



**HAL**  
open science

# ANALYSE PAR DRX EN TEMPERATURE ET MT-DSC DE VERRES DE CHALCOGENURES ET VITROCERAMIQUES ASSOCIEES

Alexandre Morvan, Enora Lavanant, Laurent Calvez, Angela Vella, Allisson  
Saiter

► **To cite this version:**

Alexandre Morvan, Enora Lavanant, Laurent Calvez, Angela Vella, Allisson Saiter. ANALYSE PAR DRX EN TEMPERATURE ET MT-DSC DE VERRES DE CHALCOGENURES ET VITROCERAMIQUES ASSOCIEES. Journées de la Calorimétrie et de l'Analyse Thermique (JCAT), Jun 2019, Saint Valery en Caux, France. hal-02277414

**HAL Id: hal-02277414**

**<https://hal.science/hal-02277414>**

Submitted on 3 Sep 2019

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# ANALYSE PAR DRX EN TEMPERATURE ET MT-DSC DE VERRES DE CHALCOGENURES ET VITROCERAMIQUES ASSOCIEES

Alexandre MORVAN<sup>a</sup>, Enora LAVANANT<sup>b</sup>, Laurent CALVEZ<sup>b</sup>, Angela VELLA<sup>a</sup>, Allisson SAITER<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Normandie Univ, UNIROUEN, INSA Rouen, CNRS, Groupe de Physique des Matériaux, 76000 Rouen, France

<sup>b</sup> Laboratoire des Verres et Céramiques, UMR-CNRS 6226, Sciences chimiques de Rennes, Université de Rennes 1, 35042 Rennes Cedex, France

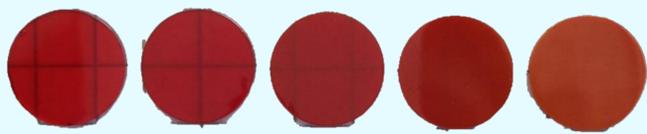
E-mail : alexandre.morvan@univ-rouen.fr

## Matériaux

Les verres de chalcogénures possèdent des propriétés intéressantes pour des applications dans l'optique multi-spectrales:

- ✓ Transmission dans l'infrarouge
- ✓ Indice de réfraction élevé
- x Propriétés mécaniques

## Vitrocéramiques



62,5GeS<sub>2</sub>-12,5Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>-25CsCl (Composition A)



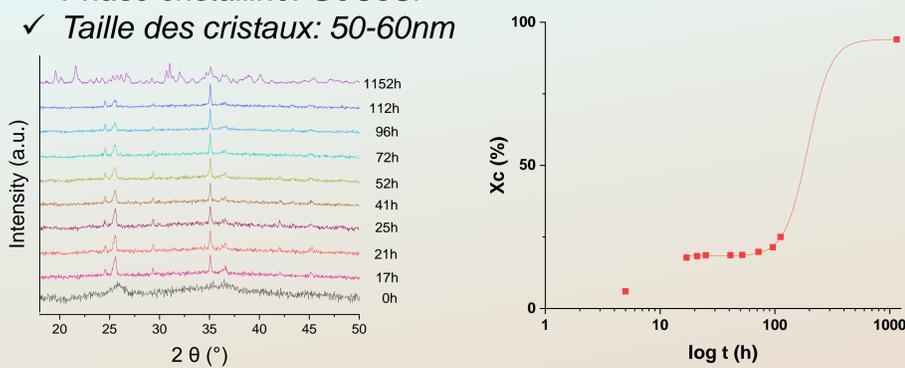
80GeSe<sub>2</sub>-20Ga<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> (Composition B)



## Identification de la microstructure par DRX en température

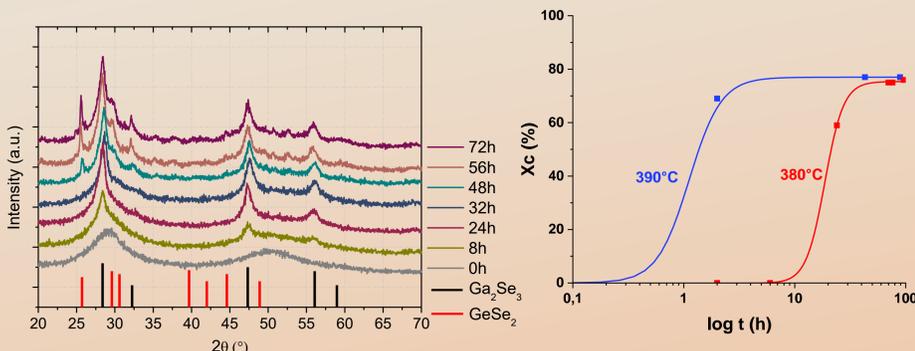
Cristallisation de la composition A à 290°C [1]:

