essai de stabilité pendant trois mois.

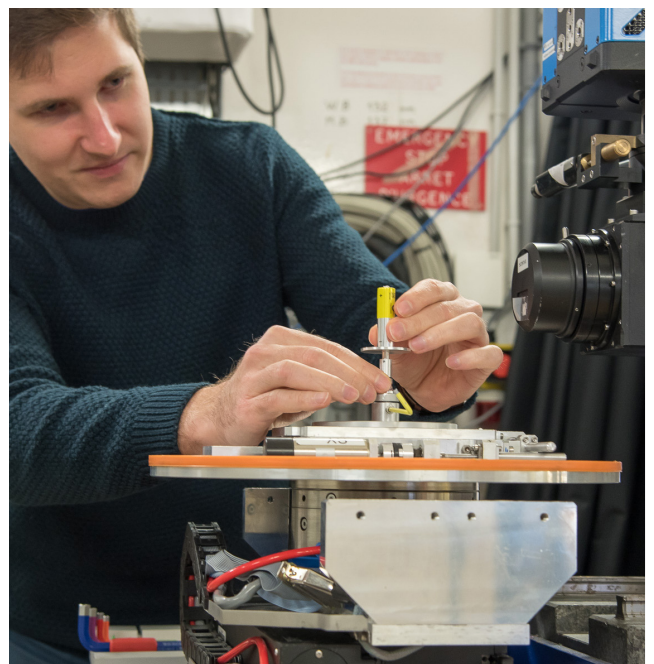
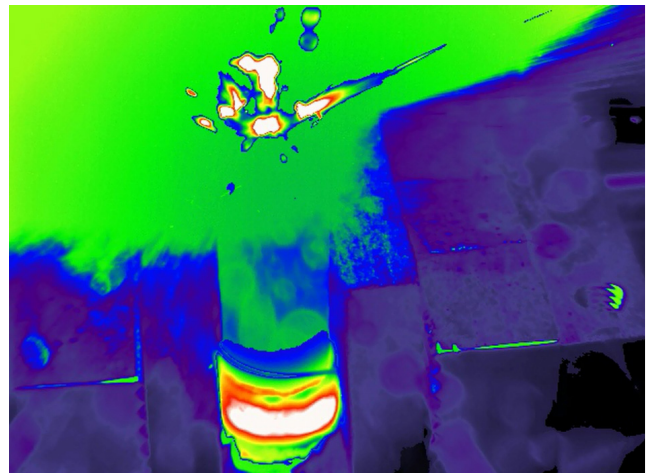
L'équipe a utilisé la diffusion des rayons X aux petits angles sur la ligne de lumière ID02 de l'ESRF pour suivre l'évolution de la microstructure des produits à des intervalles critiques pendant l'essai. L'expérience a montré comment les microstructures influencent les propriétés de volume ainsi que les changements qui se produisent au cours du temps. Ces résultats se sont avérés très utiles pour comprendre mécaniquement comment la microstructure d'un après-shampooing évolue de l'usine au consommateur.



ÉNERGIE

Que peut faire l'ESRF ?

- Spectroscopie et diffraction des rayons X pour révéler la composition, la structure atomique et l'état cristallin de matériaux énergétiques
- Topographie des rayons X pour sonder les qualités cristallines des matériaux de cellules photovoltaïques
- Diffraction *in situ* des rayons X sur poudre à haute performance pour examiner les nouveaux matériaux énergétiques, tels que le photovoltaïque et le stockage de l'hydrogène
- Nano / micro-imagerie de matériaux pour le repérage des défauts et des agrégats
- Études *in situ* pour le suivi des matériaux dans les batteries en conditions d'exploitation
- Observation des procédés de fabrication par tomographie et imagerie par rayons X afin d'optimiser l'utilisation de l'énergie



EXEMPLES

- L'entreprise ECOCEM recycle un sous-produit de l'industrie sidérurgique pour fabriquer du béton. En vue d'améliorer sa coloration bleue, elle a utilisé la spectroscopie de structure près du front d'absorption des rayons X (XANES) du seuil K pour suivre l'évolution de la spéciation du soufre pendant l'hydratation.
- L'entreprise Siltronic a analysé les variations locales des imperfections du réseau cristallin pour améliorer le procédé de fabrication de substrats de SiGe à composition variable de 300 mm sur buffer pour applications CMOS avancées.
- L'imagerie par diffraction de Bragg de rayons X (XRDI, topographie) a contribué à améliorer les cellules photovoltaïques en silicium quasi monocristallines, dès la croissance du lingot de silicium jusqu'à la cellule finale, en passant par toutes les étapes intermédiaires de traitement.

ÉTUDE DE CAS

Une méthode révolutionnaire révèle l'incidence des courts-circuits sur la sûreté des batteries

Les batteries Li-ion à haute densité d'énergie sont omniprésentes, depuis l'alimentation des appareils électroniques portables jusqu'au stockage à l'échelle du réseau, mais des défauts peuvent causer des surchauffes et des explosions. Les courts-circuits sont considérés comme responsables d'un grand nombre de dysfonctionnements spectaculaires en situation réelle. Des chercheurs de l'UCL se sont rendus à l'ESRF pour caractériser les phénomènes qui se produisent dans une batterie lors d'un court-circuit contrôlé, placé dans une zone interne de leur choix. Ils y sont parvenus grâce à une technique révolutionnaire d'imagerie par rayons X ultra-rapide. À partir de l'analyse de radiographies prises à haute vitesse image par image, les chercheurs ont observé les effets de la formation de poche de gaz, de la ventilation et de l'augmentation des températures sur les couches à l'intérieur de deux batteries Li-ion commerciales, et ont identifié des mécanismes récurrents de défaillance. Ces nouvelles informations peuvent être utilisées pour améliorer la sûreté des batteries.

