

AFC 2016

**Congrès de l'Association Française
de Cristallographie**

Marseille, France, 4 – 7 juillet 2016



afc2016.im2np.fr

Chères et chers collègues,

Après Orsay (2001), Caen (2003), Toulouse (2006), Rennes (2008), Strasbourg (2010) et Bordeaux (2013) pour ne citer que les éditions de ces quinze dernières années, la communauté des cristallographes marseillais est très heureuse de vous accueillir en 2016 à Marseille du lundi 4 au jeudi 7 Juillet pour le congrès de l'Association Française de Cristallographie.

AFC2016, ce seront 17 sessions organisées autour de la biologie, la chimie, la physique, les sciences de la Terre et des thèmes transversaux comme la croissance cristalline, les nanosciences, etc...

Trois conférences plénières, une table ronde consacrée au devenir des très grands équipements en France, deux sessions posters et une conférence grand public sont également au programme.

L'AFC2016 sera l'occasion de la remise du prix de thèse à nos lauréats de cette année, qui y présenteront leurs travaux. Par ailleurs, un jury sélectionnera les meilleurs posters dont les auteurs recevront un prix. En continuité avec Bordeaux 2013, une session "Meet the experts" est organisée, au cours de laquelle doctorants et jeunes chercheurs sont invités à venir rencontrer des chercheurs confirmés et leur poser toutes les questions qui leur tiennent à cœur. Une session sur l'édition scientifique est également organisée.

Le congrès AFC sera également l'occasion de la tenue de l'assemblée générale de l'association à laquelle vous êtes tous conviés.

AFC2016 ce seront aussi de nombreux moments de convivialité qui vous permettront de discuter et vous relaxer.

Le Comité d'Organisation a travaillé dur pour faire de ce congrès AFC à Marseille un moment fort.

Nous vous souhaitons une excellente conférence riche de découvertes scientifiques et de rencontres.

René Guinebretière, Président de l'AFC
Olivier Thomas, Président du Comité d'Organisation AFC 2016



Sommaire

Comités	6
Partenaires	7
Sponsors	8
Exposants	9
Journal des Sessions	11
Programme	12
Conférences plénières	27
Conférence grand public	32
Communications orales - session 1 à 17	35
Communications par poster – session 1 à 17	109
Liste des participants	205

Comité scientifique

Nathalie Audebrand (Rennes)
Françoise Bonneté (Avignon)
Pierre Bordet (Grenoble)
Jean Daillant (Soleil St Aubin)
Michel Giorgi (Marseille)
René Guinebretière (Limoges)
Bruno Kieffer (Strasbourg)
Pascale Launois (Orsay)
Pascal Roussel (Lille)
Gerlind Sulzenbacher (Marseille)
Olivier Thomas (Marseille)
Joanna Timmins (Grenoble)
Arie Van der Lee (Montpellier)

Comité local d'organisation

Claude Arnold (IM2NP)
Yves Bourne (AFMB)
Nelly Burle (IM2NP)
Thomas Cornelius (IM2NP)
Bertrand Devouard (CEREGE)
Zolika Djellouli (IM2NP)
Michel Giorgi (Fédération de Chimie)
Stéphane Labat (IM2NP)
Frederic Leroy (CINaM)
Nathalie Mangelinck (IM2NP)
Leslie Matthieu (IM2NP)
Pierre Müller (CINaM)
Cathy Paitel (IM2NP)
Magali Putero (IM2NP)
Gerlind Sulzenbacher (AFMB)
Olivier Thomas (IM2NP)
Florence Vincent (AFMB)

Remerciements

Le comité local d'organisation tient à remercier toutes celles et ceux qui ont contribué à la préparation et au déroulement du Congrès AFC 2016.

Partenaires



www.univ-amu.fr



fr-chimie.univ-amu.fr



www.cnrs.fr



www.frisbi.eu



acam.cristal-provence.fr



www.afmb.univ-mrs.fr



sfmc-fr.org



www.im2np.fr



www.sfn.asso.fr



www.cerege.fr



www.cinam.univ-mrs.fr

Sponsors



DUNN Labortechnik GmbH
Thelenberg 6
53567 Asbach | Germany
www.dunnlab.de
Dr. Kevin Denkmann



Dominique DUTSCHER SAS
30, rue de l'Industrie- BP62
67172 BRUMATH cedex | France
www.dutscher.com



ELEXIENCE
9 rue des Petits-Ruisseaux
91371 Verrières-le-Buisson | France
www.milexia.com
M. Thierry Grenut



VWR International
Le Périgares - Bât. B | 201 rue Carnot
94126 FONTENAY-SOUS-BOIS CEDEX | France
fr.vwr.com
M. Olivier Lebrun

Exposants



BRUKER AXS SAS
4 allée Lorentz Champs sur Marne
77447 Marne la Vallée Cedex 2 | France
www.bruker.com
M. Jacques Guillin



FORMULATRIX
www.formulatrix.com
M. Lance Ramsey



INEL XRD instrumentation Thermo
Fisher Scientific INEL S.A.S. Z.A. C.D. 405
45410 Artenay | France
www.inel.fr / www.thermofisher.com
M. Eric Berthier



imXPAD CEO
297 avenue du Mistral, Espace Mistral
Ahtélia IV, 13600 La Ciotat | France
www.imxpad.com
M. Pierre Delpierre



NatX-ray
9 rue Marcel Chabloz
38400 Saint Martin D'hères | France
www.natx-ray.com
M. Pierrick Rogues



Rigaku Europe
Unit B6 Chaucer Business Park
Watery Lane – Kemsing
Sevenoaks N15 6QY | UK
www.rigaku.com
Mme Franziska Erbar



PANalytical S.A.S.
2 chemin du Moulin
94454 Limeil-Brevannes | France
www.PANalytical.fr
Mme Hélène Castelain



STOE & Cie GmbH
Hilpertstrasse 10
64295 Darmstadt | Germany
www.stoe.com
M. Till A. Samtleben

Journal des Sessions

Lundi 4 juillet

11:00 - 11:30	Méthodes combinées en biologie structurale (S3) Pau Bernadó Marie-Hélène Ledu
11:30 - 12:00	Oxydes fonctionnels (S6) Catherine Dubourdieu, Agnès Barthélémy
12:00 - 12:30	In situ, operando (S14) Valérie Briois, Tobias Schulli
17:00 - 17:30	Dynamique des complexes macromoléculaires (S8) Marcel Knossow, Jérôme Boisbouvier
17:30 - 18:00	Minéraux, nanoparticules et environnement (S12) Alain Masion et Olivier Grauby
18:00 - 18:30	Cristallographie en science des matériaux (S7a) Hubert Renevier, Marc Legros

Mardi 5 Juillet

10:00 - 10:30	Interaction hôte pathogène (S9) Laurent Terradot, Alain Roussel
10:30 - 11:00	Cristallographie et nanotechnologies (S2) Patrice Gergaud, Magali Putero
11:00 - 11:30	Couplage diffusion, diffraction et spectroscopie (S4) Dominique Thiaudière, Carmelo Prestipino
11:30 - 12:00	Nouvelles structures en biologie - signalisation (S16) Alain Dautant, Claudine Mayer
12:00 - 12:30	Cristallochimie, structure et propriété (S15) Alain Lafond, Olivier Perez
12:30 - 13:00	Cristallographie en science des matériaux (S7b) Alexis Deschamps, Marc Legros

Mercredi 6 Juillet

8:30 - 10:00	Nouvelles sources de rayons X (S11) Jan Lüning, Jean Daillant
10:30 - 11:00	Investigation de la matière par les neutrons (S13) Florence Porcher et Gwenaëlle Rousse

Jeudi 7 Juillet

8:30 - 10:00	Croissance Cristalline (S1) Pierre Muller, Monika Spano, Christine Martin
11:30 - 12:00	Cristallographie des nano-objets (S10) Vincent Favre-Nicolin, Guillaume Tresset, François Weill
12:00 - 12:30	Cristallographie et matériaux du patrimoine (S5) Jean Marc Vallet, Marine Cotte
12:30 - 13:00	Ordre, désordre, apériodicité (S17) Marc de Boissieu, Olivier Masson

Le programme en un clin d'œil

Lundi 4 Juillet 2016			
08:00 - 08:45	Accueil		Grand Amphi Grand Amphi
08:45 - 09:30	Bienvenue		
09:30 - 10:30	Conférence plénière - Francis Taulelle		
10:30 - 11:00	Pause Café		
11:00 - 11:30	Sessions parallèles	Méthodes combinées en biologie structurale (S3)	Amphi Sciences Nat
11:30 - 12:00		Oxydes fonctionnels (S6)	Amphi Chimie
12:00 - 12:30		In situ, operando (S14)	Grand Amphi
12:30 - 14:00	Déjeuner		Grand Amphi Salle de Conférences
14:00 - 15:00	Meet the experts / Meet the editor		
15:00 - 16:30	Session Posters		
16:30 - 17:00	Pause Café		
17:00 - 17:30	Sessions parallèles	Dynamique des complexes macromoléculaires (S8)	Amphi Sciences Nat
17:30 - 18:00		Minéraux, nanoparticules et environnement (S12)	Amphi Chimie
18:00 - 18:30		Cristallographie en science des matériaux (S7a)	Grand Amphi
18:30 - 20:00	Prix de Thèse		Grand Amphi
Mardi 5 Juillet 2016			
08:30 - 09:30	Conférence plénière - Bruno Klaholz		Grand Amphi
09:30 - 10:00	Pause Café		Amphi Sciences Nat Grand Amphi Amphi Chimie Amphi Sciences Nat Amphi Chimie Grand Amphi
10:00 - 10:30	Sessions parallèles	Interaction hôte pathogène (S9)	
10:30 - 11:00		Cristallographie et nanotechnologies (S2)	
11:00 - 11:30		Couplage diffusion, diffraction et spectroscopie (S4)	
11:30 - 12:00	Sessions parallèles	Nouvelles structures en biologie - signalisation (S16)	
12:00 - 12:30		Cristallochimie, structure et propriété (S15)	
12:30 - 13:00		Cristallographie en science des matériaux (S7b)	
13:00 - 14:00	Déjeuner		
14:00 - 18:00	Visite des Calanques en bateau		
20:00	Dîner de Gala		
Mercredi 6 Juillet 2016			
8:30 - 10:00	Session commune - Nouvelles sources de rayons X (S11)		Grand Amphi
10:00 - 10:30	Pause Café		Grand Amphi Grand Amphi
10:30 - 12:00	Session commune - Investigation de la matière par les neutrons (S13)		
12:00 - 13:30	Déjeuner		
13:30 - 15:00	Table ronde - Grands instruments - nouvelles perspectives		
15:00 - 16:00	Assemblée Générale AFC		Salle de Conférence Grand Amphi
16:00 - 16:20	Pause Café		
16:20 - 17:15	Session Posters		
17:15 - 17:30	suivie de la remise des prix		
17:30 - 18:00	Déplacement vers la conférence Grand Public (ALCAZAR)		Bibliothèque Alcazar
18:00 - 19:30	Conférence Grand Public - Frédéric Debaste		
Jeudi 7 Juillet 2016			
8:30 - 10:00	Session commune - Croissance Cristalline (S1)		Grand Amphi
10:00 - 10:30	Pause Café		Grand Amphi Grand Amphi Amphi Chimie Amphi Sciences Nat
10:30 - 11:30	Conférence plénière - Odile Stéphan		
11:30 - 12:00	Sessions parallèles	Cristallographie des nano-objets (S10)	
12:00 - 12:30		Cristallographie et matériaux du patrimoine (S5)	
12:30 - 13:00		Ordre, désordre, apériodicité (S17)	
13:00 - 13:30	Clôture		Grand Amphi



Programme

Lundi 4 Juillet

A partir de

08:00 Accueil et enregistrement des participants

08:30 – 09:30 **Discours Inauguraux et de Bienvenue**
Grand Amphithéâtre

Conférence Plénière

Grand Amphithéâtre

Modérateur : René Guinebretière, Président de l'AFC

09:30 – 10:30 **Francis TAULELLE** – *Tectospin, ILV, Versailles*
« Les variétés de la Cristallographie RMN : état des lieux »

10:30 – 11:00 **Pause Café**

11:00 – 12:30 **Sessions parallèles**

Session 3 : Méthodes combinées en biologie structurale

Amphithéâtre Sciences Naturelles

Modérateurs : Marie-Hélène Ledu, LBSR Gif-sur-Yvette
Pao Bernado, CBS, Montpellier

11:00 - 11:30 **Sophie ZINN-JUSTIN**, LBSR, Gif-sur-Yvette
S3 .O1 « Describing the tailed bacteriophage virion from a combination of NMR and EM data »

11:30 - 11:50 **Jérôme BOISBOUVIER**, IBS, GRENOBLE
S3 .O2 « Structural and functional studies of a 1 MDa chaperonin in action by combined NMR and EM approaches »

11:50 - 12:10 **Elsa GARCIN**, University of Maryland Baltimore County, USA
S3 .O3 « Post-transcriptional regulation of tumor necrosis factor (TNF)- α expression by the non-canonical RNA-binding glyceraldehyde-3-phosphate dehydrogenase »

12:10 - 12:30 **François HOH**, CBS, Montpellier
S3 .O4 « Micro-ED : La diffraction électronique sur micro-cristaux »

Session 6 : Oxydes fonctionnels

Amphithéâtre Chimie

Modératrices: Catherine Dubourdieu, Helmholtz-Zentrum, Berlin, Allemagne
Agnès Barthélémy, CNRS/Thales, Palaiseau

- 11:00 - 11:30** **Sylvie SCHAMM-CHARDON**, CEMES-CNRS, Toulouse
S6 .O1 « Microscopie électronique avancée pour l'étude des oxydes fonctionnels »
- 11:30 - 11:50** **Gwladys STECIUK**, CRISMAT, CAEN
S6 .O2 « Précession des électrons en mode tomographie et affinements dynamiques: application aux films minces d'oxydes »
- 11:50 - 12:10** **Marion DESCOINS**, IM2NP, Marseille
S6 .O3 « Analyse par sonde atomique d'oxydes fonctionnels »
- 12:10 - 12:30** **Elena POPOVA**, GEMaC, Versailles
S6 .O4 « Bismuth Iron Garnet - Multifunctional magnetic oxide »

Session 14 : In situ, operando

Grand Amphithéâtre

Modérateurs: Valérie Briois, Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette
Tobias Schülli, ESRF, Grenoble

- 11:00 - 11:30** **Laurence CROGUENNEC**, ICMCB, Bordeaux
S14 .O1 « Des avancées dans la caractérisation operando de matériaux d'électrodes pour batteries Li-ion et Na-ion par diffraction et absorption »
- 11:30 - 11:50** **François BAUDELET**, Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette
S14 .O2 « ODE: a beam line for High Pressure and time resolved XAS and XMCD studies at SOLEIL »
- 11:50 - 12:10** **Tao ZHOU**, ESRF, Grenoble
S14 .O3 « Etude in situ par RX synchrotron de nanofils SiGe: croissance, contrainte et courbure »
- 12:10 - 12:30** **Andrea RESTA**, Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette
S14 .O4 « Ammonia Oxidation on Palladium: In operando study »
- 12:30 – 14:00** **Pause Déjeuner**

14:00 – 15:00

Session Meet the experts / Meet the editor*Grand Amphithéâtre et salles 1, 3 et 4*

Intervenants Édition:

Samar Hasnain, Editeur en Chef du Journal IUCr

Martina Knoop, Chargée de l'Information Scientifique et Technique de l'Institut de Physique du CNRS

Brigitte Diers, Chargée de l'Information Scientifique de l'Institut de Chimie du CNRS

Modération Édition: Gerlind Sulzenbacher, AFMB, Marseille et ACAM

Intervenants Experts: (Inscription à l'accueil)

Chantal Abergel, IGS, Marseille

Yoann Coquerel, ISM2, Marseille

Christine Mottet, CINA, Marseille

Henri Nguyen Thi, IM2NP, Marseille

Clément Levard, Cerege, Aix en Provence

15:00 – 16:30

Session Posters*Salle de Conférences*

16:30 – 17:00

Pause Café

17:00 – 18:30

Sessions parallèles**Session 8 : Dynamique des complexes macromoléculaires***Amphithéâtre Sciences Naturelles*

Modérateurs : Marcel Knossow, I2BC, Gif-sur-Yvette

Jérôme Boissbouvier, IBS, Grenoble

17:00 - 17:30

Paul SCHANDA, IBS, Grenoble**S8.O1** « Dynamics of protein crystals as seen by solid-state NMR: from rocking motion to functionally important »excited states«

17:30 - 17:50

Pao BERNADO, CBS, Montpellier**S8.O2** « Disentangling Structural Heterogeneity in Highly Disordered Biomolecular Complexes »

17:50 - 18:10

Martin WEIK, IBS, Grenoble**S8.O3** « Time-resolved serial femtosecond crystallography on photoswitchable fluorescent proteins »

18:10 - 18:30

Mikael ELIAS, BTI, University of Minnesota, USA**S8.O4** « Conformational freedom and rigidity in enzyme: the delicate reconciliation between the conflicting needs for high robustness and innovability »

Session 12 : Minéraux, nanoparticules et environnement

Amphithéâtre Chimie

Modérateurs : Alain Masion, CEREGE, Aix-en-Provence
Olivier Grauby, CINA-M, Marseille

- 17:00 - 17:30** **Blanche COLLIN**, CEA, Cadarache
S12.O1 « Combined effect of nanoparticles and trace metals in a soil-plant-microbe ecosystem »
- 17:30 - 17:50** **Maureen LE BARS**, CEREGE, Aix-en-Provence
S12.O2 « Réactivité des nanoparticules de sulfure de zinc présentes dans les déchets organiques »
- 17:50 - 18:10** **Alain GIBAUD**, LUNAM, IMMM, le MANS
S12.O3 « Etude par Imagerie par diffraction cohérente des rayons X de particules de carbonate de calcium : des précipités aux coccolithes »
- 18:10 - 18:30** **Marie ALBÈRIC**, Max Planck Institute of Colloids and Interfaces, Potsdam, Allemagne
S12.O4 « Nanostructure des radioles d'oursin : relation entre la calcite, le carbonate de calcium amorphe et les molécules intra-cristallines »

Session 7a: Cristallographie en science des matériaux

Grand Amphithéâtre

Modérateurs : Hubert Renevier, LMGP, INP Grenoble
Marc Legros, CEMES, Toulouse

- 17:00 - 17:20** **Denis CAMEL**, LITEN, INES, Le Bourget-du-Lac
S7.O1 « Formation of extended structural defects during the crystallization of monolike photovoltaic silicon »
- 17:20 - 17:40** **Yvan Georges NGASSA TANKEU**, UMET, Villeneuve d'Ascq
S7.O2 « Détermination du taux d'inversion dans les spinelles de type MgFe_2O_4 et FeAl_2O_4 par tomographie de la diffraction électronique en précession »
- 17:40 - 18:00** **Cyril LANGLOIS**, INSA, Lyon
S7.O3 « CHanneling ORientation Determination (iCHORD) : cartographies d'orientation sans EBSD »
- 18:00 - 18:20** **Anny MICHEL**, DPMM, Poitiers
S7.O4 « Suivi in situ et en temps réel des premiers stades de croissance de films minces MoSi : recristallisation et évolution des propriétés physiques »



18:30 – 20:00

Prix de Thèse

Grand Amphithéâtre

Modérateurs :

René Guinebretière, Président AFC

Claudine Mayer, vice-présidente de l'AFC pour la biologie

Nathalie Audebrand, vice-présidente de l'AFC pour la chimie

Pierre Bordet, vice-président de l'AFC pour la physique

Guillaume GAULLIER, *Institut de Biologie Intégrative de la Cellule (Gif-sur-Yvette)*, **Mention Biologie.** « Étude structurale de l'assemblage du complexe télomérique humain TRF2/RAP1 »

Morgane POUPON, *Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux (Caen)*, **Mention Chimie.** « Synthèse d'oxydes à base d'éléments à paire libre (Se^{IV} et Te^{IV}) dans le but d'obtenir des structures cristallines non-centrosymétriques originales »

Maxime DUPRAZ, *Laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (Grenoble)*, **Mention Physique.** « Diffraction des rayons X cohérents appliquée à la physique du métal »

20:00 – 22:00

Apéritif de bienvenue

Mardi 5 Juillet

Conférence Plénière

Grand Amphithéâtre

Modérateur : Yves Bourne, AFMB Marseille

- 08:30 – 09:30** **Bruno KLAHOLZ** – IGBMC, Illkirch
« Integrated Structure Analysis of Nucleoprotein Complexes in Action »
- 09:30 – 10:00** **Pause Café**
- 10:00 – 11:30** **Sessions parallèles**

Session 9 : Interaction hôte pathogène

Amphithéâtre Sciences Naturelles

Modérateurs : Laurent Terradot IBCP, Lyon
Alain Roussel AFMB, Marseille

- 10:00 - 10:30** **Andrea DESSEN**, IBS, Grenoble
S9.01 « Structural characterization of a core bacterial cell wall synthesis complex »
- 10:30 - 10:50** **Solange MORERA**, I2BC, Gif-sur-Yvette
S9.02 « Rôle de la signalisation GABA dans l'interaction *Agrobacterium*-plantes hôtes : structure et fonction de 2 protéines périplasmiques important le GABA »
- 10:50 - 11:10** **Lionel BALLUT**, IBCP, Lyon
S9.013 « Active site coupling in *Plasmodium falciparum* GMP Synthetase is triggered by domain rotation »
- 11:10 - 11:30** **Elsie YEKWA**, AFMB, Marseille
S9.04 « Crystal structure of the C-terminal domain of Mopeia virus: Insights into calcium inhibition of the 3'-5' exonuclease activity »

Session 2 : Cristallographie et nanotechnologies

Grand Amphithéâtre

Modérateurs : Magali Putero, IM2NP, Marseille
Patrice Gergaud, CEA Minatec, Grenoble

- 10:00 - 10:30** **Françoise HIPPERT**, LNCMI, Grenoble
S2.01 « Matériaux à changements de phase pour mémoires non volatiles : effets de réduction de taille et d'interface »



- 10:30 - 10:50** **Sara FERNANDEZ**, ID01/ESRF, Grenoble
S2.O2 « Caractérisation de nanofils Ge-Si cœur-coquille par diffraction cohérente des rayons X »
- 10:50 - 11:10** **Vincent FAVRE-NICOLIN**, ESRF et INAC-SP2M, Grenoble
S2.O3 « Imagerie par diffraction des rayons X de nano-objets pour la photonique et l'électronique »
- 11:10 - 11:30** **Seifeddine ZHIOU**, LETI, MINATEC, Grenoble
S2.O4 « Study of the solid-state reaction of ultra-thin Ni film with InGaAs under-layer : a Full 3D reciprocal space mapping X-Ray diffraction study »

Session 4 : Couplage diffusion, diffraction et spectroscopie

Amphithéâtre Chimie

Modérateurs : Dominique Thiaudière, Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette
 Carmelo Prestipino, Institut des Sciences Chimiques de Rennes

- 10:00 - 10:30** **Sylvie DAVIERO-MINAUD**, UCCS, Villeneuve d'Ascq
S4.O1 « Diffraction des rayons X, DANES et XANES une complémentarité décisive pour la caractérisation de nano-objets : exemple de l'exfoliation d'oxybromures de cobalt bidimensionnels »
- 10:30 - 10:50** **Laurent GUERIN**, Institut de Physique de Rennes
S4.O2 « Analyse 3D-(DELTA)PDF de la transition de phase MOTT-ODC dans un composé MX unidimensionnel »
- 10:50 - 11:10** **Cassandra KOUVATAS**, Institut des Sciences Chimiques de Rennes
S4.O3 « Etude in situ par DRX sur poudre et RMN du solide de catalyseurs industriels vanadophosphates : focus sur la phase ? - VOPO4 »
- 11:10 - 11:30** **Jean-Paul ITIÉ**, Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette
S4.O4 « PSICHÉ : une ligne de lumière pour la diffraction et l'imagerie X sous contrainte »
- 11:30 - 13:00** **Sessions parallèles**

Session 16 : Nouvelles structures en biologie / Signalisation et régulation

Amphithéâtre Sciences Naturelles

Modérateurs : Claudine Mayer, Institut Pasteur, Paris
 Alain Dautant, IBGC, Bordeaux

- 11:30 - 12:00** **Natacha ROCHEL**, IGBMC, Illkirch
S16.O1 « Molecular mechanisms of DNA recognition by retinoic acid nuclear receptors dimers »

- 12:00 - 12:20** **Ludovic SAUGUET**, Institut Pasteur, Paris
S16.O2 « Crystal structure of DNA polymerase D provides an evolutionary link between the primordial replication and transcription apparatus in non-viral kingdoms »
- 12:20 - 12:40** **Tristan WAGNER**, Max Planck Institute for Terrestrial Microbiology, Marburg, Allemagne
S16.O3 « La structure de la formylméthanofurane déshydrogénase révèle l'astuce des méthanogènes pour fixer le CO₂ »
- 12:40 - 13:00** **Mirjam CZZEK**, Station Biologique de Roscoff
S16.O4 « Variations of a theme: enzymes from family GH117 display different dimerisations and coordinate different bivalent ions »

Session 15 : Cristallographie, structure et propriété

Amphithéâtre Chimie

Modérateurs : Alain Lafond, Institut des matériaux Jean Rouxel, Nantes
 Olivier Perez, CRISMAT, Caen

- 11:30 - 12:00** **Gianguido BALDINOZZI**, Centrale Supélec, Paris
S15.O1 « Étude structurale de matériaux sous forme de couches minces par diffraction de rayons X en incidence rasante »
- 12:00 - 12:20** **Mathieu MARCHIVIE**, ICMCB, Pessac
S15.O2 « Comportements atypiques de complexes à transition de spin : une relation étroite avec les propriétés structurales »
- 12:20 - 12:40** **Gwénaëlle ROUSSE**, UPMC, Paris
S15.O3 « Structure and properties of new sulfate based compounds of interest for Li-ion batteries »
- 12:40 - 13:00** **Laurine MONNIER**, CRISMAT, Caen
S15.O4 « Non stœchiométrie dans l'hexaferrite Ca_{3-x}Fe_{15+x}O_{27-d} »

Session 7b : Cristallographie en science des matériaux

Grand Amphithéâtre

Modérateurs : Marc Legros, CEMES, Toulouse
 Alexis Deschamps, SIMaP, Saint-Martin d'Hères

- 11:30 - 12:00** **Hubert RENEVIER**, LMGP, INP, Grenoble
S7.O5 « Apport de la diffraction anormale des rayons X à l'étude des nanostructures »
- 12:00 - 12:20** **Philippe GUIONNEAU**, ICMCB, Pessac
S7.O6 « Cristallographie Multiéchelle de Matériaux à Conversion de Spin »



12:20 - 12:40	Joris KADOK , <i>Institut Jean Lamour, Nancy</i> S7.07 « $\text{Al}_{11}\text{Ir}_6\text{Si}$, nouveau composé intermétallique du système Al-Si-Ir »
12:40 - 13:00	Elen DUVERGER-NEDELLEC , <i>CRISMAT, Caen</i> S7.08 « Onde de Densité de Charges dans les bronzes monophosphates de tungstène $\text{Ax}(\text{PO}_2)_4(\text{WO}_3)_{2m}$ »
13:00 – 14:00	Pause Déjeuner
14:30 – 18:00	Visite des Calanques en bateau
20:00 – 24:00	Dîner de gala (<i>Fort Ganteaume</i>)

Mercredi 6 Juillet

Session commune (S11) : Nouvelles sources de rayons X

Grand Amphithéâtre

Modérateurs : Jean Daillant, *Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette*
Jan Luning, *Laboratoire de Chimie Physique - Matière et Rayonnement, Paris*
Bertrand Toudic, *Institut de Physique de Rennes*

- 08:30 - 09:00** **Marie-Ingrid RICHARD**, *IM2NP, Marseille*
S11.O1 « Structural X-ray studies of nanostructures using x-ray nanobeams »
- 09:00 - 09:20** **Jacques-Philippe COLLETIER**, *IBS, Grenoble*
S11.O2 « A potent binary mosquito larvicide revealed by de novo phasing with an X-ray free-electron laser »
- 09:20 - 09:40** **Sylvain RAVY**, *LPS, Paris*
S11.O3 « Dynamique femto-seconde des ondes de densité de charge »
- 09:40 - 10:00** **Jean-Louis HODEAU**, *Institut Néel, Grenoble*
S11.O4 « Potentiel d'une source Compton pour les applications en science des matériaux ; exemple de ThomX : (i) Projet de source du LAL (ii) Caractéristiques du faisceau X, (iii) Domaines d'applications »
- 10:00 – 10:30** **Pause Café**

Session commune (S13) : Investigation de la matière par les neutrons

Grand Amphithéâtre

Modérateurs : Gwenaëlle Rousse, *Collège de France et Sorbonne Universités, Paris*
Florence Porcher, *Laboratoire Léon Brillouin, Gif-sur-Yvette*

- 10:30 - 11:00** **Christine MARTIN**, *CRISMAT, CAEN*
S13.O1 « De l'intérêt de la diffraction de neutrons pour le cristallographe »
- 11:00 - 11:20** **Claire COLIN**, *Institut NEEL, Grenoble*
S13.O2 « Structure and multiferroic properties of a Sr-based pyroxene family »
- 11:20 - 11:40** **Monica CERETTI**, *Institut Charles Gerhardt, Montpellier*
S13.O3 « Mécanismes de diffusion de l'ion oxygène dans quelques oxydes explorés par diffraction neutronique »
- 11:40 - 12:00** **Jean-Louis PAILLAUD**, *IS2M, Mulhouse*
S13.O4 « Suivi in situ par diffraction des neutrons de la déshydratation et de la mobilité simultanée des ions Na⁺ et Ni²⁺ dans des zéolithes de type faujasite »



12:00 – 13:30 **Pause Déjeuner**

13:30 – 15:00 **Table ronde grands instruments**

Grand Amphithéâtre

Animateurs : Florence Porcher, *Laboratoire Léon Brillouin, Gif-sur-Yvette*
Bertrand Toudic, *Institut de Physique de Rennes*
Martin Weik IBS, *Grenoble*

En présence de : Christian Chardonnet,
Chef du Département des Grandes Infrastructures de Recherche,
Ministère de l'Education Nationale, de l'Enseignement Supérieur et de la
Recherche
Jean Daillant, *Directeur Général du synchrotron SOLEIL*
Christiane Alba-Simionesco, *Directrice Générale du LLB*

15:00 – 16:00 **Assemblée Générale AFC**

Grand Amphithéâtre

16:00 – 16:20 **Pause Café**

16:20 – 17:15 **Session Posters**

Salle de Conférences

17:15 – 17:30 **Remise des prix posters**

Grand Amphithéâtre

Conférence Grand Public

Bibliothèque Alcazar

Modérateur : Michel Giorgi, *Spectropôle, Marseille et ACAM*

18:00 – 19:30 **Frédéric DEBASTE – Ecole Polytechnique de Bruxelles**

"La cristallisation du chocolat : entre science et savoir-faire"

Jeudi 7 Juillet

Session commune (S1) : Croissance Cristalline

Grand Amphithéâtre

Modérateurs : Christine Martin, CRISMAT, Caen
Pierre Müller, CInaM, Marseille

08:30 - 08:40 **Philippe NOZIERES**, Professeur honoraire au Collège de France et ILL, Grenoble
« Introduction à la session en hommage de Raymond Kern »

08:40 - 08:57 **Claude HENRY**, CInaM, Marseille
S1.01 « Agglomération et redispersion des catalyseurs: Rôle de la migration-coalescence et du mûrissement d'Ostwald »

08:57 - 09:14 **Alain BARONNET**, CInaM, Marseille
S1.02 « L'huître défie la croissance cristalline de Raymond Kern »

09:14 - 09:31 **Linda PASTERO**, Département de Sciences de la Terre, Université de Turin, Italie
S1.03 « Epitaxy-ruled growth of large Ca-hydroxyapatite crystals from aqueous solution »

09:31 - 09:48 **Emilie BOBO**, SMS, Rouen
S1.03 « Influence de l'hydrodynamisme de la solution sur la formation d'inclusions liquides dans les cristaux »

09:48 - 10:05 **Guy CHICHIGNOUD**, SIMaP, Saint-Martin-d'Hères
S1.04 « Croissance de silicium monocristallin par la technique de Kyropoulos pour le photovoltaïque : approche couplée expériences/modélisation »

10:05 – 10:30 **Pause Café**

Conférence Plénière

Grand Amphithéâtre

Modérateur : Olivier Thomas, IM2NP, Marseille et ACAM

10:30 – 11:30 **Odile STEPHAN**, Laboratoire de Physique des Solides, Orsay
« Avancées récentes et prospectives en (spectro) MET »



11:30 – 13:00

Sessions parallèles**Session 10 : Cristallographie des nano-objets***Grand Amphithéâtre*

Modérateurs : Vincent Favre-Nicolin, ESRF et INAC-SP2M, Grenoble
 Guillaume Tresset, LPS, Orsay
 François Weill, ICMCB, Bordeaux

11:30 - 12:00

Virginie CHAMARD, Institut Fresnel, Marseille**S10.O1** « Biominerals in the light of Bragg coherent x-ray diffraction imaging »

12:00 - 12:20

René GUINEBRETIERE, SPCTS, ENSCI, Limoges**S10.O2** « Réseaux bidimensionnels périodiques par auto-organisation de surfaces vicinales de saphir »

12:20 - 12:40

Amina MERABET, IM2NP, Marseille**S10.O3** « Structure et propagation de défauts dans les nanopiliers de silicium »

12:40 - 13:00

Nicolas GOUBET, Université Pierre et Marie Curie, Orsay**S10.O4** « Colloidal crystal: Correlation between Atomic and Mesoscopic Ordering Scale »**Sessions 5 : Cristallographie et matériaux du patrimoine***Amphithéâtre Chimie*

Modérateurs : Jean-Marc Vallet, CICRP, Marseille
 Marine Cotte, ESRF, Grenoble

11:30 - 12:00

Pauline MARTINETTO, Institut Néel, Grenoble**S5.O1** « Cristallographie et pigments anciens : au-delà des pics de Bragg... »

12:00 - 12:20

Gilles WALLEZ, ParisTech-CNRS, et Sorbonne Université, Paris**S5.O2** « Les transformations thermiques de la kaolinite : des repères pour l'étude des procédés céramiques anciens »

12:20 - 12:40

Géraldine CASTETS, EDYTEM, Le Bourget-du-Lac**S5.O3** « Le passé révélé des ancêtres aborigènes Jawoyn à Nawarla Gabarnmang (Australie) : l'étude structurale des crayons et des écailles colorées »

Sessions 17 : Ordre, désordre, apériodicité

Amphithéâtre Sciences Naturelles

Modérateurs : Marc de Boissieu, SIMaP, Saint-Martin d'Hères
Olivier Masson, SPCTS, ENSCI, Limoges

- | | |
|----------------------|--|
| 11:30 - 12:00 | Olivier PEREZ , CRISMAT, Caen
S17.O1 « Le désordre est dans l'ordre des choses ... et vice et versa ! » |
| 12:00 - 12:20 | Christophe ODIN , Institut de Physique de Rennes
S17.O2 « RMN 45Sc and 67Zn de l'approximant 1/1 Zn6Sc et Quasicrystal » |
| 12:20 - 12:40 | Elzbieta TRZOP , Institut de Physique de Rennes
S17.O3 « Incomplete Devil's staircase and ordering phenomenon in Spin Crossover materials » |
| 12:40 - 13:00 | Denis PELLOQUIN , CRISMAT, Caen
S17.O4 « Structures cristallines et polymorphes d'oxydes de fer » |
| 13:00 – 13:30 | Clôture
<i>Grand Amphithéâtre</i> |
| 13:30 – 14:30 | Déjeuner et départ |



Conférences plénières et conférence grand public

Conférence plénière
lundi 4 juillet 2016 9 h 30

Les variétés de la Cristallographie RMN : état des lieux

Francis TAULELLE

Tectospin, Institut Lavoisier, Université de Versailles St. Quentin en Y., Versailles, France
Chimie des Surfaces et Catalyse, Chem&Tech, KU Leuven, Heverlee, Belgium

En 2014, année internationale de la Cristallographie, centième anniversaire de la première détermination structurale par diffraction des rayons, l'Union internationale de Cristallographie accueillait dans son sein sous forme d'une nouvelle commission : "NMR Crystallography and related methods" une communauté scientifique active depuis un peu plus de 15 années sur ce thème spécifiquement. Pour beaucoup, la signification du concept mis en mot par René-Just Haüy, de cristallographie, qui liait dans son ethymologie très étroitement l'étude des cristaux, et leur description géométrique par leur graphie s'est transformée assez radicalement après l'avènement de l'étude des cristaux par les méthodes de diffraction. Pour beaucoup encore une étude cristallographique d'un cristal veut dire étude par diffraction. En 1998, à la quatorzième édition de la "Europan EXperimental NMR Conference" à Bled en Slovénie, le constat était fait que par RMN du solide, et particulièrement sur une poudre polycristalline il était en général possible d'accéder à la détermination d'au moins les 4N mesures indépendantes permettant de calculer la structure d'un cristal. Le terme "NMR Crystallography" y a été introduit. En 18 années, un ensemble de groupes de spectroscopistes RMN et en RMN des matériaux inorganiques et organiques se sont consacrés au développement des différentes méthodes permettant de contribuer à l'étude des cristaux. Ces contributions sont variées, ne traitent pas des mêmes familles d'objets, mais généralement utilisent plutôt tout ensemble la RMN, la diffraction et la modélisation. C'est cette variété d'approches qui sera l'objet de cette exposé, et spéculativement de leurs potentiels développement.

