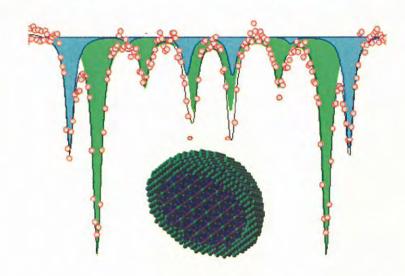








38^{èmes} journées du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer



Nanostructures, Spectrométrie Mössbauer et approches numériques

http://gfsm2016.sciencesconf.org

19 et 20 Mai 2016

Faculté des Sciences et Techniques

Université du Maine

France

38^{èmes} journées du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer

Le Mans et l'Université du Maine est une terre d'accueil de la Spectrométrie Mössbauer depuis plus de 40 ans et pour la quatrième fois depuis 1985 nous avons le plaisir d'accueillir les journées scientifiques du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer 2016 (J GFSM 2016).

Les thèmes choisis au cours des différentes JGFSM au Mans reflètent assez bien l'évolution des thématiques de recherche développées par l'équipe Mössbauer du Mans. Pour cette version 2016, le thème choisi est *Nanostructures, Spectrométrie Mössbauer et approches numériques*. Il a été choisi pour souligner à la fois l'apport de la spectrométrie Mössbauer dans le domaine des nanomatériaux pour tous les usages et l'importance des outils numériques pour le traitement de nos spectres mais plus généralement pour la compréhension des phénomènes physiques.

Le comité scientifique des JGFSM 2016, remercie l'Institut du Risque et de l'Assurance du Mans (IRA) pour la mise à disposition des locaux, l'Institut des Molécules et Matériaux du Mans (IMMM UMR CNRS 6283) pour l'aide logistique et le soutien en personnels et l'Université du Maine pour son soutien tant financier que logistique informatique. Nous remercions particulièrement la Direction des Systèmes d'Information de nous avoir accompagnés dans la mise en place du site internet.

Le comité d'organisation

Nanostructures, Spectrométrie Mössbauer et approches numériques

Comité scientifique

- Pr. Yann Garcia, Président du GFSM, Université Catholique de Louvain, Belgique
- Pr. Nirina Randrianantoandro, IMMM UMR CNRS 6283 Université du Maine
- Dr. Jean-Marc Grenèche, IMMM UMR CNRS 6283 Université du Maine
- Dr. Nader Yaacoub, IMMM UMR CNRS 6283 Université du Maine
- Dr. Ivan Labaye, IMMM UMR CNRS 6283 Université du Maine
- Pr. Florent Calvayrac, IMMM UMR CNRS 6283 Université du Maine

Comité local d'organisation

- Jean-Marc Grenèche
- Nader Yaacoub
- Nirina Randrianantoandro
- Yvon Calage
- Ivan Labaye
- Florent Calvayrac
- Rémi Busselez
- Saïda Menard (Gestion)
- Alexandra Biget-Brebion (Secrétariat/accueil)

Conférenciers invités

- **Dr. Florence Gazeau**, Directrice de Recherche au CNRS au laboratoire Matière et Systèmes Complexes, UMR 7057 CNRS-Université Paris Diderot.
- **Dr. Christian Meny**, Directeur de recherche à l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg, UMR 7504 CNRS Université de Strasbourg
- **Pr. Xavier Rocquefelte**, Professeur des Universités, Institut des Sciences Chimiques de Rennes, UMR 6226 CNRS

Conférences invitées

11	Florence Gazeau	Devenir et cycle de vie de nanoparticules dans l'organisme
12	Xavier Rocquefelte	Modélisation des propriétés magnétiques et multiferroïques de l'oxyde de cuivre
13	Christian Meny	Etude par Résonance Magnétique Nucléaire de la structure, de la composition chimique et des interactions dipolaires dans des assemblées de nano-objets ferromagnétiques

Atelier : Modélisation et traitement numérique des spectres Mössbauer

A1	Mathieu Duttine	NORMOS
A2	Jean-Marc Grenèche	MOSFIT
А3	Laurent Aldon	GM5SIT
A4	Geneviève Blondin et Ricardo Gracia-Serres	WMOSS

Communications orales

01	Sayed Fatima	Investigation of spin structures in hollow iron oxide nanoparticles by Mossbauer spectroscopy
02	Abdelmoula Mustapha	Nanoparticules magnétiques substituées par l'antimoine
03	Geneviève Blondin	Spectroscopie Mössbauer d'un complexe pentanucléaire de Fer : Vous avez dit bistabilité rédox ?
04	Valérie Marvaud	Photomagnétisme des complexes de Molybdène
05	Dirtu Budaciu Marinela	Le Fell dans les matériaux moléculaires à transition de spin, à base d'un dérivé d'ester aminé
06	Grandjean Fernande	Analyse des Spectres Mössbauer du Grenat d'Yttrium Fer, Y ₃ Fe ₅ O ₁₂ , et de ses Solutions Solides avec Substitution Isovalente et Non-isovalente de l'Yttrium
07	Jean-Marie Génin	Découverte et occurrences des minéraux apparentés aux "Rouilles vertes" fougèrite, trébeurdenite, mössbauerite, dans les gleys; le groupe fougèrite appartenant au supergroupe de l'hydrotalcite Bretagne, lacs de l'Oural (Russie), bassin versant du fleuve Murray (NSW-Australie)
08	Agbelele Arsène	Structure magnétique de couches minces épitaxiées du multiferroïque BiFeO3
09	Appert Florian	Caractérisation par spectrométrie Mössbauer par électrons de conversion de couches minces épitaxíées FeGe

Communications par affiche

P1	Duttine Mathieu	Etude par spectrométrie Mössbauer du composé Nd5Fe2B6D4.15 obtenu par insertion de deutérium au sein du borure Nd5Fe2B6		
P2	Elboubekri Abdelhamid	Effet du recuit sur les propriétés structurales et magnétiques de ruban FeCrSiB		
P3	Ferreira Liliana	Nanoparticules pour application en hyperthermie magnétique		
P4	Garcia-Serres Ricardo	Etude de complexes trinucléaires de fer sur ligand tris(?-dicetiminate) cyclophane		
P5	Jouen Samuel	Caractérisation par Spectrométrie Mössbauer de la zone de friction entre disque et plaquette de freins		
P6	Jumas Jean-claude	Mécanisme réactionnel d'un nouveau composite à base d'intermétalliques nickel-étain et de silicium comme électrode négative d'accumulateur Li-ion		
P7	Lopadczak Pawel	STRUCTURAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF FePtNbB-BASED NANOCRYSTALLINE ALLOYS		
P8	Nehme Zeinab	Propriétés magnétiques et structurales des nanoparticules d'architecture complexe core@shell		
P9	Rabi Bouchra	Synthèse et caractérisation structurale et magnétique de ferrites Ni-Zn synthétisées par co-précipitation : apport de la spectrométrie Mössbauer		
P10	O Zhao Lizhong Influence of grain boundary phase on the magnetic prop-			

jeudi 19 mai 2016

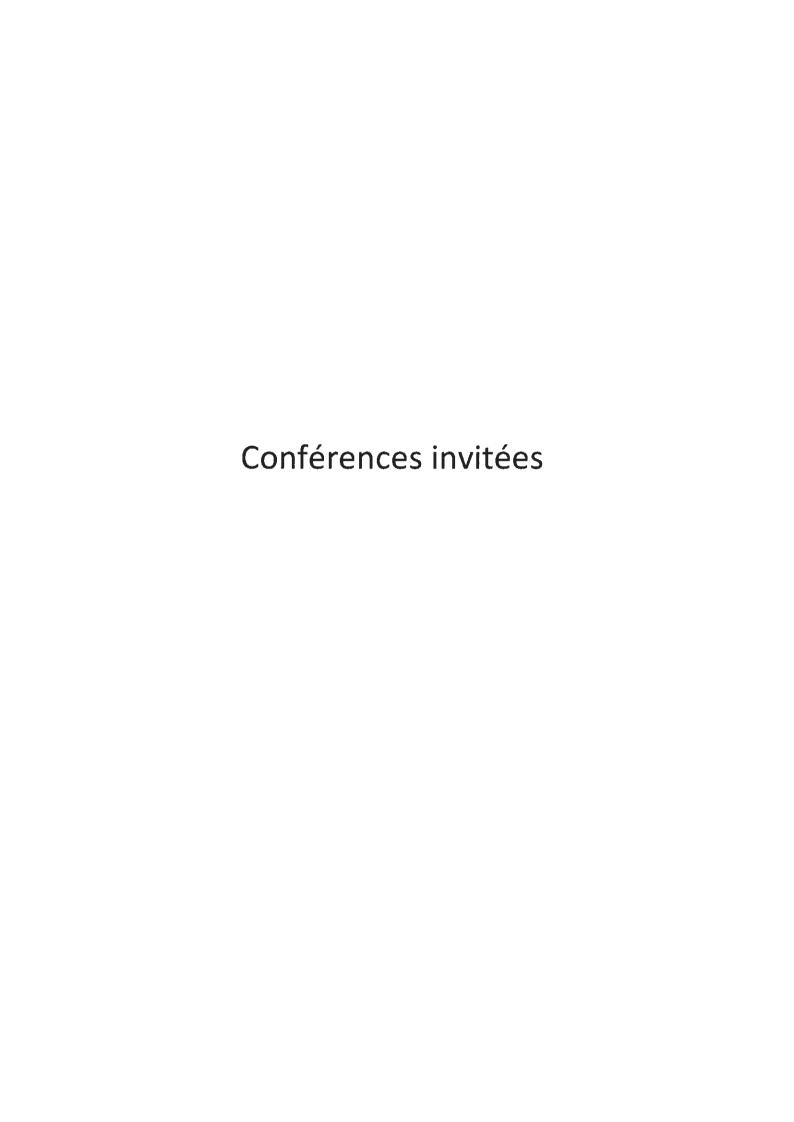
HEURES	ÉVÉNEMENT
08:00 - 09:00	Accueil - Accueil des participants
09:00 - 09:20	Ouverture et mots d'accueil - Président de l'Université du Maine
09:20 - 10:45	Session - Nanoparticules , animateur : Jean-Marc Grenèche
09:20 - 10:05	Devenir et cycle de vie de nanoparticules dans l'organisme - Florence Gazeau
10:05 - 10:25	Investigation of spin structures in hollow iron oxide nanoparticles by Mossbauer spectroscopy - Sayed Fatima - Institut des Molécules et Matériaux du Mans
10:25 - 10:45	Nanoparticules magnétiques substituées par l'antimoine - Abdelmoula Mustapha - Labortoire de chimie physique et microbiologie pour l'environnement
10:45 - 11:00	Pause café
11:00 - 12:00	Session - Transition de spin, animateur : Yann Garcia
11:00 - 11:20	Spectroscopie Mössbauer d'un complexe pentanucléaire de Fer : Vous avez dit bistabilité rédox ? - Geneviève Blondin - Laboratoire de Chimie et Biologie des Métaux UMR CNRS 5249
11:20 - 11:40	Photomagnétisme des complexes de Molybdène - Valérie Marvaud - Institut Parisien de Chimie Moléculaire
11:40 - 12:00	Le FeII dans les matériaux moléculaires à transition de spin, à base d'un dérivé d'ester aminé - Dirtu Budaciu Marinela - Université catholique de Louvain
12:00 - 13:15	Déjeuner - Restaurant Universitaire Vaurouzé
13:15 - 13:45	Session - Flash posters
13:45 - 14:30	Café + séances posters
14:30 - 17:30	Session - Approches numériques - Yvan Labaye
14:30 - 15:15	Modélisation des propriétés magnétiques et multiferroïques de l'oxyde de cuivre - Xavier Rocquefelte
15:15 - 17:30	Atelier - Modélisation et traitement numérique des spectres Mössbauer - Yvan Labaye
15:15 - 15:45	NORMOS - Mathieu Duttine
15:45 - 16:15	MOSFIT - Jean-Marc Grenèche
16:15 - 16:45	GM5SIT - Laurent Aldon
16:45 - 17:30	WMOSS - Ricardo Garcia-Serres et Geneviève Blondin
17:30 - 18:00	Pause café
18:00 - 19:00	Concert par Les Commis du Mans - Salle EVE du Campus
20:00 - 23:30	Banquet au Restaurant Le Vigo, 2 rue Gambetta - Le Mans

