

Compte-rendu de la réunion de lancement de l'ANR COFeIn

CRISMAT (Caen) - 8-10 avril 2013

La réunion de lancement du projet ANR COFeIn s'est déroulée du 8 au 10 avril 2013 au CRISMAT (Caen). Au cours de cette réunion, les participants ont présenté les premiers travaux réalisés dans le cadre de COFeIn ainsi que les moyens techniques dont dispose chacun des trois laboratoires impliqués dans le projet. Ces exposés ont servi de base aux échanges et discussions qui ont suivi, permettant d'établir un programme de travail précis pour les mois à venir (définition des sujets de recherche et du rôle de chaque partenaire).

Nous tenons à remercier Eric Lecourt, Benoît Hervieu et Nathalie Lombardi (CRISMAT), qui ont facilité l'organisation de cette réunion et ont ainsi contribué à son bon déroulement.

Participants :

CRISMAT (Caen) : Christine Martin, Anne Guesdon, Sylvie Malo, Anne-Claire Dhaussy, Vincent Hardy, Fabien Lainé, Vincent Caignaert, Antoine Maignan, Maryvonne Hervieu.

ICGMontpellier : Philippe Papet, Olivier Cambon, Julien Haines, Jérôme Rouquette, Vincent Ranieri

IMCEMC (Timisoara) : Maria Poienar.

LLB : Françoise Damay (LLB).

Exposés : moyens disponibles dans chacun des laboratoires, premières études réalisées, projets.

Fabien Lainé (doctorant au CRISMAT depuis le 3 janvier 2013, financé par l'ANR COFeIn)

Etat de l'art sur les borates de fer (structures, synthèses, propriétés physiques rapportées dans la littérature sur les composés Fe_2BO_4 et Fe_3BO_5)

Résultats des premières études :

- synthèses par voie solide sur les deux composés Fe_2BO_4 et Fe_3BO_5 : essais de différents jeux de précurseurs, synthèse des précurseurs, optimisation des températures de synthèse. Pour l'instant, pas d'échantillon monophasé.
- mesure des propriétés magnétiques d'un échantillon de Fe_3BO_5 : conformes aux résultats publiés dans la littérature (T_N à environ 70K), présence de Fe_3O_4 dans l'échantillon confirmée (transition de Verwey observée à 120K).
- premiers essais de synthèse par voie hydrothermale de Fe_2BO_4 et Fe_3BO_5 : n'ont pas conduit aux phases recherchées, à poursuivre pour optimiser les paramètres.
- recherche de nouvelles phases : quelques synthèses effectuées par voie solide à différentes compositions pour $\text{Fe}^{2.25}$: pas de résultat intéressant pour le moment, à poursuivre.

Vincent Ranieri (chercheur post-doctorant à l'ICG Montpellier depuis le 1^{er} mars 2013, financé par l'ANR COFeIn) :

- objectifs visés :
 - obtention de monocristaux dans les systèmes $\text{Fe}^{2,5}\text{-As-O}$ et $\text{Fe}^{2,5}\text{-P-O}$
 - établissement de relations structure-propriétés (études en T, sous P, mesures diélectriques, Mössbauer)
- voies de synthèses des échantillons :
 - transport en phase vapeur (arsenate)
 - hydrothermale basse P (phosphate et arsenate)
 - hydrothermale haute P (phosphate et arsenate)
 - flux (phosphate)
- premiers essais de synthèses :
 - $\text{Fe}^{2,5}\text{-As-O}$, par voie hydrothermale basse pression (en cours).
 - Fe_3O_4 par recuit sous flux CO/CO_2

Maria Poienar (INCEMC)

Premiers essais de synthèses de Fe_2PO_5 :

- par voie hydrothermale basse pression et basse température (autoclaves téflon): essais de différents jeux de précurseurs [FePO_4 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, FeCl_2 , FeCl_3]; optimisation des températures de synthèse et de temps traitement.
 - par voie solvothermale : le même jeu de précurseurs en utilisant di éthylamine et éthylène glycol.
- et essais par la méthode de coprecipitation.

Pour l'instant, les premiers essais de synthèse de phosphates par ces méthodes ne sont pas concluants.

A suivre : des synthèses par voie solide (tubes scellés et a l'air).

Projets : acheter ATG/DSC, mettre en place dispositif pour la synthèse hydrothermale haute pression et/ou four pour des synthèses dans une atmosphère contrôlée.

Séminaire de Julien Haines : (ICGM)

"Diffraction des rayons X sur monocristaux sous pression : application à l'étude de structures complexes".

Résultat des discussions :

- Répartition des composés :

borates à Caen

arsenate et $\text{Fe}_7(\text{PO}_4)_6$ à Montpellier

phosphates (α - et β - Fe_2PO_5 + nouvelles phases) à Timisoara

- Caractérisations physiques :

mesures magnétiques à Caen

mesures électriques à Montpellier

- Echanger la biblio de façon systématique.

- en particulier grâce à la mise en place prévue par Maria Poienar d'un site web pour l'ANR COFeIn.

Discussion plus approfondie sur le travail du doctorant (conseils, idées, plan de manip) :

- Synthèses des borates :

- essayer broyage mécanique des précurseurs

- essayer SPS

- essayer synthèse en solution.

- Observation des échantillons à la loupe binoculaire et au MEB (homogénéité, taille de grains, compacité, ...)

- Dès qu'un échantillon de Fe_3BO_5 de bonne qualité sera disponible, le donner à l'ICGM pour des caractérisations IR, Raman, Mössbauer, DRX sous pression.

- apporter un soin particulier :

à la bibliographie (croiser et résumer composé et pression)

à la préparation des poudres (tamisage mais aussi caractérisations complètes)

Projets :

Déplacement prévu de Maria Poienar à Montpellier (printemps) (étude du dispositif de synthèse hydro haute pression en vue d'un achat éventuel de matériel à Timisoara).

Rencontre probable de plusieurs des membres de l'ANR lors des JDN (Sète, juin 2013).

Envisager l'utilisation de l'isotope ^{11}B en vue d'études par diffraction des neutrons (pas obligatoire, faire test préliminaire, voir avec Jérôme Rouquette)

En juin :

- en fonction des résultats des synthèses, demander ou non du temps de faisceau neutron et/ou synchrotron.

Vincent Ranieri est en charge des demandes de temps de faisceau et des manip ESRF (absorption) in situ - optimisation de synthèses.

- Arrêter la date de la prochaine réunion de travail, qui aura lieu à Montpellier fin septembre (semaine du 20-09 ou du 30-09).