Conférence plénière
mardi 5 juillet 2016 8 h 30

Integrated Structure Analysis of Nucleoprotein Complexes in Action

Bruno KLAHOLZ

Centre for Integrative Biology (CBI), Department of Integrated Structural Biology, IGBMC (Institute of Genetics and of Molecular and Cellular Biology), 67400 Illkirch, France.

Large nucleoprotein complexes are challenging biological objects to study and require an integrated structure-function approach. The latter allows bridging various scales and resolution levels, from the atomic to the cellular level (Ménétret et al., 2013; Urzhumtseva et al., 2013, Orlov et al., 2015, Beinstainer et al., Andronov et al.). In an effort to favour synergies across complementary disciplines we are combining biochemistry, bioinformatics, X-ray crystallography, single particle cryo electron microscopy (cryo-EM), cryo electron tomography (cryo-ET) and correlative fluorescence imaging in order to address the structure-function relationships of complexes involved in gene expression regulation, with a focus on ribosome complexes (Simonetti et al., 2013a & 2013b) and human DNA-bound nuclear receptors (Maletta et al., Nat. Com. 2014). The presentation will focus on the integrated structural biology approach that we developed for the study of the human ribosome for which obtaining an atomic structure represented a major challenge to address. This included biochemistry, biophysical characterization with MALLS, AUC, MS and fluorescence anisotropy, single particle cryo-EM visualization for sample characterization and optimization of the sample preparation protocol and X-ray crystallography, which altogether lead to first, but weakly diffracting crystals of the human 80S ribosome (Khatter et al., 2014). From these optimized samples, we determined the near-atomic structure of the human ribosome using high-resolution single particle cryo electron microscopy using the in-house Titan Krios electron microscope, advanced image processing and dedicated computing resources, and atomic model building using new crystallography refinement procedures. The structure reaches 2.9 Å resolution in the most stable regions and thus provides unprecedented insights into rRNA entities and amino acid side-chains of the human ribosome (Khatter et al., 2015). Furthermore, we will describe the 3D organization of ribosomes when bound to an mRNA strand and forming poly-ribosome assemblies such as left-handed supramolecular helices which we analysed by single and dual-axis cryo electron tomography (Myasnikov et al., 2013; Afonina et al., 2014; Afonina et al., 2015; Myasnikov et al., 2014). Finally, an outlook will be given on ongoing developments in super-resolution fluorescence microscopy applied to chromatin complexes. Together, these results highlight the importance of advanced technologies in structural biology (high-resolution cryo electron microscopes, sensitive direct electron detectors, super-resolution imaging and X-ray crystallography, including structure sorting, Klaholz 2015) to allow a better multi-scale multi-resolution integration, notably for correlative microscopy at the light and electron microscopy interfaces. Such integrated tools are available through project-based access through the European and French distributed infrastructures <http://frisbi.eu/> and <http://www.structuralbiology.eu/>.

References

- [1] J-F. Ménétret, H. Khatter, A. Simonetti, I. Orlov, A. G. Myasnikov, Vidhya KV, S. Manicka, M. Torchy, K. Mohideen, A-S. Humm, I. Hazemann, A. Urzhumtsev, B. P. Klaholz. Integrative structure-function analysis of large nucleoprotein complexes. RNA structure and folding, de Gruyter, 2013, D. Klostermeier & C. Hammann (Eds.).
- [2] Simonetti A, Marzi S, Billas IM, Tsai A, Fabbretti A, Myasnikov AG, Roblin P, Vaiana AC, Hazemann I, Eiler D, Steitz TA, Puglisi JD, Gualerzi CO, Klaholz BP. Involvement of protein IF2 N domain in ribosomal subunit joining revealed from architecture and function of the full-length initiation factor. *Proc Natl Acad Sci U S A*, 2013 ; 110:15656-61.
- [3] Simonetti A, Marzi S, Fabbretti A, Hazemann I, Jenner L, Urzhumtsev A, Gualerzi CO, Klaholz BP. Structure of the protein core of translation initiation factor 2 in apo, GTP-bound and GDP-bound forms. *Acta Crystallogr D*, 2013 ; 69:0925-33.
- [4] Myasnikov AG, Afonina ZA, Klaholz BP. Single particle and molecular assembly analysis of polyribosomes by single- and double-tilt cryo electron tomography. *Ultramicroscopy* 2013 ; 126:33-9.
- [5] Urzhumtseva L, Klaholz B, Urzhumtsev A. On effective and optical resolutions of diffraction data sets. *Acta Crystallogr D*, 2013.
- [6] Afonina Z. A., A. G. Myasnikov, V. A. Shirokov, B. P. Klaholz, A. S. Spirin. Formation of circular polyribosomes on eukaryotic mRNA without cap-structure and poly(A)-tail: a cryo electron tomography study. *Nucleic Acids Res.* 2014, 42, 9461-9. doi: 10.1093/nar/gku599.
- [7] Myasnikov A. G., Z. A. Afonina, J-F. Ménétret, V. A. Shirokov, A. S. Spirin & B. P. Klaholz. The molecular structure of the left-handed supra-molecular helix of eukaryotic polyribosomes. *Nat Commun.*, 2014, 5, 5294. doi: 10.1038/ncomms6294.
- [8] Afonina Z. A., A. G. Myasnikov, V. A. Shirokov, B. P. Klaholz, A. S. Spirin. Conformation transitions of eukaryotic polyribosomes during multi-round translation. *Nucleic Acids Res.* 2015, 43, 618-28. doi: 10.1093/nar/gku1270.
- [9] Maletta, I. Orlov, P. Roblin, Y. Beck, D. Moras, I. M. L. Billas & B. P. Klaholz. The palindromic DNA-bound USP/EcR nuclear receptor adopts an asymmetric organization with allosteric domain positioning. *Nat Commun.*, 2014, 5, 4139. doi: 10.1038/ncomms5139.
- [10] I. Orlov, A. Schertel, G. Zuber, B. P. Klaholz, R. Drillien, E. Weiss, P. Schultz & D. Spehner. Live cell immunogold labelling of RNA polymerase II. *Sci. Rep.* 2015, 5, 8324.
- [11] Khatter H, Myasnikov AG, Mastio L, Billas IM, Birck C, Stella S, Klaholz BP. Purification, characterization and crystallization of the human 80S ribosome. *Nucleic Acids Res.*, 2014, 42(6), 1-11.
- [12] H. Khatter, A. G. Myasnikov, K. Natchiar & B. P. Klaholz. Structure of the human 80S ribosome. *Nature*, 2015, 520, 640-5. doi: 10.1038/nature14427.
- [13] B. Beinstainer, J. Michalon & B. P. Klaholz. IBiSS, a versatile and interactive tool for integrated sequence and 3D structure analysis of large macromolecular complexes. *Bioinformatics*, 2015. pii: btv347.
- [14] B. P. Klaholz. Structure sorting of multiple macromolecular states in heterogeneous cryo-EM samples by 3D multivariate statistical analysis. *Open Journal of Statistics*, 2015, 5, 820-836.
- [15] L. Andronov, Y. Lutz, J-L. Vonesch & B. P. Klaholz. ClusterViSu, a method for clustering of protein complexes by Voronoi tessellation in super-resolution microscopy. Submitted.
- [16] L. Andronov, Y. Lutz, J-L. Vonesch & B. P. Klaholz. SharpViSu: integrated analysis of super-resolution microscopy data. Submitted.

Conférence Grand Public - Bibliothèque de l'Alcazar
mercredi 6 juillet 2016 18 h 30

La cristallisation du chocolat : entre science et savoir-faire

Frédéric DEBASTE

Ecole Polytechnique de Bruxelles, Belgique

Un bon chocolat doit répondre à de nombreuses attentes. Outre un goût subtil et raffiné, le chocolat de qualité doit être lisse, dur et brillant tout en fondant onctueusement dans la bouche. Maintenir ces qualités tout au long des transformations et de la conservation du chocolat est un défi permanent pour les producteurs, vendeurs et consommateurs. Les difficultés rencontrées sont liées à l'existence de nombreuses formes cristallines pour le chocolat. Dans cet exposé, nous nous proposons de repartir de ce qu'est le chocolat et de ce qui le compose, pour expliquer cette multiplicité de formes cristallines et ses conséquences. Sur cette base, nous pourrions analyser les stratégies mises en place pour garantir un chocolat de qualité, tant à l'échelle artisanale qu'industrielle. Nous terminerons en évoquant les défis actuels de la conservation du chocolat dans le cadre des marchés émergents et de l'impression 3D.

Conférence plénière
jeudi 7 juillet 2016 8 h 30

Avancées récentes et prospectives en (spectro)microscopie électronique en transmission

Odile STEPHAN

Laboratoire de Physique des Solides, Bâtiment 501, Université Paris-Sud, 91405 Orsay

Depuis le début des années 2000, la microscopie électronique en transmission a connu des progrès marquants en terme de résolution spatiale, grâce aux développements de systèmes optiques associant des éléments multipolaires afin de corriger une partie des aberrations de la lentille objectif (correcteurs d'aberration). De nouvelles possibilités ont ainsi émergé pour la réalisation d'images à une résolution spatiale inférieure à l'Å ouvrant de nouvelles voies pour une exploration dans l'espace direct de la cristallographie des matériaux et nanostructures. Ces progrès en image se sont accompagnés d'avancées importantes en spectroscopie et plus particulièrement dans le domaine de la spectroscopie de perte d'énergie d'électrons (EELS). Ainsi l'acquisition de signaux spectroscopiques à l'échelle de la colonne atomique ou de l'atome individuel est devenue (quasiment) « routinière ». D'autre part, depuis un ou deux ans, on assiste à l'émergence d'une nouvelle génération de monochromateurs, apportant des améliorations en résolution en énergie de près de 2 ordres de grandeurs (pour atteindre des résolutions de l'ordre de 10 meV et prochainement 5 meV). Ces nouvelles performances fournissent un accès à des gammes de plus en plus basses de pertes d'énergie (en dessous de 100 meV, pour la mesure de signaux vibrationnels, phononiques ou encore plasmoniques à des résolutions spatiales nanométriques) tout en permettant la mesure de signaux de plus en plus riches en information dans des gammes spectrales équivalentes à celle des rayons X mous (excitations des niveaux de cœur des atomes). A ces progrès spectaculaires, s'ajoutent de nouvelles idées pour tendre vers une convergence des spectroscopies d'électrons et de photons au sein d'un microscope électronique en transmission (mesure des photons visibles émis par l'échantillon lors d'expériences de cathodoluminescence par exemple) et pour imaginer de nouvelles expériences spectroscopiques combinant photons et électrons afin d'associer les performances en résolution spatiale des électrons et celles en résolution spectrale des photons. C'est ainsi tout un nouveau champ, celui de la nano-optique basée sur l'utilisation de faisceaux d'électrons rapides qui s'ouvre. Les microscopes électroniques deviennent ainsi de plus en plus polyvalents, tout en offrant des performances sans cesse améliorées. Ces possibilités seront illustrées au travers de plusieurs problématiques :

- Un accent sera mis sur l'exploration des structures atomiques et électroniques de divers films minces et super-réseaux d'oxydes. On s'intéressera par exemple aux effets interfaciaux entre un film mince ferroélectrique et un métal magnétique ($\text{BaTiO}_3\text{-Fe}$ [1]) ou un isolant de Mott ($\text{BiFeO}_3\text{-CaMnO}_3$ [2]), dans ce cas l'ordre ferroélectrique peut se coupler avec la distribution de charge ou de spin de la couches voisine et conduire à un état multiferroïque artificiel. Dans le cas de super-réseaux couplant manganites et nickelates, par exemple $\text{LaMnO}_3/\text{LaNiO}_3$, les phénomènes interfaciaux contrôlent le magnétisme du système [3]. La compréhension de ces effets aux interfaces nécessite l'extraction de modèles structuraux atomiques quantitatifs tenant compte précisément des déplacements atomiques d'origine polaire ou encore de la nature des plans de terminaison, une évaluation précise des effets d'écrantage de la ferroelectricité ou encore de caractéristiques électroniques (états de valence et de spin) en lien avec l'apparition d'un magnétisme interfacial. Des expériences couplant imagerie et spectroscopie à la résolution atomique seront comparées à des mesures réalisées sur synchrotron

- Quelques ouvertures au domaine de la nano-optique seront décrites grâce à la comparaison d'expériences EELS et de cathodoluminescence sur des nanostructures plasmoniques, mettant en évidence une convergence des concepts et des fonctions de réponses mesurées par des techniques optiques et avec des électrons rapides [4]. L'apport de la cathodoluminescence pour l'investigation des propriétés optiques des matériaux sera également discuté à partir d'expériences réalisées sur du nitrure de bore hexagonal [5]. On s'intéressera plus particulièrement au lien intime entre la structure cristalline, les défauts et les propriétés optiques (émission)
- Enfin quelques perspectives seront évoquées concernant le développement d'autres nouvelles techniques spectroscopiques, combinant photons et des électrons dans des applications en temps résolu par exemple, ou pour entrer dans le domaine de l'optique quantique.

Références

- [1] L. Bocher et al., Nano Lett. 376 (2012) 12
- [2] M. Marinova et al., Nano Lett. 2533 (2015) 15
- [3] M. Guibert et al., Nano Lett. 7355 (2015) 15
- [4] A. Losquin et al., Nano Lett., 1229 (2015) 15
- [5] R. Bourrelier et al., ACS Photonics 1 (2014) 857



Communications orales

Agglomération et redispersion des catalyseurs: Rôle de la migration-coalescence et du mûrissement d'Ostwald

CLAUDE HENRY

CINaM, UMR 7325 CNRS/ Aix-Marseille Université

13288 Marseille Cedex 09

henry@cinam.univ-mrs.fr

Raymond Kern et son équipe ont apporté une contribution remarquable sur l'évolution lors d'un recuit d'une collection de nanoparticules sur un support isolant. En effet ils ont montré par des expériences délicates que des particules d'or déposées sur une surface clivées de KCl sont animées d'un mouvement brownien dès que l'on chauffe suffisamment le support [1]. Ensuite ils ont montré qu'à plus haute température, les particules coalescent [2]. Ces phénomènes ont ensuite été modélisés [2,3]. La visualisation des particules se faisait ex situ par microscopie électronique en utilisant la méthode de réplique-transfert.

Le phénomène de coalescence a été invoqué pour expliquer la perte d'activité des catalyseurs en fonction du temps de fonctionnement [4]. Parallèlement le mûrissement d'Ostwald a été utilisé pour expliquer ce phénomène [5]. Les catalyseurs vieillis peuvent être régénérés par un traitement à haute température sous oxygène et ensuite sous hydrogène. A la fin des années 80, R. Kern s'est intéressé à ce phénomène régénération des catalyseurs ($\text{Pt}/\text{Al}_2\text{O}_3$) par des mesures in situ par spectroscopie Auger couplées à des observations ex situ par microscopie électronique [6]. Ces travaux souvent oubliés sont redevenus 'à la mode' avec l'invention des microscopies à champ proche (STM et AFM) qui permettent d'étudier in situ la croissance des nanoparticules sur un substrat. Beaucoup d'études ont été consacrées à ce sujet ces dernières années. Après avoir rappelé les travaux pionniers de R. Kern nous montrerons comment les développements récents en microscopie électronique (correcteur d'aberration, microscopie environnementale) et la synthèse de particules triées en taille ont permis de grandes avancées sur le sujet.

- [1] A. Masson, J.J. Métois, R. Kern ; Surf. Sci. 27(1971)463
- [2] J.J. Métois, J.C. Zanghi, R. Kern ; Thin Solid Films 22(1974)331
- [3] R. Kern, A. Masson, J.J. Métois ; Surf. Sci. 27(1971)483
- [4] P. Wynblatt, N.J. Gjostein ; Prog. Solid State Chem. 9(1975)21
- [5] B.K. Chakraverty; J. Phys. Chem. Solids 28(1967)2401
- [6] J.M. Rickard, L. Genovese, A. Moata, S. Nitsche; J. Catal. 121(1990)145

L'huître défie la croissance cristalline de Raymond Kern

BARONNET A., GRAUBY O.

Aix-Marseille Université, CNRS, CiNaM, UMR 7325, 13288 Marseille, France

baronnet@cinam.univ-mrs.fr

En quoi le vivant intervient dans la croissance des cristaux reste pour une grande part énigmatique. Pourtant, cellules et organismes divers sont capables de produire des composites organo-minéraux multi échelles avec un remarquable contrôle de leur taille, de leur forme, de l'espèce minérale et de son orientation cristallographique. C'est souvent à tel point bio contrôlé que tests, squelettes ou coquilles sont en permanence caractéristiques de l'espèce concernée et qu'ils gardent leurs propriétés fonctionnelles exceptionnelles et vitales.

Nous lirons l'histoire de cristallisation d'une coquille post-larvaire de l'huître creuse commerciale (*Crassostrea gigas*) par examen microstructural des bords distaux de ses valves, en tenant compte de leur dynamique de croissance.

La couche prismatique concernée s'initie par germination unique de calcite magnésienne sur des centres organiques de calcification préfigurés sur le periostracum. La croissance 2D de ces germes discoïdes et leur rencontre vont engendrer un pavage polygonal de type Voronoï qui va être monté en prismes monocristallins palissadiques 3D par "tirage". Les enveloppes organiques des prismes respectent ce patron initial. Le front de croissance lisse et commun à tous les prismes plaide pour un contrôle de ses surface (vicinale) et vitesse (isotrope) de croissance intersticielle par la proximité de l'épithélium sécréteur du manteau du mollusque. A l'échelle sub micronique, chaque prisme monocristallin est un réseau granulaire nanoporeux. Les granules sont considérés comme unités biologiques de croissance. Les contacts entre ces granules exocytosés indiquent qu'ils étaient mous lors de leur mise en place et que la cristallinité a progressé dans ce réseau aux dépens d'un précurseur amorphe de type gel organique.

Nous montrerons enfin en quoi ce type de croissance cristalline biogénique diffère des concepts attendus de croissance en solution tels que notre Maître Raymond Kern nous les a dispensés. L'huître semble avoir choisi de leur désobéir en préférant ceux de la croissance en bain fondu, transposés à température ambiante.

Epitaxy-ruled growth of large Ca-hydroxyapatite crystals from aqueous solution

PASTERO LINDA, AQUILANO DINO, BRUNO MARCO, RUBBO MARCO

Département de Sciences de la Terre

Université de Turin

linda.pastero@unito.it

Calcium hydroxyapatite is the main component of vertebrate bones and teeth. It has a strategic role in biomedical applications because of its bioactivity, biocompatibility, and slow-degradation rate. It is a critical bioceramic material due to its properties of osteo-conduction, -integration, and -induction. Moreover, hydroxyapatite has a role in catalysis, agricultural and pharmaceutical products, protein chromatography, and water and soil treatment as well.

The bulk of investigations about hydroxyapatite concerns nanosized crystals. The growth of large crystals is difficult to perform in the laboratory. Most of the growth methods proposed by literature, require high pH values (usually ranging between 10 and 12) to obtain the hydroxyapatite mass precipitation; under these conditions, the supersaturation of the solution is too high to obtain large crystals. Indeed, in most cases, only nanosized hydroxyapatite crystals are obtained. For that reason, nothing about surface properties and quality has been mentioned. Information about surface and even bulk properties are lacking.

We obtained micron-sized hydroxyapatite crystals by lowering the nucleation frequency, and hence moving the system toward growth [1].

Then, we modified crystal size and morphology and surface quality by changing the precursor phase [2].

The relationship between the hydroxyapatite polymorphism, growth morphology, and surface quality, result to be strongly dependent on the synergic effect between the supersaturation of the solution and the epitaxy-ruled templating effect of the phases used as hydroxyapatite-precursor.

[1] Linda Pastero, Dino Aquilano (2016) Monetite-Assisted Growth of Micrometric Ca-Hydroxyapatite Crystals from Mild Hydrothermal Conditions. *Cryst. Growth Des.* 2016, 16, 852-860. DOI: 10.1021/acs.cgd.5b01431

[2] Linda Pastero, in prep.

Influence de l'hydrodynamisme de la solution sur la formation d'inclusions liquides dans les cristaux

EMILIE BOBO ET GÉRARD COQUEREL

Normandie Univ, Laboratoire SMS - EA 3233, Univ Rouen, Mont Saint Aignan, France

emilie.bobo1@univ-rouen.fr

La formation d'inclusions dans les procédés de cristallisation est à l'origine d'importants problèmes de pureté. Des études préliminaires ont été menées sur des cristaux de perchlorate d'ammonium (NH_4ClO_4) cristallisant dans un groupe d'espace centro-symétrique. Les résultats ont montré que des faces (hkl) et (-h-k-l), symétriquement équivalentes et donc disposant des mêmes groupements émergeants à la surface, cristallisent différemment en termes de vitesse et de formation de défauts. En effet, une face (hkl) se développant très vite forme des inclusions liquides et alignées, alors que la face symétriquement opposée et équivalente (-h-k-l) cristallise à une plus faible vitesse sans former de défauts.

Cependant, ces résultats sont issus d'expériences menées dans des conditions statiques et il est possible que la liqueur mère ne soit pas homogène tout autour du cristal, induisant ainsi des cristallisations complètement différentes pour certaines faces du même cristal.

Dans la continuité de ces travaux, l'hydrodynamisme de la solution autour des faces du cristal a été étudié. Un flux de solution sursaturée avec un débit constant a été appliqué lors de la croissance cristalline. Grâce au calcul du nombre de Reynolds, le comportement du liquide autour du cristal est connu et une corrélation peut être faite entre le profil de la solution à l'interface du cristal et la formation d'inclusions.

Les résultats ont montré que les inclusions (alignées) apparaissent préférentiellement à contre-courant du flux, là où les faces sont les mieux exposées à la solution sursaturée et où celles-ci se développent plus rapidement que les autres, confirmant les résultats précédents.

S1.O5

Jeudi 7 Juillet 09:48 - 10:05

Croissance de silicium monocristallin par la technique de Kyropoulos pour le photovoltaïque : approche couplée expériences/modélisation

CHICHIGNOUD G.(a), NOURI A.(a), DELANNOY Y.(a), RICHARD F.(b), ALBARIC M.(c), BRIZE V.(c), ZAÏDAT K.(a)

a.SIMAP EPM CNRS, 1340 rue de la piscine, 38402 Saint-Martin-d'Hères Cedex, France

b.Cyberstar, Parc Sud Galaxie 1 rue des Tropiques, BP 344, 38435 Echirolles Cedex, France

c.CEA, 50 avenue du Lac Léman, 73375 Le Bourget-du-Lac, France

guy.chichignoud@grenoble.cnrs.fr

La technique de croissance de Kyropoulos est une des plus anciennes méthodes d'élaboration de monocristaux de grandes dimensions. Stabiliser l'interface de croissance au sein du bain présente intrinsèquement l'avantage d'obtenir de très faibles gradients de température (quelques degrés par centimètre) et donc de limiter fortement les contraintes résiduelles. La technique de Kyropoulos a été historiquement particulièrement bien adaptée pour cristalliser des matériaux fragiles, chlorures, fluorures par exemple. La montée en puissance des semi-conducteurs cristallogènes au cours des années 1950 (Ge,Si), beaucoup plus tolérants aux contraintes, s'est accompagnée d'une prééminence de la technique de Czochralski.

Cependant l'élaboration de silicium par Kyropoulos présente à l'heure actuelle des avantages certains, en particulier pour les applications photovoltaïques : la nécessité d'obtenir un matériau de la meilleure qualité possible et donc élaboré dans des conditions thermiques optimales associée à un besoin de forte productivité. Cette technique permet potentiellement de cristalliser des lingots à ratio largeur/hauteur élevé. De plus les gradients de température typiques de cette méthode sont compatibles avec le contrôle d'une croissance facettée, ce qui permet d'envisager l'obtention de lingots de forme carrée.

Le silicium présente toutefois des particularités à prendre en considération pour permettre la croissance contrôlée dans le liquide : l'émissivité du silicium varie fortement entre les phases solides et liquides. Les propriétés radiatives de la cavité de croissance évoluent en fonction de la fraction cristallisée. De plus, il est rapporté dans la littérature qu'une des limitations du procédé Kyropoulos est le contrôle de l'écoulement dans le bain, potentiellement délétère pour la stabilité de la croissance (sens du gradient de température et symétrie). Pour ces raisons une approche couplée expérimentation/modélisation a été réalisée.

La nature tridimensionnelle de l'écoulement dans le creuset étant à l'origine de la forme du lingot, la compréhension de son couplage avec l'évolution de l'émissivité de la cavité de croissance est indispensable pour la croissance contrôlée du silicium. Les résultats numériques recalés sur des expériences dans des configurations multiples seront présentés pour mettre en exergue les phénomènes limitatifs prépondérants. Les voies d'amélioration seront présentées pour permettre la croissance facettée de silicium carré.

Matériaux à changements de phase pour mémoires non volatiles : effets de réduction de taille et d'interface

HIPPERT F. (a), NOÉ P. (b), SABBIONE C. (b), FILLOT F. (b), BERNIER N. (b), BRENAC A. (c), MOREL R. (c)

(a) LNCMI (CNRS, Univ. Grenoble Alpes, UPS, INSA), Grenoble, France.

(b) Univ. Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France / CEA, LETI, MINATEC campus, F-38054 Grenoble, France.

(c) Univ. Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France / CEA, INAC, F-38054 Grenoble, France

francoise.hippert@lncmi.cnrs.fr

Certains alliages à base de Te dont le prototype est $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ (GST), ont la particularité de présenter une transition de phase extrêmement rapide et réversible entre un état amorphe, caractérisé par une forte résistivité électrique et une faible réflectivité optique, et un état cristallin, caractérisé par une faible résistivité électrique et une forte réflectivité optique. Les propriétés exceptionnelles de ces matériaux à changement de phase (PCM) ont conduit à leur emploi pour le stockage optique de l'information par exemple dans les DVD-RAM et, plus récemment, comme mémoire résistive non-volatile dans les « Phase Change Random Access Memories » qui constituent l'alternative la plus prometteuse pour remplacer la technologie Flash actuelle à partir du noeud technologique 28 nm. Un des principaux avantages des mémoires PCRAMs est leur capacité d'intégration extrêmement élevée. Pour la miniaturisation ultime, la consommation d'énergie devient critique. Une solution prometteuse est le développement de mémoires où le matériau PCM est confiné à l'échelle nanométrique, ce qui implique de comprendre et maîtriser les mécanismes de cristallisation des PCMs à cette échelle. Dans ce contexte, de nombreuses études sont consacrées aux effets de réduction de taille et d'interface (diélectriques ou métaux) sur la cristallisation. Par ailleurs, des efforts sont menés pour intégrer d'autres matériaux que GST dans les mémoires. Les objectifs sont d'obtenir des températures de cristallisation plus élevées, pour assurer la rétention de l'information dans les applications embarquées et lors du processus d'intégration (soldering reflow) et de réduire la relaxation dans l'état amorphe, pour limiter l'évolution de sa résistance avec le temps (phénomène de drift). Nous présenterons des études sur des films minces (de quelques nm à 100 nm) ainsi que sur des agrégats nanométriques d'alliages de GST et GeTe encapsulés dans différents matériaux. Le rôle crucial des interfaces sur les mécanismes de cristallisation sera mis en évidence grâce à des mesures de diffraction des rayons X, ex situ et in situ durant la cristallisation, et des études en Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM). Nous montrerons comment ces résultats peuvent contribuer au développement de nouvelles architectures de mémoires avec des propriétés de rétention améliorées.

S2.O2

Mardi 5 juillet 10:30 - 10:50

Caractérisation de nanofils Ge-Si coeur-coquille par diffraction cohérente des rayons X

(a)(b) SARA FERNÁNDEZ, (a)(b) MARIE-INGRID RICHARD, (a) GILBERT CHAHINE, (b) STEPHANE LABAT, (c) PASCAL GENTILE, (a) TOBIAS SCHÜLLI, (b) OLIVIER THOMAS¹

(a) ID01/ESRF, The European Synchrotron, 71 rue des Martyrs, 38043 Grenoble Cedex, France

(b) Aix-Marseille Université, CNRS, IM2NP UMR 7334, Campus de St-Jérôme, 13397 Marseille, France

(c) SiNaPS Lab. - SP2M, UMR-E CEA/UJF-Grenoble 1, CEA/INAC, 17 avenue des Martyrs 38054 Grenoble, France

sara.fernandez@esrf.fr

La caractérisation des propriétés structurales des objets de taille nanométrique (champ de déformation, composition chimique, défauts...) reste aujourd'hui un défi majeur. Elles influent notamment sur les propriétés physiques ou chimiques de tels objets. L'imagerie par diffraction cohérente des rayons X (CDI) permet une caractérisation complète des objets individuels. C'est un bon outil pour comprendre la relation entre les contraintes dans les petits objets et leurs propriétés physiques. De part sa nature non-destructive, cette technique permet des études in-situ. Dans le cas des nanofils coeur-coquille, la caractérisation de l'interface avant et pendant le processus de recuit nous permettra de répondre aux questions fondamentales comme l'interdiffusion aux petites échelles.

Nous avons utilisé la diffraction cohérente en condition de Bragg pour caractériser des nanofils coeur-coquille Ge-Si uniques, d'un diamètre nominal de 250 nm et d'une longueur de 10 μ m. Les nanofils ont été préparés par croissance vapeur-liquide-solide (VLS). Un nanofil unique a été isolé sur une pointe grâce à un nano-manipulateur FIB. Les mesures ont été réalisées sur la ligne de lumière ID01 de l'ESRF. Le faisceau cohérent a été focalisé par des lentilles de Fresnel conduisant à une taille du faisceau de 150 x 250 nm² (fwhm). Plusieurs réflexions sur ce même nanofil ont été mesurées en cartographiant l'espace réciproque en trois dimensions (3D). Il a été possible de mesurer trois réflexions symétriques dans le plan (i.e. 2-20 Ge) et hors du plan (i.e. 111 and 333 Ge) et une réflexion asymétrique (i.e. 331 Ge).

Les mesures ont mis en évidence un coeur en Ge facetté et complètement relaxé et une coquille en Si polycristalline, en accord avec des mesures en microscopie électronique en transmission (TEM) effectuées postérieurement. Les mesures avec un faisceau nano-focalisé ont aussi permis de quantifier la courbure du nanofil coeur-coquille à l'échelle nanométrique.

Une étude comparative entre les clichés 3D de diffraction et des simulations par éléments finis (FEM) a été réalisée.

Finalement, les résultats de la reconstruction 3D de l'objet (densité et phase) à partir d'algorithmes d'inversion seront montrés. La phase nous donne accès au déplacement atomique et donc au champ de déformation 3D au sein du nanocristal. Des expériences de diffraction cohérente pendant le recuit (in-situ) sont également prévues.

