



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité CHIMIE

Option Physico-chimie des Matériaux

Présenté par :

Mr **BOUZIDENE Youghourthen**

Intitulé

Etude du système $I_2O_5-V_2O_5$

Devant le jury d'examen composé de :

Mr Omar. LAMROUS

Professeur UMMTO

Président

Mr Nourredine. BENALI-CHERIF

Professeur C.U.KHENCHLA

Examineur

Mr Said. YEFSAH

Professeur UMMTO

Rapporteur

Année 2011

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire physico-chimie des matériaux (L.P.C.M) de l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou (U.M.M.T.O) dirigé par le Professeur Said Yefsah, que je remercie pour l'attention avec laquelle il dirigé ce travail.

Je suis honoré par la présence de Monsieur Omar Lamrous, professeur à l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou (U.M.M.T.O) et le remercier d'avoir pris le temps de consulter ce travail, de le juger et enfin d'en présider le jury de soutenance.

Je remercie également Monsieur Nourredine Benali-Cherif, professeur à l'université Khenchla qui a eu l'amabilité d'examiner ce mémoire et d'être membre du jury de soutenance.

Je tiens à remercier également Monsieur Jean-Paul LAVAL, Docteur ès Sciences au laboratoire de sciences des Procédés Céramiques et traitement de Surface de Limoges (S.P.C.T.S), pour sa fructueuse collaboration.

J'adresse également mes sincères remerciements à tous les membres du laboratoire pour leur soutien et tous les bons moments qu'on a passé ensemble.

DEDICACES

Je dédie ce travail :

A mes chers Parents pour lesquels aucune dédicace ne saurait exprimer la grandeur des sentiments que j'ai pour eux devant tous les sacrifices qu'ils ont consentis pour moi.

A mes très chers frères et sœurs Amar, Sadia, Eldjida, Salah, Takfarines et Mebrouk.

A mon cher neveu Achour et mes très chères nièces Anella, Tania et Ania

. A ma très chère Ouerdia

Enfin, à tous mes amis et ceux que je n'ai pas cités et qui me sont tous

aussi chers.

Sommaire

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
-------------------	---

Chapitre I**Matières premières****Techniques expérimentales**

I-1/MATIERES PREMIERES	15
I-1-1/L'HEMI-PENTOXYDE DE VANADIUM (V_2O_5)	15
I-1-2/ANHYDRIDE IODIQUE (I_2O_5).....	17
I-2/PREPARATION DES PRODUITS	19
I-3 /TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	19
I-3-1/ ENCEINTE THERMIQUE.....	19
I-3-2/ FOUR SOUS ATMOSPHERE CONTROLEE	20
I-3-3/ DESCRIPTION DU DIFFRACTOGRAMME UTILISE (SIEMENS D 008)	24

Chapitre II**Résultats Expérimentaux**

II/RESULTATS EXPERIMENTAUX :	26
A) LA COMPOSITION 50% DE V_2O_5 – 50% DE I_2O_5.....	27
1) Influence de la température et de la durée du recui	27
2) Influence du broyage.....	33
2.1) Temps de broyage 30' :.....	33
2.2) Temps de broyage 3h30' :.....	34
2.3) Temps de broyage 5h :	36
2.4) Broyage 30' en atmosphère d'oxygène :	38
2.5) Broyage sous atmosphère d'oxygène 3h30' :	42
B) LA COMPOSITION 37,5% DE V_2O_5 – 62,5% DE I_2O_5.....	47
C) LA COMPOSITION 25% DE V_2O_5 – 75% DE I_2O_5.....	50
1) Influence de la température et du temps du recuit.....	50
2) Influence du broyage.....	52

II-2-/ DISCUSSION DES RESULTATS.....	54
A) INFLUENCE DU BROYAGE.....	54
B) Influence du % de I_2O_5	59
CONCLUSION.....	60
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	60
Annexe1 Fiches J.C.P.D.S	
Annexe2 Listes des tableaux	
Annexe3 Listes des figures	

Introduction

Introduction :

Les matériaux à base d'oxydes présentant des propriétés d'optique non-linéaire font actuellement l'objet de nombreuses recherches [1-2]. Un champ électromagnétique intense, tel que celui transporté par des sources LASER, peut faire osciller à l'intérieur d'un matériau des dipôles électriques. Ces derniers, peuvent émettre à leur tour des ondes électromagnétiques dont la fréquence peut être le double de la fréquence incidente [1-3]. Ces matériaux sont utilisés dans les domaines de l'optoélectronique (convertisseur de fréquences optiques et des modulateurs électro-optiques assurant l'interface entre la microélectronique et la photonique) [4].

Dans notre travail, on s'est intéressé au système $\text{I}_2\text{O}_5\text{-V}_2\text{O}_5$. L'élément iode possède un doublet $5s^2$ non apparié qui peut être associé à un dipôle électrique. Le cation V^{5+} compte tenu de sa charge et de la faible taille de son rayon ionique peut polariser la liaison V-O.

Ces deux éléments nous semblent être de bons candidats pour l'élaboration d'un matériau présentant des propriétés d'optique non-linéaire. Un tel système, à notre connaissance, n'a pas encore été étudié.

Le mémoire est composé d'une introduction et de deux chapitres dédiés respectivement:

Aux techniques expérimentales et matières premières.

Aux résultats expérimentaux suivis d'une conclusion.

Chapitre I
Matières premières
Techniques expérimentales

Chapitre I

Matières premières

Techniques expérimentales

I-1/Matières premières

Au cours de notre travail, on a utilisé les poudres d'Hémipentaoxyde de vanadium (V_2O_5) et d'Anhydride iodique (I_2O_5) dont les principales caractéristiques physico-chimiques sont rassemblées dans le **tableau I.1** suivant :

Tableau I.1 Caractéristiques physico-chimiques de V_2O_5 et I_2O_5		
Produit	V_2O_5 [7]	I_2O_5 [5-6]
Masse molaire (g/mole)	181,90	333,81
Densité (g/cm ³)	3,5 [8] 3,36 [9] 3,32 [10]	$D_x = 5,106$ $D_m = 5,080$
Point de fusion (°C)	800 [11] 658 ± 5 [12]	-
Point d'ébullition (°C)	1750	-

I-1-1/L'Hémi-pentaoxyde de vanadium (V_2O_5)

L'Hémi-pentaoxyde de vanadium est une poudre de couleur brun-rouge. Sa structure cristallise dans un système orthorhombique de paramètres de maille, $a = 11,510(3) \text{ \AA}$, $b = 3,559(1) \text{ \AA}$, $c = 4,371(1) \text{ \AA}$ [13]. La maille contient deux molécules de pentaoxyde dans le motif V_2O_5 [7] et son volume est de $179.05 \text{ \AA}^3$ (fiche PDF relative à V_2O_5 n° 00-009-0387, cf. **Annexe I**).

La structure lamellaire de V_2O_5 peut être décrite par une succession de paires de pyramides VO_5 à base à peu près carrée partageant une arête. Dans ces pyramides, le vanadium est entouré de cinq atomes d'oxygène dont quatre se trouvent à une distance d'environ 2 Å, alors que le cinquième est situé dans la position apicale à une distance plus courte d'environ 1,54 Å (cela correspond à une liaison vanadyle). Deux paires de pyramides sont liées entre elles par une arête et créent ainsi des doubles chaînes en zig-zig le long de l'axe **b**. Ces chaînes sont reliées les unes aux autres par des sommets le long de l'axe **a** et forment ainsi un feuillet (**Figure I.1**). Il est également possible de décrire la structure en utilisant des octaèdres VO_6 très irréguliers ; le sixième atome d'oxygène se trouve à une distance plus grande d'environ 2,79 Å. Cette liaison est une liaison de type Van der Waals perpendiculaire au plan (**a, b**) qui assure la cohésion entre les feuillets.

Cette structure présente donc un caractère très marqué avec deux types de tunnel, l'un orienté perpendiculairement au plan (**a, b**) et le second parallèlement à l'axe **b** [14].

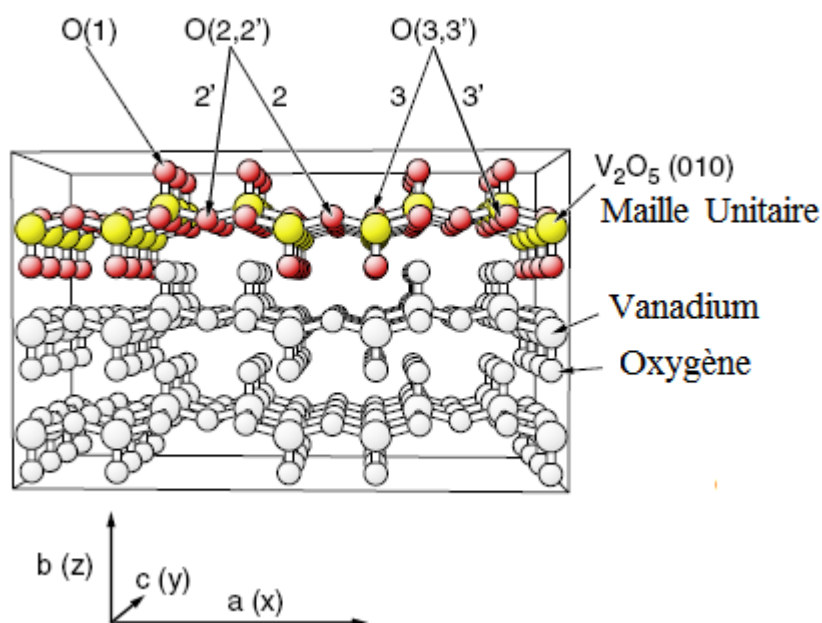


Figure I.1 : Structure orthorhombique de V_2O_5 suivant la direction $(0\ 0\ 1)$ (perpendiculaire à $(0\ 1\ 0)$) [15].

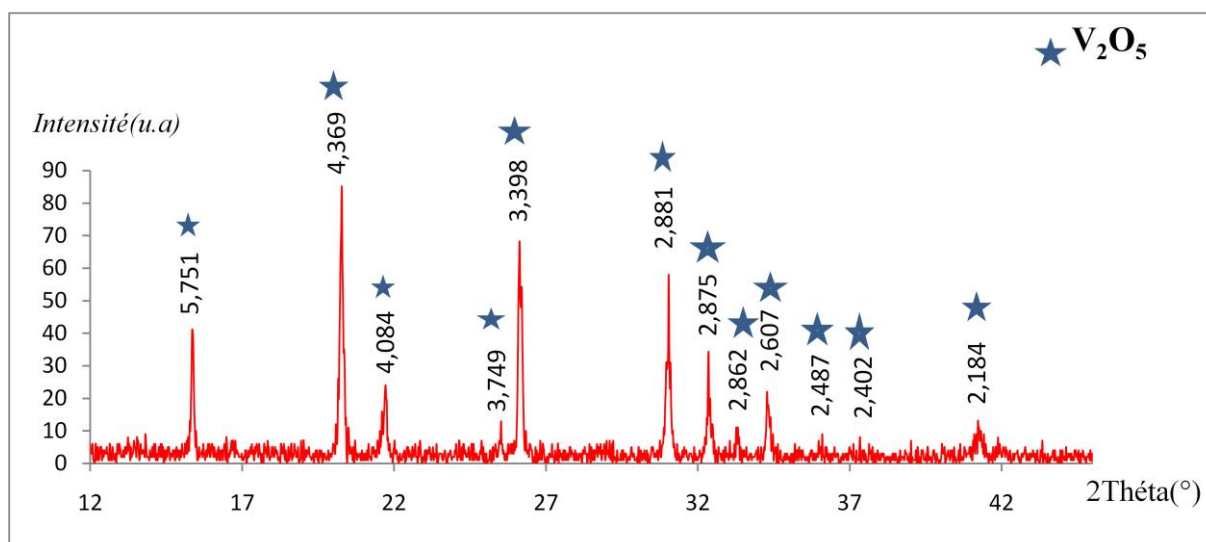


Figure I.2 : Spectre de diffraction de la poudre d'Anhydride Vanadique (V_2O_5)

I-1-2/Anhydride Iodique (I_2O_5)

L'Anhydride Iodique utilisé est un produit commercialisé par RIEDEL.

Sa structure cristalline monoclinique est représentée sur la **figure I.3**, son groupe d'espace est **$P2_1/c$** et ses paramètres de maille sont : $a=11,036(3) \text{ \AA}$, $b=5,063(1) \text{ \AA}$ et $c=8,135(2) \text{ \AA}$, avec $\beta=107,18^\circ$ (2). Chaque maille élémentaire contient quatre motifs [6] et son volume est de $434,3 \text{ \AA}^3$ (fiche PDF relative à I_2O_5 n°22-0338, cf. **Annexe I**).

L'analyse radio-cristallographique effectuée sur la phase (I_2O_5), nous a permis d'obtenir le diffractogramme représenté sur la **figure I.4**.

Les coordonnées atomiques sont représentées dans le **tableau I.2**.

Tableau I.2 Coordonnées atomiques de la phase I₂O₅ [6]			
atome	x	y	z
I(1)	0,1260(2)	0,1143(6)	0,2136(3)
I(2)	0,3730(2)	0,6825(5)	0,1597(3)
O(1)	0,015(3)	0,850(7)	0,154(3)
O(2)	0,193(2)	0,041(7)	0,434(3)
O(3)	0,486(2)	0,862(6)	0,333(3)
O(4)	0,309(2)	0,492(6)	0,300(3)
O(5)	0,250(2)	0,968(6)	0,116(3)

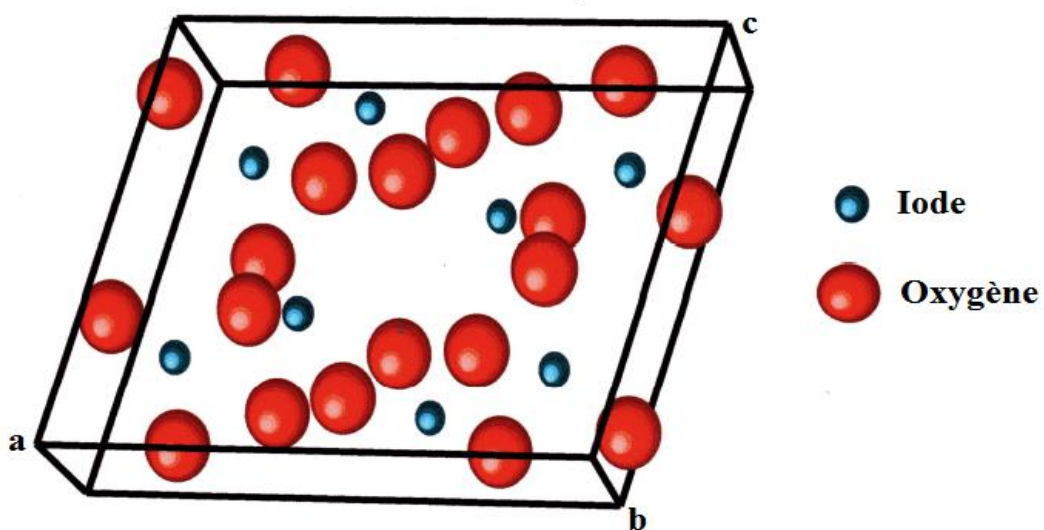


Figure I.3 : Structure monoclinique d'I₂O₅

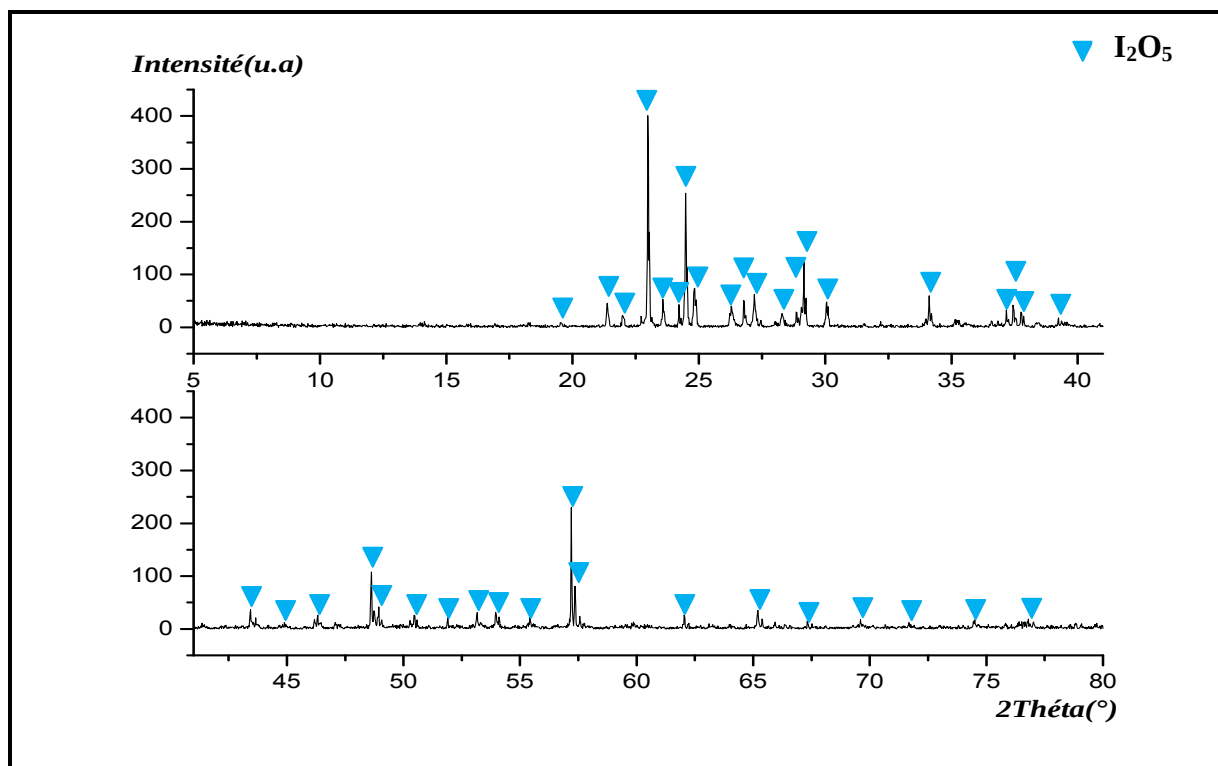


Figure I.4 : Spectre de diffraction de la poudre d'Anhydride iodique (I_2O_5)

I-2/Préparation des produits

On a préparé des mélanges de poudres séchées à l'étuve contenant X% en moles de V_2O_5 et Y% en moles de I_2O_5 . Les poudres de départ sont pesées à l'aide d'une balance de précision ($\pm 0,1$) de type SARTORIUS puis mélangées et homogénéisées dans un mortier en agate.

A l'aide d'une pastilleuse, on a réalisé des comprimés d'environ 13 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur.

I-3 /Techniques expérimentales

I-3-1/ Enceinte thermique

Les expériences ont été réalisées dans un four à mouffle de marque HEREAUS (cf. **Figure I.5**). Le four est formé d'un creuset réfractaire de forme cubique à l'intérieur duquel des résistances chauffantes en forme de U en Kanthal.

La température du four est régulée à l'aide d'un Programmeur Régulateur de type EUROTHERM 902P, couplé à un thermocouple Pt-PtRh10%.

I-3-2/ Four sous atmosphère contrôlée

A l'aide d'un ruban chauffant couplé à un contacteur, nous avons réalisé un four qui permet d'atteindre la température de 500°C. La régulation de la température se fait grâce à un thermocouple NiCr-Ni et un régulateur. Un tube en verre de forme adéquate permet de travailler en atmosphère contrôlée.