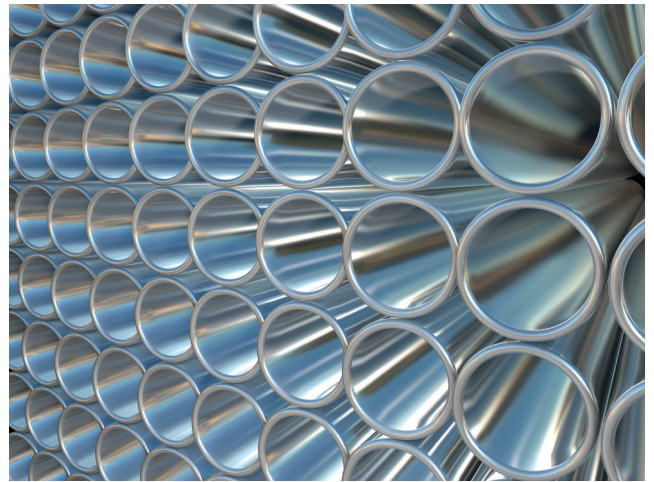
Finegan D. et al, Energy Environ. Sci., (2017), DOI: 10.1039/c7ee00385d.



INGÉNIERIE ET MÉTALLURGIE

Que peut faire l'ESRF ?

- Suivi des changements se produisant à l'intérieur des matériaux pendant leur formation, sur une échelle de temps allant du régime statique à la milliseconde
- Analyse des déformations en profondeur par rayons X à haute énergie
- Observation de l'intérieur des mélanges de béton pour observer les transformations de phases et de structures lors du mouillage
- Suivi des processus de vieillissement à l'échelle microscopique par cartographie avec suivi d'échantillons à long terme
- Analyse des déformations et des contraintes par rayons X à dispersion d'énergie
- Essais de dommages et de ruptures sur les revêtements par microtomographie des rayons X
- Observation de l'écoulement de matière dans les procédés de moulage et d'injection
- Suivi des procédés de solidification dans les fusions et les alliages
- Étude des interfaces enfouies



EXEMPLES

- Les expériences menées à l'ESRF ont permis d'établir des profils de contraintes résiduelles dans des composants réalisés par des méthodes de fabrication additive. À terme, ceci pourrait permettre de concevoir des produits plus performants.
- Rolls Royce et l'Université de Manchester ont réalisé des expériences de diffraction pour comprendre les changements structuraux qui se produisent sur les pales des hélices au cours de leur utilisation.
- La diffraction des rayons X a permis aux chercheurs d'étudier le phénomène de formation du verre par fusions sous-refroidies et d'établir une corrélation entre la structure cristalline, la phase liquide à faible portée et les mécanismes de croissance cristalline.

ÉTUDE DE CAS

Vers un acier résistant à la chaleur

La diffraction 3D des rayons X sur la ligne de lumière ID11 s'est avérée une technique hors pair pour suivre les processus de nucléation à l'intérieur de l'acier lorsqu'il est soumis à une température de 1 000 °C. Les chercheurs ont développé un four compatible avec la ligne de lumière et équipé d'une commande de température. Ils ont constaté que la nucléation se produisait plus rapidement que prévu, en raison de la présence de sites spéciaux dans le matériau, tels que des coins ou des bords de grain, qui favorisent ce processus.

En outre, les cristaux de l'acier deviennent plus grossiers à haute température, ce qui réduit la résistance du matériau. À la lumière de ces découvertes, les chercheurs essaient de remplacer les éléments rares utilisés dans le processus d'alliage de l'acier par d'autres éléments plus répandus (et moins coûteux).

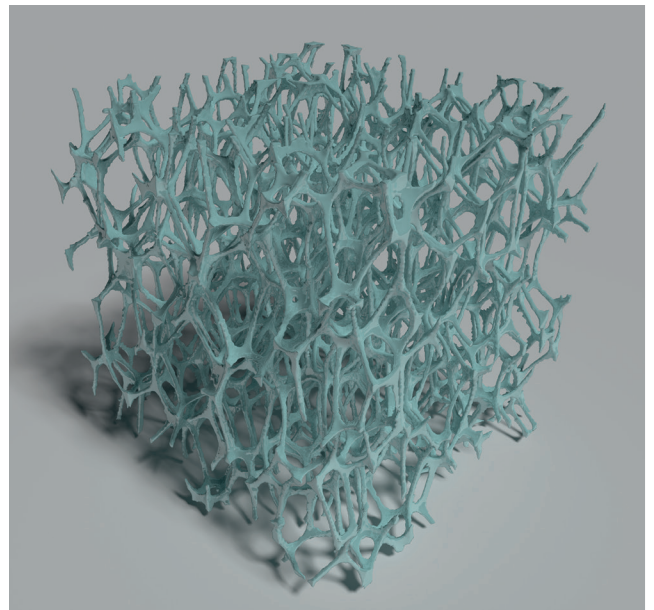
Sharma H., et al, Scientific Reports, (2016), DOI: 10.1038/srep30860



SANTÉ

Que peut faire l'ESRF ?

