

Materia Nova

Présentation

Fondé par la Faculté Polytechnique de Mons et l'Université de Mons-Hainaut, dans le cadre de l'Objectif 1 en Hainaut, le centre de recherche Materia Nova fonctionne en tant que structure autonome (asbl) depuis 2001. Materia Nova compte 85 chercheurs et techniciens hautement qualifiés dont le but est de travailler en partenariat avec les entreprises afin de développer les nouveaux matériaux de demain mais aussi d'améliorer ceux que nous utilisons chaque jour. Materia Nova s'est notamment fixé comme objectif de réaliser des travaux de recherche et développement applicables à l'industrie ainsi que des essais et analyses concernant tous les matériaux mis en œuvre ou produits par ces industries.

Materia Nova est notamment actif dans le domaine du traitement de surface. Cette activité, menée en étroite collaboration avec l'Université de Mons dont le centre est issu, représente plus d'un tiers de l'activité globale du centre et couvre différentes techniques: techniques plasma sous pression réduite ou à pression atmosphérique, dépôts sol-gel et électrochimiques, formulation et application d'encres, etc. Les domaines d'application de ces dépôts sont larges et vont de la protection des surfaces, aux revêtements fonctionnels et actifs incluant en particulier les senseurs.

Description des essais/analyses réalisés pour des tiers

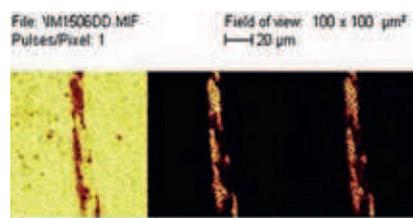
Analyses de surface

1. **X-Rays Photoemission Spectroscopy (XPS):** analyse de la composition chimique de surface (~5nm) quantitative et qualitative (état d'oxydation, liaisons...) avec possibilité de réaliser un profil de composition dans la profondeur (max 500nm).

- Substrat métallique: l'XPS permet d'analyser la composition chimique en surface et de déterminer l'état d'oxydation (contamination organique/inorganique, corrosion). Un profil de composition en profondeur peut être obtenu

en réalisant une pulvérisation ionique de l'échantillon à l'Argon.

- Substrat non métallique: l'XPS permet de déterminer la composition chimique en surface ainsi que les liaisons présentes sur tout type d'échantillon solide pouvant être mis sous vide (céramique, polymère, verre...). Un profil de composition en profondeur peut être obtenu en réalisant une pulvérisation ionique de l'échantillon au C60.
2. **Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry (ToF-SIMS):** analyse chimique élémentaire et moléculaire d'extrême surface (1 nm) à très haute sensibilité pouvant identifier des composés moléculaires complexes et différencier les isotopes.
- Substrat métallique: l'analyse par ToF-SIMS permet essentiellement de déterminer la composition chimique d'extrême surface afin de vérifier l'état de propreté d'un substrat (contamination organique/inorganique) ou de vérifier son état de préparation (fonctionnalisation, décapage...).
 - Substrat non métallique: l'analyse par ToF-SIMS peut être réalisée sur tout type d'échantillon solide pouvant être mis sous vide (céramique, polymère, verre...). Elle permet essentiellement de déterminer la composition chimique d'extrême surface afin de vérifier l'état de propreté d'un substrat (contamination organique/inorganique) ou de vérifier son état de préparation (fonctionnalisation, décapage...). La présence d'additif dans la composition peut être réalisée dans le cas des polymères notamment.



ToF-Sims: cartographie d'une griffe dans un revêtement

3. **Microscope Electronique à Balayage (MEB):** le microscope électronique à balayage permet de visualiser des objets avec un grandissement maximal de 300 000x (résolution de 1 nm).

- Substrat métallique: le microscope est utilisé pour observer l'état de surface du substrat (rugosité, porosité) ou détecter d'éventuels défauts chimiques.
- Substrat non métallique
 - i. Substrat flexible: cette technique est utilisée pour voir l'état de surface des films ou textiles, détecter des pollutions, mesurer les tailles de fibres...
 - ii. Substrat non flexible: le microscope permet de voir la porosité, la rugosité des substrats non flexibles et non métalliques. On dépose le plus souvent une fine couche conductrice avant observation.
- Essais sur le produit final traité
Essais liés à l'aspect d'un revêtement: le microscope est utilisé pour observer l'état de surface du revêtement, voir s'il ne contient pas de défauts chimiques. Il est également possible d'observer la tranche du revêtement pour déterminer son épaisseur, voire sa structure ou son adhésion au substrat.

