LABORATOIRE DE CRISTALLOGRAPHIE ET SCIENCES DES MATERIAUX

Cristallographie

Présentation

La cristallographie au CRISMAT est développée de façon à répondre aux besoins spécifiques des différentes équipes du laboratoire. Ses besoins vont de l'identification de phases à la compréhension plus ou moins fine de la structure de la matière en passant par l'analyse de la texture d'un échantillon. Les études cristallographiques doivent donc s'adapter aux différents types de matériaux (oxydes, matériaux hybrides, intermétalliques, …) et à leurs différentes formes (mono cristaux, poudres, films minces ou matériaux texturés).

Etude sur « mono cristal »

La diffraction sur échantillons monocristallins est la méthode privilégiée pour l'étude structurale de matériaux complexes. Longtemps limitée par la dimension des cristaux nécessaires, les évolutions des sources et des détecteurs pour la diffraction des RX permet-tent d'étudier des échantillons d'un volume minimal de 1000 μm^3 ; le développement de la diffraction électronique 3D permet à présent d'obtenir la structure atomique d'un objet à l'échelle nanométrique. Ces deux techniques accessibles au laboratoire s'appuient sur des années d'expérience dans l'étude structurale de matériaux complexes (désordres, apériodicités …).

Contacts : Philippe Boullay, Olivier Pérez

Etude sur « poly cristaux »

La diffraction des RX sur échantillons polycristallins (XRPD) est utilisée pour l'identification de phase et est donc l'outil indispensable du chimiste pour le control des synthèses. Elle permet également la détermination de structure ab initio de structure via une analyse Rietveld ; la diffraction de neutrons sur polycristaux permet d'apporter des infor-mations complémentaires notamment sur les aspects magnétiques. L'XRPD permet également le suivi de réactions ou de trans-formations sous différents stimuli (températures, gaz, électrochimie …). Des informations sur les ordres plus locaux peuvent être obtenus en PDF.

Contact : Nicolas Barrier, Stéphanie Gascoin

Etude sur échantillons texturés

Les échantillons texturés présentent des orientations privilégiées dues à leurs méthodes d'élaboration (céra-miques texturées, fibres, films minces …) et consti-tuent une famille de composés intermédiaires entre les mono cristaux et les poly cristaux. Des mesures adap-tées aux différentes situations sont nécessaires afin d'obtenir des informations sur la texturation du ma-tériau, à l'orientation des grains, l'orientation d'un film mince / substrat sur lequel il est déposé. Des mesures de réflectométrie sont également possibles. Les chercheurs du laboratoire ont une reconnaissance internationale dans ce domaine ; une école internationale est organisée tous les ans sur l'analyse combinée.

Contact : Daniel Chateignier, Stéphanie Gascoin

Modélisation

Contact : Sébastien Petit, Julien Varignon

Appareils / matériels

Structure sur « mono cristal »

- Diffractomètre 4-cercles Synergy S [2 sources RX à microfoyer (radiation Mo et Cu), 1 détecteur à comptage de photons Eiger 1M Dectris, 3 soufflettes per-mettent des mesures de 28K à 1273K]

- Diffractomètre Kappa-CCD Bruker Nonius [1source RX à microfoyer (radiation Mo), 1 détecteur CCD (APEXII), 1 soufflette permet des mesures de 80K à 300K]

- Microscope électronique JEOL JEM F200 équipé d'un module pour la précession des électrons afin de réali-ser des expériences de difffraction électronique 3D. Deux caméras adaptés aux mesures de diffraction électronique complètent l'équipement.

Structure sur « poly cristaux »

- Deux diffractomètre MPD Panalytical [anode cobalt, anode cuivre, détecteur X'Celerator], avec robot passeur d'échantillons, possibilité de mesures avec chambre pour mesures de -180°C à 450°C, configurations transmission (capillaire) ou réflexion.

- Diffractomètre Bruker D8 ADVANCE [anode cuivre, monochromateur Ge 111, détecteur Lynx Eye], configuration transmission (capillaire) ou réflexion.

- diffractomètre Rigaku SmartLab [anode tournante Cu et Mo, détecteur HyPix3000], analyse en thermodiffraction sous vide ou différents gaz (Pmax = 10 bar), T 12K ->1400K, configuration transmission (capillaire) ou réflexion.

Texture

- diffractomètre Bruker D8 DISCOVER [anode cuivre, miroir de Göbel, monochromateur Ge (111), berceau Eulérien avec rotations Chi and Phi et translation Z, détecteur Lynx Eye]
- diffractomètre Inel « Ecocorail » [goniomètre 4-cercles Eulérien, source classique Cu, source micro foyer Mo, compteur à gaz « banane » Inel, détecteur Eiger 1M Dectris, compteur Fluorescence X à dispersion d'énergie]
- diffractomètre Inel « Solsa » [goniomètre 4-cercles Eulérien, source Cu, Raman, compteur Fluorescence X à dispersion d'énergie]

Modélisation

Résultats marquants

La cristallographie des matériaux nanocristallins a été témoin d'une véritable révolution au cours des 10 dernières années, grâce à l'introduction de protocoles pour l'acquisition 3D et l'analyse de données de diffraction électronique. Cette méthode fournit des données de type « monocristal » permettant d'obtenir des structures cristallines de matériaux complexes ; l'interprétation de ces informations nécessite en raison de l'interaction particulière des électrons avec la matière un traitement dynamique. Le laboratoire CRISMAT occupe une position de leadership en France dans ce domaine.

M. Gemmi, E. Mugnaioli, T. E. Gorelik, U. Kolb, L. Palatinus, P. Boullay, S. Hovmöller, and J. P. Abrahams, ACS Cent. Sci. 2019, 5, 1315−1329