vendredi 20 mai 2016

	HEURES	ÉVÉNEMENT		
	08:45 - 10:00	Assemblée générale - Yann Garcia, Président du GFSM		
	10:00 - 11:25	Session - Résonance magnétique Nucléaire et applications, animateur : Jean Ladrière		

HEURES	ÉVÉNEMENT
10:00 - 10:45	Etude par Résonance Magnétique Nucléaire de la structure, de la composition chimique et des interactions dipolaires dans des assemblées de nano-objets ferromagnétiques - Christian Meny
10:45 - 11:05	Analyse des Spectres Mössbauer du Grenat d'Yttrium Fer, Y3Fe5O12, et de ses Solutions Solides avec Substitution Isovalente et Non-isovalente de l'Yttrium - Grandjean Fernande - Missouri University of Science and Technology
11:05 - 11:25	Découverte et occurrences des minéraux apparentés aux "Rouilles vertes" fougèrite, trébeurdenite, mössbauerite, dans les gleys; le groupe fougèrite appartenant au supergroupe de l'hydrotalcite Bretagne, lacs de l'Oural (Russie), bassin versant du fleuve Murray (NSW-Australie) - Jean-Marie R. Génin - Institut Jean Barriol
11:25 - 11:40	Pause café
11:40 - 12:20	Session - Couches minces , animateur : Christophe Lefèvre
11:40 - 12:00	Structure magnétique de couches minces épitaxiées du multiferroïque BiFeO3 - Agbelele Arsène - Groupe de Physique des Matériaux
12:00 - 12:20	Caractérisation par spectrométrie Mössbauer par électrons de conversion de couches minces épitaxiées FeGe - Appert Florian - Groupe de physique des matériaux
12:30 - 13:45	Déjeuner - Restaurant Universitaire Vaurouzé
13:45 - 14:15	Remise de Prix et mots de conclusion





Devenir et cycle de vie de nanoparticules dans l'organisme

par Florence Gazeau, Directrice de Recherche au CNRS au laboratoire Matière et Systèmes Complexes, UMR 7057 CNRS-Université Paris Diderot.







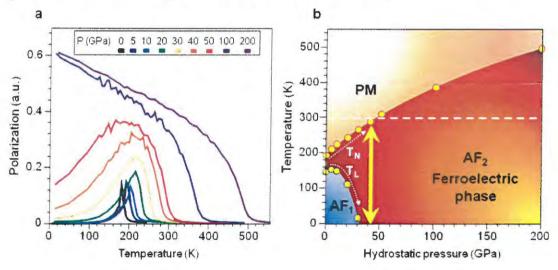


Modélisation des propriétés magnétiques et multiferroïques de l'oxyde de cuivre

Xavier Rocquefelte

Institut des Sciences Chimiques de Rennes - UMR6226 - 35042 Rennes - France

Multiferroic materials [1], in which ferroelectric and magnetic ordering coexist, are of fundamental interest for the development of multi-state memory devices that allow for electrical writing and non-destructive magnetic readout operation. The great challenge is to create multiferroic materials that operate at room temperature and have a large ferroelectric polarization P. Cupric oxide, CuO, is promising because it exhibits a significant polarization, that is, $P \sim 0.1 \,\mu\text{C cm}^{-2}$, for a spin-spiral multiferroic [2]. Unfortunately, CuO is only ferroelectric in a temperature range of 20 K, from 210 to 230 K. Here we propose an original theoretical investigation of the magnetic and ferroelectric properties of CuO under high-pressure based on first-principles and Monte-Carlo calculations. We have established that pressure-driven phase competition renders CuO multiferroic at room-temperature [3-7], while preserving its large polarization and strong magneto-electric coupling. Moreover, under pressure values of 20-40 GPa the multiferroic phase becomes stable in a very broad temperature domain extending above 300K (from 0 to T > 300K).



- [1] Cheong, S. W. & Mostovoy, M. Multiferroics: a magnetic twist for ferroelectricity, *Nature Mater.* 6, 13-20 (2007).
- [2] Kimura, T., Sekio, Y., Nakamura, H., Siegrist, T., Ramirez, A. P. Cupric oxide as an induced-multiferroic with high-T_C, *Nature Mater.* 7, 291-294 (2008).
- [3] Giovannetti, G. et al. High-T_C Ferroelectricity Emerging from Magnetic Degeneracy in Cupric Oxide, *Phys. Rev. Lett.* 106, 026401 (2011).
- [4] Rocquefelte, X., Schwarz, K. & Blaha, P. Comment on "High-T_C Ferroelectricity Emerging from Magnetic Degeneracy in Cupric Oxide", *Phys. Rev. Lett.* 107, 239701 (2011).
- [5] Rocquefelte, X. et al. Short-range magnetic order and temperature-dependent properties of cupric oxide, J. *Phys. Condens. Matter* 21, 045502 (2010).
- [6] Rocquefelte, X., Schwarz, K. & Blaha, P. Theoretical Investigation of the Magnetic Exchange Interactions in Copper(II) Oxides under Chemical and Physical Pressures, *Scientific Reports* 2, 759 (2012).
- [7] Rocquefelte, X. et al. Room-temperature spin-spiral multiferroicity in high-pressure cupric oxide, *Nature Communications* 4, 2511 (2013).

Etude par Résonance Magnétique Nucléaire de la structure, de la composition chimique et des interactions dipolaires dans des assemblées de nano-objets ferromagnétiques.