- Imagerie par tomodensitométrie assistée par ordinateur (CT) 3D/4D pour étudier la structure
- Caractérisation des structures d'implant et suivi de leur fatigue et de leur vieillissement
- Structuration et dissolution des comprimés
- Structuration des vecteurs de distribution de médicaments et leur libération lente
- Observation de dispositifs médicaux en fonctionnement
- Spéciation de polluants environnementaux
- Suivi de la destination des polluants métalliques dans les couches de l'épiderme
- Imagerie biomédicale statique et longitudinale sur des échantillons de peaux, des réseaux de vascularisation de tumeurs, etc.
- Suivi des modifications de la structure osseuse, par exemple dans l'arthrite osseuse
- Amélioration des procédures de radiothérapie



EXEMPLES

→ La filtration chromatographique pourrait constituer une nouvelle méthode pour séparer les cellules sanguines cancéreuses des cellules saines. L'entreprise Merck, en collaboration avec l'Université de Darmstadt, a reproduit les processus à l'œuvre dans cette technique et a imagé les cellules en 3D par microtomographie à résolution temporelle.

→ La tomographie de rayons X par contraste de phase à haute résolution a permis aux chercheurs de visualiser simultanément des systèmes vasculaires et neuronaux en 3D, susceptibles de convenir à l'étude préclinique des pathologies neurodégénératives.

→ Étude approfondie de l'effet du durcissement dynamique sur la structure de l'enrobage des comprimés.

ÉTUDE DE CAS

Améliorations de l'asthme et d'autres maladies respiratoires

Prior PLM Médical, une PME qui apporte son soutien à l'industrie médicale et pharmaceutique pour développer des dispositifs de délivrance de médicaments, étudie actuellement à l'ESRF des inhalateurs au moment de leur déclenchement. Les inhalateurs sont généralement dotés d'un faible rendement, avec un dépôt pulmonaire total de 10-20 % pour la plupart des appareils sur le marché.

À l'ESRF, l'équipe de Prior a utilisé la radiographie par rayons X à contraste de phase à haute vitesse (MHz) sur la ligne de lumière ID19 pour visualiser pour la première fois les phénomènes en cours lors de la libération de la dose par les inhalateurs et le comportement du mélange de propulsion à l'intérieur de la cartouche et de l'actionneur. Les interactions mécaniques critiques ont pu ainsi être visualisées pendant qu'elles se produisaient. Ce travail a fourni un nouvel éclairage et constitue une méthode de validation pour les travaux de modélisation.

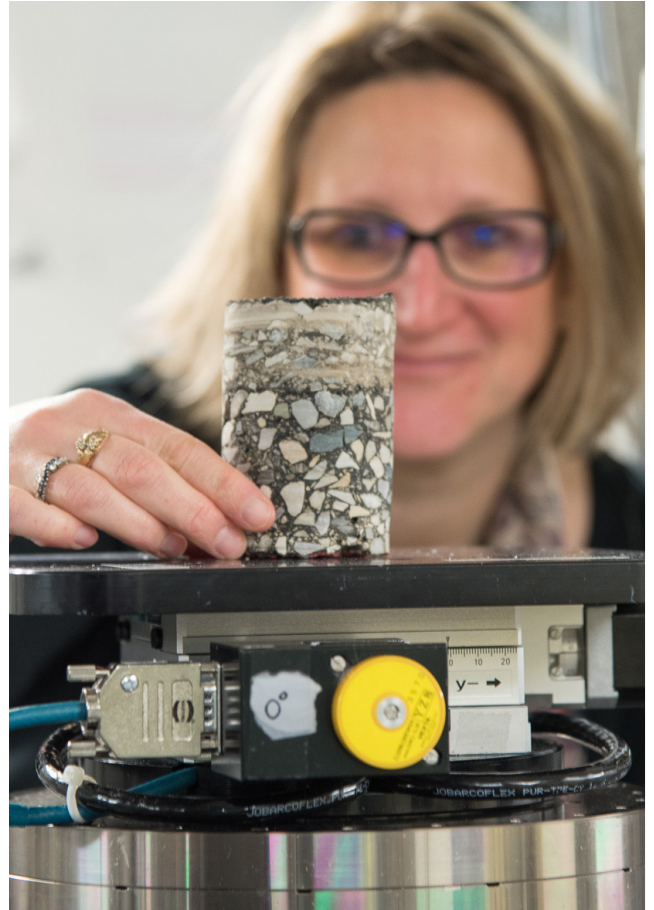
Le film radiographique présentant le déclenchement et l'émission consécutive du médicament peut être visionné ici : vimeo.com/194356596



EXPLOITATION MINIÈRE

Que peut faire l'ESRF ?

- Traçage d'éléments, y compris dans les produits issus de la pétrochimie ou identification de concentrations toxiques de métaux lourds
- Caractérisation de minéraux
- Analyse à haut débit des composantes de phase
- Analyse d'échantillons sur la presse à grand volume par diffraction de rayons X
- Études géologiques en conditions extrêmes
- Analyse des sols pour leur réhabilitation (environnementale)
- Perméabilité et détermination de la microstructure des roches



EXEMPLES

- Une presse à gros volume a été utilisée pour réaliser une étude de déformation de l'olivine. Sa résistance est essentielle pour déterminer la capacité de stockage de contrainte des roches de subduction susceptibles d'être libérées lors des tremblements de terre profonds.
- Les résidus miniers constituent une source de pollution aux métaux lourds, et présentent un risque pour l'environnement ainsi que la santé humaine. Des études utilisant la fluorescence des rayons X ont suivi la différenciation et la mobilité du cuivre, paramètre qui permet d'évaluer le niveau de pollution des sols et des résidus miniers.
- À l'ESRF, les chercheurs ont obtenu des images de diffraction de rayons X de cristaux uniques de sépiolite, ouvrant la voie à sa synthèse industrielle et à l'amélioration de ses propriétés.