Imagerie par diffraction des rayons X de nano-objets pour la photonique et l'électronique

FAVRE-NICOLIN V. (a,B), ELZO AIZARNA M. (a,B), MANDULA O. (b,C,D),
MASTROPIETRO F. (e), EYMERY J. (b,C), ANDRIEU F. (f),
CLAUDON J. (b,C), GÉRARD J.-M. (b,C)

(a) ESRF-The European Synchrotron, Grenoble, France

(b) Univ. Grenoble Alpes, INAC-SP2M, F-38000 Grenoble, France

(c) CEA, INAC-SP2M, F-38000 Grenoble, France

(d) Fondation Nanosciences, Grenoble, France,

(e) Université Aix-Marseille, Institut Fresnel, France

(f) CEA-LETI, Minatec, Grenoble, France

favre@esrf.fr

Les nano-structures de semi-conducteurs sont des composants essentiels de dispositifs modernes, particulièrement pour ce qui concerne les applications en photonique et électronique. Le succès de leur développement a tenu aux avancées tant du point de vue des techniques de fabrication que des méthodes d'études de leurs propriétés physiques et structurales.

Avec la diminution de la taille des dispositifs actifs - afin d'augmenter leur efficacité via l'exploitation de confinement optique ou électronique - la performance de nano-objets individuels est devenu beaucoup plus sensible à de petites variations de leurs caractéristiques structurales (forme, taille, champs de déformation). Il est ainsi devenu nécessaire de pouvoir caractériser de manière précise des objets individuels.

Durant les 10 dernières années, plusieurs techniques ont été développées, afin de permettre les mesures de photo-luminescence de nano-structures uniques. Pendant cette même période s'est développée l'utilisation de nano-faisceaux de rayons X, permettant d'étudier des objets uniques avec une taille inférieure à 100 nm, via la méthode d'imagerie par diffraction cohérente. Cette technique peut en particulier être utilisée en géométrie de Bragg afin de reconstruire à la fois la forme et le champ de déformation à trois dimensions.

Nous donnerons des exemples d'application de ces techniques pour l'étude de nano-structures de semi-conducteurs homogènes et hétérogènes, pour des applications en électronique (silicium contraint) et en photonique (émission de photons uniques).

**S2.O4**

Mardi 5 juillet 11:10 - 11:30

Study of the solid-state reaction of ultra-thin Ni film with InGaAs under-layer : a Full 3D reciprocal space mapping X-Ray diffraction study

ZHIOU S.(a), NGUYEN T. (b), RODRIGUEZ P. (a), NEMOUCHI F. (a), GERGAUD P. (a)

(a) Univ. Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France and CEA, LETI, MINATEC Campus, F-38054 Grenoble, France

(b) Univ. Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France and Inst. Néel, F-38054 Grenoble, France

seifeddine.zhiou@cea.fr

Among the hot topics driving the developments of new devices, the III-V materials (especially InGaAs alloys) represent serious candidates to replace silicon in elaborating sub 10nm MOSFET. It was demonstrated that such components exhibit a significant raise of electron mobility throughout the channel and limit the band-to-band tunnel leakage. An ultra-low contact resistivity is mandatory to reach entire device performances and will be therefore one of the key challenges for advanced node CMOS development. Historically, the developments of low-resistive contacts have been a fine mechanism understanding in order to control the solid-state reaction (SSR) of a metal film with the Si substrate and finally the process and its related contact resistivity. There have been also intense investigations on silicide technology (e.g. TiSi_2 , CoSi_2 and NiSi) over more than 25 years, leading to fundamental understanding on the peculiar microstructure observed for these compounds obtained by SSR. On the contrary, the knowledge turns out to be limited when it comes to ohmic metal contacts on III-V materials for MOSFET applications. In this work, the solid-state reaction of Ni on InGaAs on Si or InP substrate was studied by X-Ray diffraction technique. Due to the monocrystalline aspect of the so-formed intermetallic, it was necessary to employ a full 3D reciprocal space mapping (3D-RSM) on synchrotron (ESRF) and in laboratory in order to have a complete overlook over the its crystalline structure and texture. Pole figure analysis shows that the intermetallic features an hexagonal structure ($P6_3/mmc$) with an NiAs B8-type structure. Although only one phase is highlighted, the intermetallic exhibits two different domains characterized by different orientation, epitaxy relationship and lattice parameters. The intermetallic phase (denoted Ni-InGaAs in this paper) seems to present a rather wide range of stoichiometry according to annealing temperature and to domain type. The orientation and texture of the intermetallic is discussed along with the evolution of lattice parameters of the Ni-InGaAs phase.

Describing the tailed bacteriophage virion from a combination of NMR and EM data

Langlois, C. (a), Ramboarina, S.(a), Chaban, Y. (b), Cukkemane, A. (c,d), Auzat, I. (e), Gilquin, B. (a), Paternostre, M. (a), , Baldus, M. (c), Orlova, E.V. (b), Tavares, P. (e) and Zinn-Justin, S. (a)

a) Laboratoire de Biologie Structurale et Radiobiologie, UMR CNRS 9198 I2BC and CEA IBITECS, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France.

b) Institute of Structural and Molecular Biology, Birkbeck College, London WC1E 7HX, United Kingdom.

c) NMR Spectroscopy Group, Bijvoet Center for Biomolecular Research, Department of Chemistry, Faculty of Science, Utrecht University, Padualaan 8, 3584 CH Utrecht, The Netherlands,

d) Microbiology Department, Tuljaram Chaturchand College, Baramati-413102, India.

e) Unité de Virologie Moléculaire et Structurale, CNRS UPR3296, Centre de Recherche de Gif, Bâtiment 14B, CNRS, 91198 Gif-sur-Yvette, France.

sophie.zinn@cea.fr

Most known bacteriophages are constituted by a capsid (or head) containing their genome and a tail that serve for bacterial target recognition and genome delivery into the infected host cytoplasm. We analyzed the phage divergent sequences in order to identify genes coding for the capsid, head-to-tail connection and tail of the phage viral particle (Lopes et al., 2014). We thus classified phages as a function of their head-to-tail connection architecture. We focused on phage SPP1, which is representative of the largest phage class, in order to describe the architecture of its viral particle. We solved the 3D solution structures of four SPP1 proteins before assembly into the viral particle; these structures are characterized by the presence of large flexible loops (Lhuillier et al., 2009; Chagot et al., 2012). We then docked these structures into the EM maps of the head-to-tail connection of the SPP1 virion in two functional states, i.e. before and after DNA ejection (Tavares et al., 2012; Chaban et al., 2015). Loops involved in capsid closure were identified and this was validated by observing disulfide cross-linking between the loops rearranged as β -strands in the assembled particle (Lhuillier et al., 2009; Chaban et al., 2015). In long-tail phages as SPP1, the tail tube results from the assembly of the Major Tail Protein (MTP) gp17.1. We showed that monomeric gp17.1 is partially folded in solution and self-assembles to form native-like fibers. We followed, using solution-state NMR, FTIR, solid-state NMR and EM, the structural changes experienced by gp17.1 during fiber formation, and proposed a 3D model for the gp17.1 fiber (Langlois et al., 2015). Finally, we validated our model by designing a gp17.1 variant with impaired assembly capacities in vitro and in the bacteria. Similarities between virion architectures within tailed bacteriophages will be discussed.

References:

- (1) Lhuillier S, Gallopin M, Gilquin B ... & Zinn-Justin S. *Proc Natl Acad Sci* 106(21):8507-12 (2009);
- (2) Chagot B, Auzat I, Gallopin M ... & Zinn-Justin S. *Proteins* 80(1):319-326 (2012);
- (3) Tavares P, Zinn-Justin S & Orlova EV. *Adv Exp Med Biol* 726:585-600 (2012);
- (4) Lopes A, Tavares P, Petit MA, Guérois R & Zinn-Justin S. *BMC Genomics* 15(1):1027-1030 (2014);
- (5) Langlois C, Ramboarina S, Cukkemane A ... & Zinn-Justin S. *J. Biol. Chem.* 290(6):3836-49 (2015);
- (6) Chaban Y, Lurz R, Brasilès S, ... Zinn-Justin S, Tavares P & Orlova EV. *Proc Natl Acad Sci* 112(22):7009-14 (2015).



S3.O2

Lundi 4 juillet 11:30 - 11:50

Structural and Functional studies of a 1 MDa chaperonin in action by combined NMR and EM approaches

G. MAS, P. MACEK, E. CRUBLET, C. MORISCOT, P. SCHANDA, G. SCHOEHN & J. BOISBOUVIER

Institut de biologie structurale, CNRS/ CEA /UJF, 71 avenue des Martyrs, 38044 GRENOBLE, France

jerome.boisbouvier@ibs.fr

The study of the assembling, structural and functional properties of biomolecular nanomachines remains a considerable practical challenge. The sheer size of these nanoparticles, the complexity of the structural rearrangements involved present an array of logistical problems. Even if X-ray crystallography and cryo-EM methods can provide static pictures of the system, kinetic data are necessary for a full, atomic resolution understanding of the mode of action. NMR spectroscopy offers an unique ability to monitor structural and dynamic changes in real-time and at atomic resolution. However, the NMR studies of large proteins and complexes has been a real challenge for a long time. Recent developments in specific isotope labeling of methyl groups in a perdeuterated protein has significantly extended the frontier of liquid state NMR (kerfah et al Curr. Opin. Struct Biol 2015).

In this communication, I will present that a combination of methyl specific labeling, optimized NMR spectroscopy integrated with EM can be used to probe different functional states and the refolding cycle of a 1 MDa active chaperonin. To decipher this mechanism, we have reconstituted the functional assembly specifically labeled on methionine methyl groups. Thereby the methionine residues have been use as a probe of the chaperonin structure allowing the identification of NMR spectra corresponding to the intermediate states and the active species of the functional cycle. NMR allowed us to investigate in an atomic- and time-resolved manner the structural rearrangement corresponding to the different states during the functional cycle of a large biological machinery. We have characterized the interaction between the chaperonin and an unfolded substrate protein. We have observed that the unfolded proteins are stabilized by the chaperonin, allowing us to identify the holdase activity of the chaperonin. Using a clever combination of different structural biology approaches, it has been possible to follow the refolding of the unfolded protein by the chaperonin and the effects of the unfolded protein on the functional cycle of the chaperonin in action.

POSTTRANSCRIPTIONAL REGULATION OF TUMOR NECROSIS FACTOR (TNF)- α EXPRESSION BY THE NON-CANONICAL RNA-BINDING PROTEIN GLYCERALDEHYDE-3-PHOSPHATE DEHYDROGENASE

WHITE MR. (a), KHAN MM. (b), DEREDGE D. (b), ROSS CR. (c), QUINTYN R. (d), ZUCCONI BE. (e), WYSOCKI VH. (d), WINTRODE PL. (b), WILSON GM. (c), GARCIN ED. (a)

(a) University of Maryland Baltimore County, USA

(b) University of Maryland School of Pharmacy, USA

(c) University of Maryland School of Medicine, USA

(d) Ohio State University, USA

(e) Johns Hopkins School of Medicine, USA

egarcin@umbc.edu

The glycolytic enzyme, glyceraldehyde-3-phosphate dehydrogenase (GAPDH), possesses a vast array of extra-glycolytic functions, including regulation of protein expression via RNA binding. Despite the lack of a canonical RNA-binding motif, GAPDH binds to numerous adenine-uridine rich elements (AREs) from various mRNA 3'-untranslated regions in vitro and in vivo. How GAPDH binds to these AREs is still unknown. We discovered that GAPDH binds, in vitro, with high affinity to the core ARE from tumor necrosis factor- α (TNF- α) mRNA via a two-step binding mechanism. We investigated the effect of a dimer-interface mutation on GAPDH oligomerization and RNA binding by fluorescence anisotropy, crystallography, small-angle x-ray scattering, nano-electrospray ionization native mass spectrometry, and hydrogen-deuterium exchange mass spectrometry. We showed that the mutation promotes short-range and long-range dynamic changes in regions located at the dimer and tetramer interface and in the NAD⁺ binding site, suggesting that these regions are crucial for RNA binding. In addition, we have recently showed that GAPDH binds to and regulates the stability of TNF- α -mRNA in cells. We are currently combining NMR, crystallography, and hydrogen-deuterium exchange mass spectrometry to elucidate the RNA binding site in GAPDH, and provide structural information that will facilitate the design of novel therapeutic agents to treat TNF- α -associated diseases.

S3.04

Lundi 4 juillet 12:10 - 12:30

Micro-ED : La diffraction électronique sur micro-cristaux

BRON P., TRAPANI S., LAI-KEE-HIM J., HOH F.

Centre de Biochimie Structurale, CNRS UMR 5048-UM -INSERM U 1054

29 rue de Navacelles 34090, MONTPELLIER - France

fhoh@hotmail.com

La diffraction électronique sur micro-cristaux de protéines (micro-ED) est une méthode récente et émergente. En effet, la première publication illustrant la possibilité d'obtenir une structure atomique d'une protéine à partir de l'acquisition de clichés de diffraction électronique de micro-cristaux (MCX) congelés date de la fin 2014 (Nannenga BL and al, Nat Methods. 2014). Notre équipe « biologie structurale multi-échelles » étudie l'organisation structurale de complexes biologiques d'agents infectieux du niveau moléculaire jusqu'au niveau cellulaire en combinant principalement des approches de microscopie électronique et la cristallographie aux rayons X. Dans ce contexte, nous avons décidé de mettre au point la micro-ED au CBS de Montpellier. Les premiers essais de diffraction ont été effectués sur des cristaux congelés de lysozyme ayant des tailles allant de 50 nm à 2-3 μ m. Techniquement, la congélation d'une grille en microscopie électronique ne nécessite que 1.5-3 μ l, correspondant ainsi à une goutte de cristallisation. On peut donc évaluer la diffraction produite par les nombreux MCX présents dans une seule goutte de cristallisation ; MCX qui peuvent diffracter à des résolutions comparables à celles obtenues sur les synchrotrons. Contrairement à la cristallographie des rayons X, l'uniformisation du processus d'acquisition, des formats des images et du traitement des données reste à développer. Ainsi nous nous sommes attelés à la transformation du format des images (dépendant de la caméra) afin de les rendre compatible avec le logiciel Mosflm, puis, au développement d'un système d'acquisition des clichés de diffraction électronique. En effet, à l'heure actuelle, aucun constructeur ne propose un tel système d'acquisition. Une fois l'indexation et l'intégration effectuées, le jeu de données peut être traité par les voies classiques (CCP4). Le remplacement moléculaire étant pour l'instant le seul phasage possible, nous étudions des approches nouvelles pour phaser nos jeux de données. En conclusion, la micro-ED est une approche extrêmement prometteuse pour l'étude structurale de protéines formant des MCX. Ainsi, couplée à un système de détection performant (UV, soonicc) permettant le repérage des cristaux invisibles à l'oeil dans les gouttes de cristallisation, la micro-ED s'avère être une approche structurale puissante qui à son terme nous permettra l'acquisition d'un jeu complet de diffraction à partir d'une seule goutte de cristallisation.

Diffraction des rayons X, DANES et XANES une complémentarité décisive pour la caractérisation de nano-objets : exemple de l'exfoliation d'oxybromures de cobalt bidimensionnels.

DAVIERO-MINAUD S.(a), BLAZQUEZ ALCOVER I. (a), HUVÉ M. (a), MOCUTA C. (b), ROUSSEL P. (a), MENTRÉ O. (a)

(a)Université Lille Nord de France, UCCS, UMR-CNRS 8181, ENSCL-USTL, Villeneuve d'Ascq, France

(b)SOLEIL Synchrotron, DiffAbs beamline, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin - BP 48, 91192 Gif-sur-Yvette, Cedex, France
sylvie.daviero@ensc-lille.fr

Nous avons réalisé l'exfoliation dans le butanol d'oxybromures de baryum cobalt bidimensionnels, avec l'objectif d'isoler des nanoblocs positifs dont la structure correspond aux blocs élémentaires de la phase d'origine tout en conservant les degrés d'oxydation initiaux du cobalt (+3/+4).

Lors de l'étude de ces nano-objets, nous nous sommes retrouvés confrontés à la difficulté de leur caractérisation.

Grâce aux techniques d'analyse classiques disponibles au laboratoire (DRX, MEB, TEM, AFM, IR et UV...) nous avons montré que l'exfoliation conduit à des plaquettes d'épaisseur ~ 10 nm et de largeur 50-100 nm. Cependant leur caractérisation structurale reste délicate du fait de la très forte orientation préférentielle des échantillons et de la faible quantité de matière.

Comment montrer que le traitement dans le solvant n'a pas induit de modifications structurales majeures, des dégradations ainsi que des changements de degrés d'oxydation du métal ?

Pour répondre à ces interrogations nous avons réalisé une étude des nano-plaquettes, en combinant la diffraction X « in plane » et « out of plane », la spectroscopie d'absorption X (XANES) au seuil K du cobalt et la diffraction anormale (DANES), sur la ligne DIFFABS du Synchrotron SOLEIL. L'observation « in plane » de pics de diffraction caractéristiques de la phase, peu visibles en configuration « out of plane » du fait de la très forte orientation préférentielle, confirme la préservation de la structure élémentaire des blocs après le traitement chimique. Cependant la spectroscopie XANES des échantillons nous laisse supposer une légère dégradation de la phase par le changement d'allure du seuil K du cobalt par rapport à celui du composé de référence. La non-sélectivité du XANES ne permet pas de savoir si cette dégradation affecte la totalité des nanoparticules ou indique seulement la présence d'impureté du fait du processus d'exfoliation. L'enregistrement des DANES sur une raie 00l des échantillons a permis de lever cette ambiguïté en montrant que ce changement de redox n'affecte pas le cobalt des nanoparticules.

La combinaison de ces trois techniques nous a ainsi permis de montrer que les nanoplaquettes obtenues par exfoliation des oxybromures bidimensionnels conservaient la structure atomique et électronique des blocs de la phase d'origine.

S4.O2

Mardi 5 juillet 10:30 - 10:50

Analyse 3D-(DELTA)PDF de la transition de phase MOTT-ODC dans un composé MX unidimensionnel

GUÉRIN L. (a), TAKAISHI S. (b), SIMONOV A. (a), E. ZATTERIN E. (a), RABILLER (a), MARIETTE (a), TOUDIC B. (a)

(a) Institut de Physique de Rennes (UMR CNRS 6251), Université de Rennes 1, France

(b) Laboratory of coordination chemistry, Tohoku University, Japan

laurent.guerin@univ-rennes1.fr

La transition de la phase isolant de Mott à la phase onde de densité de charge dans un composé MX unidimensionnel [1] est analysée par le couplage entre des techniques de caractérisation (magnétisme, spectroscopie Raman), de résonance (RQN), de diffraction et de diffusion des rayons X. Alors que les mesures de susceptibilités magnétiques et de spectroscopie Raman montre une transition de phase Mott-ODC autour de 120K, la structure moyenne déterminée par diffraction des rayons X dans les deux phases ne présente aucune signature de cette transition.

Néanmoins, la présence de diffusion diffuse sous la forme de ligne diffuse dont l'intensité évolue en fonction de la température indique qu'une mise en ordre locale est à l'origine de cette transition. La taille et la position de ces lignes diffuses est caractéristique d'une dimérisation le long des chaînes se couplant à 2D pour former des plans d'ondes de densité de charge. La nouvelle méthode 3D-(delta)PDF permet de déterminer de manière quantitative à 3D les corrélations dans le réseau réel à l'origine de cette mise en ordre. Un modèle basé sur cette dimérisation et ce couplage des chaînes a été affiné aux mesures de diffusion de diffuse à l'aide du programme YELL [2]. Nous concluons que cette transition de phase implique une mise en ordre 2D d'ondes de densité de charge et non une mise en ordre 3D comme observé dans un composé similaire [3].

Cette présentation aura aussi pour intérêt de présenter cette nouvelle méthode d'analyse de la diffusion diffuse sur monocristal illustré par un cas scientifique simple.

[1] M. Yamashita, H. Okamoto, Material Designs and New Physical Properties in MX- and MMX-Chain Compounds, Springer (2013)

[2] A Simonov, T Weber, W Steurer - Journal of Applied Crystallography, 2014

[3] S. Kumagai, S. Takaishi, H. Iguchi, M. Yamashita, Dalton Transactions, 2015, 44, 8590

Etude in situ par DRX sur poudre et RMN du solide de catalyseurs industriels vanadophosphates : focus sur la phase γ -VOPO₄

KOUVATAS C. (a), BATAILLE T. (a), LE POLLES L. (a), PRESTIPINO C. (a), DELEVOYE L. (b), FARNAN I. (c), ELKAÏM E. (d), LE FUR E. (a)

(a) Institut des Sciences Chimiques de Rennes - UMR 6226 CNRS - ENSCR - Univ. Rennes 1, Rennes

(b) UCCS - UMR 8181 - Univ. Lille 1, Lille

(c) Univ. Cambridge, Cambridge

(d) Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette

cassandra.kouvatat@ensc-rennes.fr

Les phosphates de vanadium sont les catalyseurs industriels utilisés dans l'oxydation du butane en anhydride maléique. L'activité catalytique est meilleure lorsqu'il existe une balance redox V^{4+}/V^{5+} [1]. En particulier, les polymorphes β , γ et δ -VOPO₄ ont été observés en plus de (VO)₂P₂O₇ à la fin du processus catalytique [2]. Les polymorphes de VOPO₄ se caractérisent par des activités catalytiques variables et une cristallinité moyenne qui rend leur étude structurale complexe. Déterminer la structure réelle des différents polymorphes nécessite de les étudier dans des conditions de température et d'atmosphère particulières, à l'échelle locale et à plus longue distance. Plus spécifiquement, la phase γ -VOPO₄ suscite de nombreuses interrogations quant à sa présence et son rôle dans le processus catalytique [2]. Il semblerait exister des relations structurales entre β -VOPO₄ et γ -VOPO₄ [3], puisque des transitions entre ces phases en fonction de la température et des conditions redox ont été observées par le passé.

On se propose donc d'étudier la formation et l'évolution de la phase γ -VOPO₄ par une approche in situ multi-échelles par RMN du solide et diffraction des rayons X. Dans un premier temps on décrira l'oxydation en temps réel du catalyseur industriel (VO)₂P₂O₇ en γ -VOPO₄ dans des conditions proches de l'operando (catalyse solide/gaz sous mélange air et butane), à l'aide d'un équipement spécifique de distribution de gaz mis en place sur la ligne CRISTAL du synchrotron SOLEIL. Dans un second temps on montrera que la complémentarité DRX sur poudre in situ et RMN du solide à température variable nous a permis de révéler l'existence d'un désordre dynamique et de suivre l'évolution de la transformation β/γ -VOPO₄, en particulier grâce à des expériences 1D et 2D de RMN ³¹P découplé ⁵¹V.

[1] G. Koyano, T. Okuhara, M. Misono, J. Am. Chem. Soc. 120 (1998) 767-774

[2] N. F. Dummer, J. K. Bartley, and G. J. Hutchings, Advances in Catalysis 54 (2011) 189-247

[3] M. Conte, G. Budroni, J. K. Bartley, S. H. Taylor, A. F. Carley, A. Schmidt, D. M. Murphy, F. Girgsdies, T. Ressler, R. Schlögl, G. J. Hutchings, Science 313 (2006) 1270-1273

S4.04

Mardi 5 juillet 11:10 - 11:30

PSICHÉ : une ligne de lumière pour la diffraction et l'imagerie X sous contrainte

ITIÉ J.P., BOULARD E., DESLANDES J.P., GUIGNOT N., KING A.

Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, St Aubin BP48, 91192 Gif-sur-Yvette

jean-paul.itie@synchrotron-soleil.fr

La diffraction est une des techniques les plus utilisées pour caractériser un échantillon sous pression. Elle permet d'une part de transformer le paramètre pression en un autre paramètre, le volume (ou la densité) beaucoup plus pertinent en particulier pour la comparaison avec les calculs et d'autre part de suivre les transitions de phases structurales ou les réactions chimiques induites par la pression. Cependant la plus part du temps, lors de mesures in situ, il n'y a pas d'accès optiques qui permettent de suivre la morphologie en trois dimensions de l'échantillon sous pression. Il est donc difficile de corrélérer les modifications de la maille élémentaire aux changements macroscopiques du matériau.

La possibilité de compléter la diffraction par de l'imagerie X (2d ou 3D) permet de dépasser cette limitation. Un tel couplage a été mis en place sur la ligne PSICHÉ de SOLEIL, profitant du montage de diffraction en dispersion d'énergie (faisceau blanc) et d'un système d'imagerie par absorption des rayons X, également en faisceau blanc. Le montage CAESAR de PSICHÉ permet de modifier l'angle fixe 2θ de la diffraction en dispersion d'énergie entre 5° et 30° , permettant d'explorer un large domaine en k , avec des photons entre 20 et 80 KeV. Le couplage avec l'imagerie X permet :

- De définir avec une grande précision la zone de l'échantillon dont on veut mesurer la diffraction
- De situer les différents composants de l'assemblage lors de mesures à HP et HT
- Dans le cas d'une réaction chimique, de déterminer les positions et les quantités des différents produits avant, pendant et après la réaction.
- De mesurer les variations de volume et de densité d'échantillons non cristallins
- De suivre une zone de défaut (propagation d'une fissure par exemple) et de regarder la diffraction au bord de cette zone

Dans le cadre de cet exposé, nous présenterons le montage de diffraction en dispersion d'énergie et le montage de tomographie. Quelques exemples d'applications dans différents domaines scientifiques seront montrés afin d'illustrer le couplage entre imagerie et diffraction.

Cristallographie et pigments anciens : au-delà des pics de Bragg...

P. MARTINETTO P. (a,B), CERSONY S. (a,B,*), BORDET P. (a,B), HODEAU J.-L. (a,B), VAN ELSLANDE E. (c,D), SAMAIN L. (e), WALTER PH. (c,D)

(a) Univ. Grenoble Alpes, Inst. Néel, Grenoble, F-38000, France; (b) CNRS, Inst. Néel, Grenoble, F-38000, France; (c) Sorbonne Universités, UPMC Univ. Paris 06, UMR 8220, Laboratoire d'archéologie moléculaire et structurale, LAMS, Paris, F-75005, France; (d) CNRS, UMR 8220, LAMS, Paris, F-75005, France; (e) Centre Européen d'Archéométrie, University of Liège, Sart Tilman B15, Liège, 4000, Belgium; (*) actuellement CNRS, MNHN, UMR 7209, Paris, F-75005, France.

pauline.martinetto@neel.cnrs.fr

Les matériaux du Patrimoine culturel livrent de nombreux exemples de matériaux complexes, dont on peut évaluer aujourd'hui l'évolution sur des échelles de temps non accessibles en laboratoire. Leur caractérisation structurale fine permet de comprendre les raisons de leur durabilité remarquable ou au contraire de leur dégradation, ce qui peut contribuer à mieux conserver, voire à restaurer, certaines oeuvres. La nature même de ces matériaux (hétérogènes, partiellement cristallins, disponibles en très faible quantité, précieux, ...) contraint d'ailleurs à faire progresser les techniques d'analyse pour arriver à accéder aux informations pertinentes. Aujourd'hui, les progrès analytiques permettent de répondre à des problématiques archéologiques de plus en plus ciblées, sur des prélèvements toujours plus limités ou par une analyse directe non invasive d'un échantillon voire d'un objet.

Lors de cette conférence, je donnerai plusieurs exemples de pigments anciens étudiés ces dernières années à l'Institut Néel en collaboration avec des laboratoires de recherche sur le Patrimoine Culturel. Nous proposons une approche méthodologique qui utilise successivement la diffraction des rayons X en mode tomographie, l'analyse par la méthode de Rietveld et l'analyse de la fonction de distribution de paires (analyse PDF). Cette approche permet de réaliser l'identification, la cartographie et la quantification des phases (qu'elles soient cristallines ou amorphes) présentes dans un mélange. Je montrerai les résultats obtenus sur des reproductions de Bleus de Prusse du XIXe siècle dont la caractérisation a permis l'identification d'une phase nanocristalline non désirée, de couleur orange, à l'origine de la modification de la couleur. Je présenterai également l'étude de poudres noires à base de carbone datant de l'époque romaine, découvertes pendant les fouilles du site de Pompéi. Les résultats obtenus sur la nature des mélanges et l'origine des pigments de noir de carbone seront présentés et confrontés à d'autres données expérimentales, acquises entre autre par microscopie électronique. De manière générale, j'essaierai de montrer que cette stratégie analytique peut permettre de caractériser les matériaux du Patrimoine au-delà des pics de Bragg....

S5.O2

Jeudi 7 juillet 12:00 - 12:20

Les transformations thermiques de la kaolinite : des repères pour l'étude des procédés céramiques anciens

WALLEZ G. (a,B), COCQUINOT Y. (a,C), ROISINE G. (a,C), LEHUEDE P. (a,C), BOUQUILLON A. (a,C)

(a) PSL Research University, Chimie ParisTech-CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris, UMR8247, 75005 Paris, France

(b) Sorbonne University, UPMC Univ. Paris 06, France

(c) Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, C2RMF, Palais du Louvre, 75001 Paris, France

gilles.wallez@upmc.fr

Bernard Palissy, maître céramiste de la Renaissance (1510-1590) a réalisé de nombreux objets et éléments architecturaux en terre cuite glaçurée. Il a employé des argiles de provenances variées mais qui présentent des teneurs en kaolinite $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ de 30 à 100 %. Leurs propriétés mécaniques et thermiques permettent un bon accord entre la céramique et la glaçure plombifère et une haute tenue au séchage et à la cuisson. Elles permirent ainsi à Palissy de réaliser des oeuvres remarquables et complexes, témoins d'un savoir-faire rarement égalé par la suite et qu'il ne nous a transmis que par des écrits volontairement lacunaires.

Afin de retrouver les conditions de cuisson (temps, température), une caractérisation chimique, minéralogique et texturale a été réalisée sur un corpus de productions issues des fouilles de l'atelier de Palissy ; simultanément, les transformations thermiques de la kaolinite ont été suivies sur de la kaolinite pure et sur des argiles provenant de gisements utilisés par Palissy.

Bien que l'évolution thermique de la kaolinite ait fait l'objet de nombreux travaux antérieurs, il s'agit à notre connaissance du premier visant à une caractérisation aussi avancée de l'ensemble des phases dans un large domaine thermique.

Les échantillons ont subi des recuits en séries isochrones (96 h, 950-1400 °C) et isothermes (1000 °C, 10 mn-96 h), puis une analyse par DRX/Rietveld. L'approche a permis de suivre quantitativement les évolutions de paramètres clés du matériau :

- le taux des phases (spinelles, mullite, quartz, cristobalite, verre),
- la composition de la mullite ($\text{Al}_{4+2x}\text{Si}_2-2x\text{O}_{10-x}$) par le taux d'interstitiels et son impact sur le volume de maille,
- la maille du quartz, sujette à des variations qui rappellent celles constatées sur des échantillons géologiques,
- la morphologie des cristallites de spinelle et de mullite, cette dernière montrant une évolution corrélée à celles du spinelle et de la phase amorphe.

En outre, la structure cristalline et la composition de la phase spinelle, longtemps débattues, ont été établies.

La comparaison avec les céramiques de Palissy analysées par diffraction (micro-DRX sur tesson, DRX ou synchrotron sur prélèvement), est apparue complexe en raison des ajouts d'oxydes colorants (saffre riche en Co et Bi, ou en Mn) favorisant la transformation spinelle-mullite. Néanmoins et bien qu'encore en cours, cette étude a révélé des températures de cuisson relativement basses pour des argiles réfractaires.

Le passé révélé des ancêtres aborigènes Jawoyn à Nawarla Gabarnmang (Australie) : l'étude structurale des crayons et des écailles colorées

CASTETS, G. (a), CHALMIN, E. (a), MARTINETTO, P. (b), HODEAU, J.L. (b), BLANC, N. (c), DAVID, B. (d), DELANNOY, J.J. (a), GENESTE, J.M. (e), GUNN, R.G. (d), KATHERINE, M.

(a) Univ. Grenoble Alpes, Laboratoire EDYTEM, F-73376 Le Bourget-du-Lac, France

CNRS, Laboratoire EDYTEM, F-73376 Le Bourget-du-Lac, France

(b) Univ. Grenoble Alpes, Inst NEEL, F-38042 Grenoble, France

CNRS, Inst NEEL, F-38042 Grenoble, France

(c) CNRS, Inst NEEL, F-38042 Grenoble, France

BM02-CRG ESRF

(d) Monash Indigenous Centre, Monash University, Clayton, Victoria 3800, Australia

(e) CNRS UMR 5199 PACEA, Université de Bordeaux

CS 50023, 33615 Pessac France

geraldine.castets@univ-smb.fr

Au cours de l'élaboration des fresques rupestres, les artistes préhistoriques ont eu recours à divers matériaux colorants minéraux, et ont produit de nombreux artefacts liés à chaque étape de la préparation de la matière picturale : meules, résidus d'ocres, crayons d'ocres, et gouttes de peintures tombées des plafonds sur le sol. À Nawarla Gabarnmang, site majeur d'art rupestre localisé sur le plateau de la Terre d'Arnhem, les fouilles archéologiques ont mis au jour un grand nombre de ce type d'artefacts. Plafond et piliers sont recouverts de plusieurs dizaines de couches picturales superposées. La séquence archéologique a révélé une occupation du site qui s'étend de 48 000 cal BP jusqu'au début du XXe siècle. Près de quarante écailles et quinze crayons facettés ont été retrouvés dans plusieurs carrés de fouilles. Les crayons, retrouvés au pied de piliers, portent des traces de striation et présentent, de même que les écailles, les couleurs de la palette préhistorique.

Écailles et crayons ont été observés macroscopiquement et soumis à différentes micro-analyses non invasives (XRF et PIXE), couplées à des techniques d'analyses structurales (DRX). L'étude des crayons d'ocres a permis de les classer en différents groupes, en fonction de marqueurs chimiques et/ou minéralogiques. Les résultats indiquent qu'au fil des millénaires, différents types de pigments naturels ont été utilisés pour réaliser les peintures rupestres, chacun révélant des caractéristiques physico-chimiques spécifiques. Ceci suggère que dans cette partie du monde, les crayons d'ocres archéologiques peuvent être utilisés comme des marqueurs chronologiques. Plusieurs écailles ont récemment été analysées par DRX-synchrotron et les premières analyses révèlent une diversité et une complexité de phases minérales inattendues au regard des résultats obtenus en fluorescence X. L'étude de ces écailles permettrait de renseigner sur les recettes, voire sur les modes de préparation, mis en jeu pour la fabrication de la matière picturale, et leur composition chimique et minéralogique comparée avec celle des crayons d'ocres dans une tentative de faire le lien entre ces deux types d'artefacts. L'analyse physico-chimique de tels artefacts pourrait également permettre de mieux comprendre les peintures rupestres elles-mêmes et mettre en évidence des liens entre les couleurs de ces peintures rupestres, les sources d'approvisionnement en matière première, leur chronologie et l'organisation spatiale du site.