- ✓ Phase cristalline: GeCsCl
- ✓ Taille des cristaux: 50-60nm



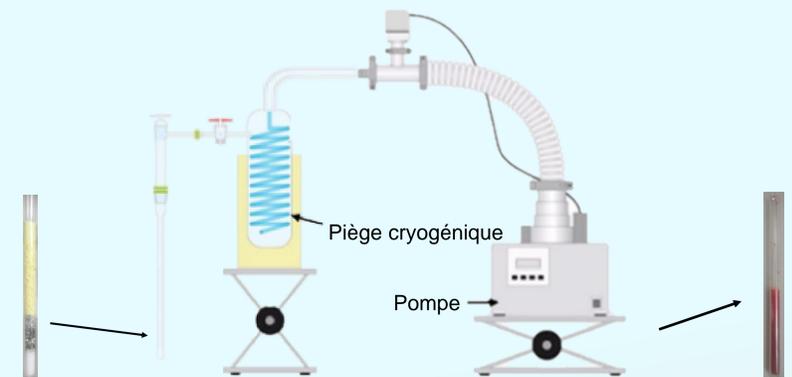
Cristallisation de la composition B à 380°C [2]:

- ✓ Phase cristalline: Ga<sub>2</sub>Se<sub>3</sub>
- ✓ Taille des cristaux: 5-10nm
- ✓ Ga<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> et GeSe<sub>2</sub>
- ✓ 5-10nm



## Synthèse

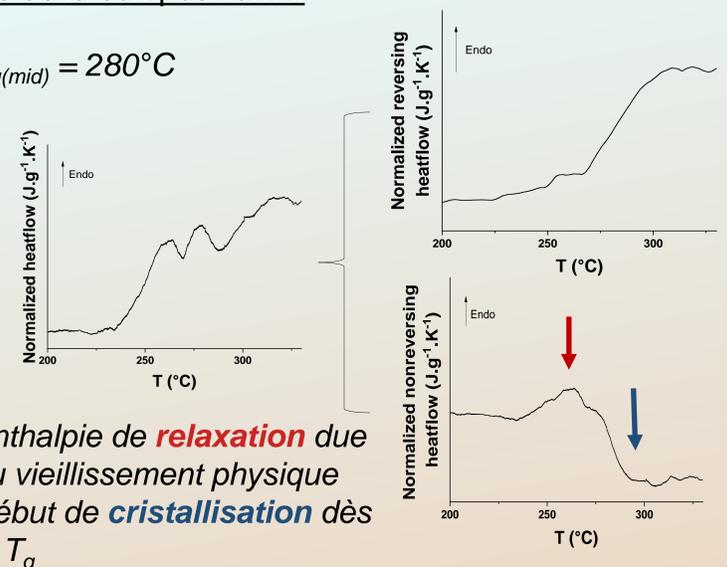
Méthode par fusion/trempe réalisée en ampoule de silice sous vide.



## Caractérisation par MT-DSC

Etude de la composition A:

- ✓  $T_{g(mid)} = 280^\circ\text{C}$



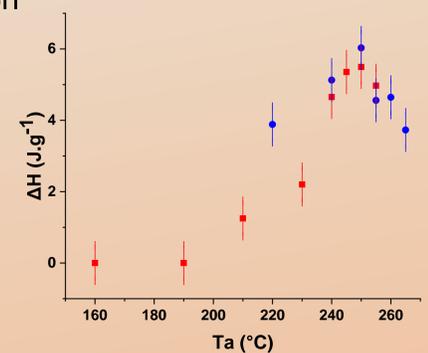
- ✓ Enthalpie de **relaxation** due au vieillissement physique
- ✓ Début de **cristallisation** dès la  $T_g$

Cinétique du vieillissement physique:

Influence de la température de vieillissement  $T_a$  pour un temps de vieillissement  $t_a = 5h$

Échantillon amorphe  
Échantillon cristallisé à 290°C pendant 5h

- ✓  $\Delta H$  maximum  $\approx 250^\circ\text{C}$
- ✓  $X_c = 5\%$  peu de variations



## Conclusions et perspectives

### Composition A:

- Evolution du  $X_c$  à 290°C déterminée.
- Matériaux complexe à étudier (Cristallisation dès  $T_g$ ).
- Température de recuit idéal pour la synthèse = 250°C.
- $T_g$  déterminée à 280°C.
- 5% de cristaux influence peu le vieillissement physique → étude à poursuivre

### Composition B:

- Influence importante de la température de cristallisation sur la microstructure obtenue et sur le contrôle de la cristallisation.
- Evolution du  $X_c$  pour différentes températures de cristallisation déterminée.
- Etude de la cinétique de vieillissement physique en cours.

## Références

[1] Hongli Ma et al. Crystallization study of infrared transmitting glass ceramics based on GeS<sub>2</sub>-Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>-CsCl, *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 68 (2007) p. 968-971.

[2] H. Klym et al. "Cold" crystallization in nanostructured 80GeSe<sub>2</sub>-20Ga<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> glass, *Nanoscale Res Lett*, vol. 10 (2015) p. 49.

## Remerciements

La Région Normandie (France) est remerciée pour son support financier via le projet FEDER MAGMA.