ÉTUDE DE CAS

Modélisation de roches pour l'industrie pétrolière et gazière

L'analyse numérique des roches est une technologie d'imagerie et de modélisation à l'échelle des pores, qui permet d'extraire des informations géologiques et pétrophysiques à des échelles allant du nanomètre au centimètre, mais aussi d'obtenir des données d'écoulement fluide multiphasés basées sur les processus de transport provenant d'échantillons de roches numérisés. Le point essentiel est que plus de 60 % des réservoirs dans le monde sont constitués de roches dotées de très petits systèmes de pores, qui nécessitent de l'imagerie à une taille d'un voxel (l'argement) inférieure à 1 micromètre, avec une résolution de scan idéale comprise entre 100 et 300 nanomètres / voxel.

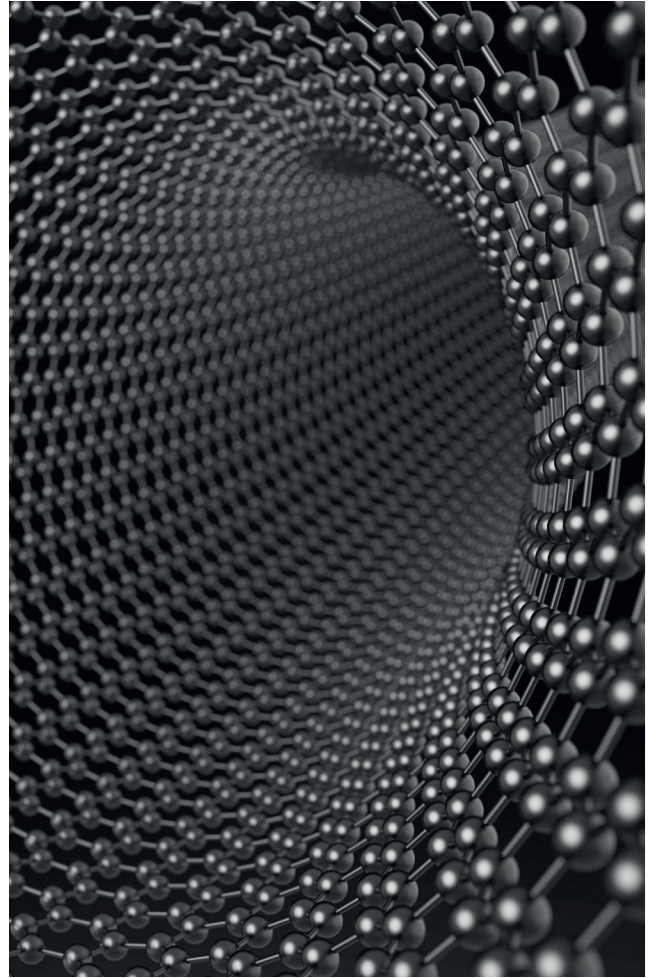
Grâce à leur souplesse en termes de plages d'énergie, de tailles de faisceau et d'architecture de détection, les lignes de lumière de l'ESRF ont permis de réaliser des tomographies d'échantillons de roches pour plusieurs éléments de diamètres allant de l'échelle microscopique à nanoscopique pour l'entreprise iRock technologies. Co. Ltd. Grâce à cette capacité, il est possible de combler l'écart de résolutions, ce qui est essentiel pour étudier de nombreuses roches réservoirs.



NANOTECHNOLOGIES

Que peut faire l'ESRF ?

- Identification de nanostructures pour le stockage de données à haute densité
- Caractérisation de nanofils pour de nouvelles technologies d'appareils
- Conception de structures intégrées 3D pour les dispositifs semi-conducteurs nouvelle génération
- Meilleure compréhension des processus de pénétration des nanoparticules dans les cellules biologiques
- Topographie pour l'analyse des défauts sur des substrats monocristallins
- Caractérisation morphologique et structurale des nanomatériaux par imagerie 3D
- Caractérisation des couches minces (rugosités, interfaces)

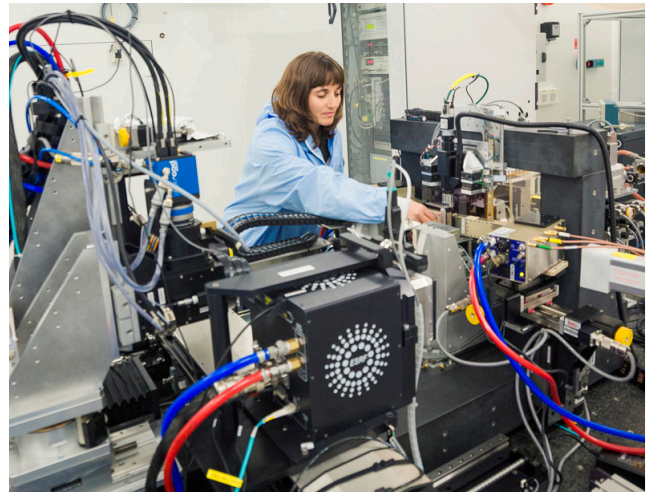


EXEMPLES

→ L'autoréparation est une nouvelle approche prometteuse pour prolonger la durée de vie de l'acier exposé à des températures et des contraintes importantes pendant de longues périodes. La nanotomographie par rayons X effectuée à l'ESRF a montré que pour les alliages modèles de Fe-Au, une réparation efficace des dommages peut être obtenue par précipitation autonome de l'or dans les cavités.