- 1- Programmeur Régulateur
- 2- Bouton d'arrêt
- 3- Bouton de départ
- 4- Bouton de Menu
- 5- Réglage de la température en montée et du palier
- 6- Réglage de la température en descente
- 7- Indicateur de température
- 8- Fils de connexion
- 9- Résistance
- 10- Support de l'échantillon
- 11- Thermocouple
- 12- Four à Mouffle (HEREAUS)

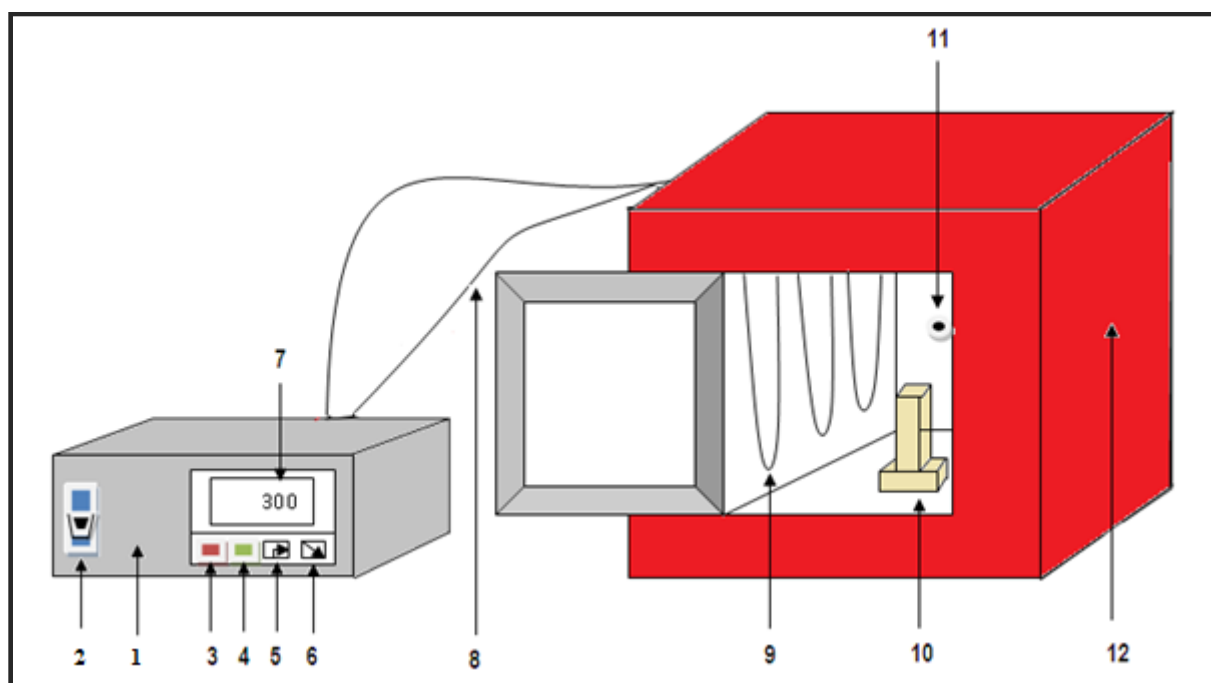


Figure I-5 : Schéma du four rouge (four à moufle)

- 1) Conteneur
- 2) Couvercle
- 3) Cuve principale
- 4) Valve d'injection de gaz (O_2)
- 5) Billes

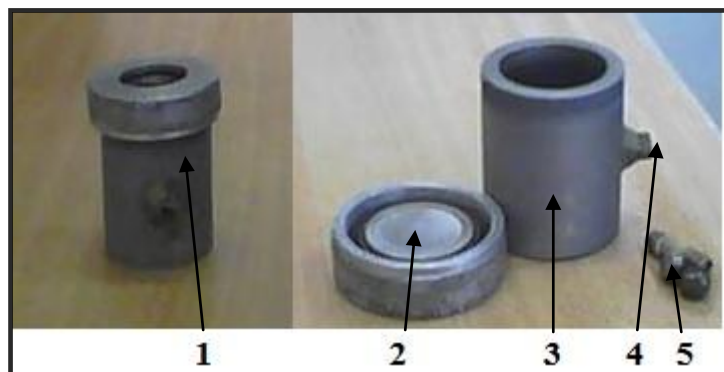


Figure I.6 : Conteneur

- 1-Broyeur
- 2-Fermeture du boîtier
- 3-Réglage du temps en montée
- 4-Réglage du temps en descente
- 5-Reset
- 6-Bouton d'arrêt/départ
- 7-Emplacement du conteneur
- 8-Afficheur

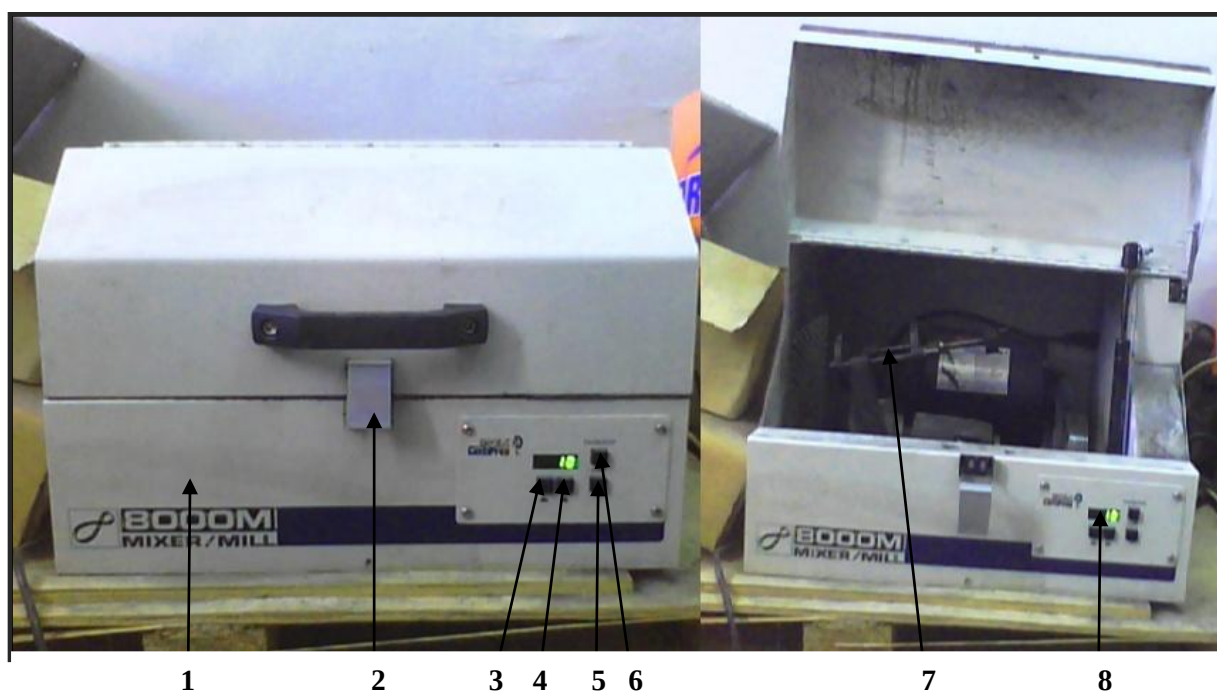


Figure I.7 : Broyeur de marque 8000M, MIXER/MILL

I-3-4/ Description du diffractomètre utilisé (Siemens D 008)

L'analyse radiocristallographique des échantillons à la température ambiante a été réalisée à l'aide du diffractomètre Siemens D8 équipé d'un goniomètre à Bragg-Brentano de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou [16], dont le schéma est représenté sur la **figure I.8**.

Dans ce type de diffractogramme, l'échantillon est soumis à un faisceau de rayons X monochromatiques de longueur d'onde $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, produit grâce à une anticathode de cuivre. Le rayonnement émis est orienté par un système de fentes (Fente Soller) situées avant et après l'échantillon. Ce dernier est étalé sous forme de poudre sur un porte échantillon qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (Cercle goniométrique), permettant ainsi d'augmenter le nombre d'orientations possibles des plans réticulaires, de telle sorte à obtenir simultanément tous les faisceaux susceptibles de diffracter. Afin d'éviter les orientations préférentielles, l'échantillon tourne sur lui-même à l'aide d'une « Spener »

Un détecteur mesure l'intensité du rayonnement X diffracté. Il tourne autour du même axe à une vitesse double à celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence " θ ", l'angle mesuré par le déplacement du compteur sera donc " 2θ ".

Le diffractomètre est couplé à micro-ordinateur, permettant ainsi le traitement des diffractogrammes, à l'aide d'un logiciel Diffract-plus basé sur les fiches J.C.P.D.S faisant correspondre les distances interréticulaires " d " aux angles " 2θ " enregistrées.

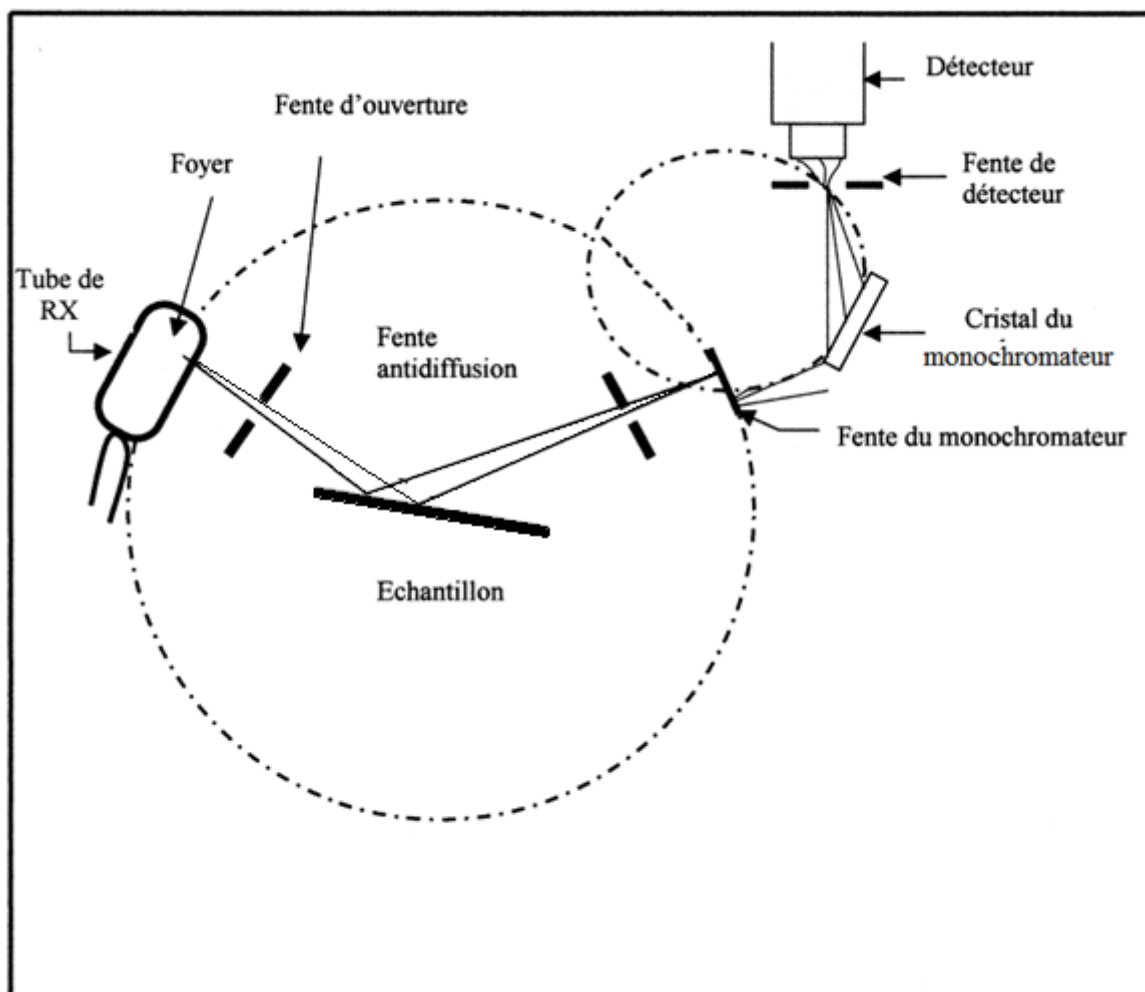


Figure I.8: Principe du diffractomètre à poudre dans la géométrie de Bragg-Brentano

Chapitre II

Résultats Expérimentaux

Et Discussions

Chapitre II

Résultats Expérimentaux

Et Discussion

II/Résultats expérimentaux :

Les traitements thermiques ont été réalisés à l'air dans une nacelle en alumine, à des températures différentes.

Après refroidissement les échantillons sont analysés par diffraction des Rayons-X.

Traitement thermique en nacelle ouverte :

Nous avons préparé des échantillons de compositions molaires suivantes (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5), (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5) et (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5). Les traitements thermiques ont été effectués avec une montée en température de 2.5°C/min et un maintien en palier de 20 heures, l'expérimentation à été menée à différentes températures comprise entre 200°C et 340°C.

D'autres échantillons de mêmes compositions molaires ont été broyés dans un broyeur à haute énergie sous air et sous oxygène (4 bar) pendant 30', 3h30' et 5h. Ils ont été traités dans les mêmes conditions expérimentales que les échantillons précédents.

Après refroidissement (trempe à l'air), les échantillons sont analysés par D.R.X, les diffractogrammes obtenus sont représentés ci-dessous (**cf. Figure II.1 à II.41**).

Les diagrammes de RX des phases obtenues sont consignés aux tableaux **II.1 à II.9**.

A) La composition 50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5

1) Influence de la température et de la durée du recuit :

<u>Tableau II.1</u>		
<i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
300(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-1
300(recuit 20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-2
300(recuit 40h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-3
340(recuit 20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-4
300(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-5
290(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-6
300(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-7
285-300(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-8

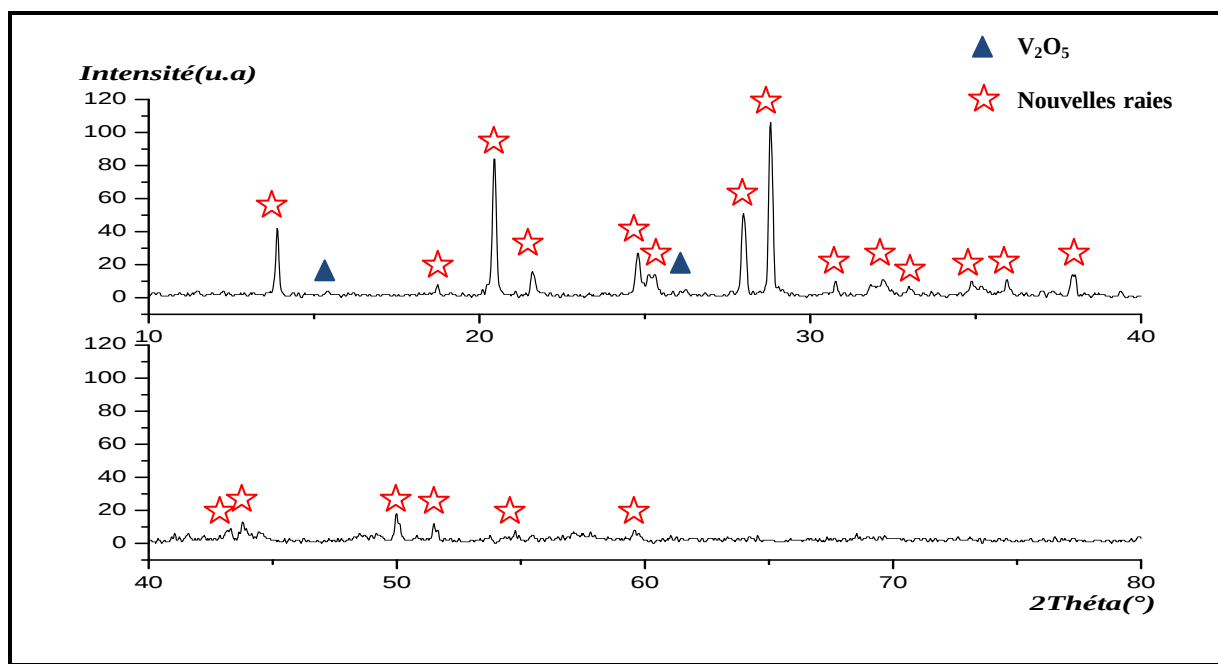


Figure II.1 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; $T=300^\circ\text{C}$, 20h, durée d'exposition-RX=60')

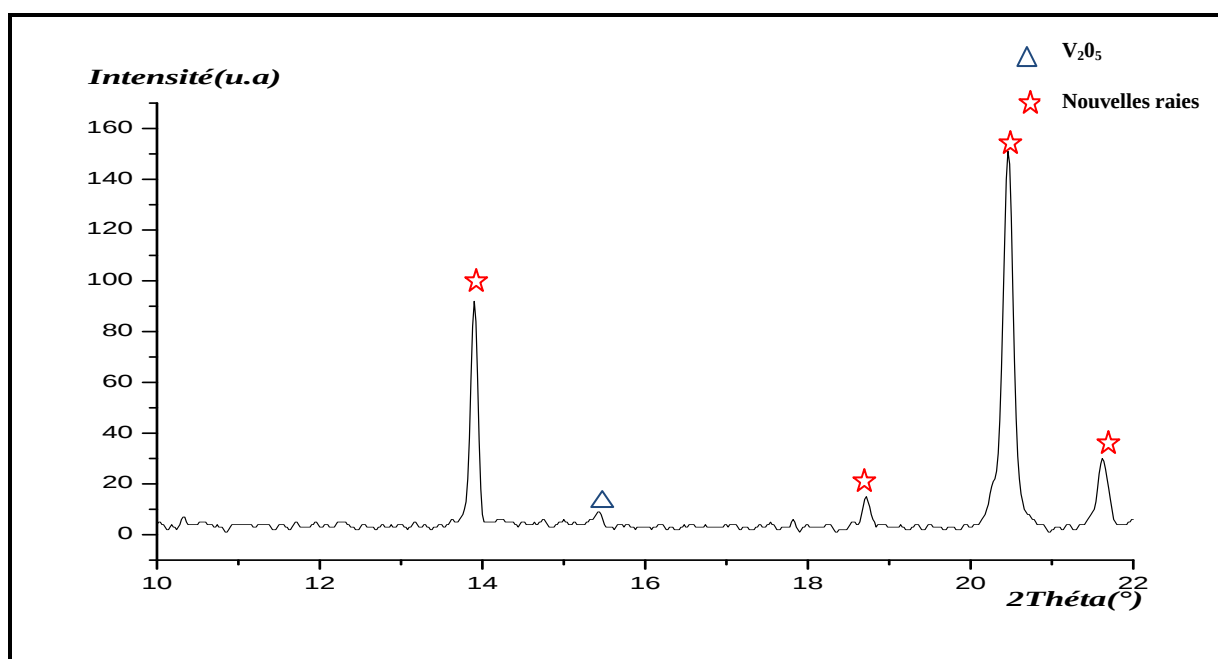


Figure II.2: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX=30')

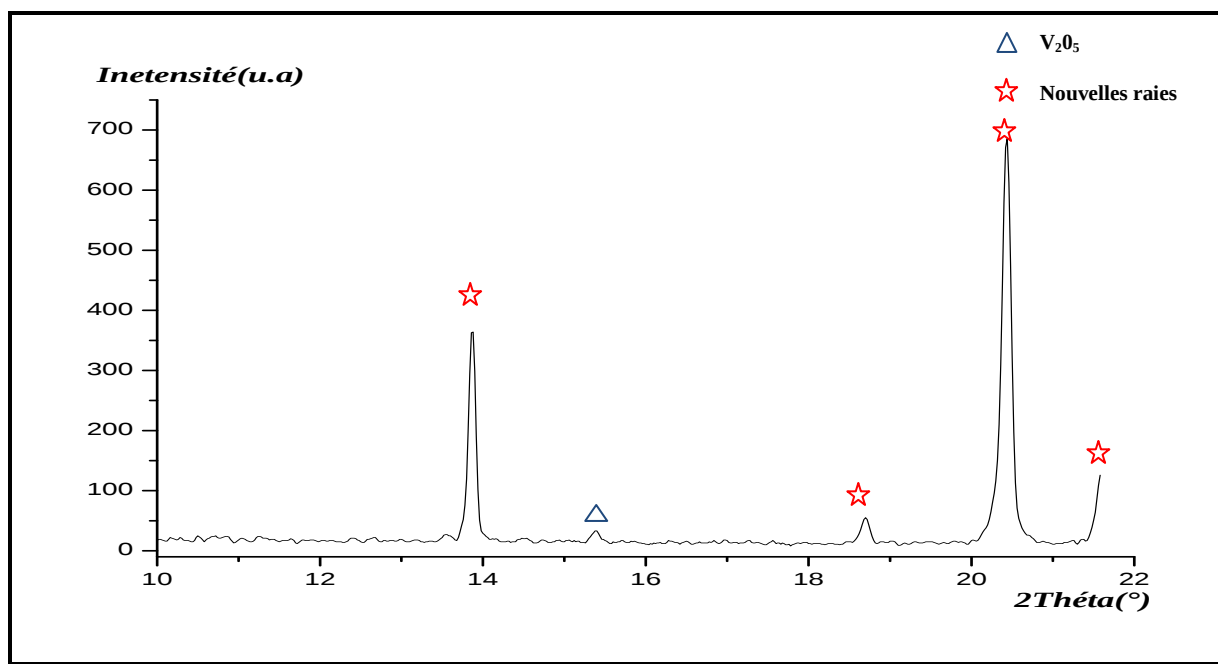


Figure II.3 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; recuit pendant 40h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=3h)

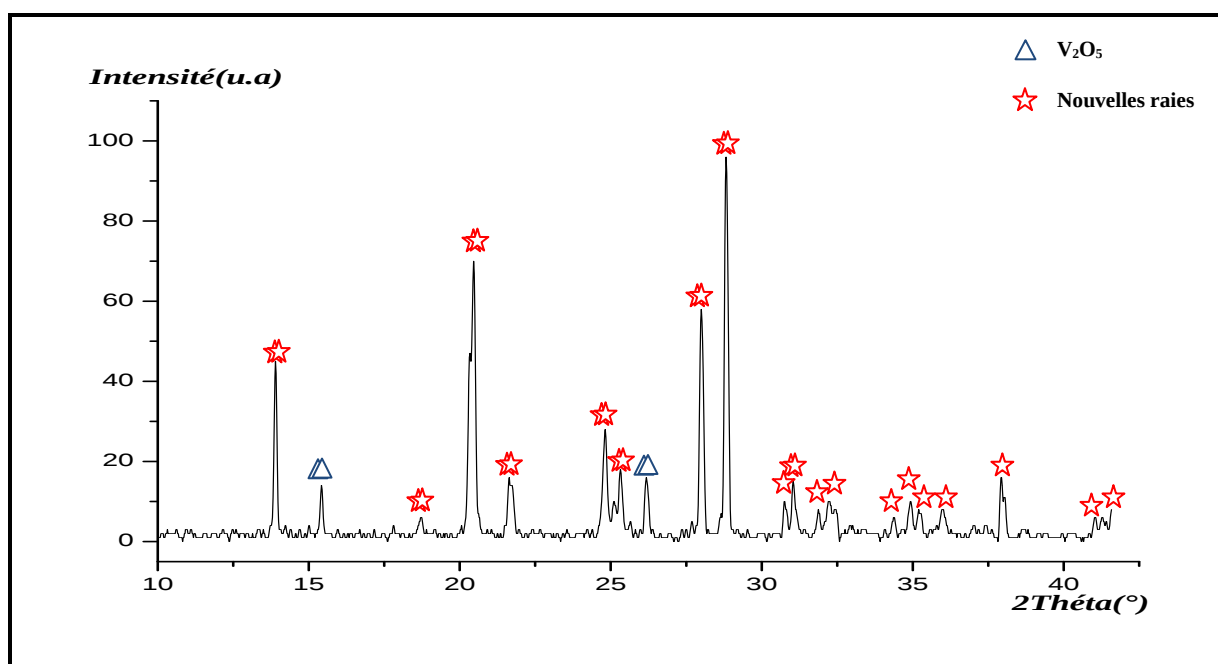


Figure II.4 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 + 15% (masse du mélange) de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=340^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

