

EXPERIMENTAL REPORT
RAPPORT D'EXPERIENCE

Programme Committee Proposal Number
N° Projet Comité de Programme
02-1-069

3 0 AOUT 2000

PROJECT TITLE : TITRE DU PROJET :

Influence de la fragilité sur les fluctuations de densité dans des verres

LIGNE : **D 2AM** **IF**

INSTRUMENT : **PETITS ANGLES** **EXAFS**

7 CERCLES **GM**

F I P **S U V**

NUMBER OF RUNS USED NOMBRE DE SESSIONS EFFECTUEES : 4 jours, 12 shifts.

STARTING DATE DATE DE DEMARRAGE : 6 avril 2000

AUTHORS AUTEURS :

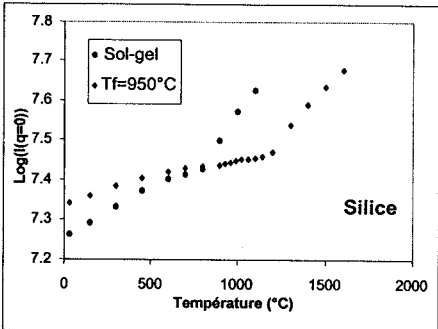
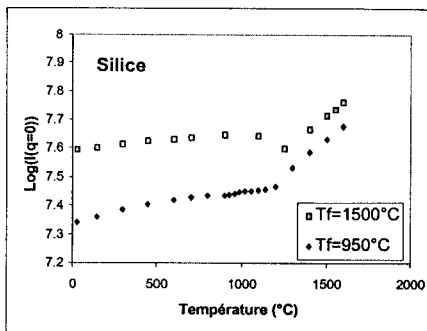
Levelut Claire, Faivre Annelise, (Laboratoire des Verres, Université Montpellier II),
Hazemann Jean Louis (Laboratoire de cristallographie de Grenoble), **David Laurent, Pelletier**
Jean-Marc, (GEMPPM, INSA Lyon), **Le Parc Rozenn** (L.P.C.M.L., U.C.B. Lyon I).

EXPERIMENTAL REPORT
RAPPORT D'EXPERIENCE

L'objectif des expériences présentées ici était d'analyser l'évolution en température des fluctuations de densité dans des systèmes vitreux de fragilité différente. En effet le comportement dynamique de ces systèmes est intimement lié à la présence de fluctuations de densité [1] et il a été proposé récemment de relier le caractère "fort" ou "fragile" du verre à l'amplitude des fluctuations de densité [2]. La diffusion des rayons X aux petits angles permet d'accéder à ces fluctuations de densité, et la puissance du faisceau synchrotron facilite l'analyse de l'évolution de ces fluctuations en fonction de la température.

Bénéficiant de 4 jours sur les 7 demandés, nous nous sommes d'abord consacré à l'étude de verres forts (verres silico-sodo-calcique, silice, verres métalliques) et de verres intermédiaires (verres d'alumino-phosphate) pour lesquels la littérature fournit peu de données expérimentales, laissant les polymères (verres fragiles) pour d'autres sessions. Les verres étudiés présentent des températures de transition vitreuse T_g élevées (de 300°C à 1600°C), nous avons donc utilisé le dispositif de chauffage haute température du Laboratoire de Cristallographie de Grenoble.

Nous avons caractérisé l'évolution des fluctuations de densité en fonction de la température dans différents verres d'oxydes. Nous avons d'abord analysé des échantillons de silice obtenus par différentes méthodes: une silice obtenue par voie sol-gel, et une silice commerciale pour laquelle plusieurs échantillons de température fictive différente ont été préparés. La figure n°1 a et b présente ces résultats. Des courbes similaires à la figure n°1 a ont été obtenues pour deux échantillons de verre silico-sodo-calcique ayant subi des traitements thermiques différents. Ils avaient été trempés depuis une température supérieure à leur température de transition vitreuse, et l'un des deux échantillons avait ensuite été vieilli 30°C en dessous de T_g pendant 2 mois.



Figures n°1 a et b: Evolution de l'intensité diffusée extrapolée à angle nul en fonction de la température.

Nous avons également analysé différents verres d'alumino-phosphate. Tous ces verres comportaient la même teneur en alumino-phosphate (54% molaire), mais une teneur relative variable en alcalins sodium et lithium. Les allures d'intensité diffusée en fonction de q sont différentes: le verre d'alcalins mixte (23%Li et 23%Na) présente une remontée aux petits angles alors les verres d'alcalin simple (46%Li ou Na) ne présentent pas cette remontée, comme le montre la figure n°2.

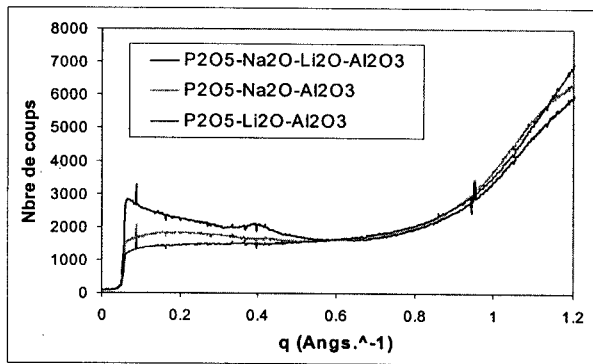


Figure n°2: Intensité diffusée aux petits angles en fonction du vecteur d'onde.

Nous avons également cherché à caractériser l'évolution des fluctuations de densité dans des verres métalliques. Cependant, ces évolutions sont masquées par une remontée aux petits angles, liée à un phénomène de cristallisation.

Tous ces résultats nous ont permis de mettre en évidence qu'il était possible d'analyser l'évolution des fluctuations de densité dans les verres forts. Malheureusement, ils ne peuvent être utilisés que comme résultats préliminaires, car nous n'avons pas pu corriger correctement la cellule vide dans tous les cas. En effet, nous avons utilisé un four qui n'était pas complètement optimisé pour ces expériences. Ce four nécessitait d'être déplacé à chaque changement d'échantillon, et en particulier pour la mesure de la cellule vide. Les conditions n'étaient donc pas exactement les mêmes pour la mesure de l'échantillon et de la cellule vide. Et comme les verres inorganiques diffusent peu, les pics de diffusion du Kapton qui constitue les fenêtres du montage étaient difficile à corriger correctement dans ces conditions.

D'autre part toute comparaison absolue ou même relative d'intensité diffusée par chaque échantillon nous est impossible. Du fait de l'encombrement et de la disposition du four, il ne nous a pas été possible de mesurer correctement la transmission de l'échantillon. Etant donné que l'objectif principal de ce travail était de comparer les fluctuations de densité des échantillons de fragilité différente, toute cette partie du projet n'a pu être réalisée.

Par contre ces expériences ont permis de montrer que le four du Laboratoire de Cristallographie pouvait être utilisé sur la ligne D2AM jusqu'à 1600°C, et de prévoir des modifications nécessaires pour une prochaine série d'expériences.