S6.01

Lundi 4 juillet 11:00 - 11:30

Microscopie électronique avancée pour l'étude des oxydes fonctionnels

S. SCHAMM-CHARDON

CEMES-CNRS et Université de Toulouse, BP94347, 31055 Toulouse cedex 4

sylvie.schammchardon@cemes.fr

Les développements méthodologiques et technologiques en microscopie électronique en transmission (TEM) réalisés pendant ces deux dernières décennies offrent des possibilités tout à fait uniques pour explorer la matière condensée à l'échelle atomique [1]. Ces progrès ont été motivés par le besoin de comprendre l'organisation de la matière et les propriétés qui en découlent. Aujourd'hui, les performances des microscopes permettent de contribuer aux efforts pour créer et manipuler de nouveaux matériaux aux propriétés innovantes. C'est le cas des oxydes, en particulier les oxydes de métaux de transition, qui présentent une très grande variété de propriétés électriques, magnétiques et optiques. De nouvelles fonctionnalités peuvent émerger de l'assemblage de ces oxydes entre eux ou encore avec des métaux ou des semiconducteurs [2].

Au sein des ces oxydes, dopage, défauts, interfaces et domaines sont devenus aujourd'hui une source d'investigation très vaste en MET avancée car leurs propriétés sont très dépendantes de faibles variations de la composition chimique et de la structure atomique locales que les microscopes modernes permettent de mesurer. La haute résolution en mode conventionnel (HRTEM) ou en mode balayage (HRSTEM) apporte des réponses sur la position des atomes avec une bonne précision et permet de mesurer les écarts à la position d'équilibre. En même temps, la spectroscopie de perte d'énergie d'électrons (EELS) informe sur la nature chimique des atomes mais aussi peut renseigner sur la valence, la liaison chimique. Ces performances obtenues sur des projections (2D) peuvent être étendues dans certains cas au volume (tomographie), au moins à l'échelle nanométrique. En parallèle, des expériences moins courantes mais apportant des informations complémentaires peuvent être réalisées : l'holographie électronique qui apporte une cartographie des champs locaux de déformation mais aussi des champs électrique et magnétique et l'in situ qui permet d'observer la réponse dynamique à une sollicitation mécanique ou électrique. Avec cette présentation, je vais illustrer comment la MET moderne permet d'enrichir notre connaissance des oxydes fonctionnels avec des exemples issus d'études réalisées au CEMES mais aussi extraits de la littérature.

[1] C. Colliex, Comptes Rendus Physique. 15 (2014) 101-109

[2] R. Ramesh, D.G. Schlom, Whither Oxide Electronics?, MRS Bulletin. 33 (2008) 1006-1014

Précession des électrons en mode tomographie et affinements dynamiques: application aux films minces d'oxydes

STECIUK G. (a), BOULLAY P. (a), PALATINUS L. (b),

DAVID A. (a), COPIE O. (c), PAUTRAT A. (a), PRELLIER W. (a)

(a) CRISMAT, CNRS UMR 6508, 6 Bd du Maréchal JUIN 14050 CAEN Cedex, France

(b) Institute of Physics of the AS CR, v.v.i. Na Slovance 2, 182 21 Prague, Czechia

(c) Institut Jean Lamour, Faculté des Sciences et Technologies F-54506 VANDOEUVRE les NANCY Cedex
gwladys.steciuk@ensicaen.fr

Le développement de la science des matériaux vers les « nanomatériaux » questionne les techniques de diffraction sur leurs capacités à caractériser la structure cristalline de ces objets de faible volume diffractant. Les films minces d'oxydes fonctionnels déposés sur substrats monocristallins en sont une illustration. A ce titre, les matériaux dérivés de la pérovskite présentent un large spectre de propriétés et suscitent un intérêt constant. De faibles modifications structurales peuvent induire des changements drastiques sur les propriétés observées. La contrainte d'épitaxie imposée par le substrat est un des moyens utilisé pour modifier l'état fondamental de ces matériaux afin d'obtenir une propriété nouvelle ou exacerbée. Le challenge pour le cristallographe sera d'être capable de décrire finement les faibles variations structurales par rapport, notamment, au matériau massif de référence.

La diffraction par précession des électrons en mode tomographie (PEDT) est une procédure de collecte de données s'apparentant à celle d'un phi-scan sur monocristal en diffraction des rayons X (DRX). Applicable aux objets de quelques dizaines de nanomètres, cette technique permet de mesurer en quelques minutes des milliers de réflexions, chose impossible par DRX sur un film mince épitaxié [1]. Contrairement aux rayons X, l'approximation cinématique reste elle non valide malgré l'utilisation de la précession des électrons. Pour analyser de façon fiable les intensités obtenues un affinement basé sur la théorie dynamique de la diffraction est nécessaire [2].

Dans cette contribution, nous présenterons les premiers résultats de tels affinements [3] pour des composés CaTiO_3 et PrVO_3 (SG: Pnma) massifs et sous forme de films minces. Tout d'abord les affinements cinématiques et dynamiques des échantillons massifs seront comparés à ceux obtenus par diffraction des neutrons (poudre) afin d'illustrer le gain de fiabilité dû à l'utilisation de la théorie dynamique. Nous montrerons ensuite qu'il est possible par la même approche d'obtenir la structure cristalline fine de ces composés déposés sur forme de films minces. Une discussion sur les possibilités et limites actuelles de ce nouvel outil cristallographique sera proposée.

[1] H. Rotella, O. Copie, G. Steciuk, et al, J. Phys.: Condens. Matter 27 (2015) 175001.

[2] L. Palatinus, V. Petricek, C. A. Correa, Acta Cryst. A71 (2015) 235.

[3] L. Palatinus, C. A. Correa, G. Steciuk, et al, Acta Cryst. B71 (2015) 750.

S6.O3

Lundi 4 juillet 11:50 - 12:10

Analyse par sonde atomique d'oxydes fonctionnels

DESCOINS M.(a), PERRIN-PELLEGRINO C.(a), MANGELINCK D.(a)

IM2NP, CNRS, Aix-Marseille Université, UMR 7334, Case 142, 13397 Marseille Cedex 20, France

marion.descoins@im2np.fr

Les oxydes fonctionnels en couches minces présentent un champ applicatif très varié de propriétés physiques d'intérêt pour l'industrie électronique et pour les technologies de l'information en général. Ainsi les futures technologies de l'information devront bénéficier de l'intégration de matériaux, parmi lesquels les oxydes fonctionnels font partie. Les oxydes complexes ont des propriétés électriques, magnétiques et optiques, incluant la supraconductivité, la piézoélectricité, la ferroélectricité, la pyroélectricité, le ferromagnétisme et la multiferroïcité qui les rendent particulièrement intéressants pour le développement de nouvelles fonctionnalités (capteurs, composants photo-électriques, mémoires...).

Le contrôle des effets d'échelles réduites et des propriétés induites passe par l'intégration de nouvelles méthodologies de caractérisations originales à l'échelle atomique. En effet des méthodes de caractérisation de pointe avec une très haute résolution spatiale sont nécessaires pour analyser la distribution des atomes à l'échelle nanométrique. La sonde atomique tomographique (SAT) est devenue un outil essentiel pour l'étude des matériaux à l'échelle atomique et en particulier pour les oxydes fonctionnels. Cet instrument est le seul microscope analytique capable de produire des cartes en trois dimensions de la distribution des espèces chimiques, avec une résolution atomique, à l'intérieur d'un matériau.

Nous présenterons quelques résultats remarquables obtenus par SAT sur des oxydes fonctionnels qui permettront de mettre en évidence les possibilités et les difficultés des analyses par SAT d'oxydes. Ces résultats iront de l'analyse d'oxyde massif comme la cérine, CeO_2 [1], dont les propriétés intéressantes s'intègrent dans la granulométrie, la catalyse, l'optique mais qui représente aussi un analogue de l'oxyde d'uranium pour le nucléaire jusqu'à l'étude de phénomènes de diffusion et de réaction dans des empilements complexes de la microélectronique [2] (figure 1). D'autres exemples comme l'alumine [1] qui est un matériau d'intérêt technologique majeur notamment dans les composants optiques et microélectronique et l'oxyde de zirconium [1] envisagé en tant que diélectrique pour les futures générations de capacités MIM (métal/Isolant/métal) utilisés dans les mémoires ou convertisseurs analogique-numérique illustreront des atouts et limitations de la SAT.

Bismuth Iron Garnet - Multifunctional magnetic oxide

POPOVA E. (a), DEB M. (a), SHENGELAYA A. (b), DARASELIA D. (b), JAPARIDZE D. (b), BOCHER L. (c), GLOTER A. (c), STEPHAN O. (c), BERINI B. (a), DUMONT Y. (a), KELLER N. (a)

(a) Groupe d'Etude de la Matière Condensée (GEMaC), CNRS - UVSQ, 45 avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles, France

(b) Tbilisi State University, 3 Chavchavadze Avenue, Tbilisi, 0179 Georgia

(c) Laboratoire de Physique des Solides (LPS), CNRS - Université Paris-Sud, Bâtiment 510, 91405 Orsay, France

olena.popova@uvsq.fr

$\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (BIG) belongs to the garnet family, which is widely used in fundamental studies and applications due to the variety of fascinating physical properties. Indeed, bismuth iron garnet is ferrimagnetic with relatively high magnetization of 1600 G at 300 K and magnetic ordering temperature from 650 K to 700 K, depending on Bi content and film thickness [1]. This material has quite low spin-wave damping parameter $\alpha = 0.02$ for a 200 nm thick film [2]. One of the most useful properties of BIG is the giant Faraday rotation ($\sim 10^5$ deg/cm at 550 nm), which makes it suitable for magneto-optical recording and, more recently, for the fabrication of non-reciprocal magneto-optical devices based on magneto-photonics crystals [3].

Spin-resolved density of states calculations predict the existence of energy gaps in the spin density of states at the Fermi level and for the unoccupied states above [4]. We have evidenced experimentally [5] the existence of these energy gaps both at the Fermi level and in the unoccupied spin states by spectroscopic magneto-optics in several ranges of photon energy. This opens a new perspective for this material in optic spintronics applications at room temperature.

The present study reports on the unexpected observation of a magneto-electric (ME) coupling in BIG films grown on different substrates. A significant ME coupling at room temperature was measured using an original method [6] of the direct determination of the ME effect. The technique is based on a modified ferromagnetic resonance setup using an electric field modulation. The observed ME coupling varies as a function of the temperature and persists above room temperature to at least $0.85T_c$. The observed ME coupling strength is comparable to the one measured for Cr_2O_3 . The extensive structural studies of BIG films were conducted using high resolution scanning transmission electron microscopy and electron energy loss spectroscopy in order to investigate the origin of the observed effect in the centrosymmetric garnet structure.

[1] Vertruyen et al., Phys. Rev. B 78, 094429 (2008); Popova et al., J. Magn. Magn. Mater. 335, 139 (2013).

[2] Koene et al., Phys. Rev. B 91, 184415 (2015).

[3] Magdenko et al., Microelectronic Engineering 87, 2437 (2010); Popova et al., J. Appl. Phys. 112, 093910 (2012).

[4] Oikawa et al., J. Phys. Soc. Jpn. 74, 401 (2005).

[5] Deb et al., Phys. Rev. B 87, 224408 (2013).

[6] Maisuradze et al., Phys. Rev. Lett. 108, 247211 (2012).

S7.O1

Lundi 4 juillet 17:00 - 17:20

Formation of extended structural defects during the crystallization of monolike photovoltaic silicon

OLIVEIRA V.A. (a), ROCHA M.(a), CAMEL D. (a), TSOUTSOUVA M. (b), TRAN THI T.N. (b), BARUCHEL J. (b)

(a) CEA/LITEN, INES, F-73375 - Le Bourget-du-Lac

(b) ESRF, F-38043 - Grenoble

denis.camel@cea.fr

The conversion efficiency of conventional multi-crystalline Si photovoltaic cells is currently limited by the recombination of photo-generated charge carriers in regions of high densities of dislocations present in the mc-Si wafers issued from large ingots directionally solidified in crucibles. For this reason, an improved process of so called "monolike" Si crystallization [1] is being developed industrially, where solidification is performed above a pavement of monocrystalline seeds.

In the present work, the mechanisms of formation of extended structural defects during the monolike growth process are discussed on the basis of comparative experiments of crystallization and four-point bending tests at high temperature. A quantitative characterization of the defects is performed through Rocking Curve Imaging by synchrotron X-ray diffraction at ESRF [2], and their influence on final properties is determined by photoluminescence and charge carrier life time mapping.

Stationary cellular structures of dislocations are found to be formed at high temperature during crystallization, with dislocations densities (10^3 to 10^4 cm⁻²) which depend on the level of thermo-mechanical stress but remain below the critical range above which they would cause a decrease of the charge carrier lifetime. On another hand, the mechanisms of formation of the locally observed and much more detrimental domains of sub-grain boundaries is analysed as a function of the crystallographic orientations of the pavement of seeds, i.e. the crystallization direction, and the interface plane and misorientation between neighboring seeds. Results are used to propose improvements of the monolike process parameters.

[1] A. Jouini, D. Ponthenier, H. Lignier, N. Enjalbert, B. Marie, B. Drevet, et al., Improved multicrystalline silicon ingot crystal quality through seed growth for high efficiency solar cells, *Progress PV Res. Appl.* (2012) 735-746.

[2] M.G. Tsoutsouva, V. A. Oliveira, J. Baruchel, D. Camel, B. Marie, T. a. Lafford, Characterization of defects in mono-like silicon for photovoltaic applications using X-ray Bragg diffraction imaging, *J. Appl. Crystallogr.* 48 (2015) 645-654.

Détermination du taux d'inversion dans les spinelles de type MgFe_2O_4 et FeAl_2O_4 par tomographie de la diffraction électronique en précession

NGASSA TANKEU Y. G.(a), JACOB D.(a), ROUSSEL P.(b), ROSKOSZ M.(c), ANDREOZZI G. B.(d)

(a) Unité Matériaux Et Transformations, CNRS UMR8207, 59655, Villeneuve d'Ascq, Université Lille1.

(b) Unité de Catalyse et de Chimie du Solide, CNRS UMR8181, 59655, Villeneuve d'Ascq, Université Lille1.

(c) Institut de Mineralogie, Physique des Matériaux et Cosmochimie, CP 52, 57 Rue Cuvier, 75231 Paris Cedex 05
Museum National d'Histoire Naturelle.

(d) Earth Sciences Dept., Sapienza University of Rome, Piazzale Aldo Moro 5, I-00185, Rome, Italy.

yg.ngassa-tankeu@ed.univ-lille1.fr

Depuis peu, une méthode de diffraction électronique utilisant la précession et la tomographie (Precession Electron Diffraction Tomography, PEDT) permet la détermination des structures à l'échelle nanométrique [Palatinus et al. (2015). *Acta Cryst.* A71, 235-244]. Nous présentons l'application de cette méthode à l'affinement de structures de type spinelle (MgFe_2O_4 et $(\text{FeAl}_2)\text{O}_4$) dans le but de déterminer le taux d'inversion des cations Fe, Mg et Al sur les sites octa- et tétraédriques de la structure. Cette détermination est en effet essentielle pour comprendre les propriétés électriques ou magnétiques des spinelles, leur réactivité chimique ou pour remonter à leur passé thermique dans le domaine des géosciences.

Les échantillons synthétiques étudiés ont été obtenus par croissance par flux pour différentes compositions [Andreozi et al. (2001). *Per.Mineral.* 70, 2, 193-204]. Une partie des échantillons a également subi un traitement thermique (24h à 1000°C suivi d'une trempe) induisant une variation du taux d'inversion. Les monocristaux sont de taille suffisante pour être étudiés par diffraction des rayons X et la structure ainsi obtenue nous sert de référence pour l'analyse des résultats de PEDT. Les lames minces sont extraites des cristaux étudiés précédemment via deux méthodes : faisceau d'ions focalisés (FIB) et simple broyage mécanique.

L'acquisition des données de PEDT est basée sur l'enregistrement d'une « série tiltée » ($-45^\circ/+45^\circ$, pas de 1°) de clichés de diffraction en précession permettant une reconstruction 3D du réseau réciproque. Les intensités sont intégrées en utilisant le logiciel PETS [Palatinus L. (2011)], puis la structure est affinée (positions exactes des atomes et taux d'occupation) jusqu'à obtenir le meilleur accord entre les intensités hkl observées et calculées. L'originalité de la méthode repose sur l'utilisation de la théorie dynamique multi-ondes prenant en compte les interactions multiples entre les faisceaux transmis et diffractés pour le calcul des intensités.

Nous discuterons de la sensibilité de la méthode et de la validité des résultats de mesure du taux d'inversion en fonction de plusieurs paramètres: i) la technique de préparation des lames minces (FIB / broyage), ii) les paramètres d'acquisition des données expérimentales (angle de précession variant entre 1 et 2°), iii) les paramètres de traitement des données (affinement de l'épaisseur de l'échantillon et/ou de son orientation par rapport au faisceau incident).

S7.O3

Lundi 4 juillet 17:40 - 18:00

Ion Channeling ORientation Determination (iCHORD) : cartographies d'orientation sans EBSD

LANGLOIS C. (a), DOUILLARD T. (a), DUBAIL S. (b)

(a) Université de Lyon - INSA de Lyon - CNRS, MATEIS, Lyon. (b) Axon Square Ltd, Sciez

cyril.langlois@insa-lyon.fr

Les cartographies d'orientations cristallines d'un matériau polycristallin sont en général obtenues par la technique EBSD, dans un microscope électronique à balayage. Ces cartographies peuvent être compliquées à acquérir à cause de la géométrie particulière d'acquisition, de problèmes de pseudo-symétrie, de la taille réduite des grains, ou encore pour analyser de grandes zones. Il est alors légitime de chercher d'autres moyens de cartographier les orientations cristallines, si possible avec un meilleur compromis entre résolution spatiale, résolution angulaire et vitesse d'acquisition/indexation.

Le contraste de canalisation est un phénomène bien connu en microscopie à balayage, expliquant le fait que des grains d'orientation différente ont un niveau de gris différent dans l'image, et que ce niveau de gris varie quand l'orientation de l'échantillon est modifiée [1].

La méthode iCHORD repose sur l'utilisation du contraste d'orientation pour déterminer l'orientation cristalline en une position donnée. Un profil d'intensité est d'abord obtenu en ce point à partir d'une série d'images prises dans différentes orientations. Ce profil est ensuite recherché dans une base de données de profils théoriques. Les trois angles d'Euler associés au profil théorique le plus proche du profil expérimental seront donc caractéristiques de l'orientation en ce point [2].

Les résultats que nous présentons portent sur un échantillon de ferrite, dans lequel la grande majorité des grains est indexée avec une erreur inférieure à 5° par rapport à l'EBSD. Les paramètres expérimentaux impliqués dans la mise en oeuvre de la méthode iCHORD sont discutés, ainsi que leur influence sur la résolution spatiale, la résolution angulaire et la vitesse d'indexation.

[1] Crystallographic orientation contrast associated with Ga⁺ ion channeling for Fe and Cu in focused ion beam method, Y. Yahiro, K. Kaneko, T. Fujita, W.-J. Moon and Z. Horita, J. Electron Microscopy (2004) 53 571-576

[2] Crystal orientation mapping via ion channeling: An alternative to EBSD, C. Langlois, T. Douillard, H. Yuan, N.P. Blanchard, A. Descamps-Mandine, B. Van de Moortèle, C. Rigotti, T. Epicier, Ultramicroscopy (2015) 157 65-72

Suivi in situ et en temps réel des premiers stades de croissance de films minces MoSi : recristallisation et évolution des propriétés physiques

ANNY MICHEL (1), BÄRBEL KRAUSE (2), JONATHAN COLIN (1), GRÉGORIE ABADIAS (1), TILO BAUMBACH (2)

(1) Département de Physique et Mécanique des Matériaux
Institut P', CNRS - Université de Poitiers - ENSMA
SP2MI, Téléport 2, Boulevard Marie et Pierre Curie, BP 30179
86962 Futuroscope-Chasseneuil cedex
(2) IPS, Karlsruhe Institute of Technology (KIT), Germany
Anny.S.Michel@univ-poitiers.fr

Comprendre le développement de la microstructure et des morphologies de surface durant la croissance de films minces est d'une importance capitale pour contrôler non seulement la texture et la rugosité des films, mais également la nucléation et la croissance de nanoparticules, les formes d'îlots, ou même les transformations de phase. En particulier, la croissance de films métalliques sur silicium présente un intérêt pour les composants semiconducteurs, dont les dimensions atteignent actuellement des tailles inférieures à 10 nm.

En pulvérisation magnétron, les aspects cinétiques de croissance peuvent prévaloir sur la thermodynamique, car les conditions de dépôt sont fortement hors-équilibre. Ainsi, pour des métaux à forte mobilité une croissance en îlots est privilégiée alors qu'une croissance bidimensionnelle sera favorisée pour des métaux à basse mobilité, cependant les réactions interfaciales ne peuvent être négligées.

Le système MoSi est un bon exemple de métal de basse mobilité : nous avons pu montrer qu'une réaction interfaciale avec le Si favorise un mode de croissance 2D, tout en stabilisant une couche d'interface amorphe. Pour une épaisseur critique de ~2 nm, une transition de phase brutale conduit au basculement de quasiment l'ensemble de la couche vers la structure cristalline d'équilibre. Nous avons suivi in situ et en temps réel la transition amorphe-cristal pour des alliages $\text{Mo}_x\text{Si}_{1-x}$ d'une part en contrainte (mesure de courbure du substrat, MOSS), et d'autre part en résistivité électrique : la mise en évidence de l'épaisseur critique concorde pour les deux types de mesures. Cependant, des mesures au laboratoire ne permettent qu'une preuve indirecte de la transition de phase, par la microscopie électronique à transmission, ou encore la diffraction des rayons X sur des multicouches pour pallier au faible signal de couches nanométriques.

Pour obtenir une mesure directe et sans équivoque, des mesures réalisées sur la ligne MPI de la source ANKA (Karlsruhe), nous ont permis de combiner 3 méthodes d'analyse in situ à la croissance : la réflectivité X, la diffraction X et le suivi de contraintes. Les résultats mettent clairement en évidence la corrélation entre épaisseur critique de cristallisation et teneur en Si de l'alliage. Par-delà ces premiers résultats, cette méthodologie unique permet de relier directement l'épaisseur du film, fonction du temps, la rugosité et le développement de contraintes avec la formation de la phase cristalline.

S7.05

Mardi 5 juillet 11:30 - 12:00

Apport de la diffraction anormale des rayons X à l'étude des nanostructures

RENEVIER, H.

LMGP, Grenoble INP - Minatec, Grenoble, France

hubert.renevier@grenoble-inp.fr

We aim to illustrate the use of Resonant Elastic X-Ray Scattering (REXS) including Multiwavelength Anomalous Diffraction (MAD) and Diffraction Anomalous Fine Structure spectroscopy (DAFS), combined with X-ray absorption and ab initio calculations, in the study of nanostructures [1,2]. The knowledge of strain, chemical compositions, atomic intermixing, atomic short range ordering (SRO), polarity, ... is a key to understand the electronic and optical properties of hetero and nanostructures as well as the growth mechanisms.

After a brief introduction on the basic principles of MAD and DAFS methods we will review recent results reported in the literature and give specific examples of application to the study of semiconductor nanostructures. For instance, we will report on the determination of strain and composition gradient in epitaxial Ge dome-shaped islands grown on Si(001) [3]. We will show how to combine MAD and DAFS to determine strain-induced In/Ga short range ordering in core-shell InGaN/GaN [4] and AlGaN nanowires. It is known since the late 1930's that anomalous scattering can be used to determine crystal facet polarity. We have been applying MAD to determine the polarity of GaN nanowires grown on Si(111) [5] as well as the polarity of both ZnO seed layer and nanowires grown by Chemical Bath Deposition [6]. At last, we will point out the instrumental improvements obtained at BM2-D2AM (ESRF) which have eased and foster the data acquisition in the 4D reciprocal space-energy.

[1] V. Favre-Nicolin et al., Eur. Phys. J. Special Topics 208, (2012), 189.

[2] H. Renevier and M.G. Proietti, in Characterization of Semiconductor Heterostructures and Nanostructures II, G. Agostini, C.E. Lamberti (Eds.), Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, (2013). Chapter 8.

[3] N.A. Katcho et al., Europhys. Lett. 93, (2011), 66004.

[4] C. Leclerc et al., J. Appl. Phys. 116, (2014), 013517.

[5] K. Hestroffer, et al., Phys. Rev. B 84, (2011), 245302.

[6] S. Guillemin et al., ACS Nano, submitted.

Cristallographie Multiéchelle de Matériaux à Conversion de Spin

GUIONNEAU P., GROSJEAN A., TAILLEUR E., MARCHIVIE M., LAKHLOUFI S., DARO N., PECHEV S., LEBRAUD E., ROSA P., CHASTANET G.

CNRS, Univ. Bordeaux, ICMCB, UPR9048, 87, Avenue du Docteur Schweitzer, F-33600 Pessac, France
philippe.guionneau@icmcb.cnrs.fr

Le phénomène de conversion de spin (SCO) est potentiellement présent dans tout matériau contenant un ion métallique de configuration électronique $3d^4$ à $3d^7$. Le changement d'état de spin induit par un stimulus extérieur (température, pression, lumière, champ d'induction) correspond en premier lieu à une modification des propriétés magnétiques, optiques et structurales du solide à SCO qui peut induire, en second effet, des modifications de propriétés mécaniques, électriques et/ou thermiques. En conséquence, la gamme d'applications éventuelles de ces matériaux est très vaste: pigments X-chromiques, moteurs moléculaires, capteurs multimodaux, interrupteurs moléculaires et stockage d'information. La présence et les caractéristiques de ce phénomène au sein d'un solide sont néanmoins conditionnées à une fenêtre très étroite en terme d'énergie du champ cristallin. Ainsi, la moindre variation de ce dernier - due par exemple à un polymorphisme, à l'insertion d'une molécule de solvant ou à une modification des interactions intermoléculaires - peut entièrement moduler l'aspect de la SCO, jusqu'à sa suppression totale. La science des matériaux à SCO et le design de particules fonctionnelles qui lui est associée se heurtent encore, après plusieurs décennies d'études, à la compréhension des subtilités de ce phénomène dans le solide. Dans ce contexte, nous nous intéressons à la description des propriétés structurales des matériaux à SCO à toutes les échelles physiques: de la sphère de coordination du métal au cristal macroscopique lui-même en passant par l'arrangement cristallin et les microstructures [1].

Dans cette communication, nous proposons une vue d'ensemble de notre étude cristallographique multiéchelle de matériaux à SCO essentiellement basée sur une combinaison de données de diffraction des rayonnements sur poudre et sur monocristal ou de microscopie électronique. Le focus sera notamment mis sur l'échelle microstructurale, encore peu explorée [2].

[1] P. Guionneau, Dalton Trans. 2014, 43, 382-393

[2] A. Grosjean et al., Eur. J. Inorg. Chem. 2016, doi: 10.1002/ejic.201501164

S7.07

Mardi 5 juillet 12:20 - 12:40

Al₁₁Ir₆Si, nouveau composé intermétallique du système Al-Si-Ir

KADOK J. (a), PROTS YU. (b), GAUDRY É. (a), FOURNÉE V. (a), LEDIEU J. (a), GRIN YU. (b)

(a) Institut Jean Lamour, Parc de Saurupt, 54011 Nancy Cedex, France

(b) Max-Planck Institut CPfS, Nöthnitzer Strasse 40, 01187 Dresde, Allemagne

Joris.Kadok@univ-lorraine.fr

Nous nous sommes intéressés à la formation d'alliages ternaires dans le système Al-Ir-Si. Le choix de ces éléments repose sur le concept d'alliages Push-Pull récemment introduit par Dubois [1]. Cela consiste à choisir un système ternaire où deux des éléments sont mutuellement non miscibles. Cette approche peut mener à l'apparition de structures parfois complexes, à savoir un nombre important d'atomes par maille élémentaire voire à des systèmes aperiodiques. Les propriétés physico-chimiques qui découlent de tels composés sont parfois surprenantes au regard des constituants qui les composent.

Cette démarche nous a amené à la découverte d'un nouveau composé dans le système ternaire Al-Ir-Si. Un échantillon de composition atomique Al₆₄Ir₃₃Si₃ a été préparé par fusion à l'arc et a été recuit à 1200°C pendant 84 heures. La diffraction des rayons X sur poudre a révélé une phase qui n'avait la structure d'aucun binaire Al-Ir ou Ir-Si connu. La résolution des données de diffraction des rayons X sur monocristal (SCXRD) nous a permis de déterminer que le composé cristallise dans une maille orthorhombique dont les paramètres $a = 3.9573(1) \text{ \AA}$, $b = 12.8576(6) \text{ \AA}$ et $c = 10.5989(9) \text{ \AA}$ ont été affinés grâce à la diffraction par rayonnement synchrotron. La différenciation des atomes d'Al par rapport à ceux de Si étant une tâche difficile avec des données SCXRD, la structure du composé a été résolue en ne tenant compte que d'atomes d'Al et d'Ir au premier abord. Le composé est isostructural à Ga₂Ir (oC36), les positions atomiques de l'Ir restant les mêmes et celles de Ga correspondant à celles de Al. Une analyse dispersive en longueur d'onde (WDS) a été effectuée afin de connaître avec précision la teneur en Si de la phase ternaire. La composition moyenne est Al_{61.53±0.27}Si_{5.64±0.08}Ir_{32.83±0.26}, laissant supposer que parmi les 36 atomes dans la maille, 2 sont des Si. La stoechiométrie ainsi obtenue est Al₁₁Ir₆Si. Un modèle de symétrie réduite incluant les 2 atomes de Si a alors été établi. La position atomique de ces Si a été déterminée en fonction de la distance la plus courte la séparant du plus proche atome d'Ir. Des calculs d'énergie basés sur la théorie de la fonctionnelle de la densité nous renseigne sur les distances interatomiques de Si les plus favorables.

[1] J.-M. DUBOIS, proceedings of the 2014 Sustainable Industrial Processing Submit & Exhibition, Shechtman Industrial Symposium, Cancun (Mexico) 30/06 - 04/07/2014.

Onde de Densité de Charges dans les bronzes monophosphates de tungstène $A_x(PO_2)_4(WO_3)_{2m}$

DUVERGER-NÉDELLEC E. (a)

KOLINCIO K. (b)

PAUTRAT A.(a)

PÉREZ O. (a)

(a) Laboratoire CRISMAT, UMR 6508 du CNRS et de l'Ensicaen, 6 Bd Marechal Juin, 14050 Caen, France

(b) Faculty of Applied Physics and Mathematics, Gdansk University of Technology, Narutowicza 11/12, 80-952 Gdansk, Poland

elen.duverger-nedellec@ensicaen.fr

Les Bronzes Monophosphate de Tungstène (MPTB), de formule générale $A_x(PO_2)_4(WO_3)_{2m}$ (avec $4 \leq m \leq 14$ et $A = Na, K, Pb$ ou lacune) peuvent être décrits comme l'empilement régulier de couches WO_3 de type structural ReO_3 et de tranches de groupements PO_4 [1]; à la jonction de ces 2 couches des tunnels courant le long de c à fenêtre hexagonale (h) ou pentagonale (p) sont formés. Seuls les tunnels h peuvent être remplis par les cations An^+ . Les MPTB sont des oxydes de basse dimensionnalité présentant des transitions successives vers des états à ondes de densité de charges (ODC) ou des états supraconducteurs à différentes températures critiques ($T_{c1}, T_{c2} \dots$) [2]. Ces transitions conduisent à des distorsions structurales associées à l'apparition sur les diagrammes de diffraction de réflexions satellites traduisant l'existence de modulations commensurables ou incommensurables. Cette famille est pertinente pour analyser les états ODC et supraconducteurs ainsi que leur compétition puisqu'en changeant la valeur de m ou la proportion de cation An^+ insérés l'anisotropie électronique et la densité de porteurs peuvent être ajustées. Une première prospection sur les différents membres des MPTB, visant à identifier les différents vecteurs d'ondes associés aux transitions, nous a permis de définir différents comportements pour : les termes avec m pair et m impair ; les termes avec petites valeurs de m et grandes valeurs de m . Nous nous sommes focalisés sur les termes pairs et nous avons cherché à comprendre les différences de comportement liés aux valeurs de m mais également aux différences entre MPTB à tunnels pentagonaux et hexagonaux. Notre attention s'est rapidement portée sur les termes $m=8$ et $m=10$ des MPTB pour lesquels les études des propriétés physiques et structurales ont été réalisées en parallèle. Des caractérisations des transitions ODC ont été faites par diffraction des RX via un suivi de l'intensité des réflexions satellites en température. Les études structurales des états fondamentaux et ODC ont été réalisées ; l'analyse de l'état ODC a nécessité l'utilisation de données synchrotron et un traitement impliquant le formalisme des super espaces développé pour les phases aperiodiques. Les mesures de transport électronique ont notamment mis en évidence un état supraconducteur à très basse température.

[1] P.Roussel, O.Pérez, P.Labbé; Acta Cryst.B57,603-632 (2001),

[2] J.Dumas, C.Hess, C.Schlenker, G.Bonfait, E.Gomez Marin, D.Groult, and J.Marcus; EPJB 14,73-82(2000)

**S8.O1**

Lundi 4 juillet 17:00 - 17:30

Dynamics of protein crystals as seen by solid-state NMR: from rocking motion to functionally important "excited states"

VILIUS KURAUSKAS(a), PAVEL MACEK(a), HUGO FRAGA(a), YI XUE(b), NICOLAS COQUELLE(a), ISABEL AYALA(a), AUDREY HESSEL(a), RIME KERFAH(a), PEIXIANG MA(a), JACQUES-PHILIPPE COLLETIER(a), JÉRÔME BOISBOUVIER(a), NIKOLAI SKRYNNIKOV(a), PAUL SCHANDA(a)

(a) Institut de Biologie Structurale Grenoble, France

(b) Purdue University, West Lafayette, USA

paul.schanda@ibs.fr

Solid-state NMR spectroscopy is a rapidly growing technique in structural biology, providing insight into protein structure, dynamics and interactions at atomic resolution. This presentation outlines the potential of solid-state NMR spectroscopy to study protein dynamics, ranging from fundamental biophysical properties to biologically important movements.