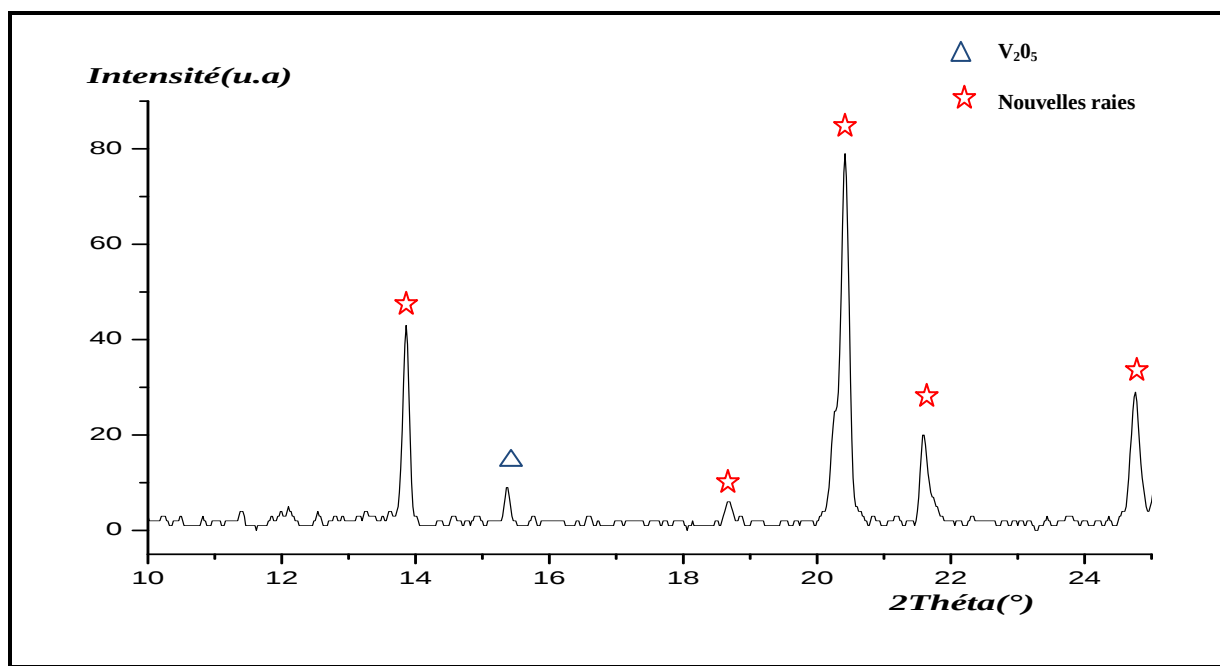


Figure II.5 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 + 15% (masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=340^\circ C$ + 10% (masse du mélange) de I_2O_5 recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition- $RX=30'$)

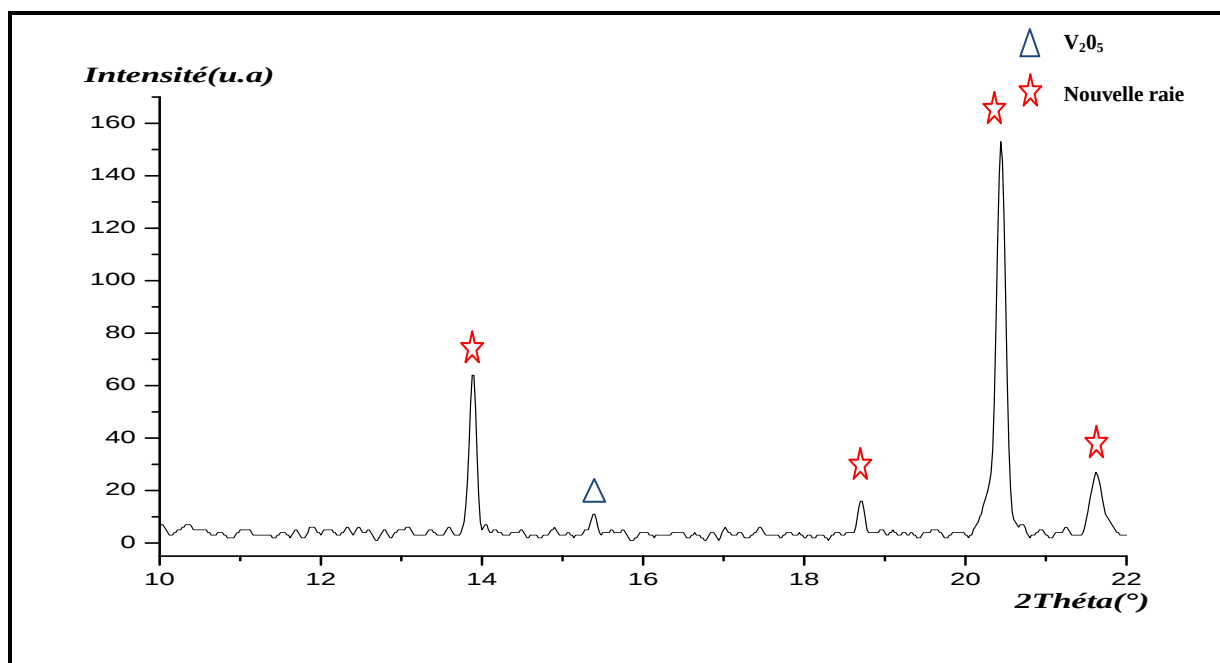


Figure II.6 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 + 15% (masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=340$ puis recuit pendant 20h à $T=290^\circ C$, durée d'exposition- $RX=30'$)

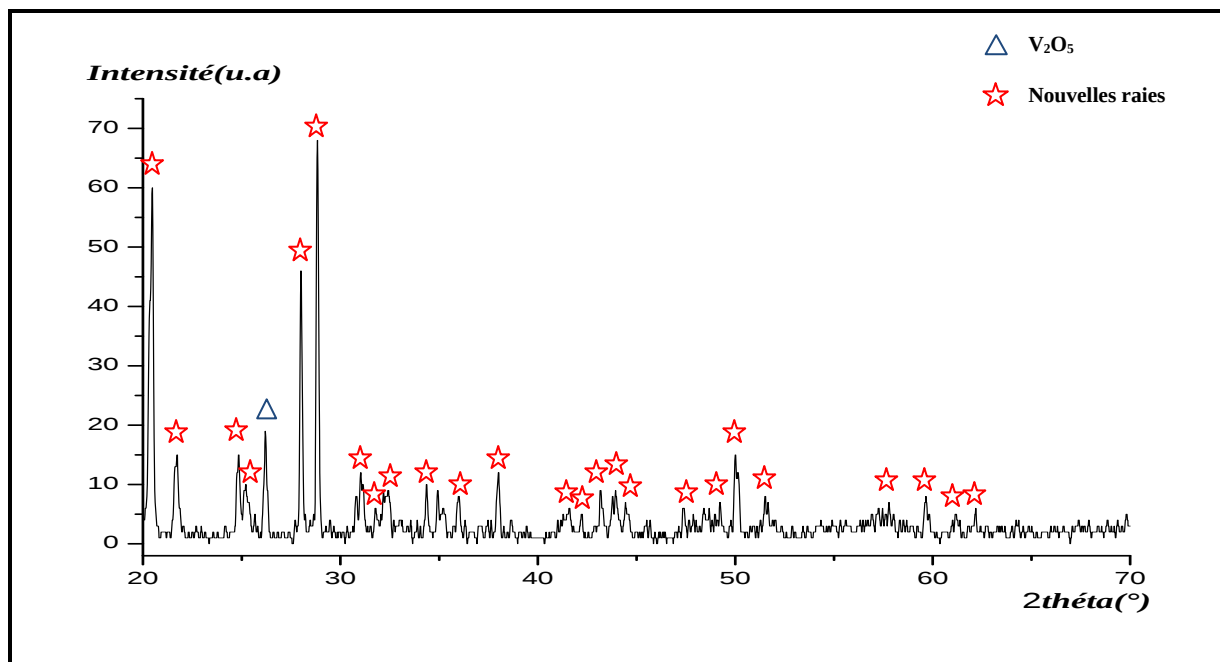


Figure II.7 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 + 20%(masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=300$ recuit pendant 20h à $T=285^\circ C$, durée d'exposition-RX=60')

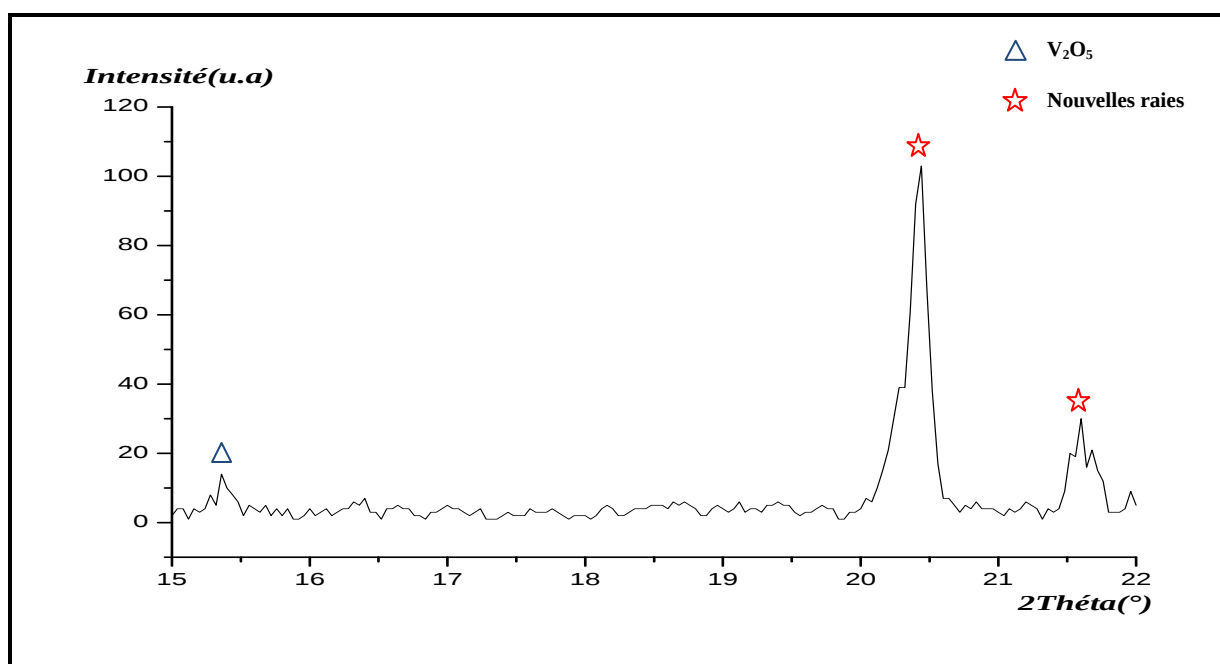


Figure II.8 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 + 20%(masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=285^\circ C$ recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Nous constatons que quels que soient la durée du recuit et la température de traitement thermique, les pics ($2\theta = 15,39^\circ$ et $26,5^\circ$) qui appartiendraient à V_2O_5 sont toujours présents.

Nous avons pensé qu'une certaine quantité d' I_2O_5 se serait décomposée durant le traitement thermique, et afin de la compenser nous avons ajouté 10, 15 et 20% d' I_2O_5 aux différents échantillons traités afin d'engager la réaction avec le support 'excès' de V_2O_5 . Le traitement thermique n'apporte aucun changement (**Fig. II.4 à Fig. II.8**) puisque le pic que nous attribuons à V_2O_5 est toujours présent sur diagramme de DRX.

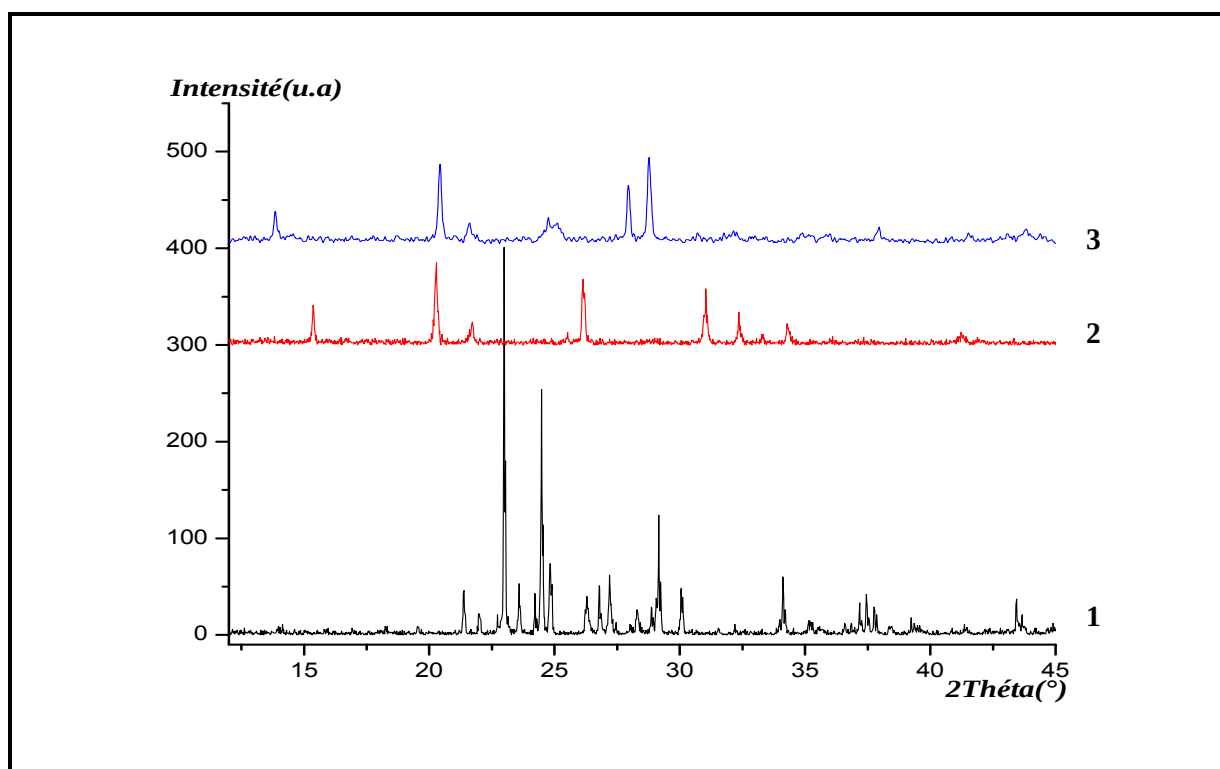


Figure II.9: Superposition de Spectre

1- I_2O_5

2- V_2O_5

3- 50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=280^\circ C$, durée d'exposition- $RX=30'$)

2) Influence du broyage :

Afin de favoriser la réactivité entre les deux composés, nous avons fait un broyage à haute énergie en atmosphère d'air de différentes durées.

2.1) Temps de broyage 30' :

<u>Tableau II.2</u>		
<i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
260(20h)	nouvelles raies	fig. II-10
300(recuit 20h)	nouvelles raies	fig. II-11

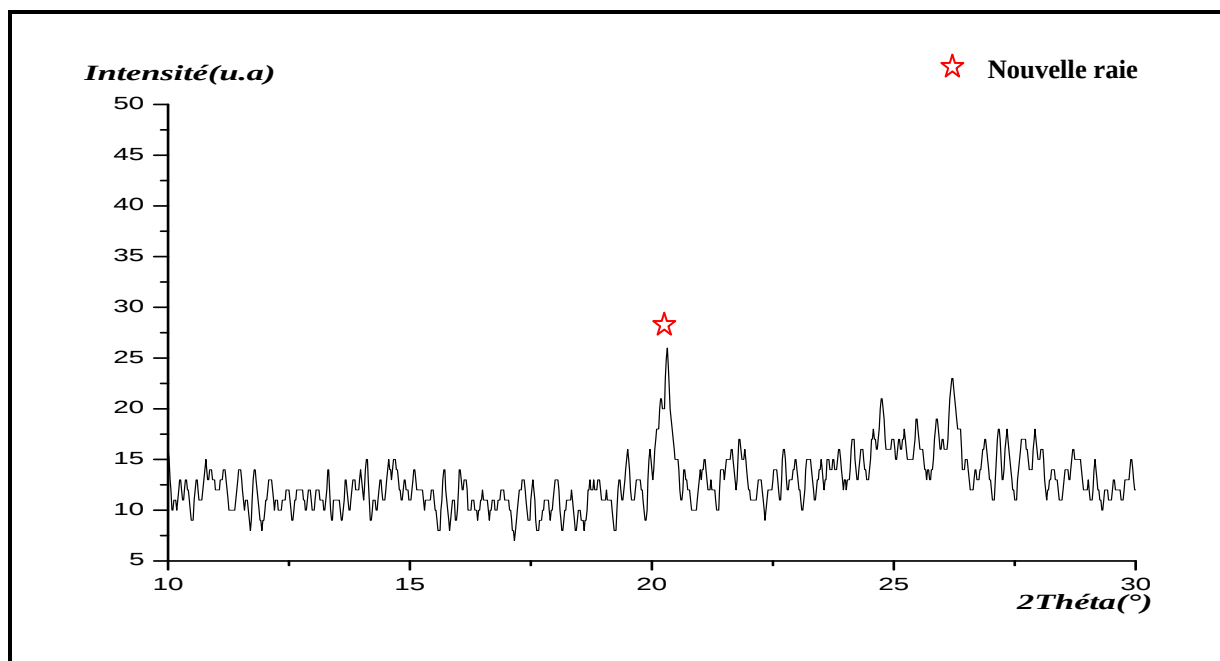


Figure II.10: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' ; $T=260^\circ\text{C}$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

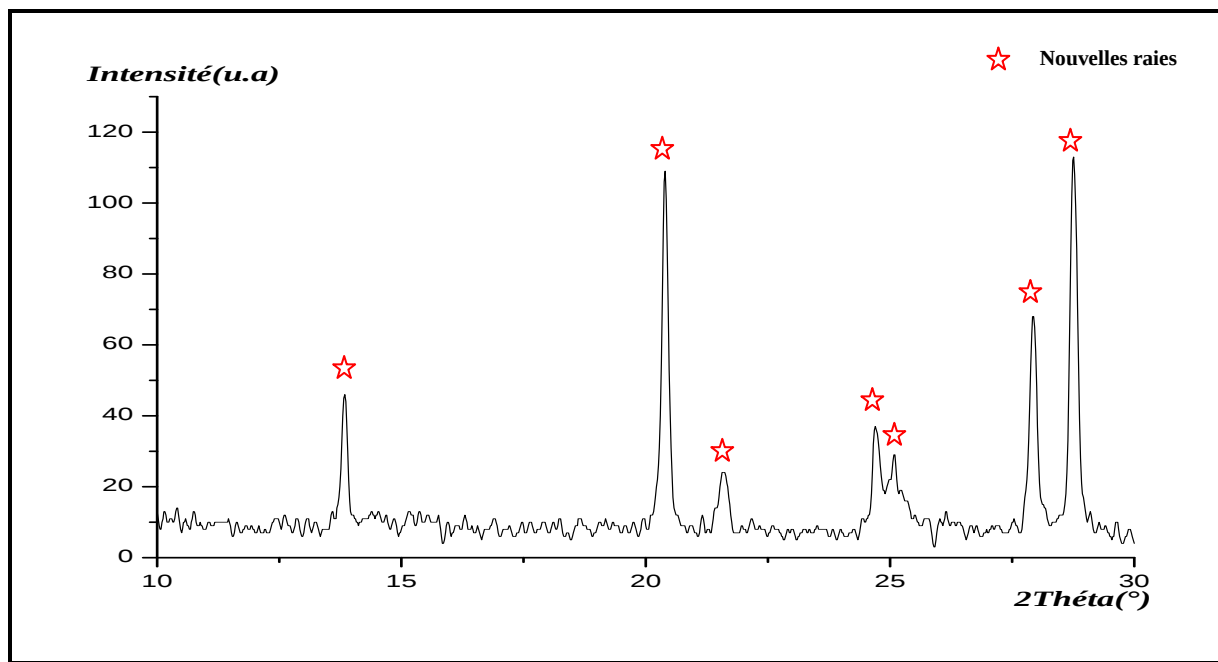


Figure II.11: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX=30')

2.2) Temps de broyage 3h30' :

<u>Tableau II.3</u>		
<i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
200(20h)	Phase amorphe	fig. II-12
280(17h)	Nouvelles raies, phase amorphe	fig. II-13
300(20h)	Nouvelles raies	fig. II-14