→ Les chercheurs ont observé *in situ* la microstructure d'un nanocristal subissant les charges mécaniques par imagerie 3D avec une résolution de 13 nm. Ils ont suivi l'évolution du champ de déformation après des charges successives, ainsi que la nucléation d'une boucle de dislocation.

→ Les matériaux intelligents peuvent être caractérisés grâce à l'analyse de la fonction de corrélation de paires à l'ESRF. C'est le cas par exemple d'un nouveau matériau souple et intelligent pour les fenêtres, doté de la capacité de réguler à la fois la chaleur et la lumière du soleil.



ÉTUDE DE CAS

Architecture croisée multi-fils de Ga₂O₃/SnO₂ : une étude des structures à l'échelle locale nanométrique

Les structures de nanofils croisés constituent la base de l'intégration à haute densité de nombreux dispositifs nanoscopiques. Les intersections des nanofils jouent un rôle critique dans la création d'architectures hybrides, c'est pourquoi l'investigation à l'échelle nanométrique de leur structure locale suscite un grand intérêt. L'uniformité de composition et la symétrie des contacts ponctuels entre les nanofils mono-croisés de Ga₂O₃/SnO₂ dopés au Cr produits par évaporation thermique ont été étudiés avec la nanosonde à rayons X durs de l'ESRF. L'auto-assemblage de nanofils croisés au cours d'une seule étape de croissance thermique s'est avéré être une stratégie viable pour l'organisation de nanofils. Les mécanismes de formation des fils de Ga₂O₃/SnO₂ interconnectés peuvent être étendus à d'autres systèmes d'oxydes semi-conducteurs. La technique expérimentale démontrée ici ouvre de nouvelles voies pour l'étude des structures locales à l'échelle nanométrique.

Martínez-Criado, G., Nano Lett. (2014), DOI: 10.1021/nl502156h



PHARMA

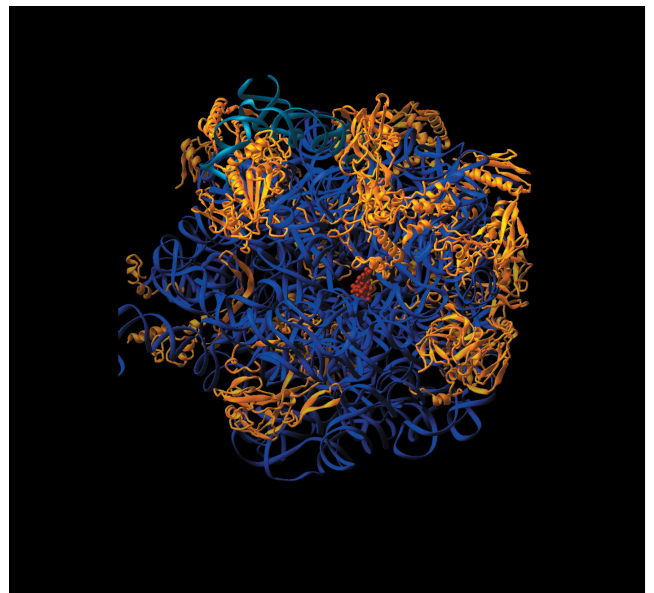
Que peut faire l'ESRF ?

- Cristallographie de protéines à haut débit de manière automatisée
- Services de criblage de fragments
- Micro-diffraction des rayons X et stratégies intelligentes de collecte de données pour les cristaux de protéines complexes
- Détermination des structures cristallines de molécules médicamenteuses à l'aide de micro-cristaux
- Analyse de phase d'ingrédients pharmaceutiques actifs et formulations
- Caractérisation des ingrédients pharmaceutiques actifs et des formulations in-situ, ainsi que leurs comportements dans différentes conditions (humidité, pression, broyeurs à boulets, etc.)
- Comportement des vecteurs d'administration de médicaments tels que les nano porteurs et les structures phospholipides / micellaires
- Étude de la formulation et de durée de conservation des substances biologiques
- Informations sur les métaux liés aux protéines obtenues par spectroscopie aux rayons X
- Services de caractérisation de protéines complémentaires par partenariat pour la Biologie Structurale



EXEMPLES

- Les lignes de lumière de cristallographie des protéines de l'ESRF, modernes, à haut débit et automatisées, sont régulièrement utilisées pour le criblage de fragments massifs. Les dispositifs avancés tirent le meilleur parti des cristaux en utilisant le balayage par rayons X pour le centrage et les stratégies intelligentes de collecte de données.
- Des expériences de diffusion de rayons X aux petits / grands angles et très petits angles sont utilisées pour surveiller la structure et l'agrégation de protéines dans les systèmes de médicaments, paramètres importants dans l'optimisation de la formulation pour des questions de durée de conservation.
- La diffraction des rayons X haute résolution sur poudre, offre une résolution exceptionnelle qui dépasse de très loin les capacités des sources de laboratoire.



ÉTUDE DE CAS

Une cible médicamenteuse multiprotéique découverte

Les substrats d'AMPK (protéine kinase activée par l'AMP) sont impliqués dans le métabolisme des lipides, l'autophagie, la biogenèse mitochondriale et le maintien de l'homéostasie glucidique. Ce complexe est une cible médicamenteuse thérapeutique très prometteuse contre le diabète, le cancer et le vieillissement. On sait peu de choses sur lui, car la fabrication des cristaux est difficile et ceux-ci sont extrêmement sensibles aux dommages causés par les radiations.

Des chercheurs de CRELUX/WuXi AppTec, une entreprise experte des solutions médicamenteuses haut de gamme, se sont rendus à l'ESRF pour relever ce défi. Ils ont réussi à déterminer la structure du complexe à une résolution de 2.9 ångströms, suffisante pour voir l'environnement chimique détaillé du composé dans les sites de liaison complexe.