In particular we address two questions:

(i) How do proteins move inside crystals, and how does the crystalline packing impact the molecular flexibility? How are the motions in crystals related to the resolution obtained by X-ray diffraction experiments? And are low-populated excited states" of proteins, which are present in solution, still present in crystals? We address these questions by combining solid-state NMR, microsecond-long molecular dynamics simulations and X-ray diffraction experiments obtained with different crystal forms.

(ii) What is the role of dynamics in substrate entry, binding and product release in very large molecular machines? In particular, we will show our recent results obtained with a 500 kDa peptidase enzyme, which forms a large hollow catalytic chamber. From an extensive set of atomic-resolution solid-state NMR and functional tests we provide direct evidence for microsecond motions in the entry and exit sites. Our data provide evidence that these motions are important for function, highlighting the need for characterizing motions in order to understand molecular mechanisms.

Disentangling Structural Heterogeneity in Highly Disordered Biomolecular Complexes

ALBANE LE MAIRE, TIAGO N. CORDEIRO, PHILIPPE BARTHE, FRÉDÉRIC ALLEMAND, ALESSANDRO BARDUCCI, WILLIAM BOURGUET, PIERRE GERMAIN, NATHALIE SIBILLE, PAU BERNADÓ

Centre de Biochimie Structurale

Inserm U1054, CNRS UMR5048, Université de Montpellier, Montpellier, France

pau.bernado@cbs.cnrs.fr

During the last decade multiple bioinformatics analysis have revealed that many key proteins involved in signalling and cell control contain large disordered regions and, in some cases, are fully unstructured. The existence of proteins that despite not having permanent structural elements are fully functional have required the reformulation of the traditional structure/function paradigm, one of the historical bases of biological sciences.

The study of the relationship between the dynamic structure of Intrinsically Disordered Proteins (IDPs) and their function represents an enormous challenge due to their inherent conformational plasticity. IDPs do not crystallize, and solution methods provide ensemble averaged structural parameters that must be interpreted in terms of ensembles. These difficulties have been partially overcome by applying integrative structural biology approaches where multiple complementary structural data are integrated to derive ensemble models embedding the structure and dynamics of IDPs or their complexes with other biomolecules.

In this presentation the study of disordered biomolecular complexes involved in regulation of gene transcription and DNA processivity will be presented. These studies integrate SAXS and NMR data with models built based on partial crystallographic structures. Developments aiming at disentangling conformational and species heterogeneity, which are very common in this family of biomolecular complexes, will be explained. Derived models provide the structural bases of their biological function.

S8.O3

Lundi 4 juillet 17:50 - 18:10

Time-resolved serial femtosecond crystallography on photoswitchable fluorescent proteins

COQUELLE N. (a), SLIWA M. (b), WOODHOUSE J. (a), SCHIRÒ G. (a), ..., CAMMARATA M. (c), DEMACHY I. (d), FIELD M. (a), SHOEMAN R. (e), BOURGEOIS D. (a), COLLETIER J.-P. (a), SCHLICHTING I. (e), WEIK M. (a)

a Institut de Biologie Structurale, Univ. Grenoble Alpes, CEA, CNRS, F-38044 Grenoble, France.

b Université de Lille, CNRS, UMR 8516, LASIR, Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman, F59 000 Lille, France.

c Department of Physics, UMR UR1-CNRS 6251, University of Rennes 1, Rennes, France.

d Laboratoire de Chimie-Physique, UMR8000, CNRS, Université Paris-Sud 11, 91405 Orsay Cedex, France.

e Max-Planck-Institut für medizinische Forschung, Jahnstrasse 29, 69120 Heidelberg, Germany.

weik@ibs.fr

Reversibly photoswitchable fluorescent proteins (RSFP) are essential tools in advanced fluorescence nanoscopy of live cells (such as PALM and RESOLFT). They can be repeatedly toggled back and forth between a fluorescent (on) and a non-fluorescent (off) state by irradiation with light at two different wavelengths. Mechanistic details of photoswitching, in particular on the ultra-fast photochemical time scale, remain largely unknown.

Our consortium combines time-resolved serial femtosecond crystallography (TR-SFX), ultrafast absorption spectroscopy in solution and simulation methods to study off-to-on photoswitching intermediates in two RSFP on the picosecond to microsecond time scale.

Two major bottlenecks had to be passed before TR-SFX could be conducted, i.e. the production of well-diffracting microcrystals in large quantities and efficient inline pre-illumination to photoswitch RSFP microcrystals from the on to the off state prior to injection.

First pump-probe TR-SFX experiments were conducted at both the LCLS and SACLA that, together with time-resolved absorption spectroscopy, provide first insight into a possible sequence of events involved in photoswitching.

This research project is conducted by the following scientists: Adam, Aquila, Barends, Bourgeois, Boutet, Byrdin, Cammarata, Colletier, Coquelle, de la Mora, Demachy, Doak, Feliks, Fieschi, Field, Foucar, Gotthard, Guillon, Hilpert, Hunter, Iwata, Jakobs, Joti, Koglin, Kovacsova, Lévy, Liang, Macheboeuf, Mizohata, Motomura, Nango, Nass, Nury, Owada, Ridard, Robinson, Roome, Roux, Royant, Ruckebusch, Schiro, Schlichting, Shoeman, Sliwa, Sugahara, Tanaka, Thepaut, Togashi, Tono, Uriarte, Weik, Woodhouse, Yabashi.

Conformational freedom and rigidity in enzyme: the delicate reconciliation between the conflicting needs for high robustness and innovability

ELIAS M.

(a) Department of Biochemistry, Molecular Biology and Biophysics and Biotechnology Institute, University of Minnesota, St. Paul, MN 55108, USA
mhelias@umn.edu

Protein evolvability includes two elements: (i) robustness - mutations having no effects - and (ii) innovability - induction of new functions within few mutations - How are these two conflicting demands bridged? The observation that some folds, such as TIM barrel, accommodate numerous functions, whereas others support only one, suggests that different protein families may have different abilities to bridge these demands. We hypothesize that the key to innovability is polarity: an active site composed of (i) few highly rigid, pre-organized catalytic residues, (ii) flexible, loosely packed loops (iii) alongside a well-separated, highly ordered scaffold. Through careful analysis of thermal B factors, we show that highly stabilized variants of TEM-1 β -lactamase, an enzyme involved in antibiotics resistance, exhibit selective rigidification of the enzyme's scaffold while the active-site loops maintained their conformational plasticity. Rigidification of enzyme's scaffold also occurs naturally in hyperthermophilic enzymes. Despite them being popularly considered as almost inactive at room temperature as a result of an excess of rigidity", we show that they are better catalysts at low temperatures, evidencing the absence of tradeoffs between function and scaffold stability. Computational analysis indicates that in folds that accommodate only one function throughout evolution, ~60% of the active-site residues belong to the scaffold, whereas folds associated with multiple functions only show ~20%. Additionally, the balance between the necessary conformational flexibility and disorder is very delicate. We focused on two adaptive mutations in TEM-1, separated by 10 Å, that initiates two separate trajectories toward increased hydrolysis rates, and inducing new active site's conformations that accommodate the new antibiotics. Analysis of crystal structures show that R164S causes local disorder whereas G238S induces discrete conformations. When combined, the mutations induce local disorder that perturb the enzyme's catalytic preorganization and that cannot be compensated by scaffold stabilization, leading to an evolutionary cul-de-sac. High fold polarity enables enzymes to adopt scaffolds that can resist mutational load, while the disconnected active site, flexible, can adopt new conformation and function within few mutations. Whereas conformational freedom can increase the innovability potential, an excess of it (disorder) can lead to evolutionary cul-de-sac. "



S9.01

Mardi 5 juillet 10:00 - 10:30

Structural characterization of a core bacterial cell wall synthesis complex

Contreras-Martel, C. (a) Martins, A. (a), Ecobichon, C. (b), Maragno Trindade D. (a), Mattei, P.J. (a)

El Ghachi, M. (b), Boneca, I. (b) and Dessen, A. (a,c)

a) Institut de Biologie Structurale, Bacterial Pathogenesis Group, CEA, CNRS, Univ. Grenoble Alpes, Grenoble, France

b) Institut Pasteur, Biology and Genetics of the Bacterial Cell Wall (INSERM), Paris, France

c) Brazilian Laboratory for Biosciences (CNPEM), Campinas, Brazil

andrea.dessen@ibs.fr

Cell wall biosynthesis is an essential process in bacteria that requires the coordinated activity of peptidoglycan biosynthesis enzymes, hydrolases, and cell morphogenesis proteins. These macromolecules form multi-protein complexes that orchestrate cell division (the 'divisome') and lateral wall growth (the 'elongasome'). Penicillin-Binding Proteins (PBPs), the targets of beta-lactam antibiotics, are main actors in both types of biosynthetic complexes, and their partnerships within these assemblies are essential for cell growth and development. Our group is interested in understanding the architecture of PBP complexes both from structural and functional viewpoints. I will describe results that provide insight as to how the peptidoglycan machinery is scaffolded and discuss interactions that could be targeted by novel inhibitors.

Rôle de la signalisation GABA dans l'interaction *Agrobacterium*-plantes hôtes : structure et fonction de 2 protéines périplasmiques important le GABA

MORERA S., PLANAMENTE S., VIGOUROUX A., MONDY S., AUMONT_NICAISE M., FAURE D.
Institute for Integrative Biology of the Cell (I2BC), CNRS CEA Univ. Paris-Sud, Université Paris-Saclay, Avenue de la
Terrasse, Gif-sur-Yvette 91198, France
olange.MORERA@i2bc.paris-saclay.fr

L'acide gamma-aminobutyrique (GABA) est un acide aminé non protéique présent chez de nombreux organismes, des bactéries à l'homme. Chez les animaux, le GABA est connu comme étant le principal neurotransmetteur inhibiteur du système nerveux central. Chez les plantes, la synthèse du GABA est associée à des stress abiotiques (blessure, vent) et biotiques comme l'infection par des champignons pathogènes et des bactéries symbiotiques ou pathogènes, y compris *Agrobacterium tumefaciens*. Le GABA induit chez le phytopathogène *A. tumefaciens*, la dégradation des signaux du quorum sensing et provoque l'atténuation des symptômes de virulence sur plante hôte. Cette signalisation GABA nécessite le transport du GABA dans le cytoplasme d'*A. tumefaciens* via un ABC-transporteur associé à une protéine périplasmique (PBP). Nous avons déterminé les structures de deux senseurs du GABA, les PBPs Atu2422 et Atu2423 d'*A. tumefaciens* C58 en présence de ligand. Des études fonctionnelles « in planta » réalisées sur des mutants ponctuels nous ont permis d'identifier des résidus clés responsables de la spécificité de ligand et de définir de nouvelles familles de PBPs. L'ensemble de ces travaux a contribué à une meilleure connaissance de l'interaction *A. tumefaciens*-plantes hôtes, ainsi qu'à la proposition de deux modèles de référence quant aux mécanismes moléculaires impliqués dans la perception du GABA, médiateur de communications inter-cellulaires et inter-organismes.

Références

- o Sara Planamente, Solange Moréra, Denis Faure (2013). In planta fitness-cost of the Atu2422-regulon encoding for a selective GABA-binding sensor in *Agrobacterium*. *Commun Integr Biol.* 1;6(3):e23692
- o Sara Planamente, Samuel Mondy, Florence Hommais, Armelle Vigouroux, Solange Moréra, Denis Faure (2012). Structural basis for selective GABA-binding in bacterial pathogens. *Mol. Microbiol.* 86, 1085-1099.
- o Planamente S, Vigouroux A, Mondy S, Nicaise M, Faure D, Moréra S (2010). A conserved mechanism of GABA binding and antagonism is revealed by a structure-function analysis of *A. tumefaciens* Atu2422. *J. Biol. Chem.*, 285, 30294-30303.

S9.03

Mardi 5 juillet 10:50 - 11:10

Active site coupling in *Plasmodium falciparum* GMP Synthetase is triggered by domain rotation

BALLUT L. (a), VIOLOT S. (a), SHIVAKUMARASWAMY B. (b), PRASOONA THOTA L. (b), SATHYAB M. (b), KUNALAB J. (b), DIJKSTRA B. (c), TERREUX R. (d), HASER R. (a), BALARAM H. (b) AND AGHAJARI N. (a).

(a) BioCrystallography and Structural Biology of Therapeutic Targets Group and dBioinformatics: Structures and Interactions Group, Molecular Microbiology and Structural Biochemistry, UMR5086 CNRS-University of Lyon 1, 7 passage du Vercors, Lyon, France.

(b) Molecular Biology and Genetics Unit, JNCASR, Bangalore, India.

(c) Laboratory of Biophysical Chemistry, University of Groningen, Groningen, the Netherlands.

lballut@ibcp.fr

Despite undeniable breakthroughs in the conception of a vaccine against malaria, antiparasitic drugs are still widely used to prevent or cure such infections. Resistance emergence needs the development of new molecules against the parasite *Plasmodium falciparum* which causes more than 600,000 deaths worldwide annually, with a large number of victims being children. Hence, the full structural and enzymatic characterization of new enzymes implicated in target parasitic pathways is a prerequisite for a rational drugs design in order to minimize or circumvent resistance. GMP synthetase (GMPS), a key enzyme in the purine biosynthetic pathway performs catalysis through a coordinated process across two catalytic pockets. The molecular events that enable this chemistry have remained unclear. Crystal structures of *Plasmodium falciparum* GMPS in conjunction with mutational and enzyme kinetic studies unequivocally provide evidence that an 85° rotation of the GATase domain is required for ammonia channeling and thus for the catalytic activity of this two-domain enzyme. We suggest that conformational changes in a helix (371-375) holding catalytic residues and in a loop (376-401) along the rotation trajectory trigger the different steps of catalysis, and have established the central role of a Glu374 in allostery and inter-domain cross-talk. This loop, only visible in the structure of an inactive mutant, is involved in the release of the reaction products in the ATPase domain. These studies revealed for the first time the mechanism of domain rotation and inter-domain communication, providing a molecular framework for the function of all single polypeptide GMP synthetases and form a solid basis for rational drug design targeting this therapeutically important enzyme.

Crystal structure of the C-terminal domain of Mopeia virus: Insights to calcium inhibition of the 3'-5' exonuclease activity.

YEKWA E. (a), APHIBANTHAMMAKIT C.(a), KHOURIEH J.(a), CANARD B. (a) AND FERRON F.(a).

laboratoire Architecture et Fonction des Macromolécules Biologiques (AFMB)

elsie.yekwa@afmb.univ-mrs.fr

The nucleoprotein of arenaviruses is the major component of the viral ribonucleoprotein complex. In addition, it is also involved in the suppression of type I interferon response, a function that has been mapped to its C-terminal domain. In Lassa virus; a highly pathogenic arenavirus; the C-terminal domain of the nucleoprotein has been shown to possess a 3'-5' exonuclease. This 3'-5' exonuclease activity is proposed to suppress the type I interferon production by degrading immune stimulatory double stranded RNA. Nevertheless, data from Lassa virus nucleoprotein alone cannot exhaustively unravel the mechanism of this immune-suppressive enzyme.

In this account, we provide the structural, biophysical and biochemical characterization of the exonuclease activity of Mopeia virus nucleoprotein, a non pathogenic relative of Lassa virus. We present the crystal structure at 1,9 Å of the C-terminal domain of Mopeia virus nucleoprotein in complex with Mg²⁺ ion and show that its fold is similar to that of Lassa's and other few available structures of pathogenic arenaviruses. Accompanying biochemical and biophysical experiments illustrate that this exonuclease domain has a strict specificity for double stranded RNA and requires a divalent metal ion as a cofactor to catalyze cleavage. Yet, Ca²⁺ ion even though a good stabilizer of the protein however inhibits its activity. By solving the structure of the exonuclease complexed with Ca²⁺ at 1,5 Å, we further characterized the detail molecular mechanism of Ca²⁺ ion inhibition of exonuclease activity of the C-terminal domain of Mopeia virus nucleoprotein NP. This study provides an in depth mechanistic insight to the function of this enzyme, will help to better characterized the full length NP and could impact the rational design of potent metal-chelating inhibitors.

S10.O1

Jeudi 7 juillet 11:30 - 12:00

Biominerals in the light of Bragg coherent x-ray diffraction imaging

V. CHAMARD

Aix-Marseille Université, CNRS, Centrale Marseille, Institut Fresnel, Marseille, France
virginie.chamard@fresnel.fr

The diversity of crystalline architectures observed in calcareous biominerals strongly contrasts with the consistent observation of a submicrometric granular crystalline structure [1]. Understanding how the mineral granules organize is a key element to gain knowledge on the biomineralization processes. While evidences for the existence of a mesoscale crystalline organization, spanning a few granules, have been reported, a 3D image of the spatial organization of such crystalline domains was lacking.

In this context, we have proposed to use 3D x-ray Bragg ptychography microscopy [2], an inversion based [3] coherent diffraction imaging approach, which exploits the partially redundant information obtained by scanning a finite beam spot size transversally to the sample, while measuring the corresponding 3D far-field intensity diffraction pattern. Thereby, 3D imaging of extended crystalline samples becomes possible [4, 5].

We obtained 3D images of the prismatic part of a *Pinctada margaritifera* shell, revealing this way the spatial arrangement of the crystalline structure with a nanometric resolution. We evidence a crystalline coherence extending over a few granules and further prove the existence of larger iso-oriented crystalline domains, slightly misoriented with respect to each other around a single rotation axis [6]. These original results bring new structural information, which will be discussed in the framework of recently proposed biomineralization growth schemes.

The co-authors of Ref. [6] are warmly acknowledged for their participation to this work (grant number ANR-11-BS20-0005).

[1] Y. Dauphin, "The nanostructural unity of Mollusc shells," *Mineralogical Magazine*, vol. 72, pp. 243-246, 2008

[2] P. Godard, et al., "Three-dimensional high-resolution quantitative microscopy of extended crystals", *Nature Communications* 2, 568 (2011).

[3] P. Godard, et al., "Noise models for low counting rate coherent diffraction imaging", *Optics Express* 20, 25914 (2012).

[4] V. Chamard, et al., "Strain in a silicon-on-insulator nanostructure revealed by 3D x-ray Bragg ptychography", *Scientific Reports* 5, 9827 (2015).

[5] I. Pateras, et al., "Nondestructive three-dimensional imaging of crystal strain and rotations in an extended bonded semiconductor heterostructure", *Physical Review B* 92, 205305 (2015)

[6] F. Mastropietro, M. Allain, M. Burghammer, C. Chevallard, J. Daillant, J. Duboisset, P. Godard, P. Guenoun, J. Nouet, V. Chamard, in preparation.

Réseaux bidimensionnels périodiques par auto-organisation de surfaces vicinales de saphir

C. MATRINGE, E. THUNE, R. GUINEBRETIERE

D. BABONNEAU

SPCTS, UMR CNRS 7315, ENSCI, 12 rue Atlantis, 87068 Limoges Cedex

Institut PPRIME, UPR CNRS 3346, Université de Poitiers, SP2MI, Téléport 2, Boulevard Marie et Pierre Curie, BP 30179, 86962 Futuroscope Chasseneuil Cedex

rene.guinebretiere@unilim.fr

La découpe d'un monocristal selon un plan légèrement désorienté par rapport à une famille de plans dense induit la formation de surfaces vicinales constituées d'une succession de marches de largeur et de hauteur variables qui évoluent naturellement vers des états ordonnés par simple minimisation de leur énergie libre [1, 2]. Ces processus sont très lents et nous avons montré [1, 3] que pour un cristal comme le saphir des traitements de plusieurs heures à au moins 1200°C permettent d'atteindre un état où tous les bords de marches sont à peu près à la même distance les uns des autres : la surface est devenue périodique selon une direction. La période caractéristique de cette surface augmente de façon continue et infinie [2] avec la durée du traitement thermique isotherme [1, 3].

Sous certaines conditions, une deuxième direction de mise en ordre apparaît à la surface de saphirs découpés avec un angle de taille de 10° par rapport aux plans (006). La découpe du cristal est réalisée de telle sorte que les bords de marches suivent une direction [110] ou [1-10]. Ces deux directions admettent chacune 3 directions équivalentes à 120° les unes des autres mais après la taille du cristal les directions $\{110\}$, ou $\{1-10\}$, ne sont plus équivalentes entre elles. Les traitements thermiques isothermes de très longue durée provoquent un méandrage des bords de marches [2] et in fine tendent à reconstituer la symétrie d'ordre 3 perdu lors de la découpe. Nous pensons que c'est ce processus qui provoque la formation du réseau bidimensionnel que nous observons.

A l'occasion de cette communication, nous montrerons à partir d'une part d'études de diffusion centrale sous incidence rasante menée sur la ligne BMO2 à l'ESRF et d'autre part de mesures de diffraction sous incidence rasante réalisées sur la ligne SixS à SOLEIL, que ces surfaces sont constituées d'un réseau bi-périodique de pyramides à base triangulaire. L'agencement périodique de ces pyramides permet de décrire complètement la topographie des surfaces obtenues.

References

- [1] E. Thune et al., "Nanostructured sapphire vicinal surfaces as templates for the growth of self-organized oxide nanostructures" Appl. Surf. Sci. 256 (2009) 924-928.
- [2] C. Misbach et al., "Crystal surfaces in and out of equilibrium: a modern view" Rev. Modern Phys. 82 (2010) 981-1040.
- [3] E. Thune et al., "Understanding of one dimensional ordering mechanisms at the (001) sapphire vicinal surface" in prep.

S10.O3

Jeudi 7 juillet 12:20 - 12:40

Structure et propagation de défauts dans les nanopiliers de silicium

MERABET A. (a), TEXIER M. (a), TROMAS C. (b), VERDIER M. (c), TALNEAU A. (d), BURLE N. (a), THOMAS O. (a), GODET J. (b)

(a) Aix-Marseille Université, CNRS, Université de Toulon, IM2NP UMR 7334, F-13397 Marseille, France

(b) Institut Pprime, UPR3346 CNRS - Université de Poitiers, F-86962 Futurscope - Chasseneuil du Poitou Cedex, France

(c) SIMaP, Université Joseph Fourier, CNRS, UMR5266, F-38402 Saint Martin-d'Hères, France

(d) Laboratoire de Photonique et de Nanostructures, CNRS, F-91460 Marcoussis, France

amina.merabet@im2np.fr

La déformation plastique dans les matériaux ordonnés s'effectue majoritairement par la nucléation et la propagation de défauts étendus. La structure et les mécanismes de propagation de ces défauts sont étroitement liés à la cristallographie des matériaux.

Le silicium a fait l'objet de nombreuses études durant plusieurs décennies afin de corrélérer la structure des défauts et les propriétés mécaniques de ce matériau semiconducteur modèle. Cependant, le silicium qui est fragile à température ambiante, présente dans certaines conditions un comportement ductile inattendu lorsque la taille des échantillons est inférieure à quelques centaines de nanomètres. Ce changement de comportement suscite de nombreuses interrogations concernant la nature des défauts impliqués et l'influence des effets de confinement dans les objets nanométriques.

Ce travail vise à étudier, en combinant simulations et expériences, la structure et le comportement des défauts cristallins nucléés dans des piliers de silicium de 100 nanomètres de diamètre afin d'identifier l'origine de la transition fragile-ductile observée aux petites échelles. Les échantillons ont été préparés par le procédé de gravure ionique réactive. Ceux-ci ont été ensuite déformés en compression avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s⁻¹ en utilisant un nano-indenteur équipé d'un poinçon plat et opérant en mode déplacement contrôlé. Les observations post mortem des nanopiliers déformés effectuées par SEM et TEM montrent que la déformation plastique s'accompagne de la propagation de différents types de défauts étendus. La comparaison entre les images expérimentales et simulées en HRTEM met en évidence la propagation simultanée de dislocations partielles et parfaites dans les plans {111}. Dans certains cas, la déformation s'accompagne de la formation de nanomacules. En outre, des événements plastiques inattendus ont été également observés dans les plans {113}.

Ce travail est effectué dans le cadre du projet BiDuL « Brittle-to-Ductile Transition in Silicon at Low dimensions » financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR-12-BS04-0003-01, SIMI4 program).

Colloidal crystal: Correlation between Atomic and Mesoscopic Ordering Scale

GOUBET N.^{1,2}; ALBOUY P.A.²; PILENI M.P.¹ AND THOMPSON A.³

Université Pierre et Marie Curie, Paris 06, UMR 8233, 1-Monaris, F-75005, Paris, France

2-Laboratoire de Physique des Solides, Université Paris-Sud, 91405 Orsay, France

3-Synchrotron Soleil, BP 48, Saint-Aubin, Gif sur Yvette 91192, France,

nicolas.goubet@upmc.fr

Colloidal crystals with submillimeter size are built by self-assembly of gold nanoparticles with nearly similar size but different nanocrystallinities.^{1,2} The high flux delivered by the synchrotron facility SOLEIL makes possible the collection, at PROXIMA1 beamline, of X-ray diffraction patterns from individual single-crystals covering a wide q-range. This allowed a highly-detailed reconstruction of the most relevant fraction of the reciprocal space including some diffuse scattering.

The external shape of the gold nanoparticles was characterized by electron microscopy and related to their nanocrystallinity. For 5 nm nanocrystals, X-ray diffraction demonstrates that colloidal crystals made of single-crystal nanoparticles belong to the body-centered cubic system while face-centered cubic single crystals are observed in case of polycrystalline particles; a remarkable feature is the preferential orientation of the symmetry axes of the single-crystal nanoparticles along those of the colloidal crystal; on the contrary polycrystalline nanoparticles display random orientation. These results show the importance of the nanocrystallinity on the nanocrystal packing.

By increasing the size of single nanocrystals to 12 nm,³ the quasi-spherical gold nanocrystal exhibit an unexpected marked orientational order.

REFERENCES

1. T. Hanrath, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 30, (3), 030802, (2012).
2. L. Motte, F. Billoudet and M.P. Pileni, The Journal of Physical Chemistry 99, (44), 16425-16429, (1995).
3. N. Goubet, I. Tempra, J. Yang, G. Soavi, D. Polli, G. Cerullo and M.P. Pileni Nanoscale 7, 3237-3246 (2015)

S11.01

Mercredi 6 juillet 08:30 - 09:00

Structural X-ray studies of nanostructures using x-ray nanobeams

MARIE-INGRID RICHARD^{1,2}, GILBERT CHAHINE², SARA FERNÁNDEZ^{1,2}, STÉPHANE LABAT¹, JAN PHILIPP HOFMANN³, MARVIN H. ZOELLNER⁴, THOMAS SCHROEDER^{4,5}, TOBIAS SCHÜLLI², OLIVIER THOMAS¹

¹Aix-Marseille Université, CNRS, IM2NP UMR 7334, Campus de St-Jérôme, 13397 Marseille, France

²ID01/ESRF, The European Synchrotron, 71 rue des Martyrs, 38043 Grenoble Cedex, France

³Laboratory of Inorganic Materials Chemistry, Department of Chemical Engineering and Chemistry, Groene Loper 5, 5612 AE Eindhoven, The Netherlands.

⁴IHP, Im Technologiepark 25, 15236 Frankfurt (Oder), Germany

⁵Institute of Physics and Chemistry, Brandenburg University of Technology, 03046 Cottbus, Germany

marie-ingrid.richard@im2np.fr

Characterizing the structural properties (strain gradients, chemical composition, crystal orientation, defects, ...) inside thin film and nanostructures is a grand challenge in materials science. This contribution will illustrate how advanced synchrotron x-ray techniques can be utilized to address this challenge for crystalline nanostructures. The availability of x-ray nanobeams is a fundamental change for the study of nanostructures. An optimized fast-scanning x-ray microscopy (SXDM) technique called quickK continuous Mapping (K-Map) and developed at ID01-ESRF, will be shown.[1] This method, which consists of a two-dimensional mapping of a sample with a nano-focused x-ray beam, is used to directly image structural inhomogeneities (strain, composition, thickness and lattice tilt) down to the sub-micrometer scale. Here, the spatial resolution is defined by the beam size (100 nm). We will demonstrate the capabilities of this fast technique on functional Ge layers grown on graded SiGe buffers for sub-10 nm CMOS applications.[2,3] With the availability of detectors that can operate in the kilohertz regime, the scanning speed is ultimately limited by the brilliance of the source. The technique will benefit from the ESRF Extremely Brilliant Source (EBS) Upgrade (scheduled in 2018/2019) and is likely to become a routine analysis technique with in situ and operando capabilities to study processed semiconductor devices. In the case of Bragg coherence diffraction imaging (Bragg-CDI), where coherent diffraction patterns are reconstructed, the spatial resolution depends on the data quality, which is determined by the coherent flux and ultimately limited by the wavelength. A resolution of the structural properties of less than 10 nm is achieved up-to-date for Bragg CDI,[4] but is expected to be further brought down by more brilliant X-ray sources (e.g. after the ESRF EBS Upgrade). The capabilities of the Bragg CDI technique will be demonstrated on Pt nanoparticles for enhanced catalysis. This technique opens pathways to perform in situ catalysis experiments that allow understanding the role of the shape and strain of a crystal before and during chemical reactions.

[1] G. Chahine, M.-I. Richard, et al., J. Appl. Crystallogr. 2014, 47, 762.

[2] M.-I. Richard, M. Zoellner, et al., ACS Appl Mater Interfaces 2015, 7, 26696.

[3] M. Zoellner, M.-I. Richard, et al., ACS Appl Mater Interfaces 2015, 7, 9031.

[4] S. Labat, M.-I. Richard, et al., ACS Nano 2015, 9, 9210.

A potent binary mosquito larvicide revealed by de novo phasing with an X-ray free-electron laser

COLLETIER, SAWAYA, GINGERY, RODRIGUEZ, CASCIO, BREWSTER, MICHELS-CLARK, BOUTET, WILLIAMS, MESSERSCHMIDT, DEPONTE, SIERRA, LAKSMONO, KOGLIN, HUNTER, PARK, UERVIROJNANGKOORN, BIDESHI, BRUNGER, FEDERICI, SAUTER, EISENBERG.

(a) Institut de Biologie Structurale (IBS), Univ. Grenoble Alpes, CEA, CNRS, 38044 Grenoble, France

(b) UCLA-DOE Institute for Genomics and Proteomics, Department of Biological Chemistry.

(c) UCLA-DOE Institute for Genomics and Proteomics, Department of Biological Chemistry, and Howard Hughes Medical Institute, University of California, Los Angeles, CA 90095-1570;

(d) Molecular Biophysics and Integrated Bioimaging Division, Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, CA 94720.

(e) Linac Coherent Light Source, SLAC National Accelerator Laboratory, Menlo Park, CA 94025.

(f) Department of Entomology and Graduate Program in Cell, Molecular and Developmental Biology, University of California, Riverside, CA 92521.

(g) Department of Natural and Mathematical Sciences, California Baptist University, Riverside, CA 92504.

(h) Molecular and Cellular Physiology, and Howard Hughes Medical Institute, Stanford University, Stanford, CA 94305. colletier@ibs.fr

We will report on the first macromolecular crystal structure ever to be determined from crystals so small that they measure only fifty unit cells on edge. The crystals are naturally occurring, and were thus produced *in vivo*. At 2.25 Å resolution, this structure marks an advance toward the dream of determining atomic resolution structures from even smaller, and more complex naturally occurring objects, such as organelles. At 92 kDa, the crystallographic asymmetric unit is nearly three times larger than any previously phased *de novo* using XFEL diffraction and serial femtosecond crystallography (SFX). Our use of multiple heavy atom derivatives for *de novo* phasing offers encouragement for investigators seeking structures for which no structure exists of a known homolog. This structure sheds light on BinAB, a naturally occurring mosquito toxin produced and distributed in crystalline form worldwide to combat the devastating diseases borne by mosquitos, including malaria, yellow fever, dengue, encephalitis, and filariasis. We reveal the extensive intermolecular interactions that maintain the potency of the binary toxin, the mechanism for its pH triggered release, internalization in the mosquito larvae gut cell, and the basis for structural transformation into a membrane-spanning pore.



S11.O3

Mercredi 6 juillet 09:20 - 09:40

Dynamique femto-seconde des ondes de densité de charge

LAULHE C. (a,b), RAVY S. (c), CARIO L. (d), JANOD E. (d), CORRAZE B. (d), HUBER T. (e), LANTZ, G.(e), A. FERRER (f), MARIAGER S.O. (f), JOHNSON J.A. (f), GRUEBEL S. (f), INGOLD G. (f), BEAUD P. (f), JOHNSON S.L. (e)

(a) Synchrotron-SOLEIL, Saint-Aubin-BP48, 91192 Gif-sur-Yvette

(b) Univ. Paris-sud, Université Paris-Saclay, 91405 Orsay Cedex

(c) Laboratoire de Physique des Solides, CNRS, Univ. Paris-sud, Université Paris-Saclay, 91405 Orsay Cedex

(d) Institut des matériaux Jean Rouxel, Université de Nantes, 44322 Nantes

(e) Institute for Quantum Electronics, Physics Department, ETH Zurich, CH-8093 Zurich, Switzerland

(f) Swiss Light Source, PSI, CH-5232, Villigen, Switzerland

sylvain.ravy@u-psud.fr

Les ondes de densité de charge (ODC) sont présentes dans de nombreux matériaux, des systèmes de basse dimension aux cuprates supraconducteurs. Elles sont constituées d'une modulation de la densité de charge du solide couplée à une distorsion de réseau. Une impulsion ultrabrève infrarouge permet d'éjecter les électrons de l'ODC au-dessous du gap et de mettre ce système hors d'équilibre. Nous présenterons des résultats de diffraction ultra-rapide obtenus sur la source Femto-slicing de SLS, montrant que cette impulsion induit une transition vers un autre état ODC par un processus de nucléation-croissance ultra-rapide (dans le dichalcogénure de Tantale 1T-TaS₂). Ces résultats seront comparés à la fusion de l'ODC observée dans l'oxyde de Nb (bronze bleu).