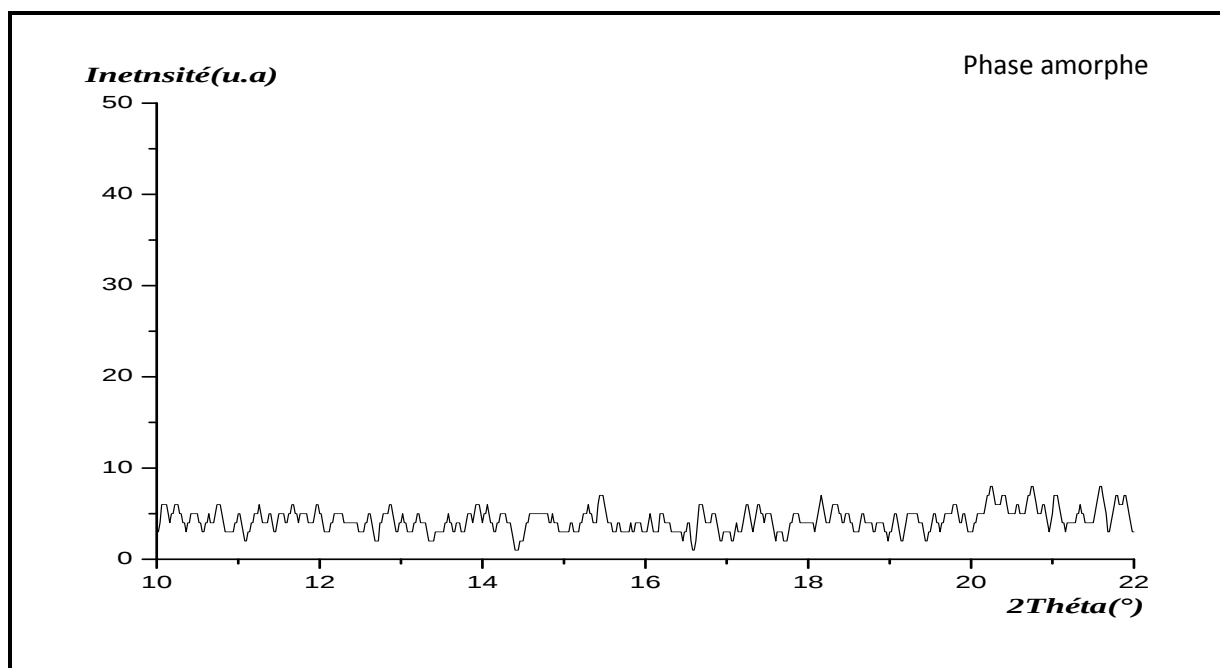


Figure II.12: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' ; $T=200^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition- $RX=30'$)

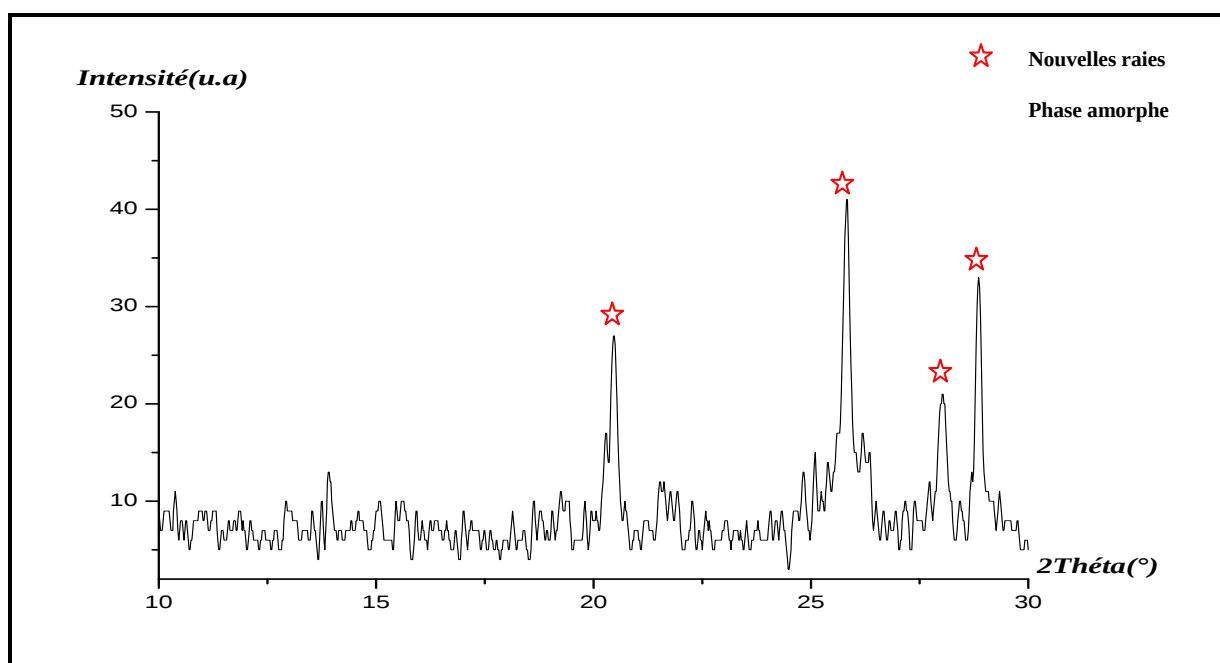


Figure II.13: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' ; recuit pendant 17h à $T=280^\circ C$, durée d'exposition- $RX=30'$)

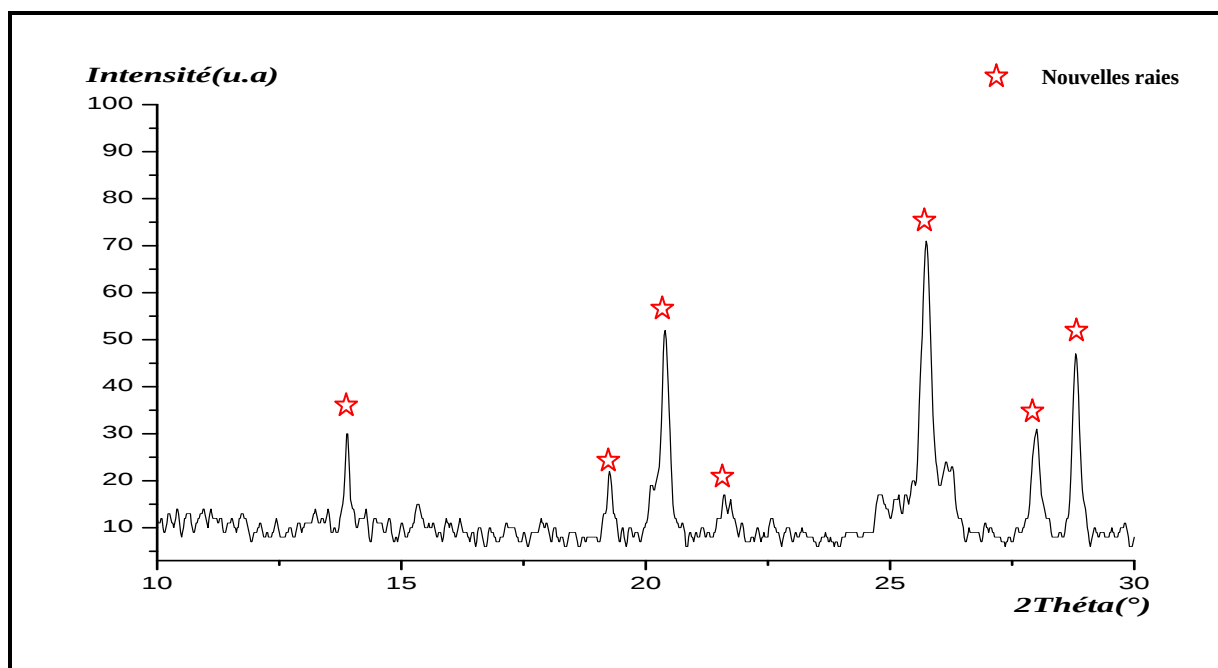


Figure II.14: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX=30')

2.3) Temps de broyage 5h :

<u>Tableau II.4</u>		
<i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
285(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	Fig. II-15
285(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	Fig. II-16

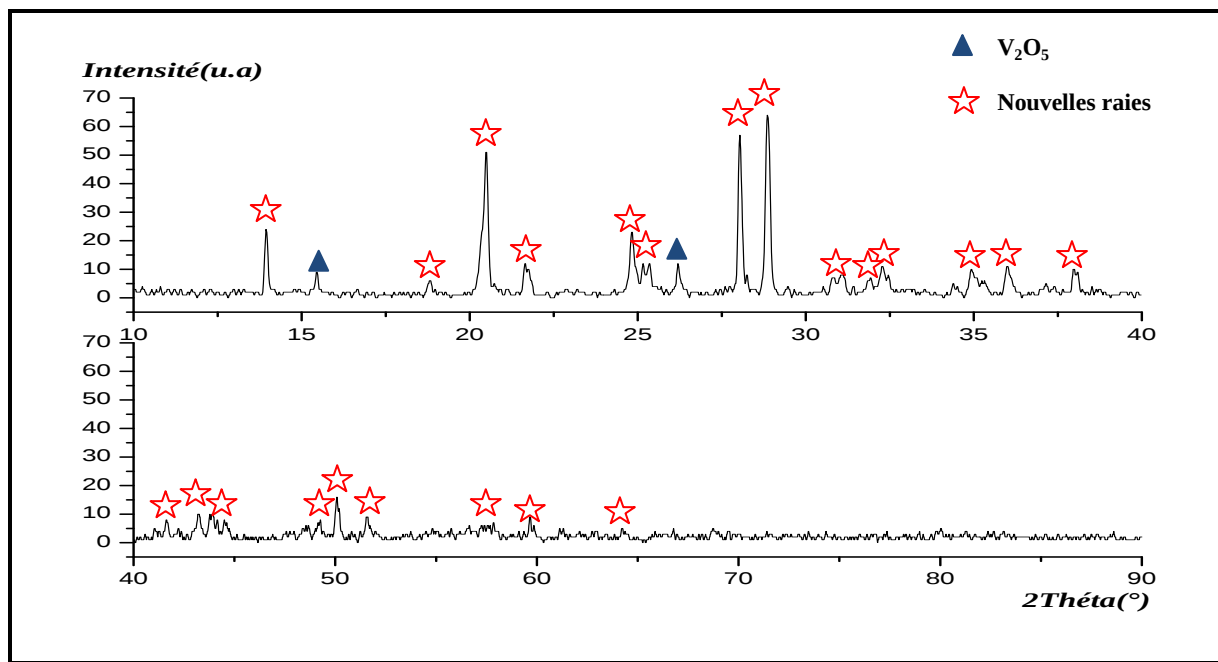


Figure II.15: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 5h $T=285^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=60')

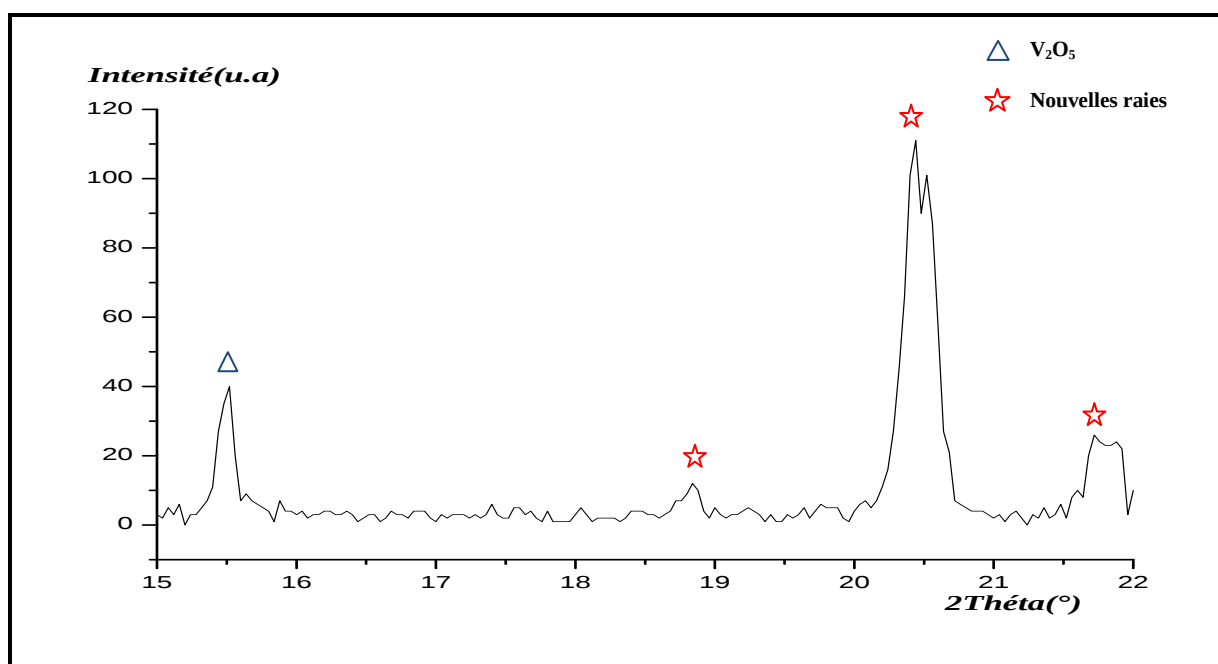


Figure II.16: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 5h $T=285^\circ C$ +20% (masse du mélange) de I_2O_5 recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Le pic à 15.39° qui appartiendrait à V_2O_5 existe pour les poudres broyées 5h tandis que les poudres broyées 30' et 3h30', le pic n'apparaît pas. Il faut cependant, préciser que le temps d'exposition aux rayons-X est insuffisant. Il faudra confirmer ce résultat par une longue exposition.

2.4) Broyage 30' en atmosphère d'oxygène :

Durant le broyage, à mesure que le temps augmente, la température à l'intérieur du conteneur s'élève ce qui peut causer la décomposition du pentoxyde diode.

Afin de pallier à un tel inconvénient, nous avons introduit de l'oxygène à la pression de 4 bars dans le conteneur.

<u>Tableau II.5</u> <i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
Non Traité	Phase amorphe	fig. II-17
200(20h)	Phase amorphe	fig. II-18
220(recuit 20h)	Phase amorphe	fig. II-19
260(recuit 20h)	Phase amorphe, Nouvelles raies	fig. II-20
280(recuit 20h)	Nouvelles raies	fig. II-21
300(recuit 20h)	Nouvelles raies, V_2O_5	fig. II-22

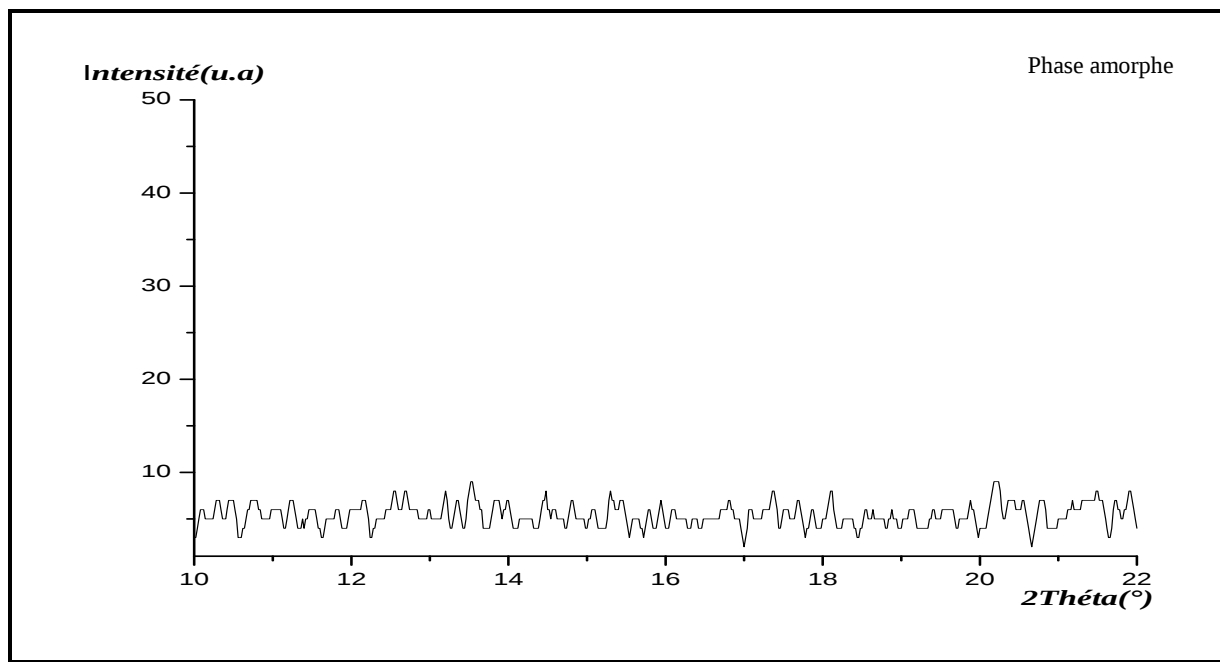


Figure II.17: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; sans traitement thermique, durée d'exposition-RX=30')

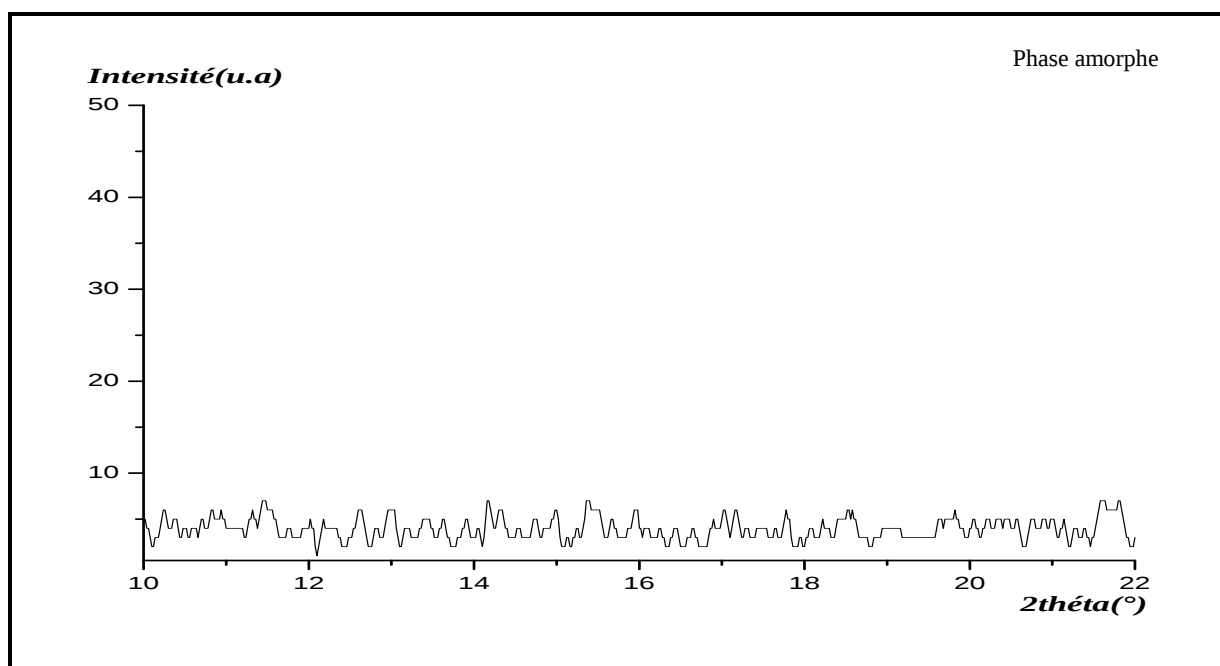


Figure II.18: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; $T=200^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

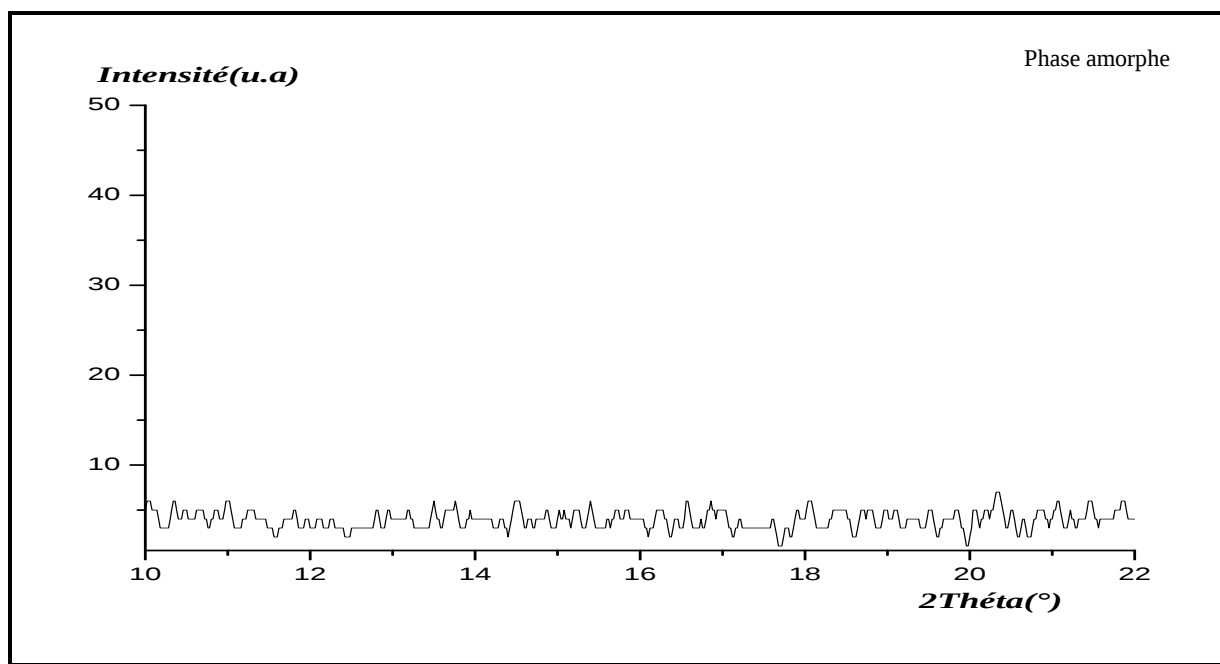


Figure II.19: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=220^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