PROGRAMMES EUROPÉENS

L'ESRF est un partenaire actif dans des collaborations à grande échelle visant à soutenir la R&D industrielle et appliquée. En particulier, les projets européens, nationaux et régionaux H2020 constituent des outils particulièrement efficaces pour créer des ponts entre l'ESRF et l'industrie.

BIG-MAP est le nouveau projet de l'UE doté d'un budget de 20 millions d'euros pour accélérer le développement de la prochaine génération de super batteries.

www.big-map.eu



CALIPSOplus est un programme financé par Horizon2020 qui vise à faciliter l'accès aux sources lumineuses issues d'accélérateurs de classe mondiale en Europe et au Moyen-Orient.

www.wayforlight.eu



EASISTRESS est un programme géré par un consortium solide composé de grands partenaires industriels et d'experts des grandes installations et universités liées entre elles par des RTO et un organisme de normalisation.



ENRIITC vise à construire un réseau paneuropéen d'agents de liaison et de contacts industriels, et permettre à l'industrie de devenir un partenaire à part entière des infrastructures de recherche, que ce soit en tant qu'utilisateur, fournisseur ou co-créditeur.

www.enriitc.eu



INNOVAXN est un programme de formation doctorale qui associe l'expertise des grandes infrastructures de recherche aux besoins en R&D de l'industrie européenne.

www.innovaxn.eu



L'IRT Nanoelec est un partenariat public-privé français doté d'un programme technologique fondamental en micro/nano-électronique. La Plateforme offre un point d'entrée unique pour les synchrotrons, les neutrons et les instruments de laboratoire en termes de services.

www.irtnanoelec.fr, www.pac-grenoble.eu



NANOSCIENCE FOUNDRIES AND FINE ANALYSIS (NFFA) est un programme financé par l'Union européenne visant à créer une infrastructure de recherche intégrée et distribuée afin de soutenir les projets d'utilisateurs pour la recherche multidisciplinaire autour des nanotechnologies.

www.nffa.eu



STREAMLINE est un projet financé par Horizon2020 qui complétera la mise à niveau de l'ESRF-EBS en améliorant le fonctionnement des utilisateurs grâce à de nouvelles procédures et de nouveaux systèmes.

www.streamline.esrf.fr

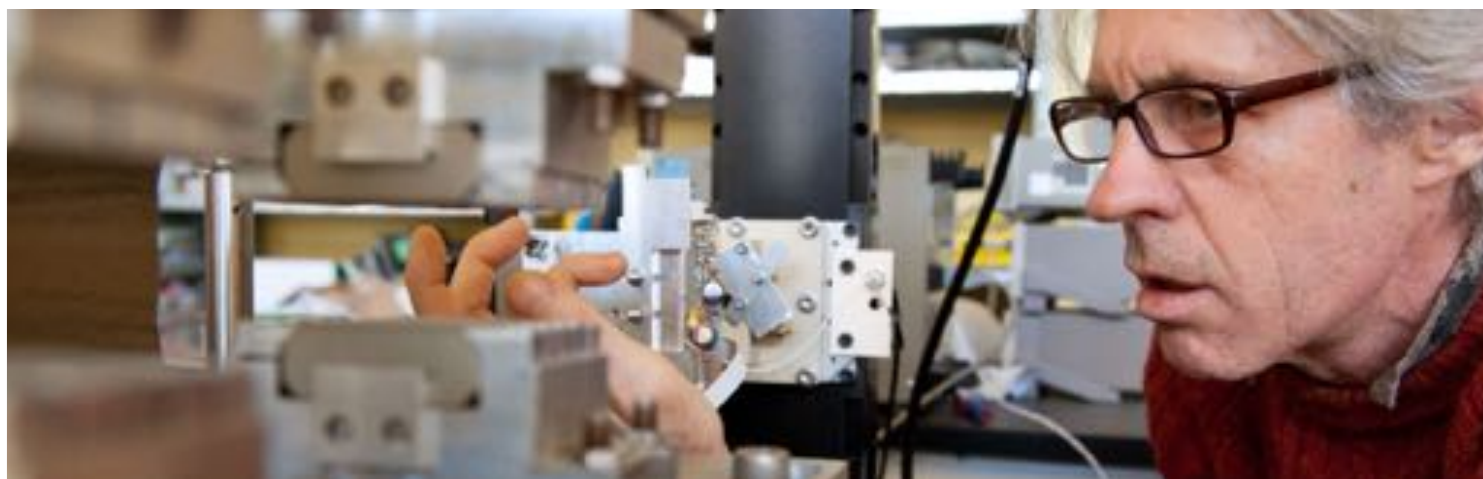


TEESMAT vise à créer une communauté européenne forte, afin de créer un marché pour la fourniture de techniques avancées de caractérisation des matériaux.

www.teesmat.eu



TRANSFERTS D'INSTRUMENTS ET DE TECHNOLOGIES



En tant que synchrotron de premier plan au niveau mondial, l'ESRF a développé des technologies et des équipements uniques qui en font l'un des plus productifs du monde. Nos développements et nos technologies sont disponibles directement auprès de l'ESRF, ou sous licence en tant que transfert de technologie vers l'industrie. Une sélection de nos développements instrumentaux est présentée ci-dessous.

FRELON

Il s'agit d'une caméra à lecture rapide et à faible bruit CCD dynamique 14 bits, équipée d'une puce 2048 x 2048 pixels. Le système est composé d'une tête de caméra, d'un bloc d'alimentation, d'une carte PCI et d'un câble à double fibre optique.