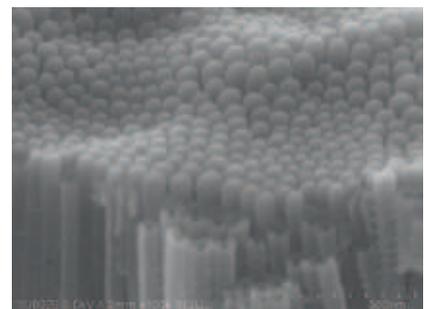


Image MEB de nanotube de TiO2

4. **Microscope électronique en transmission (TEM):** le microscope électronique en transmission (TEM) donne des informations sur la microstructure de composites contenant des nanoparticules (résolution inférieure à 1 nm).

- Substrat métallique: le microscope en transmission permet de

distinguer des phases cristallines ou de densité différente.

- Substrat non métallique, non flexible: après préparation, les plastiques peuvent être observés au TEM pour voir s'ils contiennent des phases différentes ou des charges.
- Essais sur le produit final traité. Essais liés à l'aspect d'un revêtement: on peut mesurer des épaisseurs très fines de revêtement, voir la microstructure du revêtement sur la tranche, observer les éventuelles porosités, voire la dispersion de charges submicro- niques.

5. Spectroscopie de rayons X (EDX):

la spectroscopie de rayons X permet de déterminer la composition élémentaire des phases d'un échantillon. Couplée au MEB ou au MET, elle permet de réaliser une cartographie des surfaces analysées.

- Substrat métallique: il est possible avec l'EDX de déterminer la composition élémentaire du substrat, analyser des pollutions chimiques, identifier les différentes phases.
- Substrat non métallique
 - i. Substrat flexible: cette technique permet de connaître la composition élémentaire du substrat après dépôt d'une fine couche de carbone.
 - ii. Substrat non flexible: même possibilité que sur le substrat flexible.
- Essais sur le produit final traité
Essais liés à la fonctionnalité: la technique EDX permet d'analyser la composition élémentaire des différentes phases, de réaliser une cartographie élémentaire, de faire des profils en concentration.

6. Microscopie à force atomique (AFM):

l'AFM analyse la topographie de surface avec une résolution latérale nanométrique et verticale proche de l'angström et peut cartographier les propriétés mécaniques ou électriques à cette échelle.

- Substrats métalliques (Inox, acier, aluminium, cuivre avant et après divers traitements de surface).
- Substrats non métalliques

flexibles (p. ex. textile technique, films polymères, films plastiques commerciaux) et non flexibles (p. ex. verre, verres à couches TCO, dépôt basse émissivité...).

- Essais sur les dépôts
 - i. Essais liés aux propriétés physiques: analyse des propriétés mécaniques locales (dureté, adhésion, courbes de force à l'échelle locale, mapping de la conductivité électrique via des mesures en Conductive AFM et mesure locale du transport électrique par des courbes approche-retrait).
 - ii. Essais liés à l'aspect d'un revêtement: analyse morphologique de divers coatings, mesure de l'organisation de surface de molécules complexes.

Types de mesures disponibles:

Morphologie: Contact AFM, AM-AFM (Tapping Mode), FM-AFM (nc-AFM)

Mechanical Properties: Friction Force Microscopy, Contact Resonance, HarmoniX, Peak Force Tapping, Intermodulation

Thermique: VITA module

Electrical properties: Tunneling AFM (TUNA), Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM), Piezoresponse Force Microscopy (PFM)

7. Spectroscopie InfraRouge à Transformée de Fourier (FTIR):

en mode Réflexion Totale Atténuée, elle permet, pour une large gamme d'applications, d'identifier la plupart des groupes fonctionnels présents avec une profondeur d'analyse de l'ordre du micron.

- Substrat métallique: la spectroscopie infrarouge permet d'identifier les revêtements organiques/inorganiques ou la contamination des surfaces de métal. Certains oxydes métalliques peuvent également être mis en évidence.

- Substrat non métallique: en identifiant les groupes fonctionnels, la spectroscopie infrarouge permet d'identifier un composé inconnu ou une impureté, de caractériser un système multicouche ou composite. Elle est également un outil efficace pour étudier les modifications de structure des polymères résultant de traitements chimiques, de dégradations ou de vieillissements.