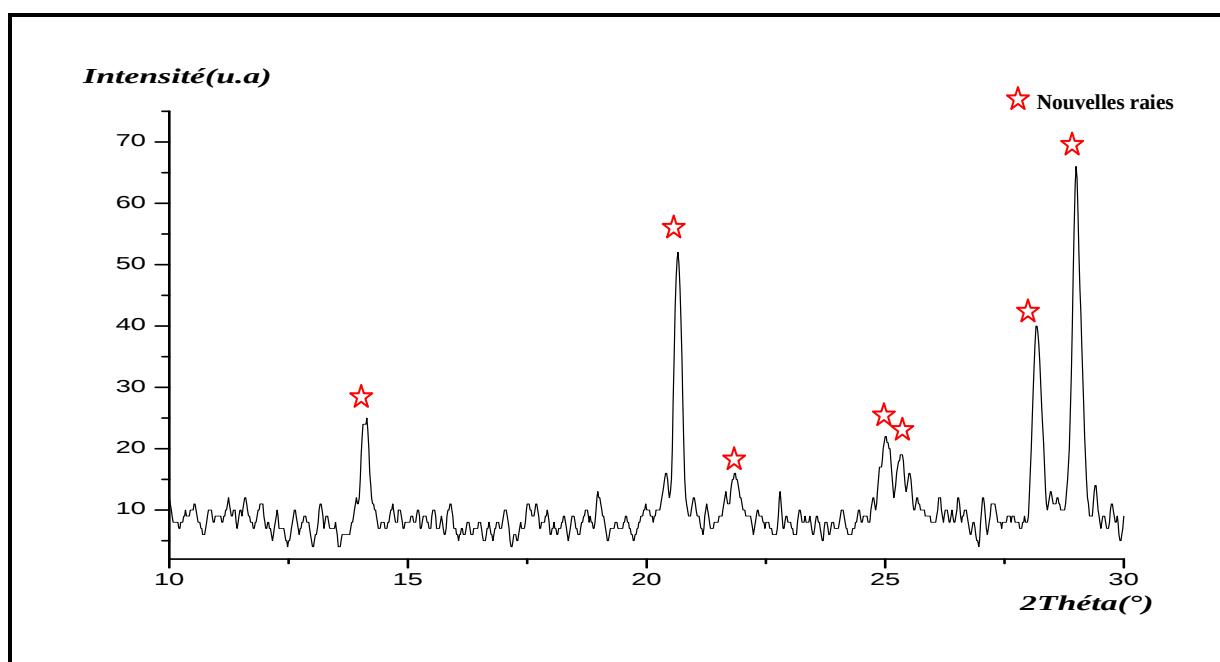


Figure II.20: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

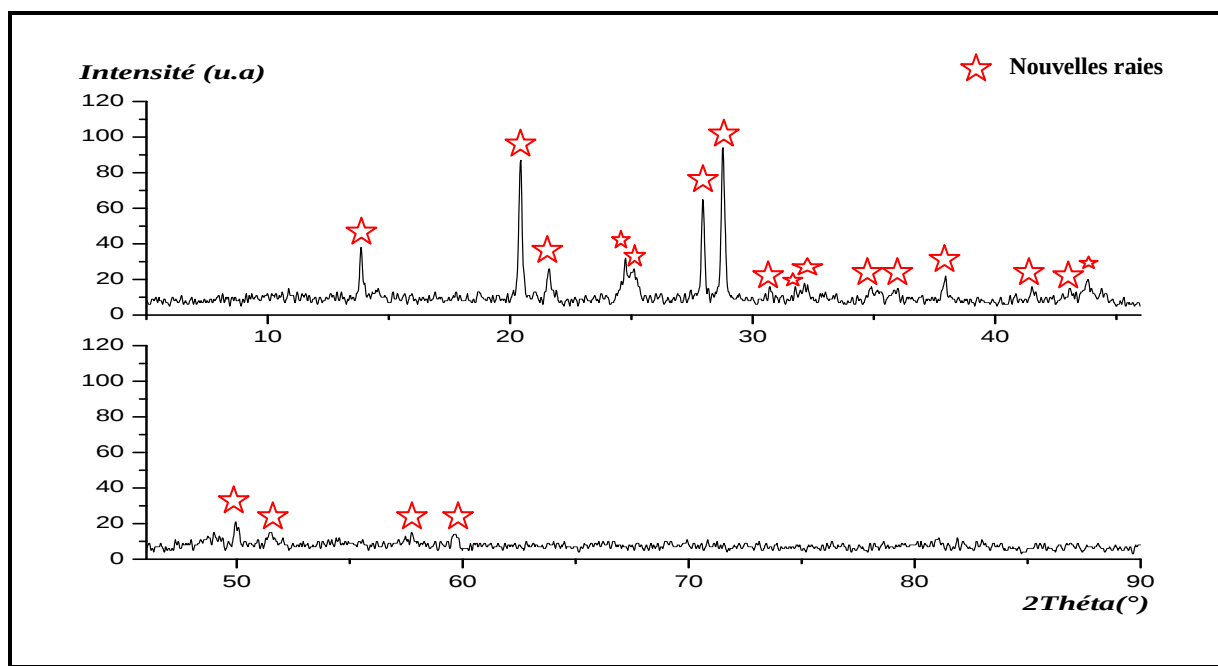


Figure II.21: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=280^\circ C$, durée d'exposition-RX=60')

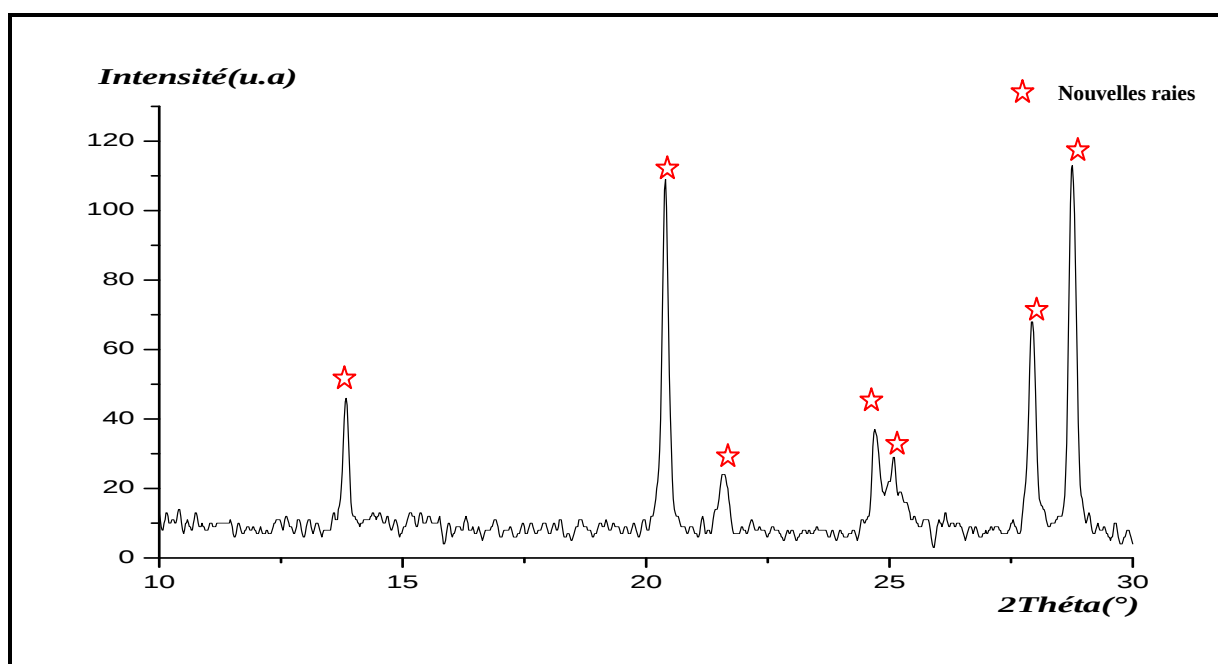


Figure II.22: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; Traité à $T=200^\circ C$ - puis recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Nous observons que la phase nouvelle apparaît seule même après un recuit de 20 heures à la température de 300°C, comparativement à l'échantillon broyé à l'air qui présente le pic à $2\theta=15,39^\circ$ (fig. II-10). Il faut cependant préciser qu'une exposition lente aux RX est nécessaire pour pouvoir confirmer sa disparition dans les échantillons broyés.

2.5) Broyage sous atmosphère d'oxygène 3h30' :

<u>Tableau II.6</u>		
<i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
Non Traité	Phase amorphe	fig. II-23
200(20h)	Phase amorphe	fig. II-24
220(recuit 20h)	Phase amorphe	fig. II-25
260(recuit 15h)	Phase amorphe	fig. II-26
260(20h)	Phase amorphe	fig. II-27
260(recuit 20h)	Phase amorphe	fig. II-28
260(recuit 40h)	Phase amorphe	fig. II-29

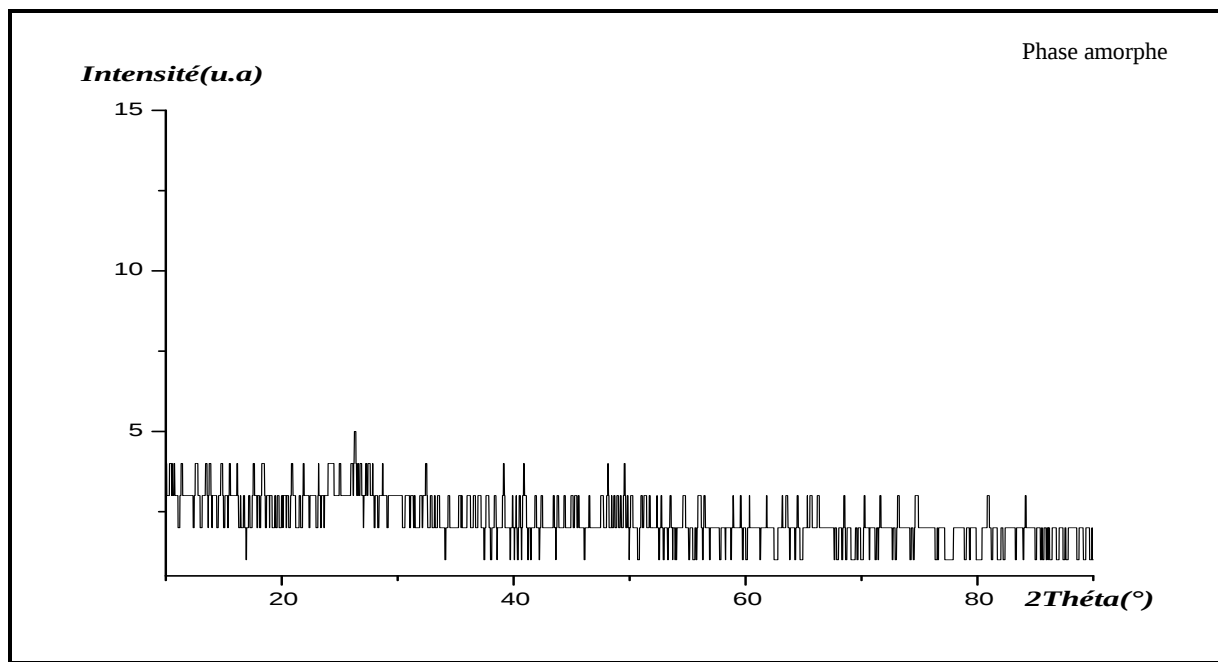


Figure II.23: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 sans traitement, durée d'exposition-RX=30')

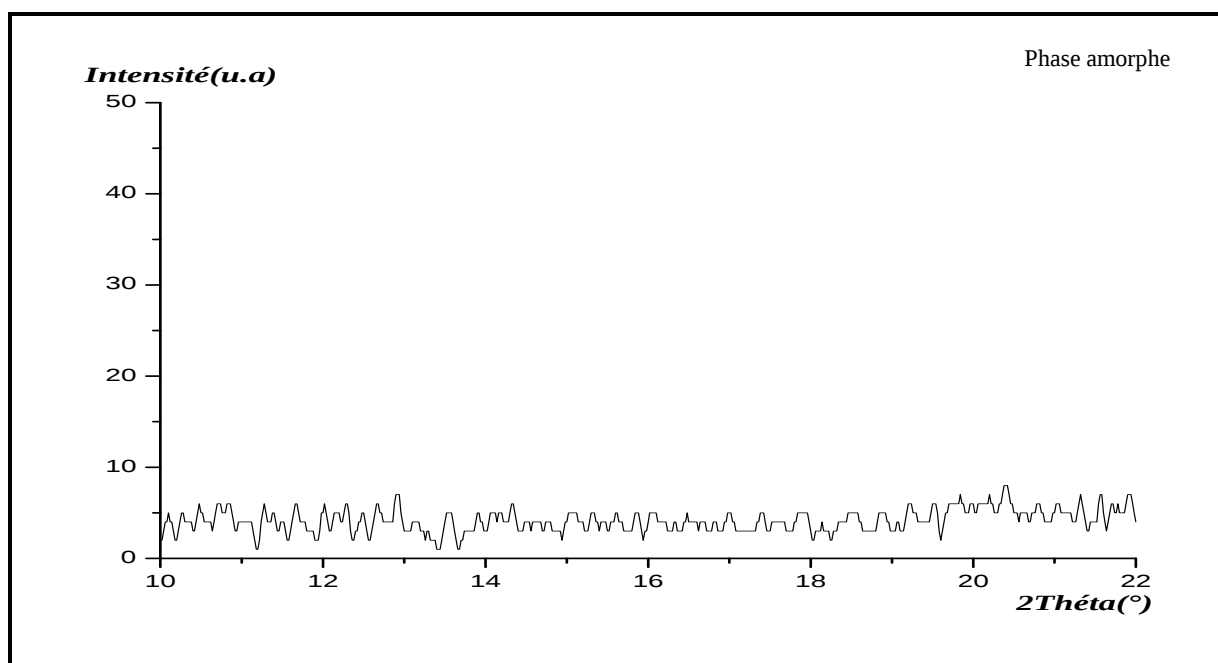


Figure III.24: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; traité à $T=200^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

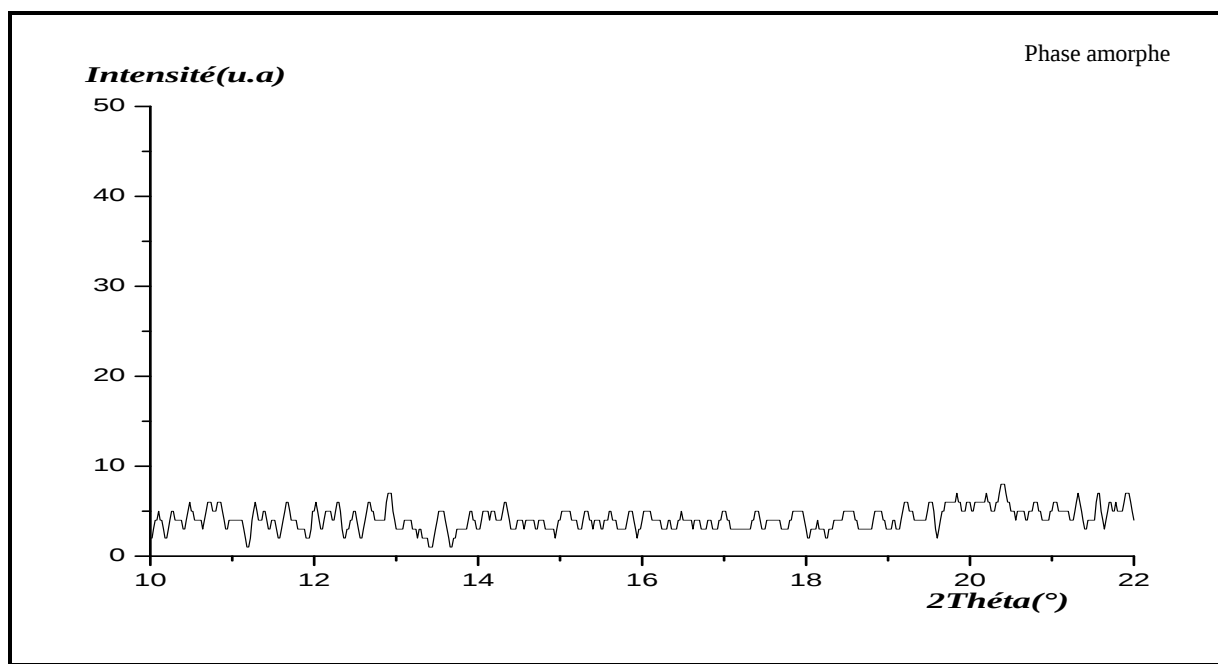


Figure II.25: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=220^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

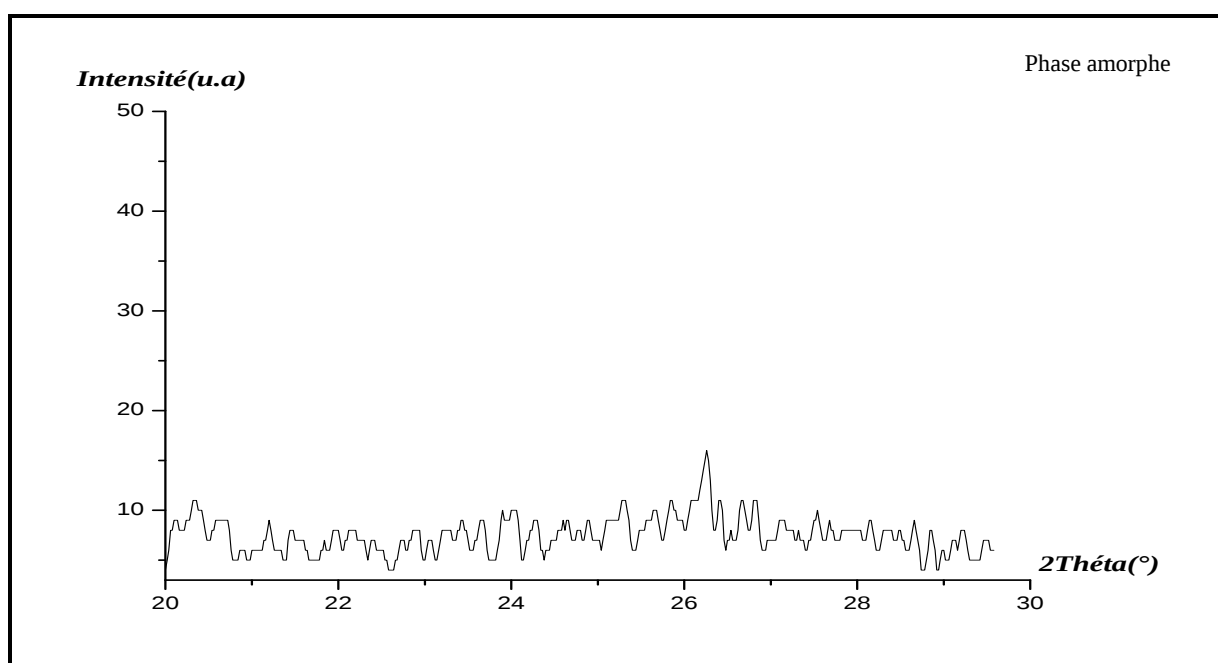


Figure II.26: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; traité à $T=200, 220$ puis $260^\circ C$ pendant 15h, durée d'exposition-RX=30')

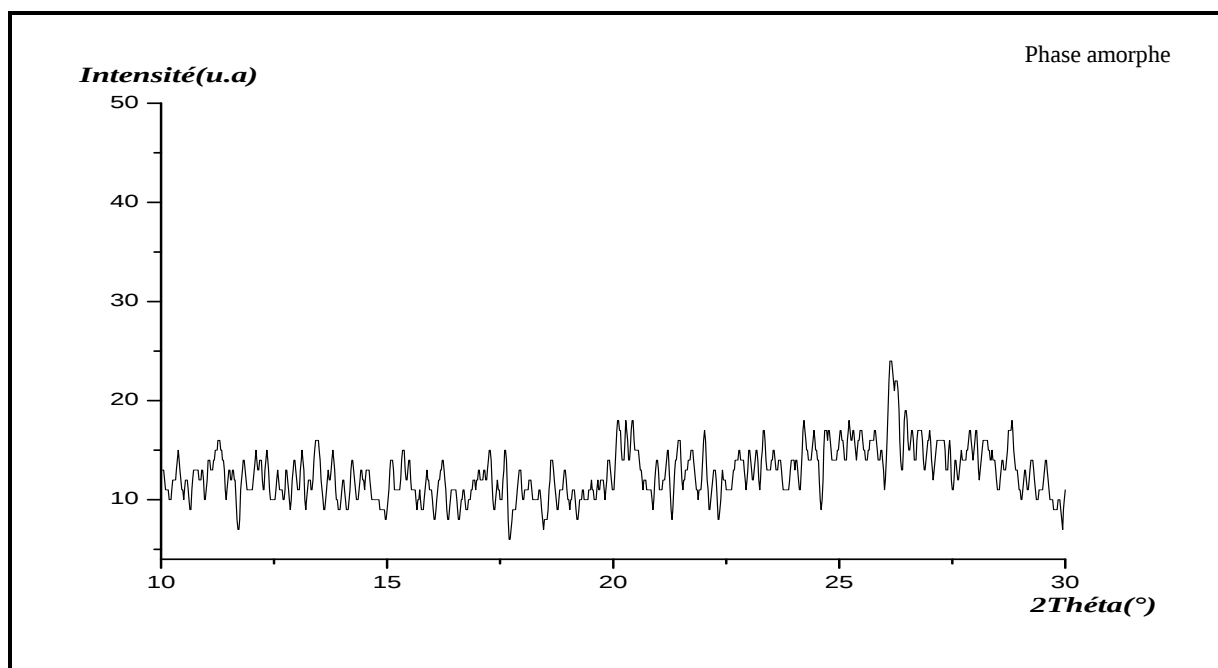


Figure II.27: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; traité pendant 20h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