MUSST

Le « MUSST » est un module NIM conçu à l'ESRF pour produire des séquences de déclenchement permettant la synchronisation avec des événements extérieurs. Il permet de synchroniser les composants de la ligne de lumière.

MICROJACK

Le micro-jack à tête fixe de l'ESRF est un actionneur de haute précision, linéaire, motorisé et compact. Il garantit une capacité de charge élevée tout en maintenant une résolution et une précision d'un excellent niveau.

ANALYSEURS DE CRISTAUX

Les analyseurs sphériques et cylindriques produits à l'ESRF permettent des mesures très précises de rayons X pour des applications spectroscopiques. Plusieurs modèles sont disponibles pour répondre aux différentes conditions d'expérience.

CRYOSTAT DYNAFLOW

De conception compacte, le cryostat Dynaflow offre un refroidissement efficace à très basse température (jusqu'à 2,5 K).

APPAREIL DE VISUALISATION DE FAISCEAU

L'ESRF a développé un ensemble d'appareils de visualisation de faisceaux de rayons X à l'air libre intégrant une caméra CCD GigE. Il s'agit de dispositifs compacts utilisés pour visualiser des faisceaux de rayons X focalisés.



ICEPAP

IcePAP est un système de commande motorisé développé à l'ESRF et optimisé pour le positionnement à haute résolution. Il est entièrement configurable par logiciel et offre des capacités de diagnostic complètes.

CELLULES À ENCLUME DE DIAMANT

Les DAC sont des cellules à enclume de diamant à haute pression de type LeToullec (pilotee par membrane) qui utilisent des enclumes Boehler-Almax pour les grands angles, une stabilité mécanique accrue et une facilité d'utilisation optimale.

SCINTILLATEURS

Les scintillateurs sont des cristaux inorganiques utilisés pour convertir les rayons X en lumière visible. L'ESRF produit certains des meilleurs scintillateurs à film monocristallin basés sur la technique LPE.

CONVERTISSEUR V2F100

Le convertisseur tension/fréquence de l'ESRF est un appareil extrêmement linéaire utilisé pour la surveillance du faisceau et conçu pour fonctionner avec une sortie pleine échelle.

CHAMBRE D'IONISATION

L'ESRF a développé une famille de chambres d'ionisation miniatures compatibles avec les rayons X pour mesurer la position et l'intensité du faisceau (I0) à proximité de l'échantillon.

MAXIPIX

Un détecteur de comptage de photons à pixels doté d'une lecture rapide, conçu par l'ESRF et basé sur les puces de lecture Medipix2 et Timepix conçues par le CERN.

BANC DE MESURES MAGNÉTIQUE

Les systèmes de mesures de champ à dispositif d'insertion développés à l'ESRF intègrent 18 ans d'expérience. Plus de 100 appareils (onduleurs, wigglers, onduleurs hélicoïdaux, onduleurs sous vide) ont été traités avec succès grâce à des systèmes de mesures précis et rapide.

MOCO

Le contrôleur de monochromateur (MoCo) est un module électronique conçu pour réguler la position d'un composant optique dans une ligne de lumière à rayonnement synchrotron. Le contrôleur corrige la position du composant, généralement un miroir ou un monochromateur, en surveillant le faisceau sortant et en compensant activement les dérives à basse fréquence dues aux changements de charge thermique ou aux instabilités mécaniques.

LES LABORATOIRES TECHNIQUES

L'ESRF a développé une expertise hors ligne considérable centrée sur des laboratoires de soutien spécialisés mis à disposition des utilisateurs. Le personnel de ces laboratoires possède une expertise de premier plan et peut répondre à des demandes complexes.



LE LABORATOIRE MIROIRS ET MÉTROLOGIE

Le laboratoire Miroirs et Métrologie offre des conseils, de l'assistance et des services de recherche et de développement en matière d'éléments optiques réfléchissants. Il est spécialisé dans la caractérisation de surfaces de divers éléments optiques pour rayons X avant leur déploiement à l'ESRF et dans d'autres sources de lumière.

Le laboratoire développe des systèmes réfléchissants à nanofoyer souvent mis en œuvre dans la configuration Kirkpatrick-Baez (KB). Ces systèmes conçus en interne sont basés sur des dispositifs de flexion de miroirs, s'appuient sur le laboratoire pour l'intégration des composants optiques, leur réglage et la caractérisation hors ligne avant leur installation sur des lignes de lumière. Les performances des systèmes KB de l'ESRF sont considérablement améliorées par la combinaison des technologies de revêtement multicouches. Les systèmes KB standard de l'ESRF sont disponibles commercialement, sous licence.

Le laboratoire réalise aussi des caractérisations de surface d'autres optiques (monochromateurs et analyseurs cristallins). Plusieurs instruments permettent de réaliser des mesures de topographie à différentes profondeurs de la surface avec une précision de l'ordre du nanomètre, pour des longueurs allant

de celles des miroirs (jusqu'à 1,5 m) jusqu'à des caractéristiques à l'échelle du micromètre. Des figures optiques variées telles que des surfaces elliptiques ou toroïdales peuvent être mesurées. Le laboratoire est situé dans une salle blanche de classe 1000 de 56 m² avec contrôle de la température à 0,4°C près.

LE LABORATOIRE DE POLISSAGE DE CRISTAUX

Le laboratoire de polissage de cristaux offre des conseils, de l'assistance et des services de recherche et de développement dans le domaine des éléments d'optique cristallins pour rayons X. Il fabrique et caractérise aussi des éléments d'optique à rayons X monocristallins pour les lignes de lumière de l'ESRF et des clients externes.

