

## Spectroscopie d'extrême surface à l'échelle nanométrique

F. Wiame, V. Maurice, P. Marcus (LPCS, UMR7045)

**Contexte :** L'introduction par Michelin, dès 1937, de renforts métalliques (fils d'acier enrobés de laiton) dans les armatures de ses pneumatiques contribua de manière décisive à l'augmentation de leur longévité et de leur niveau de performance. En 2007, c'est la maîtrise de l'interface caoutchouc–métal à l'échelle nanométrique qui est un enjeu scientifique et technique majeur pour augmenter la durée de vie et les performances des pneumatiques.

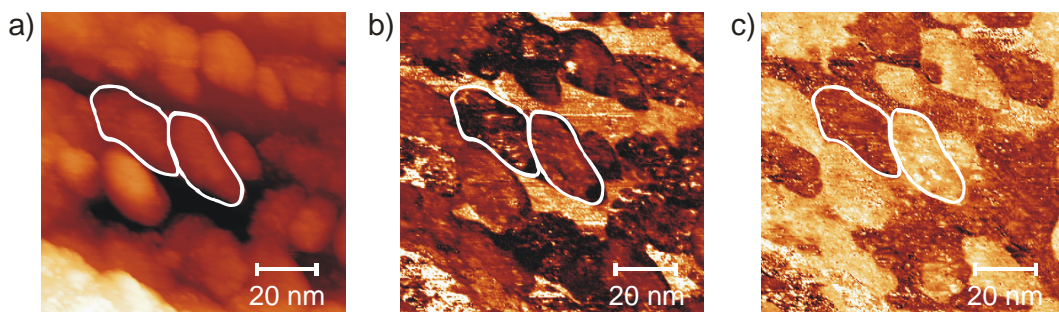
**Objectif :** L'objectif de notre travail de recherche est de mieux comprendre, afin de mieux les maîtriser, les étapes initiales d'oxydation et de sulfuration d'une surface de laiton. Ainsi, la réactivité de la surface de l'alliage modèle constitué par un monocristal  $\text{Cu}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}(111)$  à  $120^\circ\text{C}$  en présence d' $\text{O}_2$  ( $7.0 \times 10^{-7}$  mbar) a été étudiée en détail, à l'échelle nanométrique, à l'aide des techniques de microscopie et de spectroscopie à effet tunnel (STM/STS).

**Résultats :** Nous avons montré [1] que l'oxydation à  $120^\circ\text{C}$  de la surface orientée (111) du laiton conduit à la formation d'îlots de ZnO, suite à une oxydation préférentielle et à la ségrégation de Zn de volume qui vient s'oxyder à la surface.

La surface après oxydation a été caractérisée par STM et STS. Cette dernière technique consiste à mesurer, pour chaque point d'une image, l'évolution du courant tunnel entre une pointe polarisée et la surface de l'échantillon, en fonction de la tension de polarisation.

La figure ci-dessous présente trois images, enregistrées simultanément, d'une même région de la surface saturée en oxygène à  $120^\circ\text{C}$ . On constate la présence d'îlots de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres de large et de 1 à 2 nm de hauteur apparente.

Alors que sur l'image topographique (image a), il est difficile de distinguer les régions oxydées, l'image en courant obtenue à  $-2.9$  V (image b) permet de distinguer très nettement les régions couvertes d'oxyde (régions sombres) des régions non couvertes (régions claires). Pour une tension de  $2.0$  V (image c), l'image en courant permet de distinguer deux types d'îlots (mis en évidence sur les images). Ces différences dans les structures électroniques d'extrême surface peuvent être expliquées par des orientations cristallographiques différentes de l'oxyde, par exemple des surfaces (0001) et  $(000\bar{1})$ , respectivement terminées par Zn et O.



Etude par STM et STS de la surface oxydée de l'alliage monocristallin  $\text{Cu}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}$  d'orientation cristallographique (111). (a) image topographique (3.0 V, 0.2 nA), (b) image en courant ( $-2.9$  V), (c) image en courant (2.0 V). Echelle : (100 nm×100 nm)

**Conclusion :** La spectroscopie à effet tunnel (STS), utilisée pour la première fois pour l'étude de surfaces d'alliages (CuZn), nous a permis d'identifier, à l'échelle nanométrique, des structures de nature chimique différente grâce à la mise en évidence de variations dans les densités locales d'états mesurées.

[1] F. Wiame, V. Maurice, P. Marcus, Surface Science, 2007, sous presse.