Potentiel d'une source Compton pour les applications en science des matériaux ; exemple de ThomX :**(i) Projet de source du LAL (ii) Caractéristiques du faisceau X, (iii) Domaines d'applications**

HAZEMANN J-L.(a), JACQUET M.(b), COBESSI A.(a), LACIPIERE J.(a) , DELNET W.(a), PROUX O.(a), JEANTET PH.(a), HODEAU J-L.(a)

(a)Institut Néel SERAS & pole CRG - CNRS, Univ Grenoble Alpes, 38042 Grenoble &

(b) LAL, Univ. Paris-Sud XI, CNRS-IN2P3, Orsay, France

- pour la collaboration ThomX & ligneX : LAL, SOLEIL, CELIA, UPMC, ESRF, Inserm, Inst Neel, Thales, Univ.Psud - hodeau@neel.cnrs.fr

Il est possible d'utiliser l'effet Compton pour produire des rayons X à haute énergie avec une forte intensité et une bonne brillance. Le projet ThomX est une telle source compacte où un accélérateur linéaire, un petit anneau de stockage et un laser de haute puissance amplifié dans une cavité optique sont intégrés dans une seule machine pour obtenir les collisions entre un faisceau d'électrons et des impulsions lumineuses. Cette source ThomX est en train d'être construite à Orsay dans l'igloo du LURE (et oui on y revient...) grâce à une collaboration entre de nombreux laboratoires. La rétrodiffusion des photons qui entrent en collision avec les électrons produira des rayons X d'énergie adaptable entre 30 et 90 keV suivant l'énergie des électrons stockés.

Du fait des spécificités (haute énergie et brillance) de ce faisceau, les applications de cette machine sont nombreuses. La ligne de lumière X y est construite par l'Institut Néel - SERAS et l'ESRF pour des applications de type imagerie médicale, fluorescence plein champ d'objets du patrimoine et diffraction/PDF pour la science des matériaux. Il sera possible d'intégrer cette source dans un hôpital, un musée, un centre de recherche industriel ou un laboratoire ; elle sera complémentaire avec les sources synchrotrons.

Le faisceau de rayons X aura une intensité de 10^{12} à 10^{13} ph/s. De forme conique, son énergie est d'autant plus haute et son intensité plus grande que l'on sélectionne sa partie centrale (22-45 keV avec une ouverture de 10 mrad et 44-46 keV à 0.5 mrad). Pour les expériences de science des matériaux, l'optique choisie sélectionnera la partie centrale (0.3 mrad) avec une bande passante DE/E de 10^{-2} et un flux de 10^9 à 10^{10} ph/s qui sera focalisé (70 micron) sur l'échantillon pour des expériences prévues de type PDF. Une optique complémentaire haute résolution (10^7 à 10^8 photons/s) permettra une bande passante de DE/E de 10^{-4} (focalisé ou parallèle) sur l'échantillon pour les expériences de diffraction PDF-poudres. L'équipe qui réalise la ligne de lumière et l'optique présentera les caractéristiques et les potentialités du faisceau de cette source ThomX dont le premier faisceau devrait voir le jour fin 2017. Cette présentation se focalisera sur les applications potentielles en science des matériaux avec un aperçu sur les applications médicales et matériaux du patrimoine.

<http://hal.in2p3.fr/in2p3-00635646/document>

<http://hal.in2p3.fr/in2p3-01192845v1>

S12.O1

Lundi 4 juillet 17:00 - 17:30

Combined effect of nanoparticles and trace metals in a soil-plant-microbe ecosystem

COLLIN, B.(a)

a) CEA Cadarache, 13108 St Paul lez Durance

blanche.collin@cea.fr

Recent interest in the environmental fate and effects of manufactured CeO₂ nanomaterials (NMs) has stemmed from its expanded use for a variety of applications including fuel additives, catalytic converters, mechanical planarization media, coating and other uses. The majority of these NMs will end up in wastewater treatment plants (WWTP) where they will partition to sewage sludge during wastewater treatment, and ultimately re-enter the environment through the application of biosolids to agricultural soils. Thus, soil may serve as a primary sink for NMs accumulation in the environment, in which NMs may enter food webs or cause direct toxicity to plants, microbial communities, or other soil organisms.

This project aims to study (i) the impact of CeO₂ NMs biotransformation on a soil-plant-microbe system using realistic exposure modes and (ii) the interaction between NMs and trace elements such as Cd, Pb, Zn, Ni, which are present both in the biosolid and in the soil.

Pristine CeO₂ NMs were first aged in a laboratory-scale activated sludge reactor during 5 weeks. The biosolid enriched NMs was then amended to an agricultural soil at environmentally relevant concentration: 1 mg.kg⁻¹ CeO₂. The soil is a sandy loam soil rich in Cd and Ni due to a long-term sewage sludge field experiment (INRA Couhin's experimental station, Bordeaux). Four treatments were performed: control soil, soil amended with 1 mg.kg⁻¹ pristine CeO₂ NMs, control biosolid without NMs, biosolid enriched NMs. The selected plant was canola (*Brassica napus*), an oil-producing plant.

Bulk Ce L₃-edge X-ray absorption spectroscopy (XAS) was performed in the biosolid before culture in order to evaluate the NMs transformation in the reactor. After the culture, elemental concentrations were measured in the plant parts by ICP-AES, and their distribution in roots by laser ablation ICP-MS. Root bacterial community structure was characterized by sequencing of 16S rRNA gene (Illumina MiSeq) in order to understand the impact of the biotransformation of CeO₂ NMs on the microbiota. Our presentation will focus on how CeO₂ NMs modulates the absorption of trace elements and their combined effect on the soil and root microbiota.

Réactivité des nanoparticules de sulfure de zinc présentes dans les déchets organiques

LE BARS M. 1,2, LEVARD C. 1, LEGROS S. 2, , DUBLET G. 1, DOELSCH E.2

1: CEREGE Aix-Marseille Université (AMU), CNRS, IRD, UM34, BP 80, 13545 Aix-en-Provence, Cedex 4, France

2: CIRAD, UPR Recyclage et risque, F-34398 Montpellier, France

lebars@cirad.fr

La méthanisation est un procédé produisant de l'énergie renouvelable à partir de matière organique qui est dégradée en conditions anaérobies par des micro-organismes producteurs de biogaz. C'est également un procédé de valorisation des déchets organiques et le résidu du traitement, le digestat, possède un fort potentiel fertilisant, ce qui permet son recyclage sur les sols cultivés. Cependant, les digestats peuvent présenter de fortes concentrations en éléments traces métalliques (ETM) et notamment en zinc, élément potentiellement toxique vis-à-vis des organismes présents dans le sol. Il est donc nécessaire d'évaluer l'impact environnemental de la pratique du recyclage agricole des digestats. Le procédé de méthanisation change la spéciation du zinc entre l'état initial (déchet brut) et l'état final (digestat). Ainsi, nous avons observé une augmentation significative de la proportion de sulfures de zinc (ZnS). Il est donc indispensable de prendre en compte ce changement de spéciation afin de produire une évaluation pertinente.

De manière générale, les ZnS sont caractérisés par une grande stabilité d'un point de vue thermodynamique ($K_{sp} = 1.10^{-24,7}$), mais paradoxalement les ZnS formés dans les déchets organiques (et les digestats) se dissolvent très rapidement. Ainsi, nous souhaitons dans un premier temps expliquer les paramètres qui contrôlent la dissolution des ZnS. Nous faisons l'hypothèse que les ZnS formés au cours de la méthanisation se dissolvent plus rapidement car ils sont de taille nanométrique à cause d'une interaction avec la matière organique des déchets lors de leur formation. Afin de vérifier cette hypothèse, nous proposons de quantifier la cinétique de dissolution de nanoparticules de ZnS en faisant varier différents paramètres.

Nous avons synthétisé en laboratoire une gamme de nano-ZnS de différentes tailles en présence ou non de matière organique. Selon les synthèses, nous faisons varier le type de matière organique (groupements fonctionnels, taille de la molécule, constante d'affinité pour le zinc), la concentration en matière organique et les conditions physico-chimiques (pH, température, force ionique). Ces différentes nanoparticules seront caractérisées par diffusion de rayons X aux grands angles (WAXS) en vue d'une analyse par fonction de distribution paire (PDF) qui permettra de suivre des modifications de la structure cristalline. Ensuite, les cinétiques de dissolution de ces différentes particules seront mesurées en milieu aqueux

S12.O3

Lundi 4 juillet 17:50 - 18:10

Etude par Imagerie par diffraction cohérente des rayons X de particules de carbonate de calcium : des précipités aux coccolithes.

GIBAUD A.(a), BEUVIER T.(b), CHUSKIN Y. (b), ZONTONE F. (b), BEAUFORT L. (c), PROBERT I.(d), CHERKAS O.(a), BREIBY D.(e) AND MARX-ZUCHERAS B. (c)

a) LUNAM, IMMMM UMR 6283 CNRS, Université du Maine, Bd O. Messiaen, 72085 le MANS Cedex

b) ESRF, bEuropean Synchrotron Radiation Facility, B.P. 220, F-38043 Grenoble, France

c) Cerege, UMR 7330 - CNRS / Aix-Marseille Université

13545 Aix en Provence cedex 04, France

d) Station Biologique de Roscoff, Place Georges Teissier

29680 Roscoff

e) Department of Physics, Norwegian University of Science and Technology, Høgskoleringen 5, Trondheim, 7491, Norway
gibaud@univ-lemans.fr

Les particules de carbonate de calcium poreux sont la source d'une intense recherche en raison de leur biocompatibilité et de la possibilité de les utiliser dans l'administration de médicaments. De telles particules peuvent être synthétisées par précipitation directe (PCC) ou en utilisant des biomolécules organiques et/ou des additifs. Dans la nature, les carbonates sont la plupart du temps produits par le biais de biomolécules qui dirigent la formation d'un polymorphe spécifique. Nous montrons dans cette étude comment il est possible d'analyser la morphologie des particules de carbonate de calcium par tomographie 3D en utilisant l'imagerie par diffraction cohérente de rayons X (CXDI). L'utilisation de cette technique permet de comprendre la morphologie des micro-particules de CaCO_3 qui ont été synthétisées sous forme de vaterite puis transformées en calcite à 400°C . Nous montrons comment le traitement thermique modifie de façon surprenante la morphologie et la porosité de ces particules.

Dans une deuxième partie, l'analyse de coccolithophores est présentée. Les coccolithophores sont de minuscules particules de carbonate de calcium produites par des algues dans les océans. Des études récentes indiquent que la diminution du pH des océans causée par l'augmentation du dioxyde de carbone dans l'atmosphère peut mettre en péril les coccolithophores à l'avenir. Le doublement des concentrations actuelles de dioxyde de carbone pourrait se traduire par une réduction de 20 à 40 pour cent de la calcification biogénique de coccolithophores. Nous montrons comment l'imagerie par CXDI peut être utilisée pour mesurer la masse de ces merveilleux objets.

Nanostructure des radioles d'oursin : relation entre la calcite, le carbonate de calcium amorphe et les molécules intra-cristallines

ALBÉRIC M.(a), BERTINETTI L. (a), HABRAKEN W. (a), ZOLOTAYABKO E. (b), FRATZL P. (a) AND Y. POLITIA

(a) Max Planck Institute of Colloids and Interfaces, Potsdam, Germany

(b) Technion-Israel Institute of Technology, Haifa, Israel

marie.alberic@mpikg.mpg.de

De nombreux organismes marins produisent des minéraux à base de carbonate de calcium ayant des formes complexes et possédant des propriétés mécaniques particulières [1]. Les piquants (radioles) des oursins qui ont pour principale fonction de protéger la carapace de l'oursin, en sont un exemple.

Les radioles sont composées de cristaux de calcite, de carbonate de calcium amorphe (ACC) et de molécules organiques intra-cristallines [2-4]. Contrairement à la calcite géologique qui possède un plan de clivage rhomboédrique, les radioles présentent une fracture conchoïdale qui les rend beaucoup plus résistantes. Cette particularité est due à la présence des molécules intra-cristallines qui entraînent des distorsions locales du réseau cristallin. Cependant, si le rôle des molécules organiques sur la structure finale des calcites biogéniques est connu [5], celui de l'ACC reste à être déterminé.

Ainsi, nous avons caractérisé la nanostructure des radioles d'oursins afin de préciser l'arrangement des phases organique, amorphe et cristalline et de comprendre le rôle concomitant de l'ACC et des molécules intra-cristallines sur les distorsions du réseau cristallin ainsi que sur les propriétés mécaniques des radioles. Notre approche analytique est basée sur l'observation de l'évolution de la nanostructure lors d'expériences de chauffage in-situ et ex-situ. Tout d'abord, la thermogravimétrie et la calorimétrie différentielle à balayage nous a permis d'identifier les températures auxquelles l'ACC hydraté se déshydrate, cristallise, et auxquelles les molécules organiques se décomposent. Ensuite, la diffusion des rayons X aux petits angles a révélé la formation et le grossissement de nano-pores lors des étapes de chauffage (déshydratation et cristallisation de l'ACC ; combustion des molécules organiques). De plus, la majorité des molécules organiques a été localisée sur le plan (001) de la calcite. Enfin, les distorsions du réseau cristallin en fonction de la température ont été suivies par diffraction des rayons X à haute résolution. En combinant les résultats obtenus à des observations en microscopie électronique, nous proposons un modèle de la nanostructure des radioles qui nous permettra d'étudier les phénomènes de biominéralisation à l'origine d'une telle nanostructure.

[1] Addadi et al. Adv. Mater. (2003) [2] Berman et al. Science (1990) [3] Politi et al. Science (2004) [4] Seto et al. Proc. Natl. Acad. Sci. (2012) [5] Pokroy et al. Adv. Mater. (2006)

S13.O1

Mercredi 6 juillet 10:30 - 11:00

De l'intérêt de la diffraction de neutrons pour le cristallographe

MARTIN C.

CRISMAT UMR6508

ENSICAEN 6Bd MI Juin 14050 CAEN Cedex

christine.martin@ensicaen.fr

Les oxydes de métaux de transition constituent un système de choix pour étudier les relations entre structures et propriétés. En effet, ces composés cristallisent dans des structures variées et de différentes dimensionnalités -3D (perovskites, LaMnO_3), 2D (delafossites, CuCrO_2) ou 1D ($\text{Ca}_3\text{Co}_2\text{O}_6$) - et présentent une extraordinaire richesse de propriétés (supraconducteurs à haute T_c , magnétorésistance colossale, thermoélectricité, multiferroïcité ...) susceptibles d'applications. Le contrôle de la valence du métal de transition, par la maîtrise de la teneur en oxygène, est d'une importance capitale pour la compréhension et l'optimisation des propriétés, du fait du couplage fort qui existe entre le réseau cristallin, les charges et spins du métal de transition.

En général, il est nécessaire d'utiliser des techniques complémentaires pour obtenir des caractérisations structurales fines des matériaux. Il est par exemple très intéressant de combiner la diffraction de rayons X, de neutrons et d'électrons et en particulier de faire ces caractérisations en fonction de la température pour suivre les transitions de phases. Les résultats ainsi obtenus peuvent être corrélés aux mesures macroscopiques des propriétés magnétiques ou électriques.

Nous nous proposons d'illustrer l'apport de la diffraction de neutrons dans ce genre d'études par quelques résultats obtenus dans le système des oxyborates $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{BO}_5$. La structure du composé non substitué peut être décrite par une charpente d'octaèdres FeO_6 déformés liés par les arêtes ou/et les sommets pour former des murs en zigzag (larges de 3 et 5 octaèdres). Le fer est réparti sur quatre sites cristallographiques, une mise en ordre des charges s'établit vers 283K (2 Fe^{+2} : 1 Fe^{+3}) et deux transitions magnétiques sont observées (à 110 et 70K) correspondant à la mise en ordre magnétique successive de deux sous-réseaux de fer. La substitution partielle du fer par le manganèse modifie progressivement les propriétés magnétiques et électriques des composés et la diffraction de neutrons a été indispensable pour comprendre cette évolution, à la fois pour décrire les structures cristallines (avec la localisation du manganèse sur le réseau de fer et connaître les distances interatomiques Fe/Mn-O) et pour déterminer les structures magnétiques.

Structure and multiferroic properties of a Sr-based pyroxene family

LEI DING, CLAIRE V. COLIN, CÉLINE DARIE AND PIERRE BORDET

Université Grenoble Alpes, Institut NEEL, F-38000 Grenoble, France

CNRS, Institut NEEL, F-38000 Grenoble, France

claire.colin@neel.cnrs.fr

Compounds belonging to the Pyroxene family are well known as rock-forming minerals, and have thus drawn substantial interest by mineralogists. In this family of general chemical formula $AM(Si, Ge)_2O_6$, A is usually an alkali metal monovalent cation or a divalent alkaline earth cation, and B may be a trivalent or divalent transition metal cation. Among pyroxene compounds, the monoclinic clinopyroxenes are characterized by isolated one-dimensional chains of MO_6 octahedra linked by edge-sharing. Due to this specific arrangement, clinopyroxene compounds where M is a magnetic transition metal cation have attracted considerable attention in recent years. Investigations revealed that these compounds present a rich diversity of intriguing low-dimensional magnetic properties. The existence and possible interplay of low dimensionality and magnetic frustration may result in multiferroic and/or magneto- electric (ME) properties.

We have undertaken the study of pyroxene compounds where A and M are divalent cations. Among these, Sr-based pyroxenes were not studied up to now. Here we present the synthesis of the compounds $SrCoGe_2O_6$ and $SrMnGe_2O_6$ which both display the high clinopyroxene structure with space group $C2/c$. We will show their crystallographic and magnetic structure determination using single crystal and powder x-ray diffraction and neutron powder diffraction (NPD, D1B-ILL) and compare their structures to those of their Ca-based analogues. The magneto-electric properties of both compounds were investigated by polarization measurements vs applied magnetic field and NPD. $SrMnGe_2O_6$ displays multiferroic properties with a cycloid-type incommensurate spin structure, while $SrCoGe_2O_6$ is an antiferromagnet with a similar magnetic structure as the $CaCoGe_2O_6$ compound. These results will be detailed at the conference.

S13.O3

Mercredi 6 juillet 11:20 - 11:40

Mécanismes de diffusion du ion oxygène dans quelques oxydes explorés par diffraction neutronique

CERETTI M.(a), WAHYUDI O.(a), CORALLINI S.(a), MEVEN M.(b), PAULUS W.(a)

(a) Institut Charles Gerhardt Montpellier, UMR 5253 CNRS-UM-ENSCM, Université de Montpellier, Place E. Bataillon, 34095 Montpellier cedex 5 - France

(b) RWTH Aachen University, Institut für Kristallographie and Jülich Centre for Neutron Science (JCNS) at MLZ, 85747 Garching, Allemagne

monica.ceretti@univ-montp2.fr

Les mécanismes de diffusion à basse température de l'ion oxygène revêtent une importance particulière du point de vue technologique, pour le design et l'optimisation de nouveaux conducteurs ioniques comme membranes à oxygène dans les piles à combustible tout solide (SOFC), pour en donner un exemple. Deux classes d'oxydes, les pérovskites lacunaires à structure de type brownmillerite et les composés à structure de type K_2NiF_4 , sont connus pour intercaler de l'oxygène selon une réaction topotactique réversible à température ambiante, et à cet égard sont des candidats potentiels comme membranes d'oxygène mais aussi des systèmes clé pour l'étude des corrélations entre dynamique de réseau et modifications structurales associées aux transferts de charge (i.e. à la stoechiométrie en oxygène).

Nous présentons ici nos études de diffraction et diffusion inélastique des neutrons, couplées avec des calculs de type théorie fonctionnelle de la densité (DFT), sur ces systèmes modèles qui ont mis en évidence les chemins ainsi que le mécanisme de diffusion de l'oxygène assisté par des phonons. Pour des oxydes non stoechiométriques $(Nd/Pr)_2NiO_{4+d}$, des expériences de diffraction neutronique in situ pendant une réaction électrochimique sur poudre ont permis de suivre pas à pas les modifications structurales en fonction de leur stoechiométrie d'oxygène. Ceci a mis en évidence leur riche diagramme de phase en fonction du transfert de charge. Des études de diffraction de neutrons sur monocristaux, en fonction de la température, couplées avec une analyse des données par la méthode du Maximum d'Entropie (MEM) ont permis de mettre en évidence des importants facteurs de déplacements anharmoniques des oxygènes apicaux avec la formation d'un double potentiel, qui en pointant vers les sites interstitiels crée un chemin de diffusion privilégiée [1]. Ces grandes amplitudes de déplacement ont été confirmées par des expériences de diffusion inélastique des neutrons, couplées avec des calculs DFT, être d'origine dynamique, ce qui est cohérent avec un mécanisme de diffusion des phonons assistée [2].

Enfin, nous présenterons les derniers résultats obtenus sur une nouvelle pérovskite déficiente Sr_2ScGaO_5 , pure conducteur ionique [3].

[1] M. Ceretti, et al., Journal of Materials Chemistry A, 3 (2015) 21140-21148.

[2] A. Perrichon, et al., Journal of Physical Chemistry C, 119 (2015) 1557-1564.

[3] S. Corallini, et al., Journal of Physical Chemistry C, 119 (2015) 11447-11458.

Suivi in situ par diffraction des neutrons de la déshydratation et de la mobilité simultanée des ions Na⁺ et Ni²⁺ dans des zéolites de type faujasite

PAILLAUD J.-L. (a), PORCHER F. (b,c), MASSIANI P. (d,e), ANDRÉ G. (b), LOUISFREIMA W. (f,g), ROTENBERG B. (g), BOUTIN A. (f)

(a) Equipe Matériaux à Porosité Contrôlée (MPC), Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M), UMR CNRS 7361, Université Haute-Alsace, 3bis rue Alfred Werner, 68093 Mulhouse Cedex, France

(b) Laboratoire Léon Brillouin (LLB), UMR 12 CNRS-CEA, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France

(c) Université de Lorraine, UMR 7036 CNRS, CRM2, Faculté des Sciences et Technologies, BP 70239, Boulevard des Aiguillettes, 54506 Vandoeuvre-lès-Nancy, France

(d) Sorbonne Université - Université Paris 06 UPMC, Laboratoire de Réactivité de Surface (LRS), 4 Place Jussieu, 75005 Paris Cedex, France

(e) CNRS UMR 7197, LRS - UPMC, 4 Place Jussieu, 75005 Paris Cedex, France.

(f) Ecole Normale Supérieure, PSL Research University, CNRS, UMR PASTEUR, Sorbonne Université, UPMC Univ Paris 06, F-75005, Paris, France

(g) Sorbonne Université - Université Paris 06 UPMC, CNRS, UMR PHENIX, F-75005 Paris, France

jean-louis.paillaud@uha.fr

La diffraction des neutrons sur échantillons pulvérulents a été utilisée pour suivre les changements structuraux qui surviennent au cours de la déshydratation d'une zéolithe de type faujasite non échangée sous forme sodique d'une part, et partiellement échangée avec deux teneurs différentes en nickel, d'autre part. Pour cela un suivi en température et sous pression réduite a été mis en oeuvre sur le diffractomètre G4.1 de l'installation LLB-Orsay. Les structures déterminées à partir d'affinements Rietveld confirment le déplacement des différents ions de sites particuliers vers d'autres au fur et à mesure du départ des molécules d'eau. Le degré de déshydratation a été également apprécié, par une quantification en temps réel grâce à la diminution du signal incohérent de 1H. La dépendance de l'intensité de ce signal avec la température correspond parfaitement à ce qui est observé en thermogravimétrie et confirme qu'il est entièrement imputable aux molécules d'eau adsorbées dans la zéolithe. Des simulations de type Monte Carlo ont montré que l'accord entre les expériences et la théorie est excellent notamment pour la zéolithe échangée.

S14.O1

Lundi 4 juillet 11:00 - 11:30

Des avancées dans la caractérisation operando de matériaux d'électrodes pour batteries Li-ion et Na-ion par diffraction et absorption

CROGUENNEC L. (a,D), BIANCHINI M. (a,B,C), BROUX TH. (a,B,D), IADECOLA A. (d,E), SUARD E. (c), FAUTH F. (f), SIMONELLI L. (f), MASQUELIER C. (b,D)

(a) ICMCB-CNRS, Université de Bordeaux, Bordeaux INP, F-33608 Pessac cedex, France

(b) LRCS, Université de Picardie Jules Verne, F-80039 Amiens Cedex 1, France

(c) Institut Laue Langevin, F-38000 Grenoble, France

(d) RS2E - Réseau Français sur le Stockage Electrochimique de l'Energie, FR CNRS 3459, France

(e) Synchrotron SOLEIL, L'orme des Merisiers Saint Aubin, F-91192 Gif-sur-Yvette, France

(f) CELLS - ALBA Synchrotron, Cerdanyola del Vallès, E-08290 Barcelona, Spain

Laurence.CROGUENNEC@icmcb.cnrs.fr

Suivre in-situ et operando l'évolution des matériaux utilisés à l'électrode de batteries Li-ion et Na-ion est essentiel, pour comprendre les mécanismes structuraux et redox mis en jeu, et ainsi proposer une optimisation de ces matériaux. Les matériaux doivent être étudiés dans leur environnement (in-situ), et en temps réel lors du fonctionnement de la batterie (operando) alors qu'ils sont dans des conditions hors équilibre. Les expériences menées ainsi lors de la charge et de la décharge de la batterie (i.e. lors de l'extraction et de l'insertion des ions lithium ou sodium) à des régimes variables permettent d'étudier les dynamiques de réactions, essentielles à la compréhension des performances et du vieillissement du système électrochimique. La combinaison de la diffraction des rayons X et des neutrons à l'absorption des rayons X permet de suivre l'évolution de la structure atomique et électronique à courtes et à longues distances. Néanmoins, ces études in-situ et operando nécessitent le développement de cellules électrochimiques dédiées.

Nous présenterons les avancées récentes que nous avons réalisées, notamment la cellule électrochimique que nous avons développée dans un alliage de (Ti,Zr) transparent aux neutrons.[1] Celle-ci nous a permis d'obtenir de bonnes performances électrochimiques et des acquisitions de diagrammes de diffraction des neutrons de qualité telle que pour la première fois il a été possible de mener une étude structurale par la méthode de Rietveld sur des données neutrons obtenues in-situ. Nous avons ainsi pu déterminer les mécanismes de désintercalation du lithium d'une série de phases spinelles de compositions $\text{Li}_{1+x}\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ ($x = 0, 0.05$ et 0.10),[2] et démontrer pour la première fois avec l'appui de données acquises en diffraction des rayons X Synchrotron l'existence d'un ordre Li^+ et $\text{Mn}^{3+}/\text{Mn}^{4+}$ dans $\text{Li}_{0.5}\text{Mn}_2\text{O}_4$. [3] Nous montrerons également comment la diffraction et l'absorption des rayons X Synchrotron nous ont permis de comprendre les mécanismes complexes mis en jeu dans des matériaux riches en vanadium, LiVPO_4O et $\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_2\text{F}_3$. [4-6]

[1] Bianchini et al., J. Electrochem. Soc., 160(11), A2176 (2013)

[2] Bianchini et al., J. Phys. Chem. C, 118(45), 25947 (2014)

[3] Bianchini et al., Acta Cryst., B71, 688 (2015)

[4] Bianchini et al., J. Mater. Chem. A, 2(26), 10182 (2014)

[5] Bianchini et al., Chem. Mater., 26(14), 4238 (2014)

[6] Bianchini et al., Chem. Mater., 27, 3009 (2015)

ODE: a beam line for High Pressure and time resolved XAS and XMCD studies at SOLEIL

F.BAUDELET, L. NATAF, Q. KONG, V.T. PHAM, J. COQUET

BAUDELET F.(a), NATAF L.(a), KONG Q.(a), PHAM V.T. (a), COQUET J.(a)

(a)Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, BP 48, 91192 Gif-sur- Yvette, France
francois.baudelet@synchrotron-soleil.fr

XAS and X-ray Magnetic Circular Dichroism (XMCD) are probes of local order and microscopic magnetic properties. XMCD is a selective probe, which can access to a large variety of elements. The dispersive EXAFS station at SOLEIL (ODE-beam-line) gives the possibility to perform numerous pressure XAS and XMCD experiments with an excellent statistic and very fast XAS kinetic. We present high pressure XAS and XMCD results and kinetic XAS for chemistry studies.

The classical method of recording absorption spectra is the step by step measurement of the absorption coefficient for each energy point. A different way is the use of a bent crystal as monochromator. The continuous change of the Bragg incidence along the bent crystal opens an energy range in the reflected beam. The correlation between position and energy of the X-ray is exploited thanks to a position sensitive detector. The main advantages of Dispersive XAFS are the focusing optics, the short acquisition time (few μ s) and the great stability during the measurements due to the absence of any mechanical movement. These three advantages allow the study of small samples, 70micron at SOLEIL, to follow kinetics, and to perform experiments demanding a small signal to noise ratio (typically 10^5). Small samples are mandatory in the case of high pressure studies, the smaller the sample, the higher the available pressure will be: up to 80GPa at SOLEIL. High pressure, possibly combined with high or low temperature, is experimentally produced using diamond anvil cells. In these cells, the sample chamber size is typically 125 micron in diameter and 15 micron in thickness.

One of the purpose/advantage of ODE setup is for fast kinetic measurement, because its time resolution is only limited by the readout speed and the photon flux of the incidence X-rays. Microsecond DEXAFS has recently become accessible in ODE beamline, with the advent of the fast readout silicon quantum detector and the high brilliant X-rays produced from synchrotron soleil running at a current of 430 mA. The feasibility was investigated with a prototypical thermally driven redox reaction, with continuous snapshots every 60 μ s. New Pump probe scheme is under development allowing time resolution of few ps.

S14.O3

Lundi 4 juillet 11:50 - 12:10

Etude in situ par RX synchrotron de nanofils SiGe: croissance, contrainte et courbureZHOU T.(a), CANTELLI V.(a), BLANC N.(b), BOUDAA F.(c), GEAYMOND O.(b), ULRICH O.(c),
RENAUD G.(c)

(a) European Synchrotron Radiation Facility

(b) Institut Néel, CNRS/UGA UPR2940

(c) CEA-Grenoble

tao.zhou@esrf.fr

Ce travail résume les résultats d'études de la croissance in situ de nanofils (NFs) SiGe par UHV-CVD à l'aide des techniques de diffusion et de diffraction des rayons X (RX) synchrotron sur la ligne de lumière BM32 à l'ESRF.

Les conditions d'élaboration de NFs Si, Ge et SiGe dans notre bâti sont d'abord présentées. Les études in situ à l'aide de RX durant la croissance sont ensuite décrites. La longueur des NFs, leur taille, leur espacement, leur facetage ainsi que l'angle conique sont déterminés en temps réel. Des changements de forme de la goutte liquide aussi ont été clairement observés dans les premiers stades de la croissance. Une phase AuGe métastable à l'interface catalyseur-substrat a été identifiée. Sa formation pourrait être décisive pour la croissance sous-eutectique de NFs de Ge.

La relaxation des contraintes dans des NFs coeur-coquille de Si-Ge est ensuite présentée. La composition et la déformation ont été déterminées in situ par diffusion anormale des RX, en fonction de la quantité de Ge déposée et de la durée du recuit. L'influence de la taille des NFs et de la température de croissance de la coquille ont aussi été étudiées.

Enfin, des résultats sur la courbure in situ de NFs sont présentés. La courbure est induite par le dépôt d'un second matériau sur un côté des NFs. La déformation et la contrainte ont été déterminées par une combinaison de suivi de la position d'un pic de Bragg, de simulation et d'ajustement de l'intensité, et de calculs d'élasticité classiques. La courbure induite par le dépôt de Ge à 220°C est principalement déterminée par la contrainte de désaccord de maille, qui évolue presque linéairement avec l'épaisseur du film Ge. La courbure induite par le dépôt de Ge à la température ambiante (TA) se trouve principalement déterminée par la contrainte de surface, qui évolue progressivement de la tension à la compression pour une épaisseur de Ge plus grande. Pour le suivi de courbure en temps réel, nous avons mise au point une technique de mesures stationnaires avec un détecteur 2D. Elle a permis de mettre en évidence plusieurs changements de signe lors de dépôts d'Au et Ge à TA.

Ammonia Oxidation on Palladium: In operando study

A. RESTA 1,*, A. VLAD 1, V. DHANASEKARA N1, Y. GARREAU 1,2, A. COATI 1

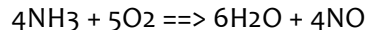
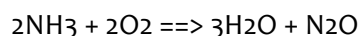
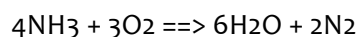
1 Synchrotron SOLEIL - L'Orme des Merisiers - Saint-Aubin

2 Univ Paris Diderot, Sorbonne Paris Cite, MPQ, CNRS, UMR 7162, F-75205 Paris 13, France

andrea.resta@synchrotron-soleil.fr

Over the past decades, thanks to conventional surface science techniques, was collected an impressive body of information concerning structural and electronic properties, molecular dynamics and processes of surfaces. However, industrial applications use catalyst with broad characteristics and working at ambient or high pressures, whereas fundamental studies are often performed on model catalysts under UHV, resulting in the so-called "pressure gap" and "material gap". X-ray scattering and diffraction techniques under grazing incidence (GIXD-GISAXS) are powerful techniques for such objectives and can be applied to both nanoparticles and single crystal surface characterization under realistic conditions. In the attempt to bridge over those gaps it is now available at SIXS beamline (Soleil) a UHV to ambient pressure chamber (XCAT).

As case study I will report on the ammonia oxidation performed at 0.3Bar for several oxygen to ammonia ratios. Industrially ammonia is the starting point for the production of nitrates, which are used in many fields from paints to fertilizers. The system exhibits three competing reactions:



The possibility to select among the reaction paths available is therefore of high interest [1] and it is intensively studied. According to earlier studies palladium is one of the most active catalysts for this reaction [2-3]. Unfortunately due to the complexity of the system the structure responsible for such transformations still unclear. Recent theoretical papers [4] address the metal as the most active phase for ammonia dehydrogenation, nevertheless experimental evidences for the active phase in the ammonia oxidation need to be provided.

The data presented concern palladium single crystal and 15nm palladium particles with the aim to establish a correlation between surface structure and reactivity. As a first result, these preliminary data indicate a change in the reaction products from nitrogen (N_2) to nitrogen oxide (NO) in coincidence with decreasing of the metallic palladium signal. This suggests that on the metallic particles the ammonia is transformed to nitrogen while on oxidized particles is transformed into NO.

1) Applied catalyst B, 18 (1998) Issues 1-2, pp 1

2) Russian Chem. Rev., 45 (1976) pp 1119,

3) Catalysis Letters 78 (2002) pp 353

4) Applied Surface Science 292 (2014) pp 494



S15.O1

Mardi 5 juillet 11:30 - 12:00

Étude structurale de matériaux sous forme de couches minces par diffraction de rayons X en incidence rasante.

BALDINOZZI G.