8. Spectroscopie Micro-Raman:

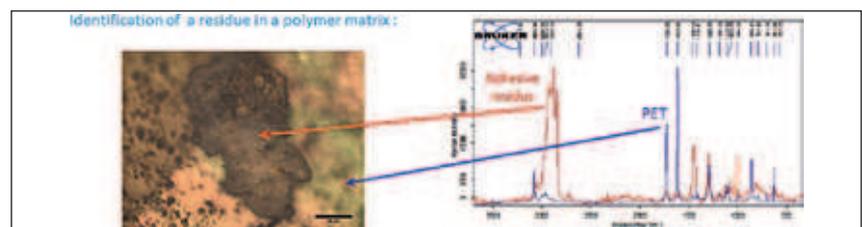
le spectromètre Raman associé à un microscope confocal permet d'identifier et de cartographier les groupes fonctionnels en surface et permet de réaliser un profil sur des échantillons transparents.

- Substrat métallique: la spectroscopie Raman permet d'identifier les revêtements organiques/inorganiques ou la contamination des surfaces de métal.
- Substrat non métallique: la spectroscopie micro-Raman permet d'identifier un composé inconnu ou une impureté qui peut être micrométrique. Grâce à la microscopie confocale, il est possible de caractériser un assemblage multicouche de manière non-destructive à condition que les matériaux soient optiquement transparents.

9. Diffraction des rayons X (DRX):

la diffraction des rayons X permet de déterminer la structure cristallographique d'échantillons massifs, sur des poudres et aussi sur des couches minces en réalisant les mesures en incidence rasante.

- Substrat métallique: la DRX permet d'identifier la ou les phases cristallines présentes dans le substrat (métal simple ou alliage). Il est également possible d'affiner la structure cristallographique et de mettre en évidence d'éven-



Spectroscopie micro-raman

uelles contraintes de réseau. L'analyse des spectres permet aussi de calculer la taille des domaines cristallographiques.

- Substrat non métallique: les analyses sont possibles sur la plupart des substrats cristallins (céramique, minéraux...) ou semi-cristallins (polymères). Certaines informations structurales peuvent aussi être obtenues sur des échantillons amorphes.
- Essais sur le produit final traité: réalisées en incidence rasantes, la DRX permet d'accéder à la structure de couches minces (cristallinité, structure cristallographique).

10. La réflectométrie des rayons X:

il s'agit d'une technique liée à diffraction des rayons X utilisé pour la caractérisation de couches minces et de structures multicouches (épaisseur, rugosité, densité électronique).

- Essais sur le produit final traité: la réflectométrie permet de caractériser les couches minces déposées sur tout type de substrats solides. Les couches minces, d'épaisseurs nanométriques à (sub)micrométriques, cristallines,

poly-cristallines ou amorphes peuvent être analysées. Il est possible de déterminer l'épaisseur, la rugosité ainsi que la densité électronique des couches.

11. Spectrophotométrie UV-Vis-IR:

la spectrophotométrie UV-Vis-IR est utilisée pour mesurer les propriétés optiques (réflexion, transmission, absorbance) de revêtements ou d'échantillons massifs.

- Analyse sur le substrat ou sur le produit final traité
 - Analyse de l'absorbance/réflexion de la couche dans la gamme de l'UV-Visible-proche infra-rouge pour des échantillons transparents, semi-transparentes et non-transparentes. Analyse de la transmission d'un solide ou d'un liquide dans la gamme de l'UV-Visible-proche Infra-rouge.
 - Détermination de la diffusion optique d'un revêtement par des analyses en réflectivité spéculaire et diffuse dans la gamme de longueur d'onde UV-Visible-proche infra-rouge. Colorimétrie sur échantillons métalliques et non-métalliques.
 - Mesure de l'absorbance solai-

re d'un matériau. Blocage thermique (infra-rouge) d'un matériau à vocation transparente dans le visible.

12. Mesure électrique Effet Hall:

le système Effet Hall est utilisé pour mesurer, via la méthode Van Der Pauw, les propriétés électriques (résistivité, mobilité et densité) des porteurs de charge de couches (semi-) conductrices.