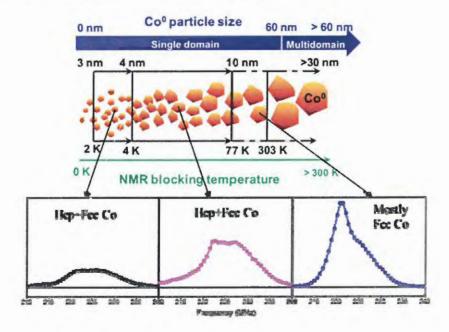
Christian Meny

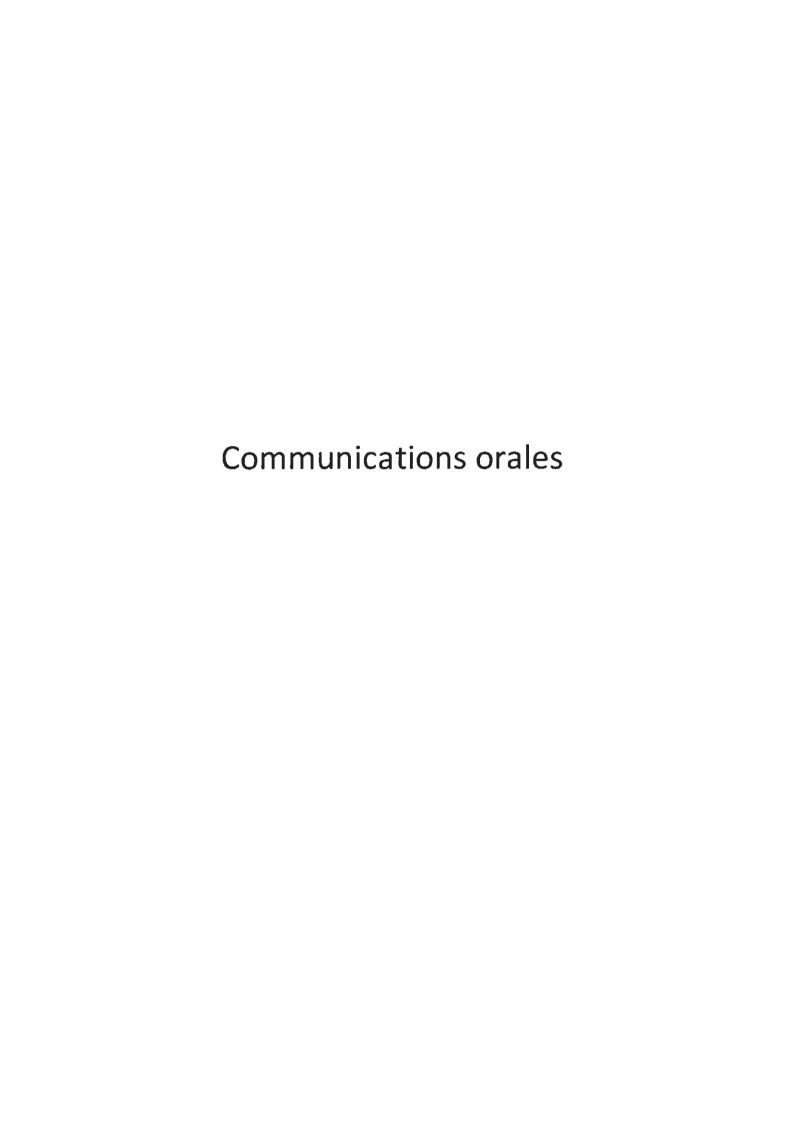
Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg, UMR 7504 UDS CNRS, 23 rue du Loess, 67034 Strasbourg, France Christian.meny@ipcms.unistra.fr

Alors que la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) est une technique d'analyse incontournable en chimie en biologie ou en médecine elle est beaucoup moins utilisée dans le cadre de l'étude de matériaux ferromagnétiques. Pourtant dans ce contexte elle permet d'obtenir simultanément et à la même échelle des informations sur la structure cristallographique sur l'ordre chimique et sur les propriétés magnétiques des systèmes étudiés. Dans la première partie de cet exposé je vais décrire les particularités de la RMN dans les ferromagnétiques. Une représentation 3D des spectres RMN permet de visualiser simultanément les inhomogénéités magnétiques et morphologiques (désordre structural et chimique) des échantillons [1]. Dans la seconde partie j'utiliserai les méthodes décrites pour étudier l'ordre chimique dans des assemblées de nanoparticules de CoFe. Enfin je terminerai en présentant nos développements méthodologiques les plus récents qui permettent simultanément d'estimer la distribution de tailles et d'échantillonner la structure et l'ordre chimique d'assemblées de nanoparticules ferromagnétiques qui présentent une large distribution de tailles [2]. Un exemple est montré dans la figure ci-après où l'on peut constater que les signatures RMN sont différentes en fonction de la taille des particules : alors que les particules de Cobalt de taille inférieure à 10nm sont constituées d'un mélange de Co cubique et hexagonal, les particules d'une taille supérieure à 10 nm sont majoritairement cubiques. Ce travail a été effectué sur des particules magnétiquement indépendantes; nous avons en perspective d'inclure les interactions magnétiques dans la description de ces assemblées de nanoparticules.

1. P. PANISSOD, C. MENY, Appl. Magn. Reson. 19, 447-460 (2000)

2. Y.F. LIU,..., C. MENY, Nat. Commun. 7:11532 (2016)





Investigation of spin structures in hollow iron oxide nanoparticles by Mossbauer spectroscopy

Fatima Sayed*^{†1}, Nader Yaacoub*², Yvan Labaye*¹, Jean-Marc Greneche*¹, Rodaina Sayed Hassan³, and Davide Peddis⁴

¹Institut des molécules et des matériaux du Mans (IMMM) – CNRS : UMR6283, Université du Maine – UFR Sciences et Techniques Université du Maine - Avenue Olivier Messiaen - 72085 LE MANS Cedex 9. France

 2 Institut des Molécules et Matériaux du Mans (IMMM) – CNRS : UMR6283 – 72085 Le Mans, France 3 Multi-disciplinary physics lab (MDPL) – Liban 4 Institute of structure of matter (ISM) – Italie

Résumé

In systems of nanoparticles, the atoms or spins lying at or near the surface could cause enhancement of the surface anisotropy, magnetic frustration, and spin disorder coming from symmetry breaking of the crystal structure and loss of coordination number. One of the systems that present such features is the hollow nanoparticles (HNPs), as their morphology favors enhanced surface effects due to the presence of both inner and outer surfaces. One of the most relevant techniques that allow studying the microstructural and magnetic properties of magnetic nanoparticles is M'ossbauer spectrometry. Our study was concerned with two series of HNPs; the first one is maghemite HNPs with size of 9 nm and very small thickness and high surface-to-volume ratio, while the other series contributes to hollow maghemite nanoparticles with different sizes (12, 14, 18 nm) and comparable thicknesses but with smaller R compared to the previous one. The in-field spectrum obtained on the first sample with ultrathin thickness which exhibits broadened lines and wide distribution of angles in space in addition to large intensity of intermediate lines, has a behavior that significantly differs from a classical ferrimagnetic structure, but was described as a speromagnetic-like structure. On the other hand, the different in-field spectra for the different sized HNPs with lower ratio are typical of ferrimagnetic structures but with large distribution of angles that increases as the size of the HNP increases. This indicates that the spin non-collinearity increases with the increase of size keeping the same thickness. The present study illustrates the importance of surface effects in such hollow systems in influencing the magnetic structure especially when compared to those of full iron oxide nanoparticles. In addition, the effect of surface anisotropy on spin structures was numerically studied based on Monte Carlo method, as was earlier done for full ferromagnetic nanoparticles.

^{*}Intervenant

[†]Auteur correspondant: Fatima.Sayed.Etu@univ-lemans.fr

Nanoparticules magnétiques substituées par l'antimoine

Mustapha Abdelmoula*1, Asfaw Zegeye², Crosby Chang³, and Thomas Hauet³

¹Labortoire de chimie physique et microbiologie pour l'environnement – CNRS : UMR7564 – 405 rue de vandoeuvre Villers-lès-Nancy 54600. France

²Laboratoire interdiciplinaire des environnements intercontinentaux (LIEC) – CNRS : UMR7360 –
 LIEC - Site Aiguillettes boulevard des Aiguillettes BP 70239 54506 Vandœuvre-les Nancy, France
 ³Institut Jean Lamour (IJL) – CNRS : UMR7198 – Faculté Sciences Techniques Campus Victor
 Grignard BP 50239 54506 Vandœuvre-les-Nancy, France

Résumé

Les spécificités de la spectrométrie M'ossbauer, liées à la possibilité d'étudier les interactions hyperfines statiques comme dynamiques en l'absence ou en présence d'un champ magnétique appliqué, confèrent à la technique des avantages distinctifs pour l'étude des nanoparticules magnétiques. En outre, dans le cas du 57Fe, les manifestations de l'interaction magnétique hyperfine dynamique en champ nul (transition : sextet via doublet/singulet) sont spectaculaires. Un certain nombre de propriétés dynamiques (relaxation superparamagnétique, température de blocage,...) sont reliées à la particule (forme, distribution en taille,...) et son signal M'ossbauer. Cette communication concerne l'étude d'exemples typiques et originaux de minéraux à base de fer synthétisés en abiotique ou en biotique (en présence de bactéries ferriréductrices). Une des voies biotiques exploitée est la ferri-réduction d'oxyde de fer ferrique (ferrihydrite, lépidocrocite) par réduction dissimilatrice du fer par les bactéries (DIRB) en anaérobie. En effet des bactéries du type Shewanella ou Geobacter sont capables de coupler l'oxydation d'un donneur d'électrons organique (acétate, méthanoate) ou inorganique (H2) à la réduction du FeIII (FeIII constituant de l'oxyde de fer) qui joue le rôle d'accepteur d'électrons lors de la respiration anaérobique. Le FeII ainsi formé peut interagir avec le FeIII de l'oxyde de fer présent dans le milieu et conduire à la précipitation de nano-particules de magnétite. Cette voie biotique permet également de substituer le fer par d'autres éléments tel que l'antimoine. Les analyses par spectroscopie M'ossbauer permettent de sonder la valence et l'environnement du cation fer et par conséquent les interactions (magnétiques) Fe-Fe perturbées par l'antimoine (élément de substitution du fer) en fonction du taux de substitution. Des mesures d'aimantation ont permis de sonder les propriétés magnétiques confirmant les analyses M'ossbauer et Raman. Les résultats spectroscopiques obtenus sont corrélables à la cristallochimie (taille et morphologie des particules) déduits des analyses MET.

^{*}Intervenant

Spectroscopie M'ossbauer d'un complexe pentanucléaire de Fer : Vous avez dit bistabilité rédox ?

Geneviève Blondin* $^{\dagger 1}$, Eric Gouré ‡ , Martin Clémancey , Jacques Pécaut , Bertrand Gerey , Jean-Marc Latour , and Marie-Noëlle Collomb§

¹Laboratoire de Chimie et Biologie des Métaux (LCBM - UMR 5249) - CEA, CNRS : UMR5249, Université Grenoble Alpes - 17, rue des Martyrs 38054 GRENOBLE CEDEX 9, France

Résumé

L'auto-assemblage est une méthode de choix pour la synthèse de complexes moléculaires comportant plusieurs ions métalliques et présentant d'intéressantes propriétés, qu'elles soient magnétiques, rédox ou relatives à la reconnaissance moléculaire pour n'en citer que quelques unes. Le ligand 3,5-bis(pyridin-2-yl)pyrazolate (bpp-) permet la formation d'un complexe hélico'idal pentanucléaire de fer, les cinq ions fer étant aux sommets d'une bipyramide à base trigonale. La cyclovoltamétrie met en évidence six états rédox, allant de 5FeII à 5FeIII. Toutes les formes, à l'exception de la plus oxydée, ont pu être isolées et caractérisées par spectroscopies UV-visible et M'ossbauer. Ces études montrent que les deux ions en positions axiales sont simultanément oxydés lors de la réaction $3\text{Fe}(\text{II})2\text{Fe}(\text{III}) \rightarrow 2\text{Fe}(\text{II})3\text{Fe}(\text{III})$, la base trigonale étant concomitamment réduite à un électron. Cet exposé détaillera l'origine de cette surprenante redistribution électronique.

