

## Caractérisation de la microstructure des matériaux minéralogiques hétérogènes à la nano-échelle par imagerie ptychographique aux rayons-X cohérents

Julio da Silva <sup>\*1,2</sup>, Nils Blanc <sup>1,2</sup>, Olivier Proux <sup>1,2</sup>, Isabelle Kieffer <sup>1,2</sup>,  
Nathalie Boudet <sup>1,2</sup>, Yves Joly <sup>1</sup>, Jean-Louis Hazemann <sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut NEEL UPR2940 – France

<sup>2</sup> Lignes de lumière CRG françaises à l'ESRF – France

Les propriétés des matériaux minéralogiques sont fortement affectées par la disposition des différents composants dans leurs microstructures 3D. La capacité de les visualiser avec une sensibilité élevée et une résolution spatiale nanométrique aide à mieux comprendre leurs fonctionnalités. Nous montrons ici que la tomographie-ptychographique aux rayons X (PXCT) est la méthode clé de nano-imagerie 3D pour réaliser cette caractérisation [1-5]. Les images 3D fournissent la localisation des différents composants, l'espace poreux de catalyseurs industriels à base de zéolithe, kaolin et alumine [1,2,3], et la composition de chaque matériau constituant le matériau [4,5]. Nous présenterons également les résultats de son application à la caractérisation quantitative du ciment hydraté. Nous avons analysé l'hydratation de l'alite, le principal composant du ciment ordinaire mais hautement polluant, et l'hydratation de l'ye'elemite combiné avec le gypse, ce qui constitue un possible candidat plus écologique pour remplacer l'alite. À partir des images 3D, la morphologie et la composition de chaque produit de l'hydratation, à l'échelle nanométrique, ont été obtenues, ainsi que la stœchiométrie de la réaction d'hydratation de l'alite [4] et l'ye'elemite [5]. Pour la première fois, les densités massiques du silicate de calcium hydraté (CSH) et du gel d'hydroxyde d'aluminium ont été extraites. En outre, nous développons une nouvelle méthode qui combine la ptychographie et les méthodes de spectroscopie (XANES) dans une seule méthode d'analyse. La ptychographie-spectrale permettra d'obtenir la localisation et l'état chimique des éléments dans la microstructure du matériau. Contrairement aux méthodes XAS conventionnelles, nous pouvons corrélérer localement la fonctionnalité des éléments à la microstructure de l'échantillon avec une résolution qui n'est pas limitée par la taille du faisceau. Les nouvelles propriétés de l'ESRF-EBS offrent la possibilité de mettre en œuvre la ptychographie-spectrale sur les lignes de lumière CRG françaises avec des financements Equipex et ANR récemment obtenus. Nous discuterons de ces nouveaux développements, les résultats préliminaires et leurs futures possibilités d'utilisation par la communauté.

References : [1] J. da Silva et al., ChemCatChem 7, 413 (2015), [2] J. Ihli et al. Nat. Communications 8, 809 (2017), [3] J. Ihli et al., Angewandte Chemie, Accepted Author Manuscript. doi:10.1002/anie.202008030 (2020), [4] J. da Silva et al., Langmuir 31, 3779 (2015), [5] A. Cuesta et al., J. Phys. Chem. C 121, 3044 (2017).

**Mots-Clés** : alite, ye'elemite, zéolithe, alumine, nano-imagerie, tomographie, rayons-X, ptychographie-spectrale