Le laboratoire de polissage de cristaux fabrique des monochromateurs monocristallins pour toutes les lignes de lumière de l'ESRF. La plupart des cristaux sont fabriqués à partir de lingots de silicium à haute pureté de 100 mm de diamètre fabriqués industriellement. Et ce depuis la zone flottante jusqu'à 1 m de long.



LE LABORATOIRE MULTICOUCHES

Le laboratoire Multicouches offre des conseils, de l'assistance et des services de recherche et de développement pour les éléments optiques multicouches. Il caractérise aussi de tels éléments pour les lignes de lumière de l'ESRF ainsi que pour des partenaires et des clients externes.

Il est chargé du développement et de la production de revêtements multicouches pour les dispositifs optiques destinés aux rayons X. Il dispense des conseils aux lignes de lumière de l'ESRF et travaille en collaboration étroite avec le laboratoire Miroirs et Métrologie, le laboratoire des cristaux ainsi que la ligne de lumière BM05. En outre, le laboratoire Multicouches répond aux demandes de fabrication de partenaires et de clients externes. Une installation de dépôt par pulvérisation, qui constitue le cœur du laboratoire, permet de déposer des multicouches selon la période de répétition et le gradient d'épaisseur souhaité sur des substrats de longueur maximum de 100 cm et de largeur jusqu'à 15 cm. Toutes les multicouches sont caractérisées avec un réflectomètre à rayons X. Des essais de performance plus exigeants peuvent être réalisés sur la ligne de lumière BM05.

LES INSTALLATIONS DE REVÊTEMENT NEG

Les installations dédiées au revêtement offrent l'accès aux infrastructures, de l'assistance et des services de recherche et de développement dans le domaine des revêtements NEG de chambres à vide. Ces installations produisent des chambres NEG de 6 m de long avec 8 mm d'ouverture, en utilisant le dépôt physique en phase vapeur amélioré par magnétron en courant continu. Ce revêtement permet de surmonter les limitations de conductance dans le vide de ces chambres plates en effectuant un pompage distribué sur toute la longueur, ainsi que d'abaisser le rendement de photodésorption. D'autres types de revêtements ont été réalisés, notamment à base d'or pour produire des surfaces très stables (inertes), ou à base de titane pour réduire la résistivité des pièces en céramique.

EXPERTISE EN SCIENCE ET EN INGÉNIERIE

Pour tous les services en lien avec les études par rayons X synchrotrons réalisées à l'ESRF, y compris l'interprétation des résultats d'études, le conseil, ou les formations en technique synchrotron ou tout autre service, le Bureau de développement commercial est en mesure de vous offrir l'expertise des chercheurs et des ingénieurs de l'ESRF.



COMMENT ACCÉDER À L'ESRF ?

Notre équipe de développement commercial est là pour vous aider dans vos besoins d'innovations technologiques, en trouvant les services adaptés dans notre portefeuille ou en créant des partenariats et des collaborations sur mesure. Nous pouvons être un partenaire à part entière ou agir en tant qu'expert concernant les besoins spécifiques de votre projet, qu'il s'agisse de projets internes, nationaux ou Horizon2020. Des consortiums mixtes industrie-universités sont souvent impliqués.

Notre objectif est de vous fournir la bonne approche pour votre programme de recherche et d'innovation, sous différents modes :

ACCÈS PROPRIÉTAIRE DE ROUTINE

Rapide, payant et confidentiel.

PARTENARIATS SUR MESURE

Des programmes de recherche plus approfondis et à plus long terme avec l'industrie, incluant la formation, les bourses de doctorat et la participation aux demandes de financement Horizon2020.

ACCÈS GRATUIT

Disponible via le programme de sélection par les pairs de l'ESRF, avec obligation de publication des résultats. Les candidatures émanant de l'industrie seule ou en partenariat avec des universités sont les bienvenues. En outre, des propositions à long terme axées sur l'innovation (trois ans) ouvrent la voie à des collaborations avec des entreprises et des universités en vue de développer davantage les techniques synchrotron pour les applications industrielles.

NOUS CONTACTER



Directeur du développement commercial

Dr Ed Mitchell
mitchell@esrf.eu
+33 476 882 664

Directeur adjoint du développement commercial

Dr Ennio Capria
capria@esrf.eu
+33 476 882 905

Bureau du développement commercial

Katherine Fletcher
Ewa Wyszynska
industry@esrf.eu
+33 476 884 090

Site unique en matière de recherche et d'innovation, Grenoble attire les talents scientifiques par son environnement exceptionnel et sa qualité de vie. Cette ville cosmopolite située au coeur des Alpes françaises est un centre d'innovation reconnu dans le monde entier pour ses établissements de recherche, ses universités, sa vitalité économique et ses projets tournés vers l'avenir.

L'ESRF jouit d'une position stratégique de par sa situation sur le campus européen de Photon & Neutrons Science Campus (EPN), un pôle scientifique hébergeant trois instituts internationaux majeurs pour l'exploration des sciences de la vie et des matériaux, dont l'Institut Laue Langevin, l'institut jumeau de l'ESRF consacré aux neutrons. L'ESRF est aussi un partenaire de GIANT (Grenoble Innovation for Advanced New Technologies), un campus dédié à l'innovation mondiale qui constitue le poumon du développement économique et scientifique à Grenoble.



ESRF - Bureau du développement
commercial du Synchrotron Européen
71, avenue des Martyrs
38000 Grenoble, France

+33 4 76 88 40 90

industry@esrf.fr



www.esrf.eu