^{*}Intervenant

[†]Auteur correspondant: genevieve.blondin@cea.fr

[‡]Auteur correspondant: ericgoure@gmail.com

[§] Auteur correspondant: marie-noelle.collomb@ujf-grenoble.fr

Photomagnétisme de complexes du Molybdène

Valérie Maryand*1

¹Institut Parisien de Chimie Moléculaire (IPCM) – Université Pierre et Marie Curie (UPMC) - Paris VI, CNRS : UMR8232 – Université Pierre et Marie Curie (UPMC) 4 place Jussieu 75252 Paris Cedex 05 Bâtiment F/74, France

Résumé

Les matériaux photomagnétiques attirent de plus en plus l'attention de la communauté scientifique car ils sont potentiellement intéressants pour leur propriétés spécifiques (mémoires ou effets de commutation).[1] Dans ce contexte, nous nous intéressons aux composés à base d'octacyanomolybdate dont les propriétés magnétiques évoluent sous l'effet de la lumière et qui peuvent être des précurseurs de choix pour la synthèse d'architectures complexes. Dans cette présentation, nous évoquerons tout particulièrement :

- Une transition de spin centrée sur le molybdène (mise en évidence sur un composé de type MoZn2 qui transite d'un état bas spin S=0 à un état haut spin S=1).[2]

- Une famille de composés photomagnétiques à base de molybdène et de cuivre : des complexes MoCux, (x = 1, 2, 4, 6) et des composés de haute nucléarité Mo3Cu4 et Mo6Cu14 qui évoluent vers des états métastables soit par transition de spin, soit via des transferts d'électrons photo-induits.[3]

Ces composes peuvent être utilisés comme précurseurs pour l'obtention d'architectures hétérotri et hétéro-tetra-métalliques afin de combiner plusieurs propriétés.[4]

Références:

A. Bleuzen, V. Marvaud, B. Sieclucka, et al., Inorg. Chem, 2009, 48 (8) 3453-3466. [2] N. Bridonneau, V. Marvaud et al. Chem Commun, 2015, 51, 8229-8232. [3] a) V. Marvaud et al. Angew. Chem. 2004, 43, 5468. b) N. Bridonneau, V. Marvaud et al., Dalton Transaction, 2016, accepted. [4] a) V. Marvaud, et al. Inorg. Chem, 2009, 48 (1) 22, b) V. Marvaud et al. Chem Commun, 2013, 49, 9476.

^{*}Intervenant

Le FeII dans les matériaux moléculaires à transition de spin, à base d'un dérivé d'ester aminé

Marinela Dirtu Budaciu*†1, Anil Naik2, Aurelian Rotaru3, and Yann Garcia‡4

¹Université catholique de Louvain (Institute of Condensed Matter and Nanosciences, Molecules, Solids and Reactivity) – Place L. Pasteur 1, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique

²Université catholique de Louvain (Institute of Condensed Matter and Nanosciences, Molecules, Solids and Reactivity) – Place L. Pasteur 1, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique

³Department of Electrical Engineering and Computer Science MANSiD Research Center. "Stefan cel Mare" University (USV) – University Street, 13, Suceava 720229 Romania, Roumanie

⁴Université catholique de Louvainn (Institute of Condensed Matter and Nanosciences, Molecules, Solids and Reactivity) – Place L. Pasteur 1, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgium, Belgique

Résumé

La conception et la fabrication de nouveaux composés à transition de spin (TS) avec des applications potentielles comme mémoires, capteurs, afficheurs intelligents, ont attisé l'intérêt de la communauté scientifique [1]. L'accent ait été mis sur les molécules de 1,2,4-triazole comme blocs de construction appropriés pour l'ingénierie cristalline de matériaux unidimensionnels (1D) à TS, l'étude de leurs propriétés physiques constitue toujours un défi. Récemment, nous avons mis à jour une nouvelle famille de polymères 1D à base de FeII 1,2,4-triazole, pour lesquels une modification de l'anion et du solvant de cristallisation peut régler la température de commutation dans une large gamme, y compris la région de la température ambiante [2]. Cette série de matériaux a été préparée sous forme de poudres à la suite d'une réaction avec un dérivé d'ester aminé α EtGlytrz avec des sels de FeII pour donner [Fe(α EtGlytrz)3](anion)2· nSolvent. La dépendance en température de la fraction molaire haut-spin déterminée par spectroscopie M'ossbauer révèle une TS abrupte pour 1, en une seule étape, avec une boucle d'hystérèse d'une largeur de 5 K (Tc↑ = 296 K and Tc↓ = 291 K). Les propriétés changent drastiquement avec la modification de l'anion et/ou du solvant.

Les expérinces de recuit amènent à un changement de morphologie, texture et proprités magnetiques de 3. Un processus de déshydratation/rehydratation associé à un changement d'état de spin a été analysé par une equation macroscopique à large spectre utilisant le model Ising pour 3. Une nouvelle relation structure-proprietés a été indentifiée ainsi pour cette série de matériaux, grace aux mesures M'ossbauer et DSC. Le différence d'entropie associée à la TS et le volume de contre-anion inséré montre une tendance linéaire avec une diminution de l'entropie associée à une augmentation de la taille du contre-anion.

Intervenant

[†]Auteur correspondant: marinela.dirtu@uclouvain.be

[‡]Auteur correspondant: yann.garcia@uclouvain.be

Analyse des Spectres M'ossbauer du Grenat d'Yttrium Fer, Y3Fe5O12, et de ses Solutions Solides avec Substitution Isovalente et Non-isovalente de l'Yttrium

Fernande Grandjean*1, Gary Long*2, and Ravi Kukkadapu³

¹Missouri University of Science and Technology (MST) – 400 W 11th Street Rolla, MO 65409-0010.
États-Unis

²Missouri University of Science and Technology – États-Unis
³Environmental Molecular Sciences Laboratory – Richland, WA 99354, États-Unis

Résumé

Plusieurs spectres M'ossbauer de haute résolution du grenat d'yttrium fer, Y3Fe5O12, ont été analysés en fonction de la température avec un nouveau modèle basé sur une analyse détaillée des changements spectraux, qui résultent d'une descente en symétrie du groupe cubique Ia-3d au groupe rhomboédrique R-3. Les ajustements indiquent que la contribution du site 16a en symétrie cubique est subdivisée en trois sextets attribués aux sites 6f, et (3d, 3d), et (1a, 1b, 2c) en symétrie rhomboédrique. La contribution des sites 24d en symétrie Ia-3d est subdivisée en quatre sextets attribués à quatre sites différents 6f en symétrie rhomboédrique R-3. Ces quatre sites diffèrent seulement par les angles entre l'axe principal du tenseur gradient de champ électrique et le champ magnétique hyperfin supposé parallèle à l'axe de facile aimantation. Cette analyse appliquée aux solutions solides, candidats potentiels comme matériaux de stockage de déchets nucléaires, Y3-xCa0.5xTh0.5xFe5O12 and Y3-xCa0.5xCe0.5xFe5O12, démontre l'absence de perturbation des propriétés structurelles, électroniques, et magnétiques de Y3Fe5O12 lors de la substitution de petites quantités de calcium(II) et thorium(IV) ou cerium(IV) sur le site 24c de l'yttrium(III). L'élargissement observé des quatre sites différents 6f résulte de la substitution isovalente du cation yttrium(III) par les cations calcium(II) et thorium(IV) ou cerium(IV) sur les sites 24c seconds voisins. Au contraire, la même analyse appliquée à la substitution non-isovalente, Y2.8Ce0.2Fe5O12, révèle une perturbation locale des échanges magnétiques due à la présence de cerium(IV) sur les sites 24c seconds voisins des sites 6f occupés par le fer(III).

^{*}Intervenant

Découverte et occurrences des minéraux apparentés aux "Rouilles vertes" fougèrite, trébeurdenite, mössbauerite, dans les gleys; le groupe fougèrite appartenant au supergroupe de l'hydrotalcite Bretagne, lacs de l'Oural (Russie), bassin versant du fleuve Murray (NSW-Australie)

<u>Jean-Marie R. Génin</u>¹, Yann Garcia², Odile Guérin³, Adrien Herbillon², Vadim Ksenofontov⁴, Erno Kuzmann⁵, Stuart Mills⁶, Elena Shcherbakova⁷

¹Institut Jean Barriol (FR2843), Université de Lorraine-CNRS, ESSTIN 2 rue Jean Lamour, 54500 Vandoeuvre lès Nancy jean-marie.genin@univ-lorraine.fr

² Université Catholique de Louvain, B-1348 Louvain-la-Neuve, Belgium

³Laboratoire de Géomorphologie, Ecole Pratique des Hautes Etudes, 15 bd de la mer, F-35800 Dinard, France
 ⁴Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Johannes Gutenberg Universität Mainz, Staudingerweg 9, D-55099 Mainz, Germany

⁶Department of Chemistry, Eötvös Lorand University, Pazmany Peter setany, H-1117, Budapest, Hungary Geosciences, Museum Victoria, GPO Box 666, Melbourne 3001, Victoria, Australia Institute of Mineralogy, Urals Branch of Russian Academy of Science, Miass, Russia