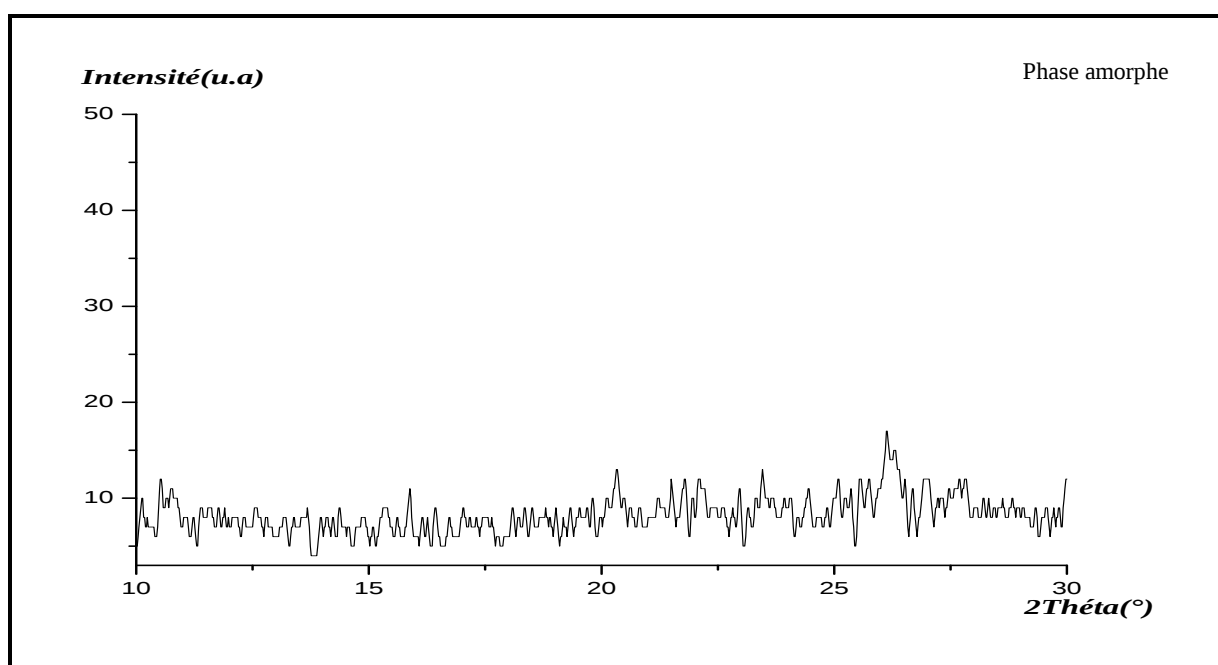


Figure II.28: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

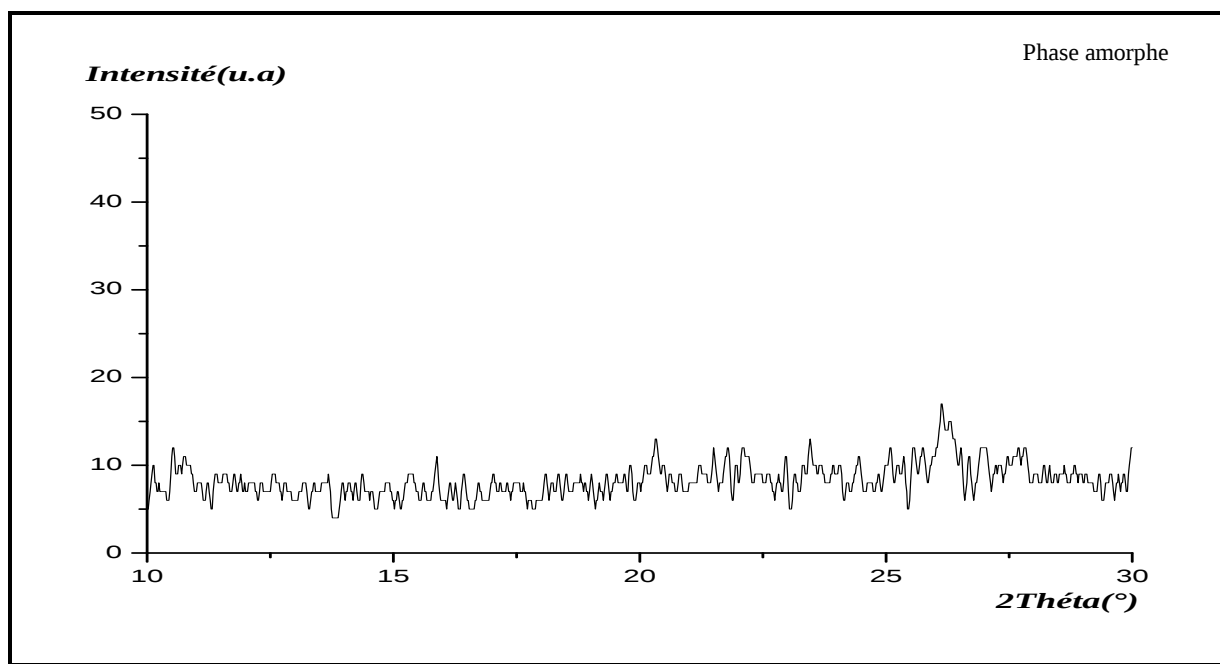
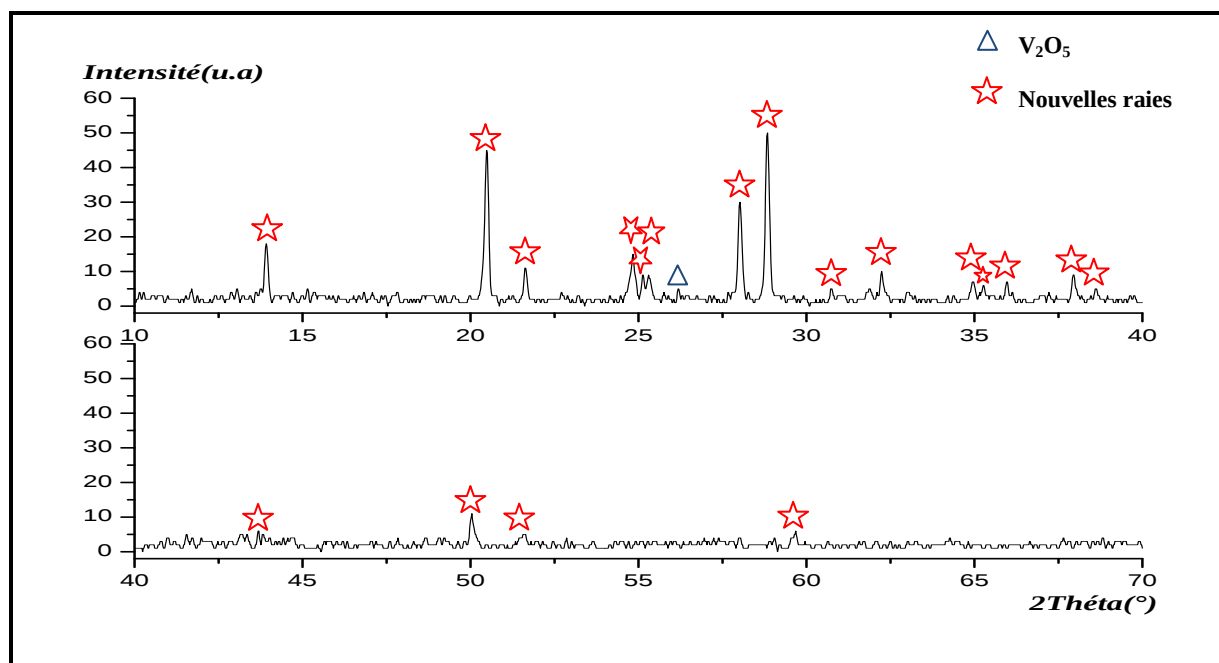


Figure II.29: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; recuit pendant 40h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

L'échantillon broyé 3h30' et traité à $260^\circ C$ ne permet pas l'apparition de la phase nouvelle contrairement à celui qui a été broyé 30'. L'augmentation du temps du broyage en atmosphère d'oxygène ne favorise pas la réaction entre les deux composés. On note cependant une 'patate' caractéristique de la structure des verres (**fig. II.27**).

B) La composition 37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 **Tableau II.7***Phases caractérisées par diffraction de rayons-X*

<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
300(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-30
300(recuit 20h)	Nouvelles raies	fig. II-31
300(recuit 40h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-32
300(recuit 60h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-33
300(recuit 100h)	Nouvelles raies	fig. II-34
300(recuit 120h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-35

**Figure II.30** : Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; traité à $T=300^\circ\text{C}$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=60')

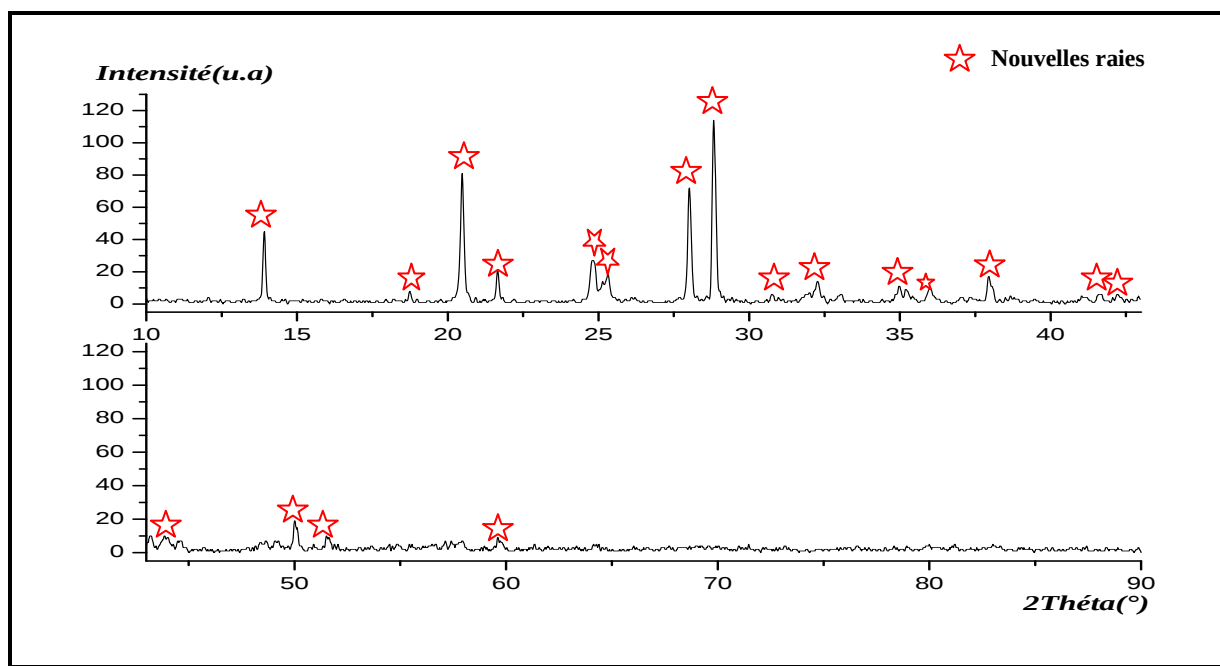


Figure II.31 : Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=60')

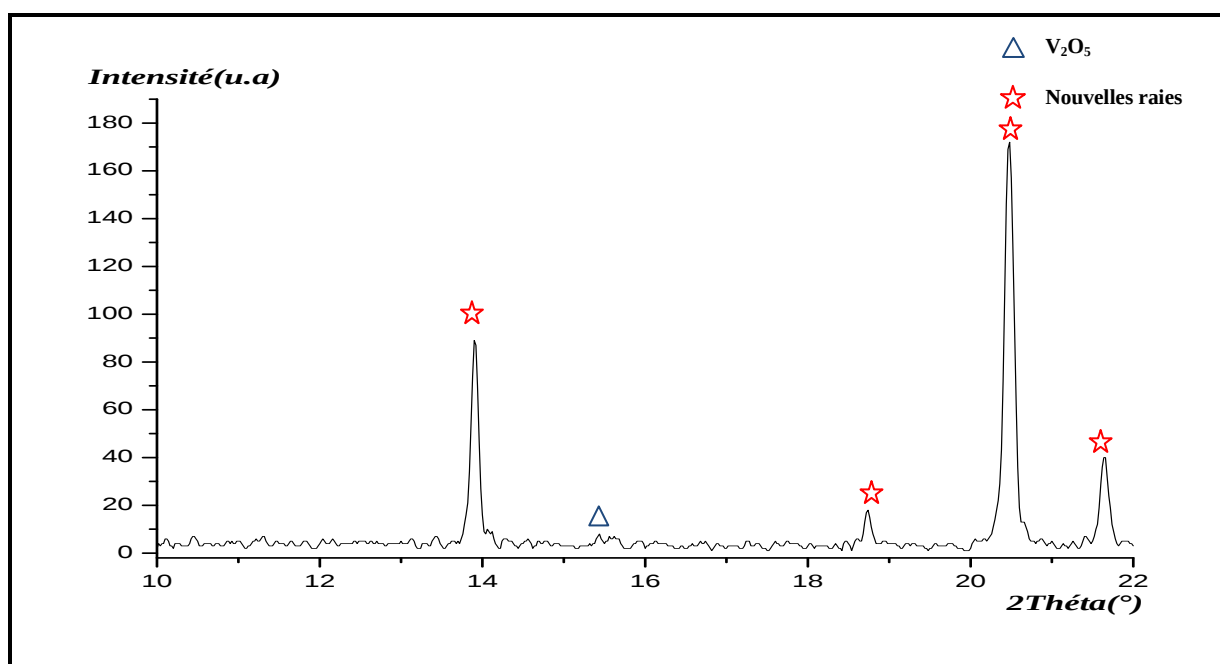


Figure II.32 : Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 40h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

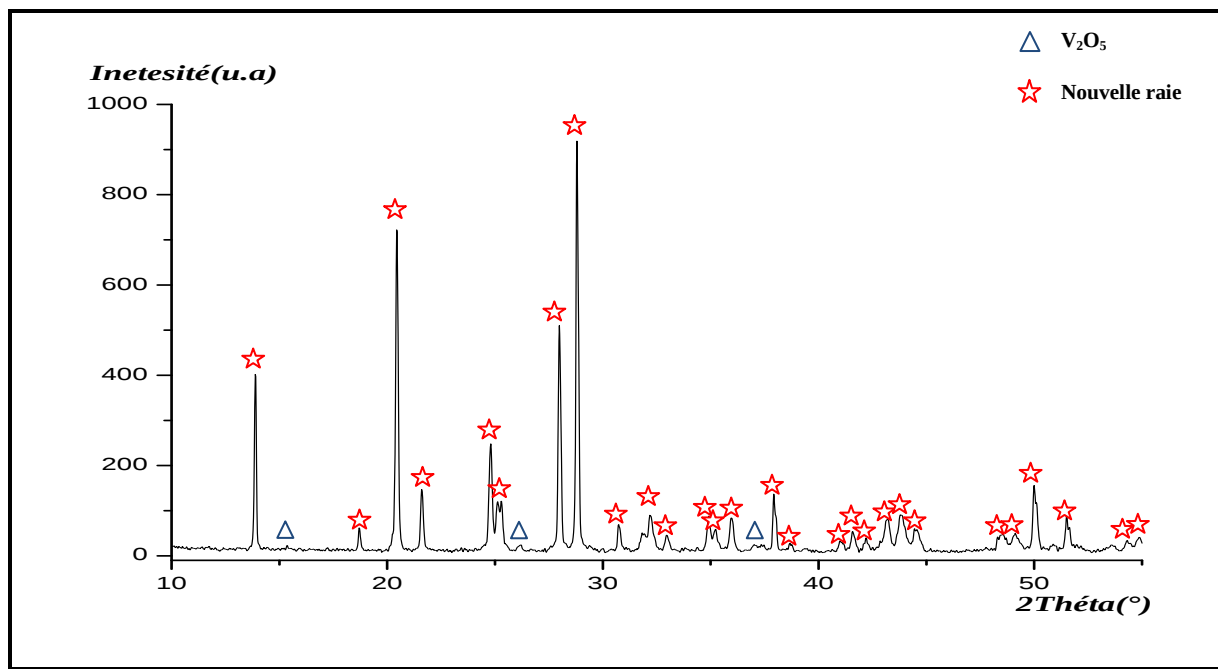


Figure II.33: Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; Recuit pendant 60h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=6h)

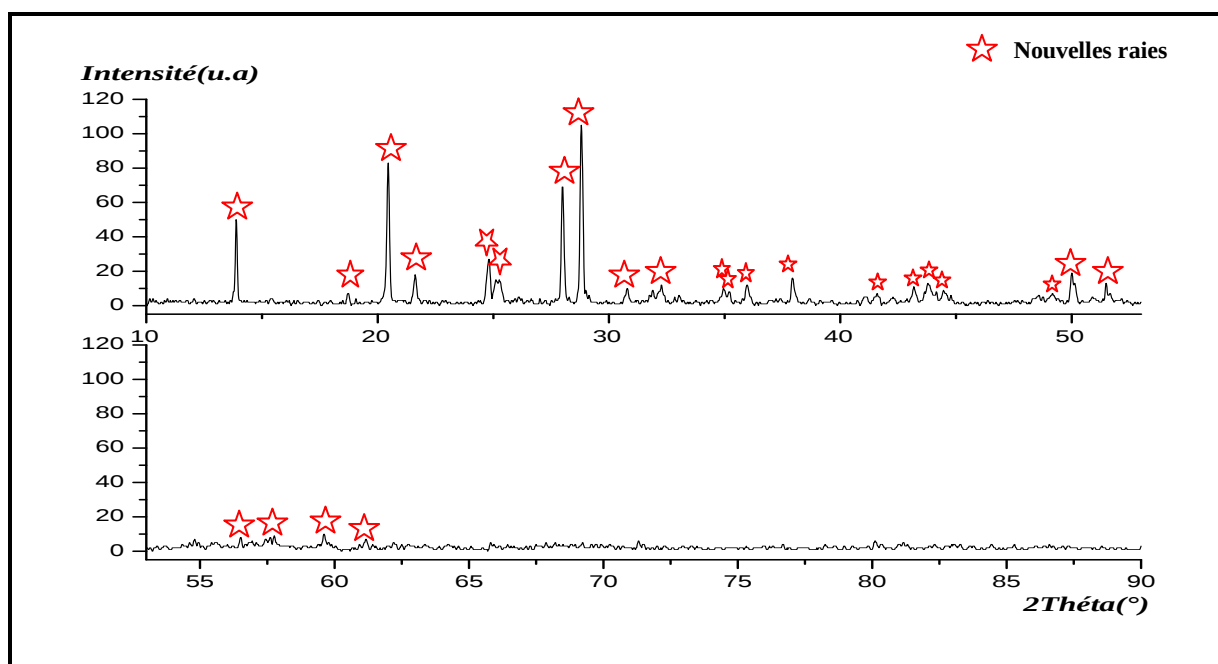


Figure II.34: Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 100h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=60')

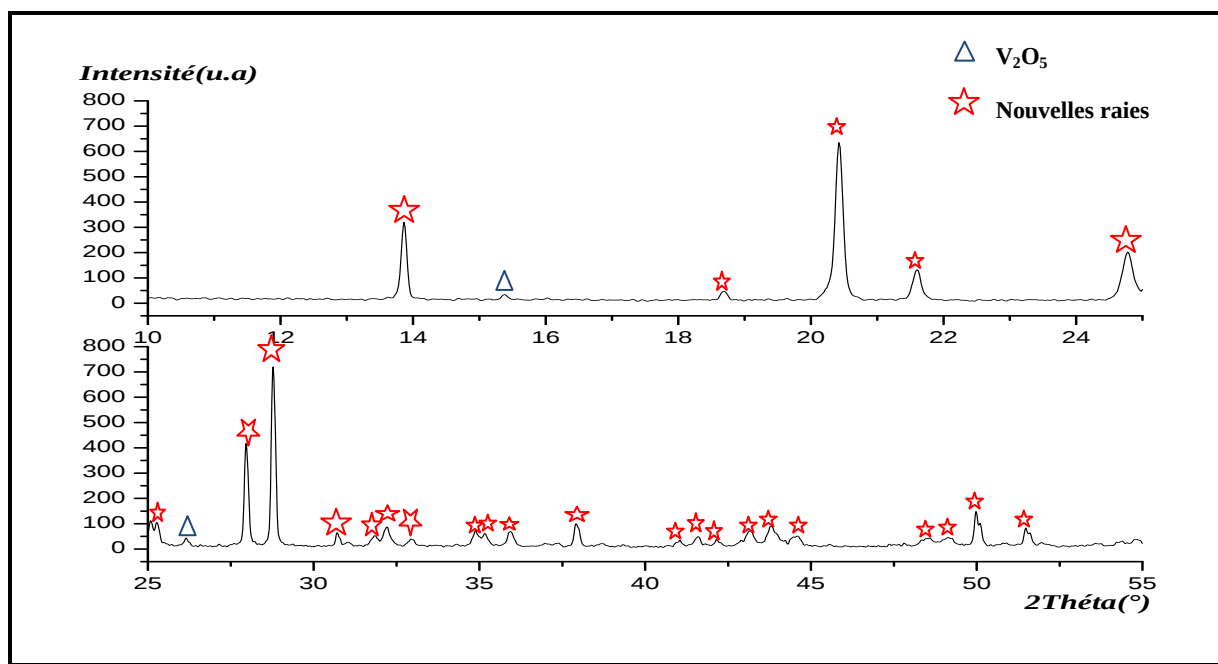


Figure II.35: Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 120h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX=5h)