CentraleSupélec, SPMS, LRC Carmen, Paris, France
gianguido.baldinozzi@centralesupelec.fr

Les matériaux sous forme de couches minces sont couramment analysés par diffraction des rayons X en incidence rasante. Cependant, afin d'extraire les informations caractéristiques de ces systèmes, il est nécessaire de prendre en compte les effets d'élargissement instrumental dans les programmes d'affinement par la méthode de Rietveld utilisés pour le traitement des données. Dans cet exposé, il sera montré que cela permet d'extraire des informations quantitatives pertinentes sur la structure (contrainte et positions atomiques) et sur la microstructure (taille des cristallites et micro-contraintes) qui seront mises en relation avec la chimie des films minces. Ces points seront illustrés en prenant quelques exemples aussi bien de couches minces d'oxydes que de chalcogénures.

Comportements atypiques de complexes à transition de spin : une relation étroite avec les propriétés structurales.

MARCHIVIE M.(a), MILIN E.(b), PILLET S.(c), BENDEIF EL-E.(c), TRIKI S.(b), CHASTANET G.(a), BOUKHEDDADEN K.(d)

(a) CNRS, Univ. Bordeaux, ICMCB, UPR9048, F-33600 Pessac, France

(b) UMR CNRS 6521, CEMCA Univ. Bretagne Occidentale, 29238, Brest, France.

(c) CRM2, UMR CNRS 7036, Institut Jean Barriol, Univ. Lorraine, F-54506 Vandoeuvre-lès-Nancy, France.

(d) UMR CNRS 8635, GEMaC, Université Paris-Saclay, UVSQ, 78035 Versailles cedex, France.

mathieu.marchivie@icmcb.cnrs.fr

Le phénomène de conversion de spin correspond au changement d'état de spin d'un cation métallique de configuration d_4 à d_7 sous l'action d'une contrainte comme la température, la pression ou encore l'irradiation lumineuse. Parmi les systèmes présentant cette propriété, ceux de la première série de transition, notamment les complexes du Fe(II) pour lesquels une transition paramagnétique - diamagnétique entre l'état haut spin ($S = 2$) et l'état bas spin ($S = 0$) peut être observée, ont été très majoritairement étudiés. Les comportements observés sont extrêmement variés et peuvent conduire à des propriétés de bistabilité thermique ou photoinduite qui suscitent l'intérêt de la communauté scientifique autant du point de vue fondamental que pour la richesse des applications potentielles[1]. Dans ce cadre, plusieurs approches ont été développées pour améliorer les capacités de ces matériaux, par exemple : allonger les durées de vie des états métastable photo-induits, renforcer la coopérativité pour augmenter la largeur des hystérésis ou encore développer des systèmes capable d'atteindre plusieurs états différents à partir d'un état de référence ouvrant ainsi la voie vers des commutateurs à 3 états ou plus (0,+1,-1,...)[2]. Les stratégies poursuivies par les chimistes pour atteindre ces objectifs consistent par exemple à contraindre la sphère de coordination du métal par l'utilisation de ligands polydentes ou encore à synthétiser des systèmes à réseaux étendus afin de favoriser les interactions magnétiques et/ou élastiques entre les porteurs de spin[3]. Les résultats obtenus peuvent parfois conduire à des comportements atypiques.

Dans cette communication nous présentons les résultats obtenus par l'introduction d'interactions élastiques sur le système $\{\text{Fe}(\text{trz-py})[\text{Pt}(\text{CN})_4]\}$ ou $\text{trz-py} = 4\text{-(2-pyridyl)-1,2,4-triazole}$. Ce composé, qui présente une structure étendue bidimensionnelle de type Hoffman, subit une transition de spin (TS) incomplète autour de 152 K. Une seconde TS présentant une large hystérèse, initialement cachée, est révélée à basse température sous irradiation lumineuse. Une étude structurale complète en fonction de la température et sous irradiation à basse température permettra d'élucider ce comportement atypique.

[1] Spin-Crossover Materials: Properties and Applications, ed. M.A. Halcrow, 2013, John Wiley&Sons

[2] N. Ould Moussa, et al., Phys. Rev. B., 2007, 75, 054101(8).

[3] N. F. Sciortino, et al., Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 2012, 51, 10154

S15.O3

Mardi 5 juillet 12:20 - 12:40

Structure and properties of new sulfate based compounds of interest for Li-ion batteries

ROUSSE G. (a,B), SUN M. (a), LANDER L. (a), TARASCON J.-M. (a,B)

(a) FRE 3677 Chimie du Solide et Energie", Collège de France, 11 Place Marcelin Berthelot, 75231 Paris Cedex 05, France

(b) Sorbonne Universités - UPMC Univ Paris 06, 4 Place Jussieu, F-75005 Paris, France."

gwenaelle.rousse@upmc.fr

Li-ion batteries have empowered consumer electronics and are now seen as the best choice to propel forward the development of eco-friendly electric vehicles. However, if we aim at increasing the performances of batteries so that they can store more energy density, we need to find new materials with good Li insertion/extraction capabilities to work as positive electrode. Therefore, structural studies to obtain accurate structural parameters, e.g. Li positions, are mandatory.

Olivine LiFePO_4 is one of the most praised positive electrode compounds. Indeed, this commercialized compound is made of low cost, abundant and environmental-benign iron; however the voltage of LiFePO_4 is limited to 3.45 V, therefore constant efforts are being made by researchers to increase it. A key tool to do this relies in exploiting the inductive effect of the polyanionic group XO_4^{n-} . This approach was successfully followed in the recent five years and led to the discovery of LiFeSO_4F , whose triplite form presents a redox voltage of 3.9 V vs Li.¹

In this talk, we will present some of our recent results in this domain. By replacing iron with copper in LiFeSO_4F , we have successfully synthesized LiCuSO_4F whose structure was solved from combined X-ray and neutron powder diffraction; this compound is the first report of a fully ordered triplite structure.²

Slightly changing the synthesis conditions leads to another new compound, the copper oxysulfate $\text{LiCu}_2\text{S}_2\text{O}_9$, built on CuO_4 edge-sharing squares forming 1D helical chains. Besides its peculiar structure, this compound exhibits a 4.7 V vs Li signature, related to the relatively unexplored $\text{Cu}^{3+}/\text{Cu}^{2+}$ redox couple.

Lastly, we extended our quest of new sulfate-compounds with the discovery of a new polymorph of KFeSO_4F , whose complex structure and interest for Li-ion batteries will be presented.^{3,4}

Note: all authors of refs 2, 3 and 4 have contributed to this work

(1) Barpanda, P.; Ati, M.; Melot, B. C.; Rousse, G....; Tarascon, J. M. *Nature Materials* 2011, 10, 772-779.

(2) Sun, M.; Rousse, G.; Dalla Corte, D.; Saubanère, M.; Doublet, M.-L.; Tarascon, J.-M. *Chemistry of Materials* 2016, asap

(3) Lander, L.; Rousse, G.; Abakumov, A. M.; Sougrati, M.; van Tendeloo, G.; Tarascon, J.-M. *J. Mater. Chem. A* 2015, 3 (39), 19754-19764.

(4) Sun, M.; Rousse, G.; Abakumov, A. M.; Saubanère, M.; Doublet, M.-L.; Rodríguez-Carvajal, J.; Van Tendeloo, G.; Tarascon, J.-M. *Chem. Materials* 2015, 27 (8), 3077-3087.

Non stoechiométrie dans l'hexaferrite $\text{Ca}_{3-x}\text{Fe}_{15+x}\text{O}_{27-d}$

MONNIER LAURINE, DELACOTTE CHARLÈNE, BRÉARD YOHANN, HÉBERT SYLVIE, BOULLAY PHILIPPE, PELLOQUIN DENIS
Laboratoire CRISMAT, UMR 6508

6, boulevard du Maréchal Juin, 14050 Caen, Cedex 4

denis.pelloquin@ensicaen.fr

De récentes études menées dans le système Ca-Fe-O, et plus particulièrement en considérant la formation d'intercroissances $(\text{CaFe}_2\text{O}_4)(\text{FeO})_n$ [1], ont mis en avant une forte dépendance en température tant d'un point de vue structurale qu'électronique de ces oxydes complexes à valence mixte $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$. Notamment, il a été démontré que le terme

$n = 3$, CaFe_5O_7 , présente une transition structurale monoclinique/orthorhombique à 360K associée à une transition d'ordre des charges [2].

De nouvelles études cristallographiques en jouant sur une non-stoechiométrie potentielle, tant anionique que cationique, autour de la composition CaFe_5O_7 , ont mis en lumière l'existence d'une nouvelle structure $\text{CaFe}_{5.33}\text{O}_9$ dont l'empilement relève de la famille des hexaferrites. La résolution structurale de ce composé a été menée en combinant les données de diffraction électronique et diffraction X sur poudre. Notamment, une approche tomographique en mode précession des électrons a été réalisée et sera présentée. Cette structure qui relève également d'un mécanisme d'intercroissances sera détaillée et illustrée par de l'imagerie haute résolution (HREM, HAADF). Les propriétés électroniques seront également exposées. Ces dernières mettent en avant deux transitions magnétiques au-dessus de la température ambiante une première autour de 350K, sensible à la stoechiométrie finale de l'échantillon, et une seconde à 460K. Cette dernière s'accompagne d'une anomalie dans l'évolution des paramètres de maille en fonction de la température.

[1]- B. Malaman, H. Alebouyeh, F. Jeannot, A. Courtois, R. Gerardin, O. Evard. Materials Research Bulletin. 1981, Vol 16, 1139-1148.

[2]- C. Delacotte, F. Hüe, Y. Bréard, S. Hébert, O. Pérez, V. Caignaert, J.M. Greneche, D. Pelloquin. Inorganic Chemistry. 2014, Vol 53, 10171-10177.

S16.O1

Mardi 5 juillet 11:30 - 12:00

Molecular mechanisms of DNA recognition by retinoic acid nuclear receptors dimers

Osz, J. (a), McEwen, A.G. (a), Nguyen-Huynh, N.T. (b), Jeffries, C. (c), Poussin-Courmontagne, P. (a), Svergun, D. (c), Potier, N. (b), Moras, D. (a), Davidson, I. (a) and Rochel, N. (a)

a) Institut de Génétique et de Biologie Moléculaire et Cellulaire (IGBMC), 1 rue Laurent Fries, 67404 Illkirch, France.

b) Laboratoire de Spectrométrie de Masse des Interactions et des Systèmes (LSMIS), 1 Rue Blaise Pascal, 67008 Strasbourg, France.

c) European Molecular Biology Laboratory, Hamburg Outstation, 22603 Hamburg, Germany.

rochel@igbmc.fr

All-trans retinoic acid (RA) exerts most of its pleiotropic effects through interaction with the retinoic acid receptors (RAR) that heterodimerize with the retinoid X receptors (RXR). RAR-RXR act as RA-dependent transcriptional regulators that either activate or repress target genes through binding to DNA response elements or RAREs, the best characterized of which comprise direct repeats of the consensus 5'-RGKTCA-3' separated by 1, 2 or 5 nucleotides (DR1, DR2 or DR5). Genome wide analysis of RAR binding sites in mouse embryo fibroblasts (MEFs), embryonic stem (ES) and F9 embryonal carcinoma cells have revealed novel RAREs composed of direct repetition of the core motif without spacer (DR0), direct repeat of the core motif with 8 nucleotides space (DR8) or inverted repeat without spacer (IR0) elements (Moutier et al. JBC 2012). In undifferentiated cells, high prevalence of the non-canonical DR0-containing RAREs is observed while in differentiated cells, the canonical DR5 motif is more prevalent. To understand how non-canonical RAREs elements are recognized by RAR-RXR and to decipher relationship between the type of DNA binding element and the transcriptional response, we have used a combination of structural analysis and biophysical characterization using mass-spectrometry, small-angle X-ray scattering (SAXS) and X-ray crystallography.

Here we present a structural characterization of RXR homodimer and RAR-RXR heterodimer on several natural RAREs. Subtle changes in DNA sequence specify binding affinity through altered protein-DBD-DNA contacts and changes in DBD conformation suggesting a general model whereby preferential half-site recognition determines polarity of heterodimer binding to response elements and revealing the role of DNA response elements in the spatial organization of the protein domains into functional complexes.

Crystal structure of DNA polymerase D provides an evolutionary link between the primordial replication and transcription apparatus in non-viral kingdoms

LUDOVIC SAUGUET^{1,#}, PIERRE RAIA^{1,2}, GHISLAINE HENNEKE³, MARC DELARUE^{1,#}

¹Unit of Structural Dynamics of Macromolecules, Pasteur Institute & CNRS UMR 3528, 75015 Paris (France), ²Pierre & Marie Curie University, 75006, Paris (France), ³Ifremer - UBO - CNRS, UMR 6197, Laboratoire de Microbiologie des Environnements Extrêmes, Plouzané (France)

lsauguet@pasteur.fr

Archaeal replicative DNA polymerases D (PolD) constitute an atypical class of DNA polymerases made of a proof-reading exonuclease subunit (DP1) and a larger polymerase catalytic subunit (DP2), both with unknown structures. Extensive sequence analysis has failed to link it to any other known DNA polymerase folding type. We have determined the crystal structures of *Pyrococcus abyssi* DP1 and DP2 at 2.5 and 2.2 Å resolution, respectively, revealing a catalytic core strikingly different from all other known DNA polymerases (DNAPs). Rather, the PolD DP2 catalytic core is the same double-psi beta barrel domain as seen in the RNA polymerase (RNAP) superfamily, which includes multi-subunit transcriptases of all kingdoms, homodimeric RNA silencing pathway RNAPs, and atypical viral RNAPs. The conserved subdomain displays a similar catalytic loop with two conserved aspartate previously shown to be mandatory for catalysis. This finding bridges together, for the first time in non-viral kingdoms, DNA transcription and DNA replication within the same protein superfamily. The PolD DP1 structure possesses a polymerase-associated Mre11-like nuclease fold dedicated to 3'-5' proofreading and confirms its evolutionary relationship to the eukaryotic replicative DNAP B-subunits inferred from previous sequence analysis studies. This study documents further the complex evolutionary history of the DNA replication apparatus in different kingdoms and proposes a novel paradigm on the classification of all extant DNA polymerases."

S16.O3

Mardi 5 juillet 12:20 - 12:40

La structure de la formylméthanofurane déshydrogénase révèle l'astuce des méthanogènes pour fixer le CO₂

WAGNER T. (a), ERMLER U. (b), SHIMA S. (a)

(a) Max Planck Institute for Terrestrial Microbiology, 35043 Marburg, Allemagne

(b) Max Planck Institute of Biophysics, Max-von-Laue-Straße 3, 60438 Frankfurt am Main, Allemagne

tristan.wagner@mpi-marburg.mpg.de

La moitié de la production annuelle de méthane (gaz à effet de serre contribuant significativement au réchauffement climatique) est biologique, elle provient exclusivement des archées méthanogènes qui utilisent la méthanogenèse comme seule source d'énergie. Décrypter les réactions catalytiques de la méthanogenèse nous aidera à comprendre comment ces archées produisent du méthane [1].

Le complexe de la formylméthanofurane déshydrogénase (Fwd) catalyse la première étape : La fixation du CO₂ sur le méthanofurane sous forme de formyle en utilisant de la ferrédoxine réduite. Toutes les réactions biologiques impliquées dans la fixation de CO₂ débutent par l'insertion du CO₂ sur une molécule organique sous forme de carboxyle qui sera réduit par la suite. Le mécanisme catalytique de Fwd serait-il une carboxylation du méthanofurane suivie d'une réduction [2] ?

Pour y répondre nous avons purifié et cristallisé sous tente anaérobie le complexe Fwd d'un méthanogène. La structure fut résolue grâce au signal anomal du tungstène contenu au coeur du complexe. Le système est un gigantesque relais de centre fer/souffre connecté à une formate déshydrogénase elle-même branchée à une hydrolase. Les structures holo et avec le méthanofurane, permettent de réinterpréter le mécanisme catalytique. Le CO₂ transite jusqu'au centre de la formate déshydrogénase via un tunnel hydrophobe. Les électrons de la ferrédoxine sont transférés par un effet tunnel au cofacteur tungstoptérine. La tungstoptérine réduit le CO₂ en formate qui passe par une cavité interne jusqu'à l'hydrolase à centre bimétallique. L'Hydrolase catalyse la condensation du formate sur l'amine du furane pour former le formylméthanofurane (réaction similaire aux uréases). Fwd est le premier exemple connu d'un tel mécanisme, permettant aux méthanogènes de fixer le CO₂ avec une haute spécificité, sans réaction parasite (contrairement à la Rubisco et son activité oxygénase), le tout indépendamment de l'utilisation d'ATP. Fwd contient la première structure d'une polyferrédoxine qui organise le complexe en un tetramère d'hétérohexamère. Les centres fer-souffre de la polyferrédoxine forment un câble électronique de 260 Å de long interconnectant les centres tungstoptérines. Ce relais serait le secret catalytique de Fwd, créant un condensateur biologique procurant suffisamment de potentiel électronégatif pour faciliter la réduction du CO₂ en formate.

[1] Thauer RK, PNAS, 2012 [2] Vorholt JA et Thauer RK, Eur. J. Biochem., 1997

Variations of a theme: enzymes from family GH117 display different dimerisations and coordinate different bivalent ions

FICKO-BLEAN E. (a,B), DUFFIEUX D. (a,B), REBUFFET E. (c), JAM M. (a,B), JEUDY A. (a,B), MICHEL G. (a,B), CZJZEK M. (a,B)

(a) Sorbonne Universités, UPMC Univ Paris 06, UMR 8227, Integrative Biology of Marine Models, Station Biologique de Roscoff, CS 90074, F-29688, Roscoff cedex, Bretagne, France

(b) CNRS, UMR 8227, Integrative Biology of Marine Models, Station Biologique de Roscoff, CS 90074, F-29688, Roscoff cedex, Bretagne, France

(c) Cancer Research Center of Marseille (CRCM) CNRS UMR 7258, INSERM U 1068, Laboratory of 'integrative Structural & Chemical Biology (iSCB)', Université Aix-Marseille, Institut Paoli Calmettes, 27 Boulevard Leï Roure, 13273 Marseille Cedex 9, France

czjzek@sb-roscoff.fr

Marine algal polysaccharides clearly differ from their terrestrial counterparts and their associated enzymes usually constitute novel protein families [1]. In collaboration with the MPI for Marine Microbiology (Bremen, Germany) and the Genoscope (Evry, France), we have sequenced and annotated the complete genome of *Zobellia galatanivorans*, confirming that this marine bacterium displays a huge potential for the degradation of algal polysaccharides. The flavobacterium *Z. galatanivorans* has been isolated from the red alga *D. sanguinea* [2] and extensively studied for its capacity to degrade agars and carrageenans [3]. We have applied a knowledge-based strategy for the structural and biochemical characterization of candidate 'hypothetical conserved proteins' to identify new enzyme functions, missing in the metabolic pathways by which marine polysaccharides are degraded in the marine environment. To characterize new glycoside hydrolases and lyases in the *Zobellia* genome, we apply different strategies to identify and select relevant target-proteins. For example, in 2011 we have described the structural and biochemical characterization of a new family of glycoside hydrolases typical of coastal environment, starting from a 'putative protein with unknown function' [4]. Using a combination of comparative genomic approaches, activity screening and crystallographic methods, we were able to assign the 1,3- β -3,6-anhydro-L-galactosidase activity to a member of the GH117 family. Today, the structures of 5 enzymes belonging to family GH117 are known and the structural analyses show that they display a striking diversity in the way the molecules dimerise to form different biological relevant dimers [5]. In addition, it has been reported that variable bivalent ions are coordinated by a rather well conserved localization, close to the active site. Here, we discuss the functional relevance of these differences in the light of the 3D crystal structures.

1. Heheman JH., et al. (2014) *Curr Opin Struct Biol.* 28C:77-86
2. Barbeyron, T., et al. (2001) *Int J Syst Evol Microbiol* 51: 985-997
3. Michel, G., et al. (2006) *Appl Microbiol Biotechnol* 71: 23-33
4. Rebuffet E., et al. (2011) *Environ Microbiol.*, 13:1253-70.
5. Ficko-Blean E., et al (2015) *Acta Cryst D Struct. Biol.* 71:209-23



S17.O1

Jeudi 7 juillet 11:30 - 12:00

Le désordre est dans l'ordre des choses ... et vice et versa !

Pérez, O.

Laboratoire CRISMAT, UMR 6508 CNRS, ENSICAEN, 6 Boulevard Marechal Juin, 14050 Caen Cedex 4, France
olivier.perez@ensicaen.fr

La complexité de l'ordre cristallin se révèle de plus en plus présent dans le vaste paysage de la chimie du solide ; les désordres corrélés ou non, les modulations commensurables ou incommensurables, les coexistences de mises en ordre deviennent monnaie courante. Quelle en est l'origine ? Les développements instrumentaux permettant de mettre en évidence des phénomènes restant jusqu'alors cachés ? Les chimistes qui ayant « découvert » les matériaux stables sondent à présent les états métastables ? Dans cette présentation nous appréhenderons différents ordres complexes révélés par diffraction dans des matériaux divers (oxydes, organométalliques, ...) et présenterons différentes approches pour leur analyse.

RMN ^{45}Sc and ^{67}Zn de l'approximant 1/1 Zn_6Sc et Quasicrystal

C. ODIN, L. LE POLLÈSB, L. GUÉRINA, C. ROILANDB, J. TREBOSCC, T. YAMADAD, A. P. TSAID, B. TOUDICA

(a) UMR 6251 "Institut de Physique de Rennes" (christophe.odin@univ-rennes1.fr) ;

(b) UMR 6226 "Sciences Chimiques de Rennes" ;

(c) UMR8181, "Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille" ;

(d) Université de Tohoku, Sendai, Japan

christophe.odin@univ-rennes1.fr

Les quasicristaux sont des matériaux ayant un ordre à longue distance sans présenter de symétrie translationnelle. La compréhension de leur structure et de leur dynamique est toujours à l'ordre du jour. Récemment, des quasicristaux icosaédriques binaires ou ternaires, et leurs approximants, ont été étudiés par diffusion de neutron cohérente-incohérente. En particulier, il a été montré dans l'approximant périodique que le tétraèdre central au cluster de Tsai jouait un rôle majeur dans la transition de phase, par un désordre dynamique dans la phase haute température et une mise en ordre dans la phase basse température ¹. Ces résultats posent de nouvelles questions quant à la dynamique des tétraèdres dans le quasicristal et du couplage de ce mode de rotation avec des modes de déformation des différentes couches à l'intérieur du cluster.

La RMN est une sonde de l'environnement local d'un noyau dans l'espace direct. Cette technique donne aussi accès à plusieurs gammes de temps pour la dynamique, la gamme de la fréquence de résonance (quelques centaines de MHz), la gamme spectrale (dizaines de kHz) et les temps très longs (micro-milli voir la seconde). Ainsi, par sa sensibilité à l'ordre et à la dynamique locale, la RMN est un outil de choix pour apporter des réponses complémentaires aux techniques de diffraction X ou neutrons.

Dans le cas de l'approximant et du quasicristal icosaédrique ZnSc , les deux noyaux principaux sont deux sondes quadrupolaires RMN ^{67}Zn et ^{45}Sc . Le tétraèdre est exclusivement composé d'atomes de zinc, et l'icosaèdre de 12 atomes de scandium. L'observation du zinc est un challenge à lui seul, celui-ci étant un noyau RMN très peu sensible, à cause de son faible rapport gyromagnétique, sa très faible abondance naturelle (4.1%), et son spin 5/2 avec un couplage quadrupolaire important. De plus, le signal des zinks du tétraèdre peut être caché par celui des autres zinks du cluster de Tsai de 158 atomes.

Nous présenterons les premiers résultats RMN sur ces composés, obtenus sur un spectromètre très haut champ 18.8T (800MHz) de l'IR-RMN THC (Infrastructure de Recherche RMN Très Hauts Champs) à Lille et les spectromètres 300 et 600MHz de Rennes. En particulier, nous discuterons d'expériences à température variable sur le scandium. Nous concluons sur les complémentarités RMN/techniques de diffraction.

S17.O3

Jeudi 7 juillet 12:20 - 12:40

Incomplete Devil's staircase and ordering phenomenon in Spin Crossover materials

TRZOP E. (a), ZHANG D. (b), PIÑEIRO-LOPEZ L. (b), REAL J. A. (b) & COLLET E. (a)

(a) Institut de Physique de Rennes, UMR CNRS 6251 Université Rennes 1, 35042 Rennes cedex, France.

(b) Instituto de Ciencia Molecular (ICMol), Universidad de Valencia, C/ Catedrático José Beltrán Martínez 2, 46980 Paterna (Valencia), Spain.

elzbieta.trzop@univ-rennes1.fr

Spin-crossover (SCO) materials are made of bistable molecules able to switch from low spin (LS) to high spin (HS). Temperature favors the HS state of higher entropy and phase transitions from LS to HS states can occur. Because of the electronic redistribution among bonding orbitals, the HS state has higher molecular volume. This molecular volume change is at the heart of elastic coupling between molecules and can cause frustration, at the origin of stepwise change of the fraction of HS molecules, XHS. The long-range spatially periodic structures of LS and HS states appearing on the steps and described in the framework of the ANNNI model [1], remind us Devil's staircase features [2].

Here we study a new 2D metallothiocyanate Fe(II)-Hg(II) SCO coordination polymer, for which XHS undergoes unusual three-step conversion with temperature. Between the fully HS (XHS=1) and LS (XHS=0) phases, two competing long-range ordered structures appear, corresponding to the formation of so-called spin-state concentration waves (SSCWs):

1. on the step where $XHS \sim 0.5$, a 3D periodic phase appears with a HS-LS-HS-LS-HS-LS sequence. For this SSCW the modulation vector q locks at $q = (a^* + b^* + c^*)/2$, a commensurate position,
2. on the step where $XHS \sim 0.34$, an incommensurate phase appears as the SSCW modulation vector with $q \sim 0.48a^* + 0.32b^* + 0.41c^*$. The structural refinement in the 4D superspace group $P-1(???)$ reveals the aperiodic modulation of HS/LS order with the lattice.

The commensurate-incommensurate phase transition between both steps is reconstructive and first order. It is the first time such a complex behavior corresponding to an incomplete Devil's staircase is reported for SCO materials. This unusual type of electronic phase transitions with long-range ordered HS/LS structures allows crossing the borders between aperiodicity, multistability, and photoinduced phenomena. Indeed, SSCW can be controlled by light in these photomagnetic crystals, as reveal by photo-crystallography [3].

[1] H. Watanabe, et al., Phys. Rev. B, 93 (2016) 014419.

[2] P. Bak, Prog. Phys., 45 (1982) 587.

[3] E. Collet, et al., Phys. Rev. Lett., 109 (2012) 257206.

Structures cristallines et polymorphes d'oxysulfures de fer

PELLOQUIN D., DELACOTTE C., MONNIER L., PÉREZ O., MAIGNAN A.

Laboratoire CRISMAT, UMR 6508

6, boulevard du Maréchal Juin, 14050 Caen, Cedex 4

denis.pelloquin@ensicaen.fr

Les familles d'oxydes à base de fer proposent une vaste gamme de propriétés physico-chimiques qui trouvent des applications dans de nombreux domaines comme les supports d'enregistrements magnétiques ou les batteries. La recherche de nouveaux empilements en considérant des composés à anions mixtes comme les oxychalcogénures est un challenge pour initier dans ces systèmes de nouvelles propriétés et élargir leurs champs d'applications. L'introduction de soufre dans le système Ca-Fe-O a ainsi été récemment considérée et deux composés, CaFeOS et $\text{Ca}_4\text{Fe}_5\text{O}_6\text{S}_4$, ont été isolés. Les études en diffraction électronique combinées à de l'imagerie haute résolution (HREM, HAADF) et de la spectrométrie X (EDS) ont permis de résoudre leur structure respective. Celles-ci révèlent un mécanisme d'empilement de couches où les éléments fer présentent des polyèdres de coordination mixte (O,S).

Le premier composé, CaOFeS , se décrit dans une maille hexagonale non centrosymétrique. Sa structure cristalline présente selon la direction $[001]$ une succession de couches de tétraèdres FeS_3O joints entre eux par les sommets et séparées par des rangées calcium. Les mesures diélectriques présentent une discontinuité aux basses températures qui seront discutées.

La deuxième structure, $\text{Ca}_4\text{Fe}_5\text{O}_6\text{S}_4$, présente une microstructure complexe consécutive à la coexistence de deux polymorphes. Sa structure moyenne peut se décrire dans une maille orthorhombique où les couches calcium sont séparées alternativement, le long de la direction d'empilement, par des couches d'octaèdres FeO_4S_2 joints par des sommets et des couches d'octaèdres FeO_2S_4 joints par des arêtes. Des lacunes de fer sont systématiquement détectées lesquelles génèrent une sur-structure. Celle-ci, liée à une modulation d'occupation, nécessite l'application d'un formalisme de super-espace pour être décrite et traduit la coexistence de polymorphes. Un aperçu des propriétés électroniques sera également exposé et discuté sur la base de la non stoechiométrie en Fe.



Communications par poster

Auteur(s)	Titre	Session - Poster #
H. BERKANE, L. CHEKOUR	Elaboration and characterization of iron hydroxide thins films by dip-coating prepared by Dip - Coating	S1-p1
MAYA CHERIF (a), GOURAV SEN, VICKY VIKRAM DAS, LAURENT CARROZ, OMAR BENAMARA, MICHEL PARLIER ET THIERRY DUFFAR	Caractérisation microstructurale d'oxydes eutectiques solidifiés directionnellement	S1-p2
LEROY F., SAITO Y., CURIOTTO S., CHEYNIS F., PIERRE-LOUIS O., MÜLLER P.	Mouvement spontané d'îlots solides réactifs	S1-p3
F. LEROY (a), Y. GARREAU (b) (c), F. CHEYNIS(a), B. CROSET (d), A. COATI (c), P. MÜLLER (a), ET G. PRÉVOT (d)	De l'importance des reconstructions locales : détermination par diffraction des rayons X en incidence rasante des dipôles de forces associés aux marches sur les faces vicinales du silicium.	S1-p4
LEY-NGARDIGAL K.(a,B), BISCANS B.(a), TEYCHENÉ S.(a), REY C.(b), COMBES C.(b)	Croissance cristalline à composition constante de pyrophosphates de calcium hydratés en présence de Cu ²⁺ et Mg ²⁺ : implication dans l'arthrose	S1-p5
PELLEN M. (a), HAUMONT R. (b), HICHER P. (c) KIAT J.M (d)	Croissance cristalline de matériaux piézoélectriques sous champ électrique	S1-p6
PIQUARD J. (a)(c), ZACCARO J. (b) (c), PINTAULT B. (a), GROISIL M. (a), GUILLET F. (a), IBANEZ A. (b)(c)	Origine des déformations optiques dans les cristaux de DKDP	S1-p7
SEN G.(a), DUFFAR T.(b), ALOMBERT-GOGET G.(c), LEBBOU K.(d), BARTHALAY N.(e), PEZZANI C.(f)	Ti doped sapphire crystal growth by Kyropoulos method for high power laser application	S1-p8
K. ZAIDAT, L. HACHANI ET Y. FAUTRELLE	Effet des champs magnétiques sur la cristallisation des matériaux	S1-p9
DURAND A.(a,B), BOUREAU V. (a,C), WORMINGTON M. (d), LE-CUNFF D. (a), HOUTANE A. (a), CLAVERIE A (c), HYTHCH M. (c), ROUCHON D. (b), BENOIT D. (a), GERGAUD P. (b)	Caractérisation et contrôle industriel des contraintes locales en microélectronique par cartographies du réseau réciproque en diffraction X - corrélation avec des analyses par DFEH	S2-p1
E. EL MOUSSAFIR ¹ , R.ADHIRI ¹ , M.MOUSSETAD ¹ , Y. GUAAYBESS ¹	Characterization of lead titanate thin films prepared by SOL GEL process	S2-p2
GALLARD M. (a,B), MOCUTA C. (a), NOE P. (c), SABBIONE C. (c), HIPPER F. (d), ESCOUBAS S.(b), PUTERO (b), GUICHET C. (b), RICHARD MI. (b,E), BRENAC A. (f), MOREL R. (f), THOMAS O. (b)	Study of Amorphous - Crystalline Phase Transition in Phase Change Materials	S2-p3
DAMIEN CLAVEL (a,B,*), GUILLAUME GOTTHARD(c), CÉLINE LAFAYE(a), HÉLÈNE PASQUIER(b), NATHAN C. SHANER(d), ANTOINE ROYANT(a,C)	Fluoresce and let dye - structural determinants of bright yellow fluorescence	S3-p1
DOS SANTOS MORAIS R. (a,B,C), MOLZA A-E. (b), DELALANDE O. (b), LE RUMEUR E. (b), RAGUENES-NICOL C. (b), CHERON A. (b), CHENUUEL T. (b) PEREZ J. (c), COMBET S. (a), HUBERT J-F. (b)	Analysis of Dystrophin Central Domain Fragments 3D Structure in the Presence of Bicelles	S3-p2
EL KHATIB M. (a,B,C), MARTINS A. (a,B,C), BOURGEOIS D. (a,B,C), COLLETIER J.P. (a,B,C), ADAM V. (a,B,C)	rsFolder: an ultra-stable photoswitchable fluorescent protein for super-resolution imaging of the bacterial periplasm	S3-p3
LAUNAY H. (a), BARRE P. (a), PUPPO C. (b), GONTERO-MEUNIER B. (b), RECEVEUR-BRECHOT V. (a)	Conformational heterogeneity of the regulatory protein CP12 in its oxidised and reduced states, and in complex with GAPDH	S3-p4
NICOLAS LEVY, SYLVIA EILER, KARINE PRADEAU, JULIEN BATISSE, OYINDAMOLA OLADOSU, BENOIT MAILLOT, MARC RUFF	Production of unstable proteins to through the formation of stable core complexes: the HIV-1 pre-integration complex	S3-p5
RORET T. (a,B), TSAN P. (c), COUTURIER J. (a,B), ZHANG B. (d), JOHNSON MK. (d), DIDIERJEAN C. (c), ROUHIER N. (a,B)	Structural characterization of BolA-GRX complexes	S3-p6