La déprotonation *in situ* des ions OH dans les "rouilles vertes" a une conséquence majeure; les phases ordonnées pour les valeurs du rapport ionique ferrique $x = [\{Fe^{III}\} / [Fe_{total}]\}$ à 1/3, 2/3 et 1 ont leur équivalent dans les gleys des sols hydromorphes expliquant leur couleur bleu verdâtre; sa nature même a été trouvée par spectrométrie Mössbauer en 1996 et la similitude des paramètres hyperfins avec ceux des composés synthétiques apparentés aux « rouilles vertes » était évidente, mais, la très faible quantité de fer dans les échantillons naturels, au plus de 5%, nécessite de très longs temps de comptage qui excèdent souvent un mois. L'Association Internationale de Minéralogie a accepté de donner comme nom aux minéraux équivalents aux phases ordonnées : (i) fougèrite, Fe^{III}_{4} Fe^{III}_{2} Fe^{III}_{4} Fe^{III}_{4} Fe^{III}_{5} Fe^{III}_{4} Fe^{III}_{5} Fe^{II}_{5} Fe^{II}_{5} $Fe^{II}_{$

Des occurrences de ces minéraux révélées par les spectres Mössbauer sont éparpillées sur toute la Terre; des échantillons sont extraits de gleys d'aquifères, de marais maritimes ou de marles de sédiments lacustres; ils se développent sur le bouclier granitique par biogénèse en conditions anoxiques, ce qui requiert de la matière organique. Les résultats en sont : (i) dans les aquifères continentaux à Fougères (Bretagne-France), le gley contient un mélange de fougèrite et trébeurdenite (1/3 < x < 2/3), (ii) dans les marais maritimes de Trébeurden et de la baie du Mont Saint Michel (Bretagne-France), c'est un mélange de trébeurdenite et mössbauerite (2/3 < x < 1) et pour la première fois la diffraction des rayons X révèle leur présence, (iii) dans les marles lacustres des lacs d'eau douce de l'Oural (Russie), c'est également un mélange de trébeurdenite et mössbauerite et la diffraction des rayons X révèle l'existence de polytypes comme dans l'équivalent de synthèse étudié par rayonnement-synchrotron (Zürich). Enfin, le sédiment au fond du lac Yanga dans le bassin versant du fleuve Murray (NSW-Australie) montre la présence de mössbauerite seule (x = 1) comme le prouve la dépendance en fonction de la température des paramètres hyperfins mesurés à 4 K.

Structure magnétique de couches minces épitaxiées du multiferro'ique BiFeO3

Arsène Agbelele^{*1}, Daniel Sando², Rudolf Rüffer³, Brahim Dkhil⁴, Maximilien Cazayous⁵, Agnès Barthélémy², Manuel Bibes², Jean Marie Le Breton¹, and Jean Juraszek¹

¹Groupe de physique des matériaux (GPM) – CNRS : UMR6634, Université de Rouen, Institut National des Sciences Appliquées [INSA] - Rouen – Technopôle du Madrillet UFR Scie Avenue de l'Université - BP 12 76801 ST ETIENNE ROUVRAY CEDEX, France

²Unité Mixte de Physique CNRS/Thales – CNRS : UMR137 – France

³European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) – ESRF – 6 rue Jules Horowitz BP220 38043 GRENOBLE CEDEX, France

⁴Laboratoire Structures, Propriétés et Modélisation des solides (SPMS) – CNRS : UMR8580, Ecole Centrale Paris – Grande voie des vignes - 92295 chatenay-malabry Cedex - France, France ⁵laboratoire matériaux et phénomènes quantiques (LMPQ) – Université Paris Diderot - Paris 7 – France

Résumé

Le ferrite de bismuth BiFeO3 (BFO) est l'un des rares oxydes pérovskites à posséder à la fois des polarisations ferroélectrique et antiferromagnétique coexistant au-delà de la température ambiante. Cette multiferro icité à l'ambiante ouvre la voie à de nouvelles applications en spintronique, par exemple la réalisation de mémoires magnéto-électriques à faible consommation énergétique.

Sous sa forme massive le BiFeO3 présente une structure antiferromagnétique de type G, avec une modulation cyclo'idale des moments magnétiques sur une longue période de 62 nm. Cette structure magnétique très complexe n'est accessible que par quelques techniques comme la diffraction de neutrons et la spectrométrie M'ossbauer du 57Fe. Il a été montré qu'un champ magnétique appliqué de 18 T entraîne une transition de la cyclo'ide vers un ordre antiferromagnétique colinéaire. Au-delà de cette valeur de champ critique, un fort couplage magnétoélectrique est observé.

Dans les films minces épitaxiés, la présence de contraintes internes inhérentes aux différences de paramètre de maille entre le film et son substrat peuvent jouer un rôle crucial sur la structure magnétique. En combinant les spectrométries M'ossbauer et Raman, nous montrerons que l'ordre magnétique cyclo idal subsiste dans les films minces sous faible contrainte épitaxiale, mais une structure de spins colinéaire est obtenue dans le cas de fortes contraintes, avec une direction préférentielle dépendant de leur nature. De plus pour une faible contrainte de tension, nous avons mis en évidence une direction de propagation de la cyclo ide inédite dans le massif.

Afin d'étudier la stabilité de la cyclo'ide sous champ magnétique, nous avons effectué des mesures de diffusion nucléaire résonante sur des films minces de Bi57FeO3 sous champ magnétique appliqué. Nous montrerons à partir de l'analyse des spectres NRS obtenus que le champ critique pour déstabiliser la cyclo'ide dans les films minces épitaxiés de BFO est fortement réduit par rapport au cas du BFO massif.

^{*}Intervenant

Caractérisation par spectrométrie M'ossbauer par électrons de conversion de couches minces épitaxiées FeGe

Florian Appert^{*†1}, Chloé Bouard², Samuel Jouen¹, Patrick Warin², Alain Marty², Jean Marie Le Breton¹, and Jean Juraszek¹

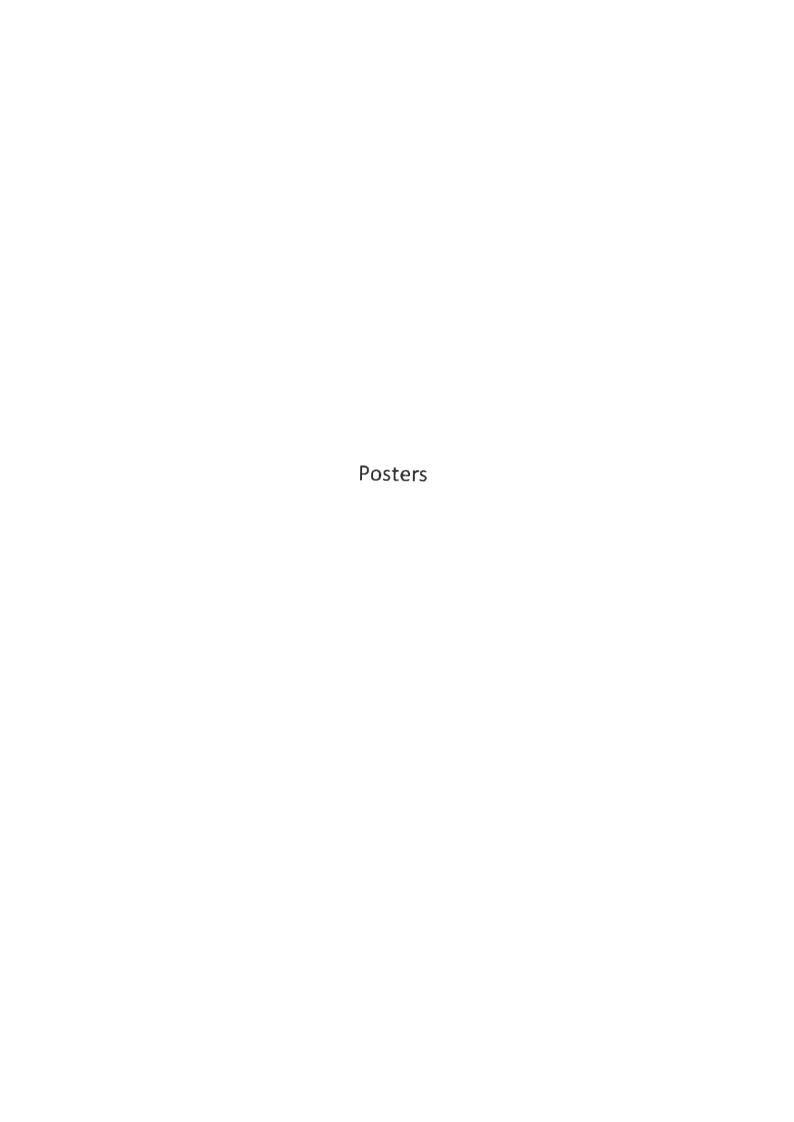
¹Groupe de physique des matériaux (GPM) - CNRS : UMR6634, Université de Rouen, Institut National des Sciences Appliquées [INSA] - Rouen - Technopôle du Madrillet UFR Scie Avenue de l'Université - BP 12 76801 ST ETIENNE ROUVRAY CEDEX, France
 ²SPINtronique et technologie des composants (SPINTEC - UMR 8191) - CEA, CNRS : UMR8191 - SPINTEC - UMR 8191, Institut Nanosciences et Cryogénie, CEA/Grenoble, Batiment 10-05 17, avenue des Martyrs 38042 GRENOBLE CEDEX 9, France

Résumé

L'étude des propriétés magnétiques du système Fe-Ge suscite un grand intérêt du fait de l'existence de divers ordres magnétiques en fonction des conditions de températures et de champ magnétique appliqué. Il peut se présenter sous trois formes cristallographiques différentes, hexagonale, monoclinique et cubique B20. Cette dernière est particulièrement intéressante du fait de l'absence de symétrie d'inversion. Elle est en effet le siège de l'interaction Dzyaloshinskii-Moriya (DM), modifiant l'ordre magnétique et favorisant un comportement hélimagnétique. Plusieurs études font état d'une dépendance de la direction de propagation de l'hélice magnétique en fonction de la température [1,2]. La température de transition hélimagnétique, de l'ordre de 280 K, est une des plus élevée de cette famille de composé, et en fait un excellent candidat pour des applications en spintronique basées sur l'interaction DM. Nous avons utilisé la spectrométrie M⁵ossbauer du 57Fe par électrons de conversion pour caractériser les propriétés structurales et magnétiques de couches minces FeGe. Les couches minces de 100 nm d'épaisseur ont été élaborées par pulvérisation cathodique et épitaxiées sur substrat de Si(111). Les techniques de réflectométrie et de diffraction de rayons X ont permis de contrôler respectivement l'épaisseur et la cristallinité des couches. Le spectre CEMS à 295 K montre un singulet paramagnétique en accord avec une température de Néel inférieure à l'ambiante (Fig. 1). Nous décrirons dans cet exposé, les premiers résultats obtenus pour de plus basses températures. Nous présenterons par ailleurs nos activités d'instrumentation autour d'un nouveau détecteur CEMS permettant l'application d'un champ magnétique à basse température.