C) La composition 25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5

1) Influence de la température et du temps du recuit :

<u>Tableau II.8</u>		
<i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
300(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-36
300(recuit 20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-37
300(recuit 40h)	Nouvelles raies	fig. II-38

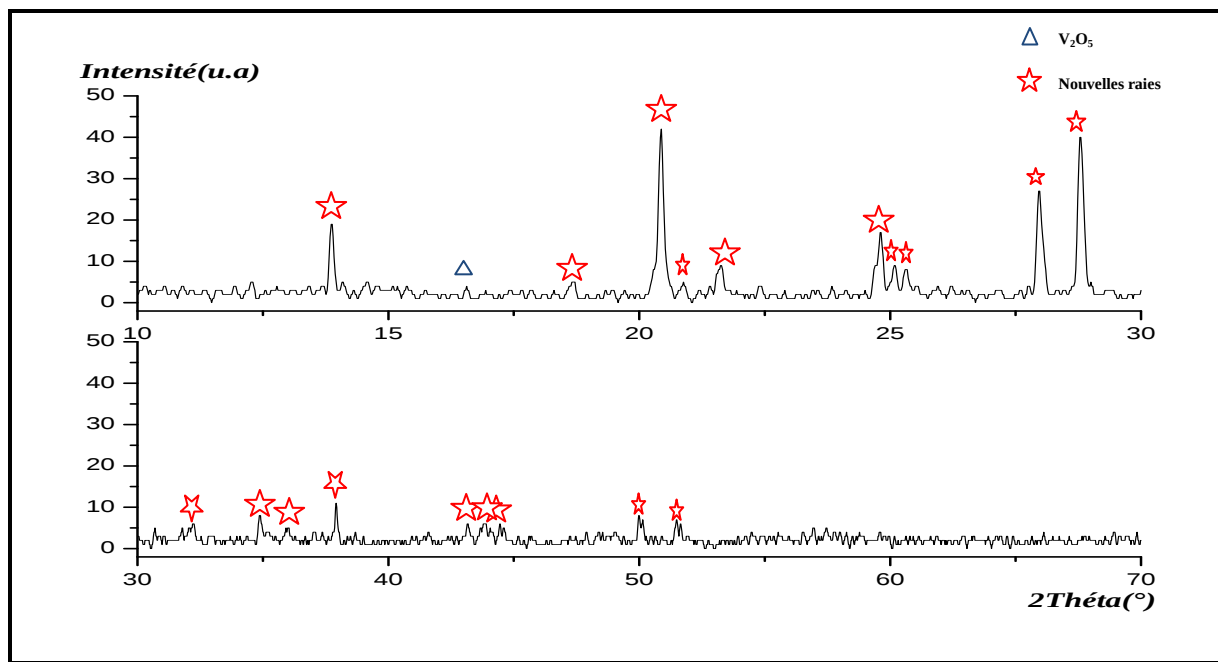


Figure II.36: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; traité à $T=300^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=60')

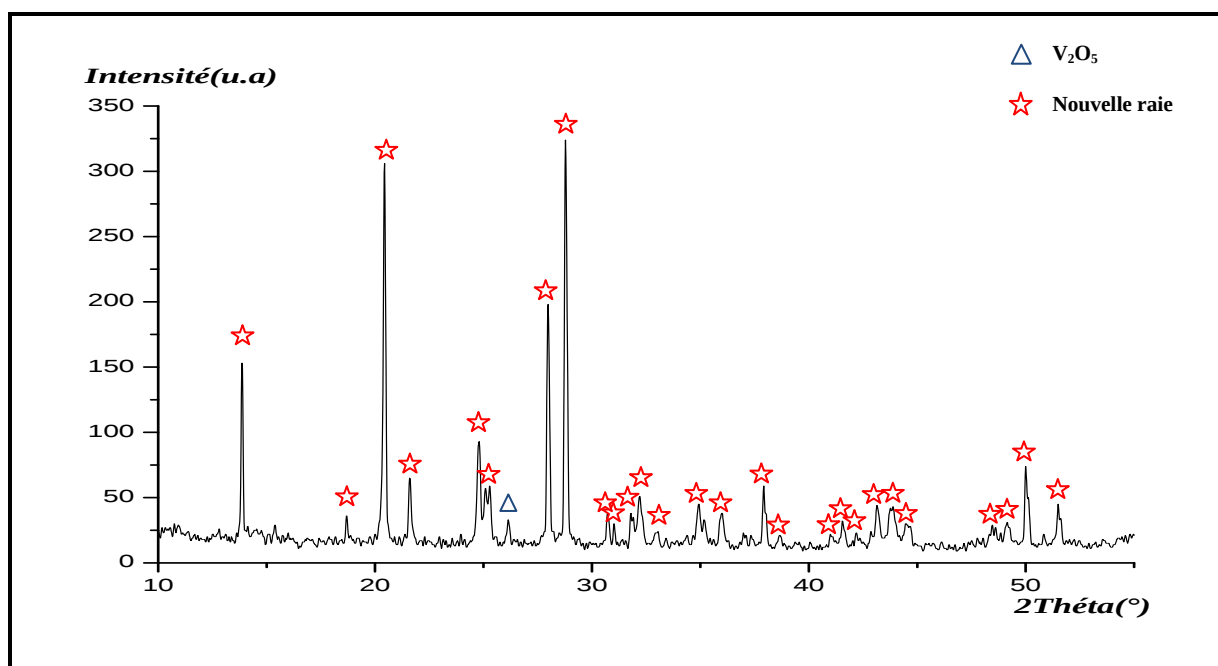


Figure II.37: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=2h)

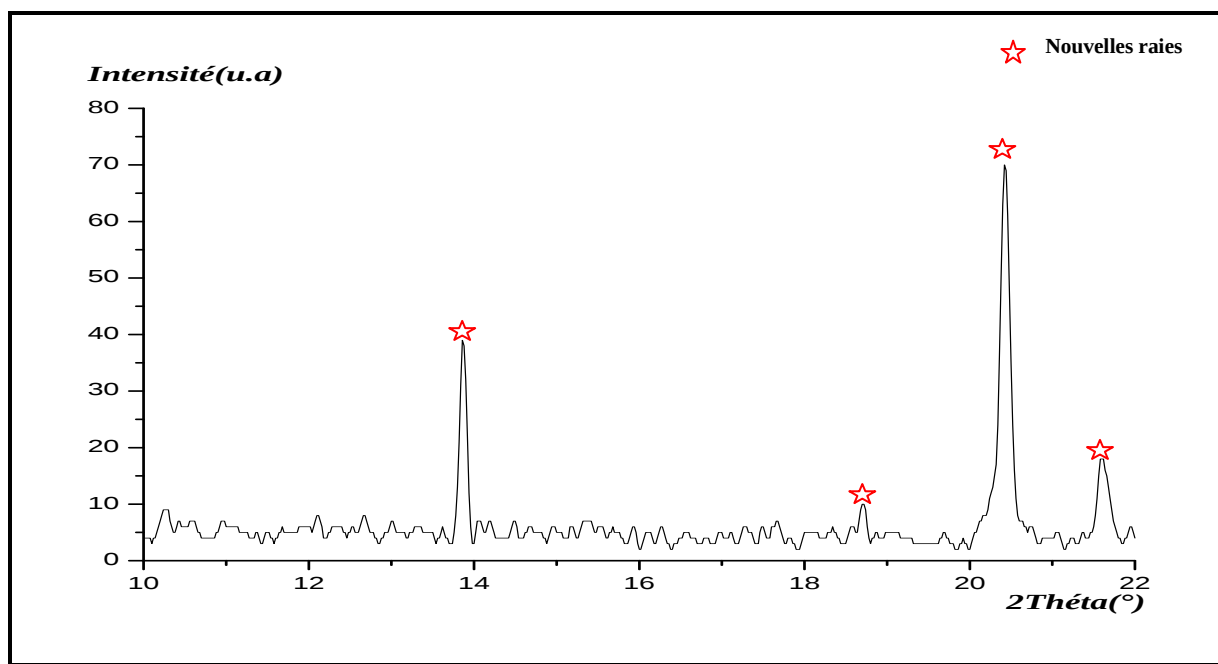


Figure II.38: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; recuit pendant 40h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX=30')

2) Influence du broyage :

2.1) Temps du broyage 5h:

<u>Tableau II.9</u>		
<i>Phases caractérisées par diffraction de rayons-X</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>Phases</i>	<i>Figures</i>
340(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-39
340, recuit à 300(20h)	V_2O_5 , nouvelles raies	fig. II-40

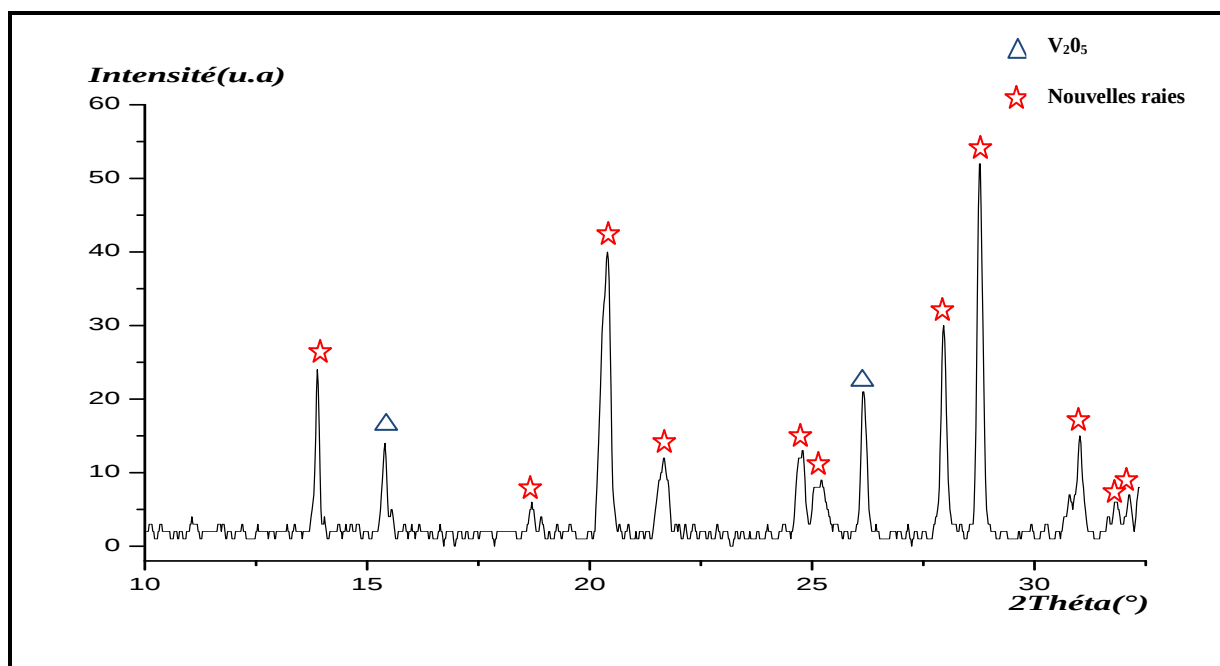


Figure II.39: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; broyé 5h ; traité à $T=340^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition- $RX=30'$)

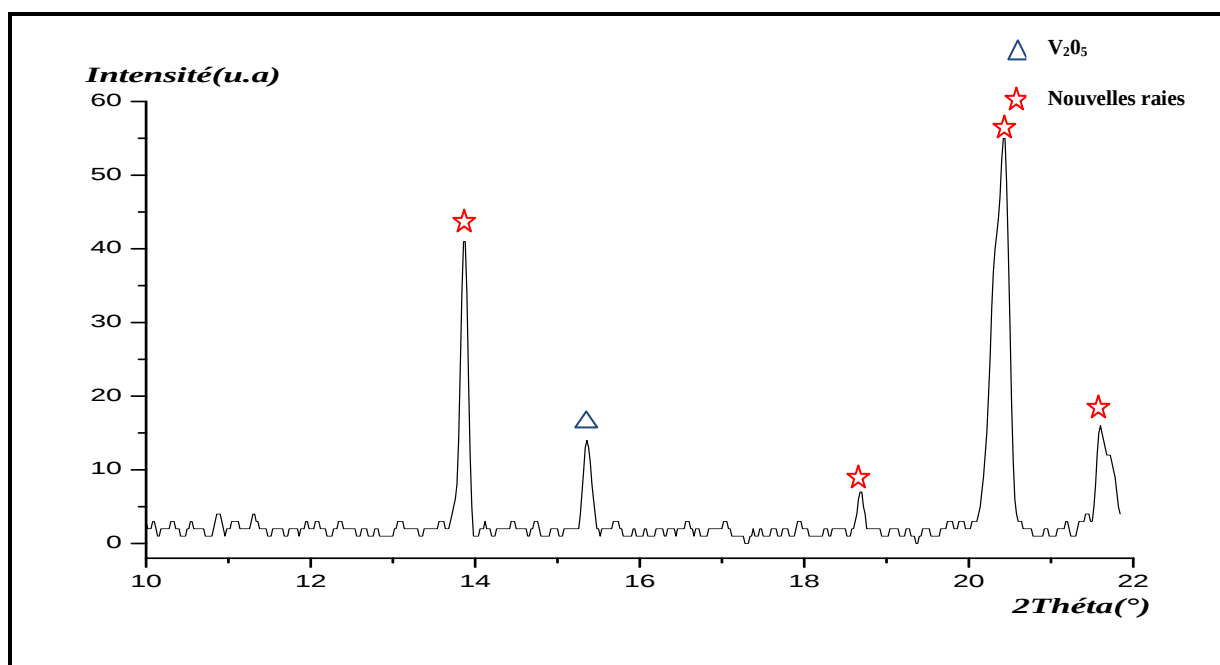


Figure II.40: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; broyé 5h +10% de I_2O_5 (masse du mélange), recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition- $RX=30'$)

II-2-/ Discussion des résultats

A) Influence du broyage

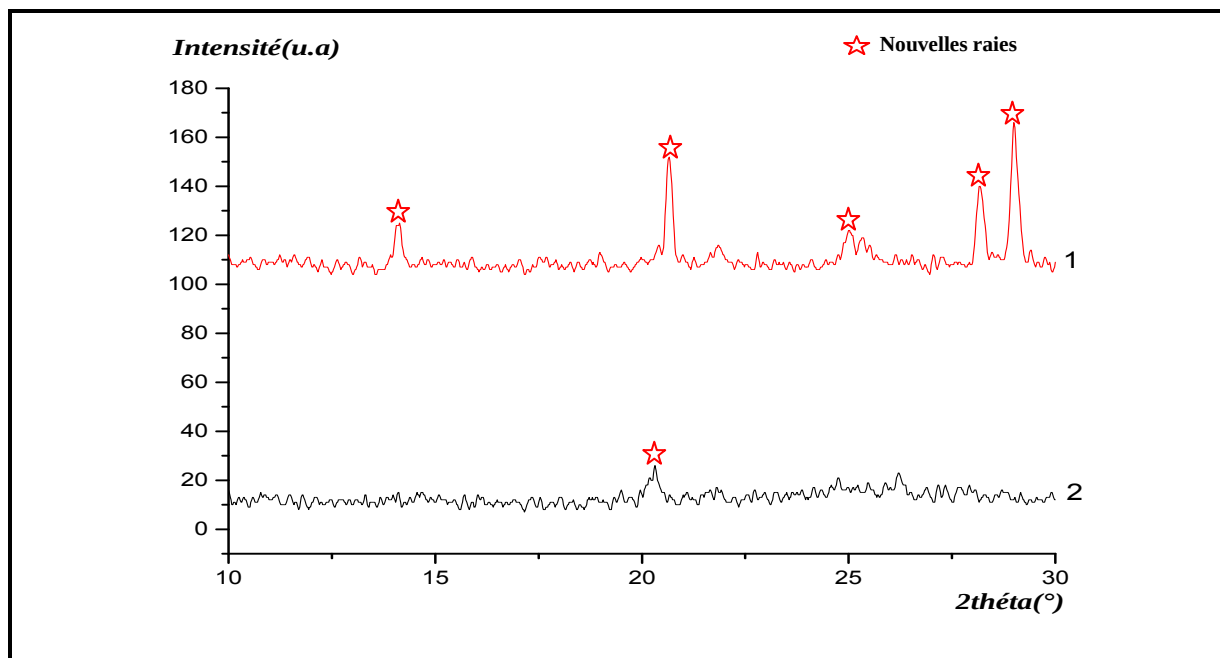


Figure II.41: Superposition de Spectres 50% de V_2O_5 –50% de I_2O_5

1-Broyé 30' sous O_2 , traité à 200, 220 puis $260^\circ C$ pendant 20h.

2-Broyé 30' traité à $260^\circ C$ pendant 20h.