- Analyse d'une couche mince sur substrat isolant
 - Détermination de la résistivité et des propriétés des porteurs de charge (mobilité, densité) de couches minces (quelques nm à quelques centaines de microns) sur substrat isolant et sur une gamme de température allant de 80K à 580K.
 - Détermination de matériaux semi-conducteurs pour des applications photovoltaïques.

Personne de contact et coordonnées:

Materia Nova
Sylvain Desprez
Sylvain.desprez@materianova.be

Caractérisation électrochimique

Evaluation de la vitesse de corrosion d'un métal dans différents milieux agressifs, du mode de protection d'un revêtement, de sa porosité ou perméabilité à l'eau par des techniques électrochimiques.

- Essais sur substrat métallique (aluminium et alliages, aciers, zinc, etc.): tracé de courbes de polarisation, détermination des courants de corrosion ou de la résistance de polarisation et suivi au cours du temps, détermina-

tion du potentiel de piqûration et domaine de passivation dans le cas des métaux passifs. Des mesures dans des milieux spécifiques peuvent également être réalisées avec des montages adaptés afin d'évaluer l'agressivité de certains milieux.

- Essais sur métaux revêtus:
 - spectroscopie d'impédance électrochimique pour l'évaluation de la porosité d'un revêtement ainsi que sa perméabilité à l'eau et leur suivi au cours du temps;
 - développement de tests accélérés pour évaluer en temps

court les performances d'un revêtement protecteur;

- combinaison avec des tests de vieillissement accéléré (brouillard salin, cycles thermiques...) afin de permettre un monitoring des propriétés du revêtement exposé aux vieillissements accélérés.

Personne de contact et coordonnées:

Materia Nova
Mireille Poelman
Mireille.Poelman@materianova.be

Tests de vieillissement accéléré

Réalisation de tests de corrosion accélérée, cycles humidothermes, exposition aux UV, tests SO₂, etc. suivant des

normes spécifiques ou à la demande.

1. Brouillard salin: tests selon les normes ASTM B117, ISO 9227

- Essais du/sur le substrat métallique: évaluation de la sensibilité

à la corrosion en milieu salin de matériaux métalliques (aciers, aciers zingués, aluminium et alliage, magnésium et alliage...)

- Essais sur le produit final traité Essais liés à la durabilité et à la

résistance à la dégradation: évaluation de la durabilité d'un revêtement anticorrosion, la vitesse et le taux de délamination à partir d'une griffe.

2. Tests climatiques: de 10 à 95°C et de 10 à 98% RH

Essais sur le produit final traité, liés à l'aspect d'un revêtement, à la fonctionnalité et à la durabilité et la résistance à la dégradation: évaluation de la tenue aux cycles humidité/température de revêtements.

3. Tests thermiques cycliques: de -42 à 180°C.

Essais sur le produit final traité, liés à l'aspect d'un revêtement, à la fonctionnalité et à la durabilité et la résistance à la dégradation: évaluation de la tenue en température de revêtements.

4. Test SO₂ (en enceinte Kesternich): norme ISO 3231

- Essais du/sur le substrat métallique: évaluation de la résistance à la corrosion en atmosphère SO₂.
- Essais sur le produit final traité: métaux revêtus (peinture).
Essais liés à la durabilité et à la résistance à la dégradation: corrosion, délamination, cloquage d'un revêtement organique appliqué sur métal.

5. Cabinet humide (QCT): norme ISO 6270

- Essais du/sur le substrat métallique: évaluation de la résistance à la corrosion sous condensation continue à 40°C.
- Essais sur le produit final traité
Essais liés à la durabilité et à la résistance à la dégradation: corrosion, délamination, cloquage d'un revêtement organique appliqué sur métal.

6. QUV: norme ASTM G53, ISO 11507, évaluation de la tenue à l'exposition aux lampes à fluorescence UV (A ou B)

Essais sur le produit final traité

- Essais liés à l'aspect d'un revêtement: évaluation de la modification de couleur ou de brillance après exposition aux cycles UV/condensation.



test brouillard salin

- Essais liés à la durabilité et à la résistance à la dégradation: après exposition aux test QUV, les métaux revêtus peuvent être placés en enceinte de corrosion afin d'évaluer l'impact du vieillissement UV sur les propriétés protectrices du revêtement.

Personne de contact et coordonnées:

Materia Nova
Emeline Lachéry
Emeline.Lachery@materianova.be