^{*}Intervenant

[†]Auteur correspondant: florian.appert@etu.univ-rouen.fr



Effet du recuit sur les propriétés structurales et magnétiques de ruban FeCrSiB

Abdelhamid Elboubekri^{*1}, Sajieddine Mohammed^{*1}, Lassri Hassan^{*2}, Sahlaoui Mohammed^{*1}, Essoumhi Abdellatif^{*3}, Agouriane Elhoucine^{*1}, and Razouk Abdellati³

¹Laboratoire de Physique des Matériaux (LPM) – Laboratoire de Physique des Matériaux, Université Sultan Moulay Slimane, FST, BP 523, 23000, Béni-Mellal (Maroc), Maroc

²Laboratoire de Physique des Matériaux, Automatique et Thermique (LPMAT) – Laboratoire de Physique des Matériaux, Automatique et Thermique, Université Hassan II, FS Aïn-Chock, BP 5366, Mâarif, Casablanca (Maroc), Maroc

³Laboratoire Interdisciplinaire de Recherche en Sciences et Techniques (LIRST) – Laboratoire Interdisciplinaire de Recherche en Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, FP, Béni-Mellal (Maroc), Maroc

Résumé

Dans ce travail, nous présentons les propriétés structurales et magnétiques de ruban métallique Fe72Cr8Si8B12 élaboré par trempe sur roue en atmosphère inerte. Les propriétés structurales sont étudiées par diffraction des rayons X (DRX) alors que les propriétés magnétiques sont étudiées par spectrométrie M'ossbauer en transmission sur 57Fe à la température ambiante. Les recuits sont réalisés sous vide, pendant 2h, à des températures de recuit Tr allant de 0 à 650oC.

L'échantillon non recuit montre une phase amorphe, on ne voit apparaître aucun pic de diffraction sur le spectre DRX. Le spectre M'ossbauer correspondant présente des pics larges signature d'une phase amorphe. Le champ hyperfin calculé, en utilisant une distribution de champ hyperfin, a été estimé à 144 kOe.

Le recuit de l'échantillon à différentes températures Tr montrent une évolution de la cristallinité de l'échantillon. En effet :

- Les spectres de DRX font apparaître des pics dont les intensités augmentent au fur et à mesure que Tr augmente. La taille des grains a été estimée à 2 nm pour $Tr = 575 \circ C$.
- Les mesures par spectrométrie M'ossbauer en fonction de Tr peuvent être discutées dans deux domaines de températures. Pour des températures de recuit inférieures à 500°C, les pics des spectres sont toujours larges mais le champ hyperfin calculé augmente légèrement avec la température de recuit. Cependant pour des températures de recuit supérieures à 500°C on voit apparaître une contribution avec des pics fins indiquant un début de cristallisation. Le poids de cette contribution cristalline augmente avec Tr aux dépens de la phase amorphe. Les spectres M'ossbauer ont été ajustés par la superposition de trois phases cristallines et d'une phase amorphe.

L'évolution du champ hyperfin moyen montre une transition amorphe-cristallin à environ 500°C qui est en bon accord avec les mesures réalisées par la technique d'analyse thermique différentielle (ATD).

^{*}Intervenant

Nanoparticules pour application en hyperthermie magnétique

Liliana Ferreira*1.2, Maria Margarida Cruz¹, Sofia Mendo³, André Alves³, Margarida Godinho¹, and Maria De Deus Carvalho³

¹Biosystems and Integrative Sciences Institute (BioISI) – Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Campo Grande, 1749-016 Lisboa, Portugal

²Physics Department, University of Coimbra (DF-FCTUC) – 3004-516 Coimbra. Portugal, Portugal
³Centro de Química e Bioquímica (CQB) – Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Campo Grande, 1749-016 Lisboa, Portugal

Résumé

Les nanoparticules magnétiques, notamment les oxydes à base de fer, sont largement étudiés pour des applications en médicine, dont l'hyperthermie magnétique. L'utilisation de l'hyperthermie magnétique pour le traitement du cancer est basée sur le principe selon lequel, sous l'action d'un champ magnétique alternatif (à des fréquences de quelques centaines de kHz), les nanoparticules magnétiques vont dégager de l'énergie (par le mécanisme de Brown ou de Néel), chauffant leur environnement. Cette augmentation de température peut affecter localement les cellules cancéreuses, potentialiser un traitement de chimio- ou de radiothérapie ou bien aider à la délivrance de médicaments sur une cible bien précise de l'organisme.

Un grand nombre de travaux ont déjà montré l'applicabilité de nanoparticules d'oxydes de fer magnétiques, notamment de ferrites, préparés par différentes méthodes, ainsi que l'influence de leurs caractéristiques (taille, homogénéité, composition, etc.) sur la chaleur libérée, celle-ci évaluée normalement par la valeur de SAR (Specific Absorption Rate). Plus récemment, et de façon à augmenter ce paramètre, des nanomatériaux du genre multi-core et core@shell ont aussi été explorés.

L'objectif de ce travail était la préparation de nanoparticules magnétiques cœur@couronne utilisant les oxydes Fe3-xO4, MnFe2O4 et CoFe2O4 comme cœur ou couronne. Les résultats obtenus par diffraction des rayons-X, microscopie électronique à transmission, spectrométrie M'ossbauer de 57Fe et magnétométrie SQUID ne permettent pas de conclure sur l'obtention de particules cœur@couronne. Toutefois, ces particules peuvent être décrites comme des nanostructures constituées par un cœur décoré par le deuxième oxyde. Pour quelques compositions, les valeurs de SAR pour ces nanoparticules sont plus élevés que les valeurs correspondant à chaque phase séparément, ce résultat étant attribué à des interactions magnétiques à l'interface des deux matériaux.

^{*}Intervenant

Etude de complexes trinucléaires de fer sur ligand $tris(\beta$ -dicetiminate) cyclophane

Ricardo Garcia-Serres*^{†1}, Leslie Murray^{‡2}, Yousoon Lee², and Abboud Khalil²

¹Laboratoire de Chimie et Biologie des Métaux / Physicochimie des Métaux en Biologie (PMB - LCBM - UMR 5249) - Université Joseph Fourier - Grenoble I, CEA, CNRS : UMR5249 - 17. rue des Martyrs 38054 GRENOBLE CEDEX 9, France

²University of Florida (UFL) - Gainesville, FL 32611, Florida, États-Unis

Résumé

Le même ligand cyclophane sert de squelette à différents complexes trinucléaires de fer avec une symétrie approximativement trigonale. Nous présentons certains de ces complexes avec des ligands pontants μ -sulfure et μ -hydrure, et plusieurs degrés d'oxydation. Tandis que la versatilité de ce support ligand continue de produire de nouveaux complexes, leurs structures électroniques sont analysées en relation avec les réactions qu'ils sont capables de catalyser. Le complexe tris-Fe(II) avec des hydrures pontants devrait avoir une forte réactivité, dû précisément aux ligands μ 2-hydrure, tout comme l'est l'intermédiaire réactionnel E4 de FeMoco. Cependant, il n'est détecté aiucune réactivité avec N2, bien que le complexe soit capable de transformer le CO2 en formate. Les ligands sulfure, de leur côté, donnent lieu à des complexes contenant des clusters (Fe3Sx) plans, avec plusieurs degrés d'oxydation, certains desquels sont capables de fixer une molécule de solvant et motrent des similitudes avec le site réactionnel proposé pour FeMoco.

Intervenant

[†]Auteur correspondant: ricardo.garcia@cea.fr [‡]Auteur correspondant: murray@chem.ufl.edu

Caractérisation par Spectrométrie M'ossbauer de la zone de friction entre disque et plaquette de freins

Samuel Jouen*¹, Laurence Chevalier¹, Martin Brault¹, Xavier Sauvage¹, David Preterre , Frantz Gouriou , Frédéric Dionnet , and Philippe Pareige¹

¹Groupe de physique des matériaux (GPM UMR CNRS 6634) — Université de Rouen, INSA Rouen, CNRS : UMR6634 — France

Résumé

Les activités liées au transport routier sont des sources importantes d'émissions de particules. Ces particules ont deux origines principales : les gaz d'échappement de moteurs et les pièces d'usure comme les pneus ou les systèmes de friction tels que les freins ou les disques d'embrayage. Les émissions de particules PM10 générées par les systèmes de freinage peuvent représenter jusqu'à 55% en masse des émissions totales de PM10 " hors échappement ", dans les zones urbanisées.