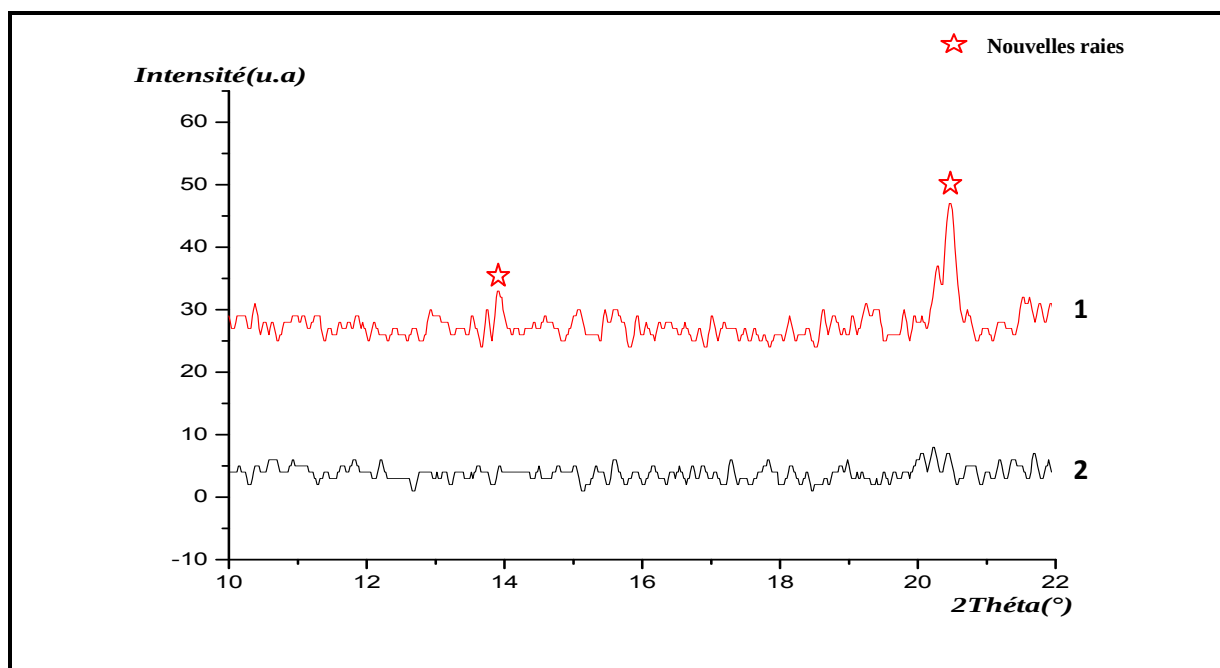


Figure II.42: Superposition de Spectres 50% de V_2O_5 –50% de I_2O_5

1- broyé 3h30' traité à $280^\circ C$ pendant 17h

2- broyé 3h30' sous O_2 traité à 200, 220 puis $260^\circ C$ pendant 15h

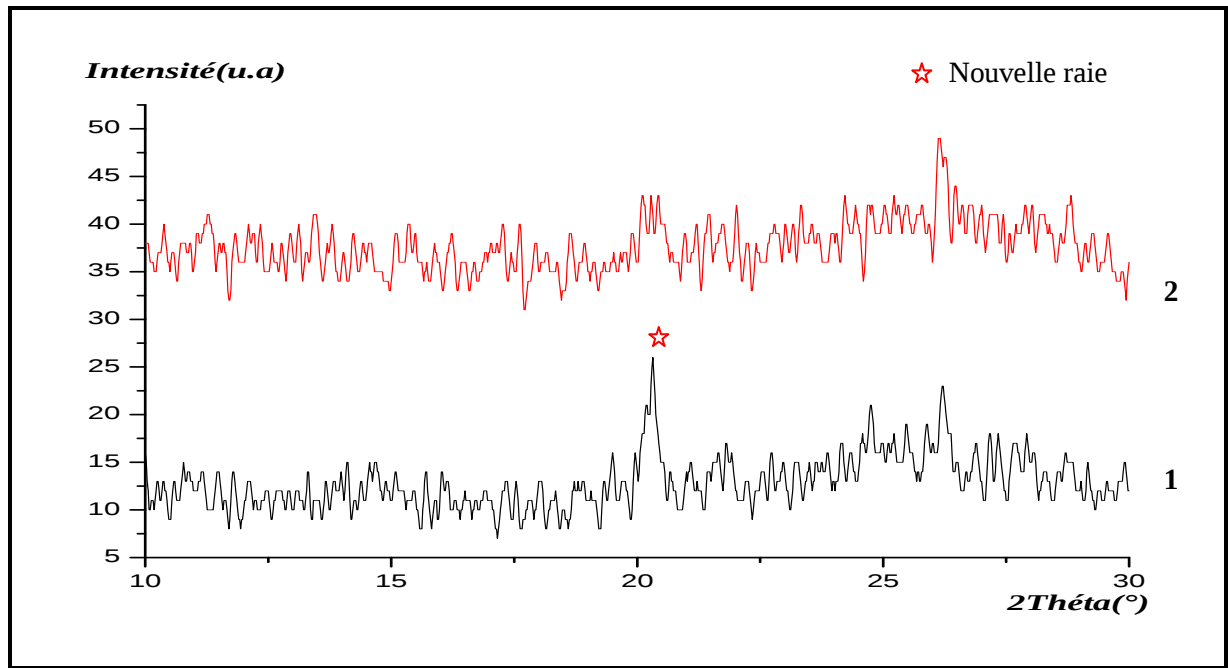
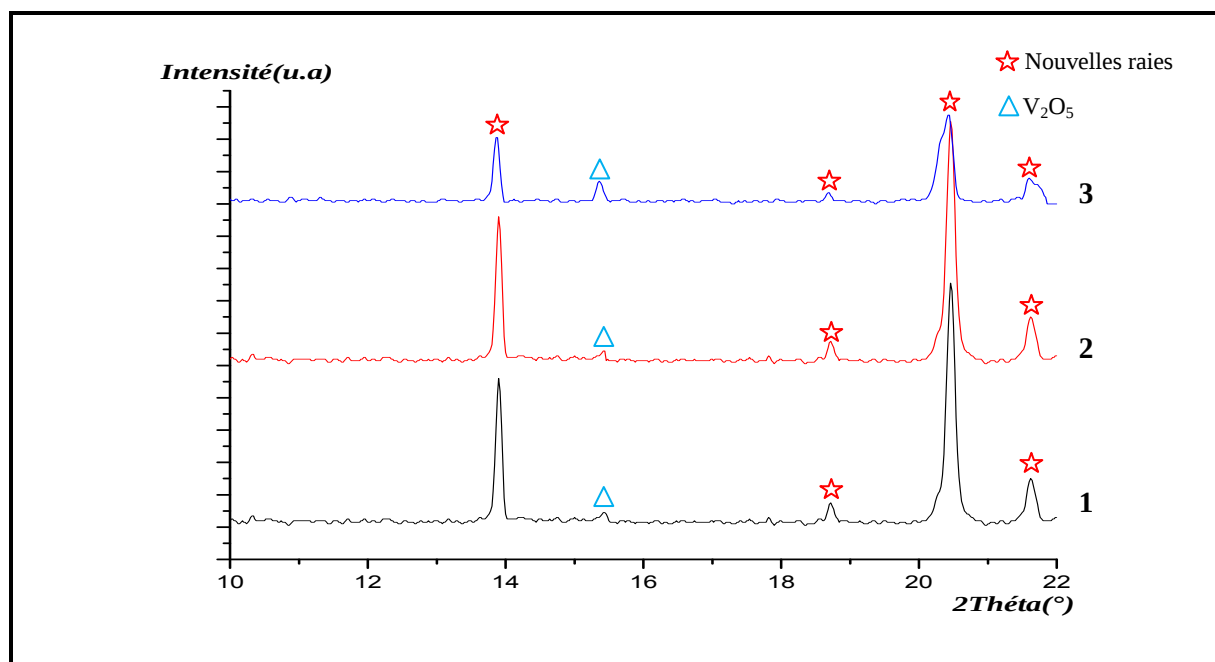


Figure II.43: Superposition de Spectres 50% de V_2O_5 –50% de I_2O_5

1-Broyé 30 et traité à 260°C pendant 20h

2-Broyé 3h30'sous O_2 et traité à 260°C pendant 20h

Le broyage à haute énergie permet la formation d'un matériau à structure caractéristique du verre (**fig. II-43**) qui disparaît à partir de la température de 260°C (**fig. II.41**). Le traitement thermique permet une recristallisation du réseau, rendu amorphe par le broyage.

B) Influence du % de I_2O_5 **Figure II.44:** Superposition de Spectre

1-50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$

2- 37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$

3-25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; broyé 5h +10% de I_2O_5 (masse du mélange), recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$

On observe **fig. II.44** que quel que soit le pourcentage(%) molaire en I_2O_5 , nous obtenons les mêmes spectres que la composition équimolaire du système (**spectre(1) fig. II.44**). Le pic situé à $2\theta=15,39^\circ$, attribué à V_2O_5 , apparaît toujours. Un tel pic semble ne pas être lié à un déficit éventuel en I_2O_5 par rapport à V_2O_5 durant le traitement thermique.

Le recuit de longue durée (**fig. II.35**), favorise l'apparition de ces deux pics. De tels constats laissent penser que les deux pics apparentés à V_2O_5 traduiraient un phénomène de surstructure en raies du réseau.

Conclusion

Conclusion :

Nous avons mis en évidence l'existence d'une nouvelle phase, et mis au point les conditions expérimentales de composition, de température et de broyage favorables à sa formation. Cependant il reste à préciser si les pics à $2\theta=15.39^\circ$ et $2\theta=26^\circ$ sont des raies de surstructure ou appartiennent à une autre phase.

Par ailleurs, le broyage à haute énergie permet la préparation aux températures inférieures à 260°C d'une phase amorphe de structure comparable à celle d'un verre. Un tel matériau est très intéressant pour son potentiel de transparence optique.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] : **Cyrille VARONA**, *Thèse de doctorat*, croissance cristalline et caractérisation de nouveaux matériaux pour microlasers bleu et infrarouge, Université Pierre Marie Curie, 08 Décembre 2006.
- [2]: **J.G.Bergman, Jr, G.Boyd, A.Ashkin, S.K.Kurtz** ; Journal of applied physics 40,7,2860, (1969).
- [3]: **P.N. Butcher, D. Cotter**; *The Elements of Non Linear Optics*, (Ed: Cambridge University Press), Cambridge, (1990).
- [4] : **Gassem Aissa**, *Thèse de doctorat des sciences*, Ingénierie de nouveaux matériaux pour l'optique non linéaire quadratique. Les halogénothiocyanates, 14 juin 2006.
- [5] : **P.PASCAL**. Nouveau Traité de Chimie Minérale. Ed. Masson. Et CIE, 1960, Tome XVI, pp 589-593
- [6]: **KARI SELTE and ARNE KIEKSHUS**. Iodine Oxides, Part III, The Crystal Structure of I_2O_5 .
- [7] : **P. PASCAL**. Nouveau Traité de Chimie Minérale. Ed. Masson. Et CIE. 1958, Tome XII, pp 167-206
- [8]: **SCHAFARIK**. Ann. Chimie Physique. [3]-55-483-1859 ; Sitzb. Akad. Wien. 33-16-1858; 47-252-1863.
- [9]: **PRANDTL et BLEYER**. Ber. 65-152-1910.
- [10]: **WEDEKIND et HORST**. Ber. 45-262-1912.
- [11]: **PRANDTL**. In Gmelin Krauts Handbuch. [3]-2-85-1908.
- [12]: **CARNELLEY. J.** CHem. Soc. 33-273-1878.
- [13]: **R. Enjalbert et J. Galy**. Acta Crystallographica C, 1986, 11, p. 1467

[14] : Astrid. GIES. *Thèse de doctorat*, Synthèse et Caractérisation de Couches Minces de V_2O_5 Dopé ou non pour une utilisation dans des **Microbatteries** au Lithium. Université de Bordeaux1 le 14 décembre 2005. N°d'ordre : 3109. Pp 24-32

[15]: C. Kolczewski, K. Hermann. Ab initio DFT cluster studies of angle-resolved NEXAFS spectra for differently coordinated oxygen at the V_2O_5 (0 1 0) surface, Surface Science 552(2 004) 98–110

[16]Diffractomètre à rayons X D8. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou

ANNEXE

ANNEXE 1
Fiches J.C.P.D.S

Fiche J.C.P.D.S n° 00-009-0387 de V₂O₅

Pattern : 00-009-0387		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																														
V₂O₅ Vanadium Oxide Shcherbinaite, syn		d (Å) 5.76000 4.38000 4.09000 3.48000 3.40000 2.88000 2.76000 2.68700 2.61000 2.49200 2.40500 2.18500 2.14700 2.04200 1.99200 1.91900 1.90000 1.86400 1.84000 1.77800 1.75700 1.74000 1.64800 1.63200 1.57640 1.56400 1.53960 1.51490 1.51240 1.49250 1.44470 1.44210 1.41230 1.38010 1.36250		i 40 100 35 8 90 65 35 16 40 8 8 18 12 4 18 25 18 14 6 1 4 30 14 12 8 10 12 4 18 8 6 8 6 6		h 2 0 1 2 1 4 0 1 3 2 4 0 1 2 4 6 0 1 0 2 6 0 2 4 0 2 4 7 3 2 4 1 6 2 0 3		k 0 0 0 0 1 0 1 1 1 1 0 0 0 2 1 6 3 0 2 0 6 0 2 0 1 2 4 0 1 0 0 1 0 0 0		l 0 1 1 1 0 1 1 0 0 1 2 2 2 2 1 2 2 1 2 0 2 1 1 1 2 1 2 1 2 1 2 1 2 3 2 3																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																								



Fiche J.C.P.D.S n° 00-009-0387 de V₂O₅

Pattern : 00-009-0387			Radiation = 1.540600			Quality : Deleted									
V₂O₅ Vanadium Oxide Shcherbinaite, syn			2 θ	i	h	k	l								
			15.371	40	2	0	0								
			20.258	100	0	0	1								
			21.712	35	1	0	1								
			25.577	8	2	0	1								
			26.189	90	1	1	0								
			31.027	65	4	0	0								
			32.412	35	0	1	1								
			33.318	16	1	1	1								
			34.331	40	3	1	0								
			36.011	8	2	1	1								
			37.361	8	4	0	1								
			41.286	18	0	0	2								
			42.051	12	1	0	2								
			44.324	4	2	0	2								
			45.498	18	4	1	1								
			47.332	25	6	0	0								
			47.835	18	3	0	2								
			48.618	14	0	1	2								
			49.498	6	1	1	2								
51.347	4	0	2	0											
52.006	30	6	0	1											
52.553	14	4	0	2											
55.733	12	0	2	1											
56.328	8	1	2	1											
58.503	10	6	1	1											
59.013	12	4	1	2											
60.043	4	7	0	1											
61.126	18	3	2	1											
61.237	12	4	2	0											
62.144	18	7	1	0											
64.443	8	1	0	3											
64.573	6	6	0	2											
66.107	8	2	0	3											
67.856	6	0	2	2											
68.854	6	3	0	3											
Lattice : Orthorhombic S.G. : Pmmn (59) a = 11.51000 b = 3.55900 c = 4.37100 a/b = 3.23405 c/b = 1.22815 Z = 2 Mol. weight = 181.88 Volume [CD] = 179.05 Dx = 3.373 Dm = 3.320 l/kor = 1.60															
Optical data: B=2.42 Color: Yellowish green Analysis: Spectrographic analysis showed 0.01-0.1% Al; 0.001-0.01% Fe, Si; 0.0001-0.001% Cr, Cu, Mg, Mn, Sn. Temperature of data collection: Pattern made at 25 C. General comments: Optical data on specimen from Bezmyanny Volcano, Kamchatka, USSR. Additional pattern: To replace 1-0359. Deleted and rejected by: Deleted by 41-1426, lower Fn, Bayliss, 8/90. Data collection flag: Ambient.															
Borisenko et al., Dokl. Akad. Nauk SSSR, volume 193, page 135 (1970) Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 8, page 66 (1959)															
CuKα1 Radiation : Lambda : 1.54056 SS/FOM: F30= 33(0.0230,40) Filter : Beta d-sp : Not given															

Fiche J.C.P.D.S n° 00-022-0338 de I₂O₅

Pattern : 00-022-0338			Radiation = 1.540600			Quality : High								
I ₂ O ₅ Iodine Oxide			d (Å)	i	h	k	l							
			5.28000	10	2	0	0							
			4.57000	10	1	1	0							
			4.17000	80	-1	1	1							
			4.06000	50	-1	0	2							
			3.88000	100	0	0	2							
			3.69000	30	-2	0	2							
			3.65000	100	2	1	0							
			3.60000	80	-2	1	1							
			3.34000	50	1	0	2							
			3.17000	50	-1	1	2							
			3.10000	50	-3	0	2							
			3.08000	50	0	1	2							
			3.07000	80	2	1	1							
			2.98190	50	-2	1	2							
			2.95200	10	-3	1	1							
			2.88730	10	-3	1	0							
			2.78850	30	1	1	2							
			2.76290	10	2	0	2							
			2.64550	50	-3	1	2							
2.63530	80	4	0	0										
2.56040	80	-4	0	2										
2.46190	10	-1	2	0										
2.42500	50	2	1	2										
2.40680	80	0	2	1										
2.33820	80	4	1	0										
2.30160	30	1	2	1										
2.29220	10	3	0	2										
2.28550	10	-4	1	2										
2.14770	30	-1	2	2										
2.13870	30	1	1	3										
Lattice : Monoclinic			Mol. weight = 333.81											
S.G. : P2/c (13)			Volume [CD] = 434.26											
a = 11.03600	beta = 107.18	Dx = 5.106												
b = 5.06300													Dm = 5.080	
c = 8.13500														
a/b = 2.17974														
c/b = 1.60675														Z = 4
General comments: Single crystal data taken. Additional pattern: To replace 1-684. Data collection flag: Ambient.														
Sette, Kjekshus., Acta Chem. Scand., volume 22, page 3309 (1968) CAS Number: 12029-98-0														
Radiation : CuKα1			Filter : Monochromator crystal											
Lambda : 1.54050			d-ϕ : Guinier											
SS/FOM: F30= 52(0.0126,46)			Internal standard : KCl											

Fiche J.C.P.D.S n° 00-022-0338 de I₂O₅

Pattern : 00-022-0338			Radiation = 1.540600					Quality : High					
I ₂ O ₅ Iodine Oxide			2 θ	i	h	k	l						
			16.778	10	2	0	0						
			19.408	10	1	1	0						
			21.290	80	-1	1	1						
			21.874	50	-1	0	2						
			22.902	100	0	0	2						
			24.099	30	-2	0	2						
			24.367	100	2	1	0						
			24.710	80	-2	1	1						
			26.668	50	1	0	2						
			28.127	50	-1	1	2						
			28.776	50	-3	0	2						
			28.967	50	0	1	2						
			29.063	80	2	1	1						
			29.941	50	-2	1	2						
			30.252	10	-3	1	1						
			30.947	10	-3	1	0						
			32.072	30	1	1	2						
			32.377	10	2	0	2						
			33.856	50	-3	1	2						
33.991	80	4	0	0									
35.017	80	-4	0	2									
36.467	10	-1	2	0									
37.042	50	2	1	2									
37.332	80	0	2	1									
38.470	80	4	1	0									
39.106	30	1	2	1									
39.273	10	3	0	2									
39.393	10	-4	1	2									
42.036	30	-1	2	2									
42.222	30	1	1	3									
Lattice : Monoclinic			Mol. weight = 333.81										
S.G. : P2/c (13)			Volume [CD] = 434.26										
a = 11.03600		beta = 107.18 Z = 4	Dx = 5.106										
b = 5.06300			Dm = 5.080										
c = 8.13500													
a/b = 2.17974													
c/b = 1.60675													
General comments: Single crystal data taken. Additional pattern: To replace 1-684. Data collection flag: Ambient.													
Sette, Kjekshus., Acta Chem. Scand., volume 22, page 3309 (1968) CAS Number: 12029-98-0													
Radiation : CuK α 1			Filter : Monochromator crystal										
Lambda : 1.54050			d-sp : Guinier										
SS/FOM: F30= 52(0.0126,46)			Internal standard : KCl										

ANNEXE 2
Listes des Tableaux

Tableau I.1 : Caractéristiques physico-chimiques de V_2O_5 et I_2O_5

Tableau I.2 : Coordonnées atomiques de la phase I_2O_5

Tableau II.1 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.2 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.3 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.4 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.5 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.6 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.7 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.8 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

Tableau II.9 : Phases caractérisées par diffraction de rayons-X

ANNEXE 3
Listes des Figures

Figure I.1 : Structure orthorhombique de V_2O_5 suivant la direction $(0\ 0\ 1)$ (perpendiculaires à $(0\ 1\ 0)$).

Figure I.2 : Spectre de diffraction de la poudre d'Anhydride Vanadique (V_2O_5)

Figure I.3 : Structure monoclinique d' I_2O_5

Figure I.4 : Spectre de diffraction de la poudre d'Anhydride iodique (I_2O_5)

Figure I-5 : Schéma du four rouge (four à moufle)

Figure I.6 : Conteneur

Figure I.7 : Broyeur de marque 8000M, MIXER/MILL

Figure I.8: Principe du diffractomètre à poudre dans la géométrie de Bragg-Brentano

Figure II.1 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; $T=300^\circ\text{C}$, 20h, durée d'exposition-RX= 60°)

Figure II.2: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX= 30°)

Figure II.3 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; recuit pendant 40h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX=3h)

Figure II.4 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 +15%(masse du mélange) de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=340^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX= 30°)

Figure II.5 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 +15%(masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=340^\circ\text{C}$ +10%(masse du mélange) de I_2O_5 recuit pendant 20h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX= 30°)

Figure II.6 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 +15%(masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=340$ puis recuit pendant 20h à $T=290^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX= 30°)

Figure II.7 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 +20%(masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=300$ recuit pendant 20h à $T=285^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX= 60°)

Figure II.8 : Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 +20%(masse du mélange) de I_2O_5 ; $T=285^\circ\text{C}$ recuit pendant 20h à $T=300^\circ\text{C}$, durée d'exposition-RX= 30°)

Figure II.9: Superposition de Spectre

1- I_2O_5

2- V_2O_5

3- 50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=280^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.10: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' ; $T=260^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.11: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.12: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' ; $T=200^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.13: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' ; recuit pendant 17h à $T=280^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.14: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.15: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 5h $T=285^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=60')

Figure II.16: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 5h $T=285^\circ C + 20\%$ (masse du mélange) de I_2O_5 recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.17: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; sans traitement thermique, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.18: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; $T=200^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.19: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=220^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.120: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.21: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=280^\circ C$, durée d'exposition-RX=60')

Figure II.22: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 30' sous O_2 ; Traité à $T=200^\circ C$ puis recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.23: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 sans traitement, durée d'exposition-RX=30')

Figure III.24: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; $T=200^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.25: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=220^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.26: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; $T=200^\circ C$, 220 puis $260^\circ C$ pendant 15h, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.27: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; traité pendant 20h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.28: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; recuit pendant 20h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.29: Spectre de D.R.X (50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; broyé 3h30' sous O_2 ; recuit pendant 40h à $T=260^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.30 : Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; traité à $T=300^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=60')

Figure II.31 : Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=60')

Figure II.32 : Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 40h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.33: Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; Recuit pendant 60h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=6h)

Figure II.34: Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 100h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=60')

Figure II.35: Spectre de D.R.X (37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 120h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=5h)

Figure II.36: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; $T=300^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=60')

Figure II.37: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=2h)

Figure II.38: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; recuit pendant 40h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.39: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; broyé 5h ; traité à $T=340^\circ C$ pendant 20h, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.40: Spectre de D.R.X (25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; broyé 5h +10% de I_2O_5 (masse du mélange), recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$, durée d'exposition-RX=30')

Figure II.41: Superposition de Spectres 50% de V_2O_5 –50% de I_2O_5

1-Broyé 30' sous O_2 , traité à 200, 220 puis $260^\circ C$ pendant 20h.

2-Broyé 30' traité à $260^\circ C$ pendant 20h.

Figure II.42: Superposition de Spectres 50% de V_2O_5 –50% de I_2O_5

1- broyé 3h30' traité à $280^\circ C$ pendant 17h

2- broyé 3h30' sous O_2 traité à 200, 220 puis $260^\circ C$ pendant 15h

Figure II.43: Superposition de Spectres 50% de V_2O_5 –50% de I_2O_5

1-Broyé 30 et traité à $260^\circ C$ pendant 20h

2-Broyé 3h30'sous O_2 et traité à $260^\circ C$ pendant 20h

Figure II.44: Superposition de Spectre

1-50% de V_2O_5 – 50% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$

2- 37,5% de V_2O_5 – 62,5% de I_2O_5 ; recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$

3-25% de V_2O_5 – 75% de I_2O_5 ; broyé 5h +10% de I_2O_5 (masse du mélange), recuit pendant 20h à $T=300^\circ C$



MOTS CLES:

- ✓ Système I_2O_5 - V_2O_5 .
- ✓ Structure cristalline.
- ✓ Traitement thermique.
- ✓ Broyage à haute énergie.

RESUME:

L'objectif principal de notre travail était l'étude du système I_2O_5 - V_2O_5 , qui n'a pas été étudié jusqu'à maintenant.

L'analyse des rayons-X a mis en évidence l'existence d'une nouvelle phase.

Mise au point des conditions expérimentales de composition, de température et de broyage favorables à la formation de cette dernière.

Le broyage à haute énergie permet la préparation aux températures inférieures à 260°C d'une phase amorphe de structure comparable à celle d'un verre. Un tel matériau est très intéressant pour son potentiel de transparence optique.