Cette étude s'intègre dans le projet Carnot CIDrE dont l'objectif est de compléter les connaissances en matière d'émissions de particules par la caractérisation de la surface de friction entre disque et plaquette. A cette fin, un banc de freinage constitué d'un demi-train avant de véhicule est développé et instrumenté par le CERTAM afin d'exercer des cycles de freinage maitrisés. Les particules émises au cours des différents cycles de freinage sont collectées, triées par taille puis analysées.

Les disques de freins les plus répandus sont en fonte grise perlitique à graphite lamellaire tandis que les plaquettes sont des composites, donc de composition chimique beaucoup plus complexe. La nature chimique des particules émises par ce système de friction est donc très variée et peut s'avérer complexe à déterminer. Néanmoins elle est fondamentale d'un point de vue toxicologique.

Nous présentons ici les premiers résultats obtenus sur l'analyse de l'interface de friction disque/plaquettes et des particules émises lors d'un cycle de freinage.

La caractérisation par spectrométrie M'ossbauer permet notamment d'étudier l'évolution de l'interface de friction et d'identifier la nature et la répartition des différentes phases contenant du fer dans les particules émises. Un détecteur CEMS spécifique permettant de conserver le disque ou la plaquette de frein dans son intégrité a été développé afin de pouvoir réaliser les analyses sur un même disque à différents instants critiques d'un cycle de friction.

^{*}Intervenant

Mécanisme réactionnel d'un nouveau composite à base d'intermétalliques nickel-étain et de silicium comme électrode négative d'accumulateur Li-ion

Nicolas Bibent^a, Pierre-Emmanuel Lippens^a, Josette Olivier-Fourcade^a, Jean-Claude Jumas^a,

Tahar Azib^b, Fermin Cuevas^b, Michel Latroche^b

^a Institut Charles Gerhardt de Montpellier (UMR5253), Equipe AIME,

Université de Montpellier, Place E. Bataillon, 34095 Montpellier cedex 5,France

^b Université Paris Est, ICMPE (UMR 7182), CNRS, UPEC, F- 94320 ThiaisS FranceE

Au cours de ces dernières années les performances des accumulateurs rechargeables Li-ion ont été augmentées par l'amélioration des matériaux d'électrodes (à base de carbone pour l'électrode négative et oxydes de métaux de transition pour l'électrode positive) et de la conception des batteries. Certains éléments comme Al, Si, Ge ou Sn, formant réversiblement des alliages avec le lithium durant les cycles de charge/décharge, peuvent être utilisés en tant que matériaux d'électrodes négatives en apportant de fortes capacités spécifiques (600-4000 Ah/kg). Cependant les variations volumiques induites par la formation de ces alliages provoquent des pertes de contact électrique limitant considérablement leur durée de vie. Afin de minimiser ces phénomènes, plusieurs approches (nano structurations, dispersions, composites) ont été recensées pour la réalisation de nouvelles électrodes négatives (1) et plus récemment de nouveaux matériaux composites constitués de nano particules de Si dispersées dans des matrices intermétalliques contenant de l'étain présentant de fortes capacités de stockage ont été conçus (2).

Dans cette communication, nous présenterons la synthèse et la caractérisation d'un nouveau matériau composite de composition atomique globale Ni_{0.15}Sn_{0.14}Si_{0.26}Al_{0.04}C_{0.41} où des nanoparticules (~ 100 nm de diamètre) de Si sont dispersées dans une matrice intermétallique constituée principalement de Ni₃Sn₂ et Ni₃Sn₄ (Figure 1a). Ce composite donne des capacités de stockage élevées et une bonne tenue en cyclage (~500 Ah/kg, 200 cycles) (Figure 1b)

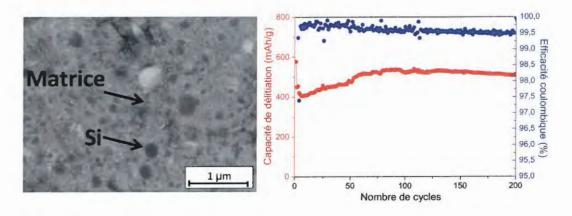


Figure 1 : (a) Vue en coupe au MEB-BSE du composite Si/Ni₃Sn₂-Ni₃Sn₄/Al/C (b) Evolution de la capacité réversible et de l'efficacité coulombique du composite Si/Ni₃Sn₂-Ni₃Sn₄/Al/C en fonction du nombre de cycles

Une étude structurale *in situ* en mode *operando* par Spectrométrie Mössbauer de l'étain et Diffraction des Rayons X a permis d'étudier le cycle de lithiation-délithiation du composite et d'interpréter les mécanismes réactionnels vis-à-vis du lithium.

Références

- (1) D. Larcher, S. Beattie, M. Morcrette, K. Edström, J.C. Jumas, J.M. Tarascon, J. Mater. Chem. 17 (2007) 3759.
- (2) C. Jordy, G. Caillon, T. Hézèque, C. Audry, F. Cuevas, M. Latroche, EP2239803, US2010270497 (2010).

Remerciements:

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet Newmaste (ANR-13-PRGE-0010). Les auteurs remercient l'Agence Nationale de la Recherche pour son soutien financier.

STRUCTURAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF FePtNbB-BASED NANOCRYSTALLINE ALLOYS

Pawel Lopadczak*1

¹Institut des molécules et des matériaux du Mans (IMMM) – CNRS : UMR6283, Université du Maine – UFR Sciences et Techniques Université du Maine - Avenue Olivier Messiaen - 72085 LE MANS Cedex 9. France

Résumé

The present work is a contribution to the study and development of a new class of permanent magnets based on the exchange spring effect. These materials are made of hard magnetic grains dispersed in a soft magnetic matrix. The coupling of hard magnetic grains through the soft matrix allows a significant improvement of the coercivity and remanence, and there by, an improved of maximum energy product can be obtained in these alloys. The aim of this work is to analyze properties of synthesized this type of magnetic material with nanocrystalline FePt-based alloys. The rapid solidification by melt spinning method was used to cast metastable precursor alloys with composition FePtNbB. After annealing, a microstructure made of hard magnetic nanograins of face-centred-tetragonal symmetry (L10 phase) with high uniaxial magnetic anisotropy (7 MJ/m3), dispersed in a residual soft magnetic phase with composition FePt(NbB) has been obtained.

The structural parameters of the samples were investigated using X-ray diffraction, transmission electron microscopy, and 57Fe M'ossbauer spectrometry while the magnetic parameters were determined using SQUID magnetometry, as well as Faraday balance. The performances obtained at 300K, coercivit of 834kA/m, remanence of 0,7 T and (BH)max=84 kJ/m3 show that these alloys are good candidates as permanent magnets.

Keywords: nanocrystalline alloys, FePt, exchange coupling, exchange-spring, permanent magnet

^{*}Intervenant

Propriétés magnétiques et structurales des nanoparticules d'architecture complexe core@shell

Zeinab Nehme*1, Nader Yaacoub*1, Yvan Labaye*1, Jean-Marc Greneche*1, and Rodaina Sayed Hassan²

¹Institut des molécules et des matériaux du Mans (IMMM) – CNRS : UMR6283, Université du Maine – UFR Sciences et Techniques Université du Maine - Avenue Olivier Messiaen - 72085 LE MANS Cedex 9, France

²Multi-disciplinary physics lab (MDPL) – Liban

Résumé

La particularité de la structure corc@shell est la possibilité d'avoir un couplage à l'interface entre les spins de deux phases magnétiques différentes, c'est le couplage d'échange bias (EB). Ce couplage induit une anisotropie supplémentaire dans les matériaux, ce qui permet d'augmenter la température de blocage. Malgré toutes les études menées dans ce domaine, la compréhension de mécanisme d'EB dans la structure core@shell reste peu claire. En effet, dans cette dernière structure l'EB est influencée par plusieurs paramètres tels que l'effet de surface et d'interface, l'effet d'entraînement, l'inhomogénéité chimique intra et inter particules, les interactions inter-particules en particulier l'effet des interactions dipolaires (ID).Des NPs d'architecture complexe core@shell: Fe3O4@ CoO, présentant les propriétés de couplage d'EB ont été synthétisées par hydrolyse forcée en milieu polyol. L'étude des propriétés structurales et magnétiques de ces NPs est menée à l'aide de différentes techniques expérimentales telles que la spectrométrie M'ossbauer, SQUID, MET, DRX. Des résultats expérimentaux préliminaires montrent, pour la première fois, une relation entre l'ID et le décalage du cycle d'hystérésis dans des NPs d'architecture complexe core@shell: Fe3O4@CoO.Parallèlement, des outils numériques tels que la méthode Monte Carlo (MC) ont été mis en œuvre pour modéliser ces NPs. Normalement, comme les résultats expérimentaux l'ont montré, la compétition avant lieu entre l'EB et l'ID se reflète directement sur le cycle d'hystérésis.Les résultats ont montré que le champ coercitif est une réponse collective résultant de plusieurs paramètres de simulation numérique tels que : la dynamique de l'algorithme adopté, la vitesse de balayage, la température, la constante d'anisotropie effective, le nombre des cycles, la direction du champ par rapport à celle de l'anisotropie. Une fois avoir compris la signification du champ coercitif obtenu, nous avons passé à la modélisation des NPs afin de remplir l'objectif de notre étude et de reproduire les propriétés physiques de ces NPs.

^{*}Intervenant

Synthèse et caractérisation structurale et magnétique de ferrites Ni-Zn synthétisées par co-précipitation : apport de la spectrométrie M'ossbauer

Bouchra Rabi*^{†1}, Abdellatif Essoumhi², and Mohammed Sajieddine¹

¹Laboratoire de Physique des Matériaux, FST, Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal (Maroc) (LPM) – Maroc

²Laboratoire Interdisciplinaire de Recherche en Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, FP, Béni-Mellal – Maroc

Résumé

Les ferrites spinelles Nickel-Zinc ont une formule générale [Fex3+Znx2+]A[Ni1-x2+ Fe2-x3+]BO4, où "A" représente le site tétraédrique, "B" le site octaédrique, et "x" désigne le degré d'inversion. Cependant, le passage de l'état massif à l'état nanométrique et le traitement thermique pour les ferrites spinelle de Ni-Zn sont à l'origine de la modification de la répartition des ions Fe3+, Zn2+ et Ni2+ entre les sites A et B.

Afin de comprendre l'influence de la température de calcination sur les propriétés structurales et magnétiques des ferrites Nickel-Zinc, le composé Ni0.5Zn0.5Fe2O4 est synthétisé par la méthode de co-précipitation et calciné à 600, 800, 900 et 1000°C. La caractérisation des échantillons est réalisée par diffraction des rayons X (DRX) et par spectrométrie M'ossbauer sur 57Fe en mode transmission.

Les spectres DRX de Ni0.5Zn0.5Fe2O4 calciné à différentes températures indiquent une phase spinelle pure, et la variation de la température de 600 à 1000 °C provoque une augmentation de la taille des grains de 10 à 80 nm. L'affinement de ces spectres par la méthode Rietveld révèle une variation du paramètre de maille et une distribution des ions entre les sites A et B suite à l'augmentation de la température de calcination.

Les spectres M'ossbauer enregistrés à la température ambiante des échantillons calcinés, montrent la présence d'un doublet pour l'échantillon brut, traduisant un comportement superparamagnétique des atomes de fer alors que pour les autres températures de calcination, les spectres sont ferromagnétiques. Leurs ajustements sont rendus possibles par la superposition de sextuplets et d'un doublet. Le poids du doublet diminue en augmentant la température de calcination.

Dans cette communication, nous présentons les détails des ajustements des spectres ainsi que les informations déduites des paramètres hyperfins.

Mots-clés : ferrites, nanoparticules, co-précipitation, diffraction des rayons X, spectrométrie M'ossbauer.

^{*}Intervenant

[†]Auteur correspondant: rabi.bouchra@gmail.com

Etude par spectrométrie M'ossbauer du composé Nd5Fe2B6D4.15 obtenu par insertion de deutérium au sein du borure Nd5Fe2B6

Sophie Tencé*1, Mathieu Duttine†‡1, and Alain Wattiaux†§1

¹CNRS, Université de Bordeaux, ICMCB – CNRS : UPR9048 – 87 Avenue du Dr A. Schweitzer, 33608 Pessac cedex, France

Résumé

La découverte des excellentes propriétés magnétiques de Nd2Fe14B pour les applications dans le domaine des aimants permanents ont motivé de nombreuses études des diagrammes de phase ternaires R-Fe-B (R = terre rare). Au cours de ce travail, nous nous sommes intéressés à l'influence de l'insertion de deutérium dans le borure Nd5Fe2B6. La structure de ce borure cristallisant dans le groupe d'espace trigonal R-3m, consiste en un empilement de couches [Nd3] alternativement avec des couches [Nd2Fe2B6] le long de l'axe c. La deuteration de Nd5Fe2B6 a été réalisée sous une pression de 10 bars de gaz D2 à 200°C pendant plusieurs heures. Celle-ci n'induit pas de modification du groupe d'espace initial mais une forte expansion du paramètre c alors que a reste sensiblement constant. La diffraction neutronique a montré que les atomes de deutérium sont insérés dans les sites octaédriques de terres rares [Nd6] rempli à 85% et dans les sites tétraédriques mixtes [Nd3Fe] rempli à 13%, ce qui conduit à la formation du deutérure Nd5Fe2B6D4.15. L'insertion de deutérium provoque une forte diminution de la température de Curie de 64 K à 21 K ainsi qu'une importante diminution de la valeur des moments magnétiques portés par les atomes de Nd. Les structures magnétiques du borure et du deutérure correspondent à des structures ferromagnétiques avec les moments magnétiques orientés suivant l'axe c. L'étude par spectroscopie M'ossbauer a été réalisée sur les composés Nd5Fe2B6 et Nd5Fe2B6D4.15 à 293 K et 4,2 K. De plus, une étude en fonction de la température (de l'ambiante jusqu'à 4,2 K) a permis de mieux appréhender le rôle du fer dans les propriétés magnétiques du borure Nd5Fe2B6. (1) P. Deppe, M. Rosenberg and K.H.J. Buschow, Solid State Comm. 64 (1987) 1247

^{*}Auteur correspondant: sophie.tence@icmcb.cnrs.fr

[†]Intervenant

[‡]Auteur correspondant: mathieu.duttine@icmcb.cnrs.fr

[§] Auteur correspondant: alain.wattiaux@icmcb.cnrs.fr



Participants aux 38^{émes} journées du GFSM - Le Mans 2016

NOM	PRENOM	email	Laboratoire	Etablissement	Pays
Abdelmoula	Mustapha	mustapha.abdelmoula@univ-lorraine.fr	Laboratoire de Chimie Physique et Microbiologie pour l'Environnement	CNRS	FR
AGBELELE	Arsène	arsene.agbelele1@univ-rouen.fr	Groupe de Physique des Matériaux	Université de Rouen	FR
ALDON	Laurent	laldon34@gmail.com	ICGM-AIME	Université Montpellier	FR
APPERT	Florian	florian.appert@etu.univ-rouen.fr	Groupe de Physique des Matériaux	Université de Rouen Normandie	FR
BLONDIN	Geneviève	genevieve.blondin@cea.fr	Laboratoire de Chimie et Biologie des Métaux (LCBM) UMR5249	CNRS ? CEA ? Univ. Grenoble Alpes	FR
Busselez	Rémi	remi.busselez@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
Calage	yvon	yvon.calage@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
Calvayrac	Florent	florent.calvayrac@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine Le Mans	FR
Cordier	Catherine	catherine.cordier@univ-lille1.fr	Unité Matériaux Et Transformations	Université de Lille1	FR
couste!	romain	romain.coustel@univ-lorraine.fr	LCPME	Université de Lorraine	FR
Diliberto	Sebastien	sebastien.diliberto@univ-lorraine.fr	Institut Jean lamour	Université de Lorraine	FR
Dirtu Budaciu	Marinela	marinela.dirtu@uclouvain.be	Institute of Condensed Matter and Nanosciences	Université catholique de Louvain	BE
Duttine	Mathieu	duttine@icmcb-bordeaux.cnrs.fr	Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB)	CNRS	FR
elboubekri	abdelhamid	elboubekri1989@gmail.com	Laboratoire de physique des matériaux (LPM)	Université Sultane Moulay Slimane	FR
Ferreira	Liliana	lpferreira@fc.ul.pt	BioISI - Biosystems and Integrative Sciences Institute	Faculté de Sciences, Université de Lisbonne	PT
FOURCADE	JOSETTE	jolivier@univ-montp2.fr	ICGM-AIME (UMR5253)	Université de Montpellier	FR
Garcia	Yann	yann.garcia@uclouvain.be	Insititut de la Matière Condensée et des Nanosciences (IMCN/MOST)	Université catholique de Louvain	BE
Garcia-Serres	Ricardo	ricardo.garcia@cea.fr	LCBM / PMB	CEA Grenoble	FR
Gazeau	Florence	florence.gazeau@univ-paris-diderot.fr	laboratoire Matière et Systèmes Complexes, UMR 7057 CNRS	Université Paris Diderot CNRS	FR
Génin	Jean-Marie	jean-marie.genin@univ-lorraine.fr	Institut Jean Barriol FR2843	Université de Lorraine	FR
Grandjean	Fernande	fgrandjean@ulg.ac.be		Missouri University of Science and Technology	US
Greneche	Jean-Marc	jean-marc.greneche@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
Jouen	Samuel	samuel.jouen@univ-rouen.fr	GPM UMR 6634 CNRS	Université de Rouen	FR
JUMAS	JEAN-CLAUDE jumas@univ-montp2.fr		ICGM-AIME (UMR5253)	Université Montpellier	FR
Juraszek	Jean	jean.juraszek@univ-rouen.fr	Groupe de Physique des Matériaux (GPM)	Université de Rouen Normandie	FR
Labaye	ivan	yvan@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
Labbé	François	francois.labbe@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
Ladrière	Jean	jean.ladriere@uclouvain.be	dépatement de chimie -unité CMAT	Université Catholique de Louvain	BE
Lefevre	Christophe	christophe.lefevre@ipcms.unistra.fr	Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg	CNRS	FR
lopadczak	Pawel	p.lopadczak@gmail.com	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Universite du Maine	FR
MARVAUD	Valérie	valerie.marvaud@upmc.fr	Institut Parisien de Chimie Moléculaire	CNRS -UPMC	FR
Meny	Christian	Christian.Meny@ipcms.unistra.fr	Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg, UMR 7504 CNRS	Université de Strasbourg	FR
Missaoui	Manel	manel.missaoui11@gmail.com	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
NEHME	Zeinab	zeinabnehme.89@gmail.com	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Universite du Maine	FR
rabi	bouchra	rabi.bouchra@gmail.com	laboratoire de physique des matériaux	Université Sultane Moulay Slimane	MA
Randrianantoandro	Nirina	nirina@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
Rocquefelte	Xavier	xavier.rocquefelte@univ-rennes1.fr	Institut des Sciences Chimiques de Rennes, UMR 6226 CNRS	Université de Rennes 1	FR
Sajieddine	Mohammed	sajieddinem@yahoo.fr	Laboratoire de Physique des Matériaux	Université Sultan Moulay Slimane, FST	MA
SAYED	Fatima	Fatima.Sayed.Etu@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Universite du Maine	FR
Wattiaux	Alain	alain.wattiaux@icmcb.cnrs.fr	ICMCB/UPR9048/CNRS	CNRS	FR
Yaacoub	Nader	nader.yaacoub@univ-lemans.fr	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR
zhao	lizhong	zhao15898523080@163.com	Institut des Molécules et Matériaux du Mans UMR 6283 CNRS	Université du Maine	FR