Auteur(s)	Titre	
VILLINGER S.(a), MATHIEU M.(a), LINKE P.(b), AMANING K.(a), MASCHBERGER H.(b), ROTH M.(b), VALLEE F.(a), STEIER B.(a), BAASKE P.(b), DUHR S.(b), BREITSPRECHER D. RAK A.(a)	An automated microscale thermophoresis screening approach for fragment-based lead discovery	S3-p7
BRUNO L. CAETANO#, VALÉRIE BRIOIS*, SANDRA H. PULCINELLI#, FLORIAN MENEAU* AND CELSO V. SANTILLI#	Aggregation and growth of ZnO quantum dots prepared from sol-gel chemistry: an in situ SAXS and UV-Vis combined study	S4-p1
KUNTZEL T.(a), RODRIGUEZ V.(a), KAUFFMANN B.(b), ADAMIETZ F. (a), RISSE P.(c), RANGER C.(d)	ProXMI: Protein Xal Multimodal Imaging	S4-p2
MARIETTE C. (a), SIMONOV A. (a), GUÉRIN L. (a), RABILLER P. (a), BOSAK A. (b), TOUDIC B. (a)	Analyse 3D- PDF de phases quasi-liquides de l'alcane dans l'urée	S4-p3
MOLLIKA G. (a), THUREAU P. (a), DEKHIL M. (a), ZIARELLI F. (b), VIEL S. (a)	The use of dipolar couplings for NMR crystallography of sub-microcrystalline powders	S4-p4
VOUFACK A. B. (a), CLAISER N. (b), GILLET J.-M. (c), GILLON B. (d), LECOMTE C. (e), SOUHASSOU M. (f)	Experimental studies of charge and spin distributions on pure organic radical Nit(SMe)Ph through a joint refinement from X-ray and polarized neutron diffraction data	S4-p5
Z.Y YAN (a), A.B. VOUFACK (b), C. LECOMTE (b), Y. SAKURAI (c), N. CLAISER (b), M. SOUHASSOU (b), I. KIBALIN (d), B. GILLON (d), P. CORTONA (a), M. ITOU (c), M. BRANCEWICZ (c), J.M GILLET (a)	One Electron Properties of YTiO ₃ Refinement from Multi Experimental and Theoretical Investigations	S4-p6
CORNELIUS T.W. (a), MOCUTA C. (b), ESCOUBAS S. (a), ARAÚJO E.B. (c), LIMA E.C. (d), THOMAS O. (a)	In situ X-Ray diffraction studies of the piezoelectric behavior of PZT thin films	S6-p1
Damascena dos Passos, R.H. (a,b), Arab, M. (a), Pereira de Souza, C. (b) and C.Leroux, C. (a)	New tungstates phases for methane conversion	S6-p2
VAXELAIRE N. (a,B), KOVACOVA V. (a,B), ISTIQOMAH KHAMIDY N. (a,B), GERGAUD P. (a,B)	Mixture of Nano-Crystalline Textured Phases: Challenge in Phase Ratio Determination Case of Morphotropic Pb(Zr,Ti)O ₃ Films	S6-p3
R.I. BAHOUSSI, N. BENHALIMA, A. CHOUAIIH, F. HAMZAOU	Analyse structurale d'un nouveau composé organique a transfert de charges par diffraction des rayons X et calcul ab initio	S7-p1
BENALI-CHERIF R. (a), TAKOUACHE T. (a), RBENDEIFE-E. (b), BENALI-CHERIF N. (a)	Corrélations structures propriétés ONL de trois nouveaux composés semi-organiques	S7-p2
C. BENDENIA1, B. HADRI1, S. BENDENIA2	Diffraction des Rayons X sur poudres d'une Structure Zéolithique	S7-p3
S. BENDENIA1, H. DIB1, C. BENDENIA2 ET A. KHELIFA1	Etude cristallographique des zéolithes échangées par Cr ³⁺ /Ni ²⁺	S7-p4
BENITO Q.(a), BAPTISTE B. (b), POLIAN A. (b), DELBES L. (b), MARTINELLI L. (a), GACON T. (a), BOILOT J.P. (a), PERRUCHAS S. (a)	Contrôle des interactions cuprophiliques dans un cluster de cuivre mécanochromique luminescent.	S7-p5
BOUKABCHA.N ,YAHIAOUI.S,MEGROUS.Y ,CHOUAIIH.A AND HAMZAOUI.F	Dipole moment determination and electron density study of (E)-3-(4-Fluorophenyl)-1-[4-(methylsulfanyl)phenyl]prop-2-en-1-one with high resolution single crystal X-ray diffraction	S7-p6
N.BOUKABCHA , S.YAHIAOUI, Y.MEGROUSS, N.BENHALIMA , A. CHOUAIIH AND F.HAMZAOU	Theoretical investigation and experimental electrostatic Parameters determination of 4-Methyl-N-[(5- Nitrothiophen-2-Ylmethylidene)] aniline Compound	S7-p7
N.BOUKABCHA, R.RAHMANI, Y.MEGROUSS, N.BENHALIMA, S.YAHIAOUI, A. CHOUAIIH AND F.HAMZAOU	Theoretical and experimental electrostatic Parameters determination (E)-3-(4-Fluorophenyl)-1-[4-(methyl-sulfanyl)phenyl]prop-2-en-1-one Compound	S7-p8
NICOLAS COMBE, FRÉDÉRIC MOMPIOU, MARC LEGROS	Plasticité liée au couplage migration/cisaillement dans les joints de grain	S7-p9
COSTILLE B.,DUMOULIN M., THUNE E., GUINEBRETIERE R.	Etude quantitative par diffraction des rayons X de la cristallisation de nanocristaux de SnO ₂ dans des verres élaborés par voie sol-gel.	S7-p10

Auteur(s)	Titre	Session - Poster #
DJAFRI A.(a,B), BOUKABCHA N.(b) , BENHALIMA N.(b), DJAFRI M.A. (c), CHOUAIIH A. (b)	Synthèse et étude structurale d'un nouveau composé organique hétérocyclique	S7-p11
KAIBA A.(a), KHECHOUBI M.(b), GUIONNEAU P.(c)	Synthesis, Characterization and X-ray diffraction investigation of transition mechanism in the organic-inorganic layered perovskite system	S7-p12
LAMRHARI S.(a), EL KHALIDI Z.(a), EL JAZOULI A.(a), LEBRAUD E.(b), PECHEV S.(b), KRIMI S.(c), HADDAD M.(d), COUZI M.(e), LACHGAR A.(f)	New Crystalline and Vitreous Compounds belonging to Na ₂ O-CaO/MnO-TiO ₂ -P ₂ O ₅ system	S7-p13
CLAUDE LECOMTE	Précision des données de diffraction sur monocristal : une étude basée sur un diffractomètre équipé d un détecteur pixel	S7-p14
SLIMANE DAHAOUI EMMANUEL WENGER	XPAD	
PAUL ALLE CRM2	X-ray and D F T electrostatique parameters	S7-p15
DOMINIK SCHANIEL	Determination of a coumarin derivative compound C ₁₇ H ₁₃ NO ₃	
MEGROUSS Y(a),CHOUAIIH A(b),BOUKABCHA N (c), HAMZAOU F (d)	Electrostatic Properties Study Of Monomeric And Dimeric Of 2-Chloro-N-(2 Methylphenyl) Benzamide compound .	S7-p16
NAWEL K.(a), NADIA B.(b), ABDEKADER C.(c), FODIL H.(d)	Formation of extended structural defects during the crystallization of monolike photovoltaic silicon	S7-p17
Vanessa A. Oliveira ¹ , Marina Rocha ¹ , Denis Camel ¹ , Maria Tsoutsouva ² , Thu Nhi Tran Thi ² , Tamzin Lafford ² , José Baruchel ²	Electron charge density distribution in lithium Niobate.	S7-p18
TABTI CHAREF, A. CHOUAIIH & F. HAMZAOU	Désordre et transition de phase dans un nouveau composé semi-organique : Anilinium hydrogène sélénite monohydrate.	S7-p19
TAKOUACHET R. (a), BENALI-CHERIF R. (a), BENDEIF E-E. (b), BENALI-CHERIF N. (a)	Millisecond time-resolved X-ray crystallography on photoactive proteins	S8-p1
AUMONIER S. (a), GOTTHARD G. (a), LEONARD G. (a), VON STETTEN D. (a), ROYANT R. (b)	Structure-based approach for enzyme engineering against organophosphorus chemicals	S8-p2
JACQUET P. (a), DAUDÉ D. (b), ELIAS M. (c), CHABRIÈRE E. (a)	Caractérisation structurale du recrutement de la protéine d'échafaudage JIP1 par la Kinésine1	S8-p3
NGUYEN TQ. (a), CHENON M. (a), FERNANDEZ-VARELA P. (a), VELOURS C. (a), MAS P. (b), HART D. (b), LLINAS P. (a) AND MENETREY J. (a)	Structural and functional studies of nucleotide excision repair in the extreme-radiation resistant bacterium D. radiodurans	S8-p4
MEIKE STELTER, SALVATORE DE BONIS AND JOANNA TIMMINS	Station de micromanipulation interactive couplée à un micro- faisceau de rayons X pour l'analyse d'objet individuel (sub)micronique	S10-p1
MARCHI F. (a), RENAHY D. (a), DOUILLET S. (b), MARADJ H. (b), FAUQUET C(b), TONNEAU D. (b)	Experiences with the EIGER X 9M detector on PROXIMA 2A at Synchrotron SOLEIL	S11-p1
SHEPARD W.(a)*, DAWEIC A.(a), FOX G.(a), SAVKO M.(a) & STURA E.(b)	An insight in water decontamination by photocatalysis of ZnFe ₂ O ₄ elaborated by sol-gel process	S12-p1
SAMIR BRICHE	Minéraux et transformations de phase des dépôts fumerolliens et spéléothèmes associés à la coulée de 2007 du Piton de la Fournaise, La Réunion	S12-p2
YASSINE REDOUANY	Effets magnétoélastiques et ordre magnétique dans le ruthénate trois-couche Sr ₄ Ru ₃ O ₁₀	S13-p1
YASSINE MOUHIB	Time-resolved Quick-X-ray Absorption Spectroscopy at SOLEIL:	S14-p1
DEVOUARD B. (a,B), FINIZOLA A. (c), DEVIDAL J.-L. (b), BERTIL A. (d), VLASTELIC I. (b) GUIMBRETIERE G. (e)	Applications in Heterogeneous Catalysis and Energy Storage Fields	
CAPOGNA L. (a) GRANATA V. (b) FORTE. F (b)		
STUNAUULT A. (c) LEPETIT M.B. (d) CUOCO M. (b)		
VECCHIONE A. (b)		
VALÉRIE BRIOIS (a), LAURENT BARTHE (a)		
STÉPHANIE BELIN (a) CAMILLE LA FONTAINE (a)		

Auteur(s)	Titre	
CORNELIUS T.W. (a), REN Z. (a), DUPRAZ M. (b), BEUTIER G. (b), VERDIER M. (b), RABKIN E. (c), RICHTER G. (d), THOMAS O. (a)	In situ nano-mechanical tests in the light of synchrotron X-ray diffraction	S14-p2
FERNANDES DE MEDEIROS I. A. , LOPES MORIYAMA A.L. (a,b), MADIGOU V. (a), GIORGIO S. (c), PEREIRA DE SOUZA C.(b), LEROUX CH.(a)	Nanoparticules de ferrites : relation morphologie - réactivité	S14-p3
LEBRAUD E.(a), PECHEV S.(a), GUIONNEAU P. (a)	Diffraction X polyvalente à l'ICMCB: poudres, monocristaux, couches minces, textures, in-operando et in-situ.	S14-p4
PASSOS A.R. (a), PULCINELLI S.P., (b), SANTILLI C.V. (b), BRIOIS V. (a)	In situ and operando XAS studies of bimetallic Ni-Cu catalysts derived from hydrotalcite-like precursors	S14-p5
PASSOS A.R. (a), PULCINELLI S.P., (b), SANTILLI C.V. (b), BRIOIS V. (a)	Operando XAS/Raman investigation of the regeneration of cobalt catalyst during ethanol steam reforming reaction	S14-p6
PLAIS L. (a,B), LANCELOT C. (a), LAMONIER C. (a), BRIOIS V. (b)	Development of bi-promoted (CoNiMoS) hydrotreating catalysts: An in-situ XAS experiment of the active phase formation.	S14-p7
VAXELAIRE N. (a,B), GUEYE I. (a,B), LEAKE S.(c), LE RHUN G. (a,B), DEFAY E. (d), GERGAUD P. (a,B)	Operando Multi-Grain Diffraction in Ferroelectric Thin Film	S14-p8
BAAKLINI G. (a) GBABODE G. (a) NEGRIER P. (b)	Mise en évidence et caractérisation structurale de nouveaux polymorphes de la N-méthylurée	S15-p1
MONDIEIG D. (b) COQUEREL G. (a)	The moment dipolar and the transfert of charge in the molecular organic	S15-p2
H. BENAÏSSI, S. YAHYAOUÏ, A. CHOUAÏH, F. HAMZOUÏ	Crystal structures of iron-based molecules: from simplicity to complexity	S15-p3
CHAMOREAU L.-M. (a), DE S.(a), MONDAL A. (a), JIMÉNEZ J.-R.(a) DURDEVIC S. (a), FERTEY P. (b), JULVE M. (c), JOURNAUX Y. (a), LISNARD L. (a), LESCOUËZEC R. (a)	Emission de fluorescence de colorants organiques dans le proche infrarouge à l'état solide	S15-p4
ANTHONY D'ALÉO, ¹ ELENA ZABOROVA, ¹ VASILE HERESANU, ¹ MICHEL GIORGI, ² FRÉDÉRIC FAGES ¹	Synthesis, structure and electrochemical study of (E)-4-Hydroxy-6-Methyl-3-(1-(2-Phenylhydrazono)Ethyl)-2H-Pyran-2-One	S15-p5
DJEDOUANI A. (a,B), MAKOUFA N. (a), TABTI S. (a), MOUSSER H. (a), MOUSSER A. (a), DARANC J C. (c)	Contrôle des caractéristiques des pores dans des architectures supramoléculaires nano-poreuses : Etude cristallographique	S15-p6
GIORGI M. (a), NAUBRON J.V. (a), ROUSSEL C. (b), GHERASE D. (c)	Est-ce que la molécule eau peut-être chirale ? Exemple d'induction chirale étudiée par DRX, VCD et DFT	S15-p7
GONANO BRUNO, BRÉARD YOHANN, PEREZ OLIVIER ET PELLOQUIN DENIS	Oxysulfate de fer bidimensionnel : Structure et propriétés	S15-p8
MARIEM HAJBI (a), MONIA ABDI (b), MOHAMED LOUKIL (c)	Élaboration, caractérisation et étude des propriétés physiques des composés hybrides de types AHg ₁ -XCdXCl ₃ ou A: 4,N,N-Triméthylaniline.	S15-p9
MIRINIOU F.(a), MANOUN B.(a), TAMRAOUI Y. (a) AND LAZOR P.(b)	X-ray diffraction and Raman spectroscopy studies of structure and phase transition in Sr ₂ ZnWO ₆ perovskite.	S15-p10
NÉNERT G.(a), FORSBERG K. (b), MARTINEAU C. (c), TAO T.T. (d), HALASYAMANI P. S. (d)	Crystal structure of hydrated fluorides MF ₂ .4H ₂ O (M = Zn, Ni, Co): a combined approach	S15-p11
SLECZKOWSKI P. (a), DAPPE Y. (b), UCHIDA K. (c), MARCHENKO A. (d), CROSET B. (a), LACAZE E. (a)	Un nouveau rôle pour les groupements azobenzène : le contrôle de l'assemblage bidimensionnel de molécules triphénylène ...	S15-p12

Auteur(s)	Titre	Session - Poster #
TAILLEUR E.(a), MARCHIVIE M.(a), GUIONNEAU P.(a), DARO N.(a), ROSA P.(a), PECHEV S.(a), LEBRAUD E.(a), CHASTANET G.(a)	Brisure de symétrie et transition de spin dans le nouveau complexe [Fe(PM-PEA) ₂ (NCSe) ₂]	S15-p13
J.M. THIBAUD(a,*), O. CAMBON(a), J. ROUQUETTE(a), P. HERMET(a), G. GARBARINO(b), K. DZIUBEK(c,D), D. SCELTA(c), M. CEPPATELLI(c,E), F. GORELLI(c,F), R. BINI(c,G), M. SANTORO(c,F), A.VAN DER LEE(h), F. DI RENZO(b), J. HAINES(b), LAURE VENDIER, C. GUNNAR WERNCKE, SYLVIANE SABO-ETIENNE AND SÉBASTIEN BONTEMPS	Synthèses et structures cristallines de nanocomposites polymère/zéolithe obtenus à haute pression	S15-p14
BAKLOUTI A.(1,2,3), SÉVAJOL M.(1,2), GOULET A.(1,2), LICHÈRE J.(1,2), FERRON F.(1,2), DESMYTER A.(1,2), FALCOT A.(2), CANARD B.(1,2), CHARREL N. R.(3), COUTARD B.(1,2), PAPAGEORGIOU N.(1,2). BERGONZI C. (a), SCHWAB. M (a), CHABRIERE E. (b), ELIAS M. (a)	X-Ray structural study of Homoleptic Two-Coordinate Silylamido Complexes of Cr(I), Mn(I), and Co(I)	S15-p15
	Integrative approach to study structural organization of the Toscana virus. Nucleoprotein	S16-p1
	Etude enzymatique et structurale de lactonases : des enzymes capables de biocontrôle bactérien	S16-p2
CARRIQUE L. (a), BALLUT L. (a), VIOLOT S. (a), BALARAM H. (b) AND AGHAJARI N. (a)	Structure, function, activity relationship studies of Plasmodium falciparum IMP-specific 5'-nucleotidase	S16-p3
LOC'H J. (a), ROSARIO S. (a), DELARUE M. (a)	Structural basis for in trans templated-DNA elongation by a eukaryotic DNA polymerase	S16-p4
MOUGEOLLE A., DAUTANT A., SANCHEZ C.	Structures cristallines à haute résolution de l'alkyle hydroperoxyde réductase Ahp1p de levure, une peroxyrédoxine 2-Cys typique originale	S16-p5
RAIA P. (a), (b), DELARUE M. (a), SAUGUET L. (a)	Crystal structure of DNA polymerase D provides an evolutionary link between the primordial replication and transcription apparatus in non-viral kingdoms	S16-p6
RAMOS ANA SOFIA, LI CHANGQING, LICHÈRE JULIE, SULZENBACHER GERLIND, CANARD BRUNO, COUTARD BRUNO	Structure-function studies of viral macro domains	S16-p7
SULZENBACHER, G.(a), MURAT, D.(c,D), ZAMBONI, V.(a), VINCENTELLI, R.(a), WU, L-F.(b,C) AND ALBERTO, F.(b,C)	Glycosylate And Move: Structural And Functional Dissection Of A Glycosyltransferase Involved In Glycosylation Of A Bacterial Flagellin	S16-p8
BORDET P.(a), MARTINETTO P. (a), PAGNOUX W.(a), DESCAMPS M.(b), DUDOGNON E.(b), WILLART J-F.(b)	Analyse PDF de l'amorphisation du tréhalose induite par broyage haute énergie	S17-p1
BOULET P., DE WEERD M.C., GAUDRY E., DE CLERMONT GALLERANDE E., DUBOIS J.M., FOURNEE V., LEDIEU J.	Structure cristalline de AlV ₂ Sn ₂ -x	S17-p2



Elaboration and characterization of iron hydroxide thin films by dip-coating prepared by Dip - Coating

H. BERKANE, L. CHEKOUR

Laboratoire « Microstructure et Défauts dans les Matériaux »,
Université Frère Mentouri Constantine 1, Algérie
chekourl@umc.edu.dz

The FeOOH iron hydroxide is a material widely used in various fields such as optics, electronics and other applications. The purpose of this work is the optimization of parameters for coprecipitation and elaboration of thin films of iron oxides using dip-coating method. This method, simple implementation, is based on the soaking and removal of samples in a suitable solution. The drying step frees the residual solvent and the gel layer.

We observed that the crystallization of FeOOH layers depends on the temperature of coprecipitation. Also, various tests were carried out for different temperature of coprecipitation from 20 to 45 °C. Different characteristics were performed. Diffraction X-rays showed the crystallization of the material begins FeOOH at 25° C, and the optimum temperature for crystallization was found between 30 and 35° C. Crystallization of thin films developed equally depends on the sample of immersion and withdrawal rate in the solution and also the temperature samples post-annealing. The X-ray diffraction analysis was used to determine the formation of the single phase FeOOH. Sample analysis by SEM showed the nanoscale microstructure of the deposited layers. The use of spectroscopic methods UV Raman and allowed to look at the optical properties of prepared layers. Two absorption bands at 3367 cm⁻¹ and 1630 cm⁻¹ corresponding to vibration of O-H bands and H-O-H, respectively, were observed. Two other bands at 693cm⁻¹ and 8930cm⁻¹, corresponding to vibrations of the Fe-O bands modes ν_2 -FeOOH were equally observed. It has been found that the width of the bands increases with speed of emergence. It will be noted, moreover, that the transmittance increases with increasing temperature.

Keywords: Iron hydroxide, coprecipitation, Dip-coating

Caractérisation microstructurale d'oxydes eutectiques solidifiés directionnellement

MAYA CHERIF (a), GOURAV SEN, VICKY VIKRAM DAS, LAURENT CARROZ, OMAR BENAMARA, MICHEL PARLIER ET THIERRY DUFFAR

Maya CHERIF et Laurent CARROZ : SNECMA, Villaroche

Gourav SEN, Vikram DAS et Thierry DUFFAR : SIMaP-EPM, Saint Martin d'Hères

Laurent CARROZ : RSA, Jarrie

Omar BENAMARA : ILM, Lyon

Michel PARLIER : ONERA, Palaiseau

thierry.duffar@grenoble-inp.fr

Les oxydes eutectiques solidifiés directionnellement présentent de très bonnes propriétés mécaniques jusqu'à des températures largement supérieures à 1500°C. Ceci est dû à leur microstructure eutectique imbriquée. Nous avons appliqué trois techniques de croissance cristalline à la croissance d'oxydes eutectiques ternaires : Bridman, préformage et micro-pulling-down. Ceci permet de balayer une large gamme de gradients de température et de vitesses de solidification.

L'objet de notre étude est de comparer les structures obtenues par les différents procédés. Les échantillons ont été caractérisés par diverses techniques, dont la micro-tomographie à haute résolution, la microscopie électronique et optique, associées à l'analyse d'image, ou la diffraction des rayons X. L'espacement eutectique, la taille des colonies, la forme tridimensionnelle des phases et leur continuité, la déstabilisation de l'interface de croissance, l'orientation cristallographique ont été mesurées et les résultats analysés statistiquement (analyse de variance, Student...).

On montre que les microstructures obtenues présentent une continuité remarquable sur l'ensemble du domaine expérimental balayé et sont en accord avec les mécanismes physico-chimiques bien connus dans le cas des alliages métalliques. En particulier les phases majoritaires sont continues dans la totalité de l'échantillon et monocristallines.

S1-p3

Mouvement spontané d'îlots solides réactifs

LEROY F.(a), SAITO Y.(b), CURIOTTO S. (a), CHEYNIS F. (a), PIERRE-LOUIS O. (c),
MÜLLER P. (a)

(a) Aix Marseille Université, CNRS, CINaM UMR 7325, 13288 Marseille, France

(b) Department of Physics, Keio University, 3-14-1 Hiyoshi, Kohoku-ku, Yokohama, Japan

(c) Institut Lumière Matière, UMR 5306 Université Lyon-1-CNRS, 69622 Villeurbanne, France.

muller@cinam.univ-mrs.fr

C'est en 1968 que Raymond Kern émettait l'idée que des cristallites 3D pouvaient bouger spontanément sur une surface (« liquid-like behaviour ») [1,2]. Raymond Kern et ses collaborateurs ont ainsi pendant une dizaine d'années étudié, tant du point de vue théorique qu'expérimental la mobilité de cristaux 3D sur une surface cristalline. Les résultats ont été publiés dans une dizaine d'articles (essentiellement en français) jusque dans les années 1975.

Depuis quelques années, l'étude du mouvement spontané d'îlots solides ou liquides (« self-propelled islands ») sur une surface connaît un vif regain d'intérêt et plus particulièrement le mouvement d'îlots réactifs.

Dans ce travail [3,4] nous étudions le mouvement d'îlots de silicium formés par démouillage d'une couche solide de Silicium déposée sur un substrat de SiO₂. L'étude expérimentale est effectuée in-situ et en temps réel par microscopie à électrons lents (LEEM pour Low Energy Electron Microscopy) complétée par une étude ex-situ par microscopie à force atomique (AFM). Les résultats sont comparés à des simulations de type Monte Carlo cinétique et complétées par des modèles analytiques. Nous avons pu ainsi (1) étudier les différentes phases du mouvement des îlots, (2) mettre en évidence les effets d'ancrage de la ligne triple sur ce mouvement, (3) analyser les mécanismes de diffusion d'interface et de réaction chimique locale à l'origine de la forme des trous creusés par les îlots dans le substrat sous-jacent.

[1] A. Masson, J.J. Métois, R. Kern « Preuve expérimentale du mouvement Brownien de cristallites 3D sur un clivage propre obtenus par évaporation thermique » C.R. Acad. Sci. 267 (1968) 64

[2] R. Kern, A. Masson, J.J. Métois, « Theorie de la migration de cristallites adhérent sur une surface » C.R. Acad. Sci. 267 (1968) 142

[3] F. Leroy, Y. Saito, F. Cheynis, E. Bussmann, O. Pierre-Louis, P. Müller, Phys. Rev. B 89 (2014) 235406.

[4] F. Leroy, Y. Saito, S. Curiotto, F. Cheynis, O. Pierre-Louis, P. Müller, Appl. Phys. Lett. 106 (2015) 191601

S1-p4

De l'importance des reconstructions locales : détermination par diffraction des rayons X en incidence rasante des dipôles de forces associés aux marches sur les faces vicinales du silicium.

F. LEROY (a), Y. GARREAU (b) (c), F. CHEYNIS(a), B. CROSET (d), A. COATI (c), P. MÜLLER (a), ET G. PRÉVOT (d)

(a) Aix-Marseille Université, CINaM UMR 7325, Campus de Luminy, Case 913, F-13288 Marseille Cedex, France

(b) Université Paris Diderot, Sorbonne-Paris-Cité, MPQ, UMR 7162 CNRS, Bâtiment Condorcet, Case 7021, F-75205 Paris Cedex 13, France

(c) Synchrotron SOLEIL, l'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, B.P. 48, F-91192 Gif sur Yvette Cedex, France

(d) Sorbonne Universités, UPMC Univ Paris 06, CNRS-UMR 7588, Institut des NanoSciences de Paris, F-75005 Paris, France

bernard.croset@insp.jussieu.fr

Nous avons étudié par diffraction des rayons X en incidence rasante la structure des marches et le champ de déformation associé pour deux surfaces du silicium : la surface (1 1 15) [1], vicinale du silicium (001) et la surface (7 7 10)[2], vicinale du silicium (111). Pour ces deux surfaces, les modélisations théoriques prédisent des reconstructions conduisant à des regroupements de marche : bi-marche pour la surface (1 1 15) [3] et tri-marche pour la surface (7 7 10)[4].

Nos études par diffraction confirment ses reconstructions. Elles permettent en outre de mesurer les dipôles de force élastiques associés aux marches. En effet, les profils des facteurs de structure associés aux tiges de troncature révèlent des accidents marqués au voisinage des pics de Bragg appartenant à d'autres tiges[5]. L'analyse quantitative permet de mettre en évidence une importante différence entre les deux surfaces : pour la face (1 1 15) le dipôle est principalement d'étirement, $P_s=2,0$ nN, $P_t=0,13$ nN, alors que le dipôle est principalement de torsion pour la face (7 7 10), $P_s=0,2$ nN, $P_t=1,5$ nN. Cette différence de comportement est attribuée à la localisation des reconstructions : celles-ci sont concentrées dans la contre-marche pour la face (1 1 15) alors qu'elles s'étendent sur la terrasse dans le cas de la face (7 7 10).

Références :

- [1] F. Leroy et al., Phys. Rev. B 93, 045416 (2016).
- [2] G. Prévot et al., Surf. Sci. 606, 209, (2012).
- [3] A. Baski, S. Erwin et L. Whitman, Surf. Sci. 392, 69, (1997).
- [4] S. Teys et al., Surf. Sci. 600, 4878 (2006).
- [5] B. Croset et G. Prévot, Phys. Rev. B 73, 045434, (2006).



Croissance cristalline à composition constante de pyrophosphates de calcium hydratés en présence de Cu^{2+} et Mg^{2+} : implication dans l'arthrose

LEY-NGARDIGAL K.(a,B), BISCANS B.(a), TEYCHENÉ S.(a), REY C.(b), COMBES C.(b)

(a) Université de Toulouse, Laboratoire de Génie Chimique UMR5503 CNRS-INPT-UPS, ENSIACET, 4 allée E. Monso, CS84234, 31432 Toulouse Cedex 4

(b) Université de Toulouse, CIRIMAT UMR5085 INPT-CNRS-UPS, ENSIACET, 4 allée E. Monso, 31030 Toulouse Cedex 4
kemie.leyngardigal@ensiacet.fr

L'arthrose affecte une dizaine de millions de personnes en France. La présence de microcristaux calciques notamment ceux de pyrophosphates de calcium (CPP) dihydratés ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; mono- et/ou triclinique : respectivement m- et/ou t-CPPD) au niveau des articulations est un facteur aggravant identifié de l'arthrose. Cependant, les conditions et mécanismes de formation de ces cristaux ainsi que l'ordre d'apparition de ces deux phases de CPPD restent méconnus et les traitements seulement symptomatiques.

L'objectif de cette étude est d'analyser l'effet d'additifs ioniques sur les cinétiques de croissance cristalline de cristaux de CPPD. Récemment Ley-Ngardigal et al. (1) ont montré que les ions Mg^{2+} , Cu^{2+} et Zn^{2+} orientent la formation de cristaux de m-CPPD lors de la précipitation en conditions maîtrisées de la phase t-CPPD, et que l'ion Fe^{3+} inhibe la cristallisation de la phase t-CPPD. D'après des analyses RMN complémentaires Cu^{2+} et Mg^{2+} ont notamment agité par substitution au Ca^{2+} dans la maille de CPP.

Complémentairement nous avons mis en oeuvre la méthode de croissance cristalline à composition constante pour étudier la germination et la croissance cristalline à température, pH, sursaturation et force ionique constants de cristaux de CPPD sur une semence de cristaux de CPPD en présence de 1 mM de Mg^{2+} ou Cu^{2+} . La semence est introduite dans une solution sursaturée de CPP à pH 6,2 incluant l'additif ionique et placée dans un réacteur agité et thermostaté à 37°C. Ces conditions sont proches des conditions physiologiques, le pH d'une articulation arthrosique étant plus acide que dans une articulation saine. La sursaturation du milieu est calculée à l'aide du logiciel Phreeqc et les temps de nucléation et vitesse initiale de croissance ont été déterminés. Les cristaux ont été analysés par spectroscopie FTIR et MEB. Ces résultats pourraient expliquer la formation in vivo de m-CPPD au sein des articulations de patients arthritiques alors que cette phase pure est difficile à obtenir in vitro sans ces ions. Ces résultats cinétiques pourront aussi donner une indication sur l'évolution du ratio des deux phases formées in vivo dans les articulations arthrosiques et donner des pistes de traitement pour éviter la formation de ces cristaux inflammatoires.

Les auteurs remercient l'Agence Nationale de la Recherche (projet CAPYROSIS-ANR-12-BS08-0022-01) pour son support financier.

(1) Ley-Ngardigal et al. Récents Progrès en Génie des Procédés, 2015, 107, 1,7

Croissance cristalline de matériaux piézoélectriques sous champ électrique

PELLEN M. (a), HAUMONT R. (b), HICHER P. (c), KIAT J.M (d)

(a) Equipe Synthèse, Propriétés et Modélisation des Matériaux, ICMO, CNRS-UMR 8182, Université Paris Sud, 15 rue Georges Clémenceau, 91405 Orsay Cedex, France

(b) * Equipe Synthèse, Propriétés et Modélisation des Matériaux, ICMO, CNRS-UMR 8182, Université Paris Sud, 15 rue Georges Clémenceau, 91405 Orsay Cedex, France

* Laboratoire Structures, Propriétés et Modélisation des Solides, CNRS-UMR 8580, Ecole Centrale Paris, Grande Voie des Vignes, 92295 Châtenay-Malabry Cedex, France

(c) Equipe Synthèse, Propriétés et Modélisation des Matériaux, ICMO, CNRS-UMR 8182, Université Paris Sud, 15 rue Georges Clémenceau, 91405 Orsay Cedex, France

(d) Laboratoire Structures, Propriétés et Modélisation des Solides, CNRS-UMR 8580, Ecole Centrale Paris, Grande Voie des Vignes, 92295 Châtenay-Malabry Cedex, France
marion.pellen@u-psud.fr

Les matériaux qui possèdent une polarisation spontanée en l'absence de champ électrique sont présents dans de très nombreuses applications industrielles. Parmi eux, se trouvent les composés pérovskites à base de plomb qui ont des propriétés piézoélectriques élevées. Les composés les plus utilisés actuellement dans les dispositifs piézoélectriques sont les PZT ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$) et autres composés morphotropiques (PMN-PT, PSN-PT...) du fait du faible coût de production et de leur excellente performance. Quel que soit le matériau utilisé, il est primordial de trouver le matériau piézoélectrique le plus performant. Actuellement, le travail consiste à optimiser la mise en forme (céramique, cristaux...) puis à polariser pour influencer sur l'agencement des domaines piézoélectriques. Cependant, parce qu'ils sont constitués de plomb, le développement durable et la protection de l'environnement (norme REACH) impliquent la recherche de matériaux alternatifs. Nous testons des croissances cristallines innovantes dans un four à image à fusion de zone verticale au sein duquel nous appliquons un champ électrique élevé ($> 10 \text{ kV.cm}^{-1}$) [1]. Le but d'appliquer un tel champ électrique au voisinage du cristal est d'étudier et de comprendre le rôle de ce champ sur les processus cinétiques et thermodynamiques durant la croissance ainsi que l'orientation et la distribution des domaines piézoélectriques [2,3]. Cela nous permet de synthétiser des matériaux nouveaux possédant des propriétés physiques originales, qui pourront concurrencer les piézoélectriques actuels contenant du plomb.

Nous présenterons le dispositif utilisé ainsi que les premiers résultats obtenus (croissance, états en domaine, phénomène de germination et nucléation sans et sous champ électrique) sur des piézoélectriques ou ferroélectriques/élastiques sans plomb tels que LiNbO_3 [4] ou CaTiO_3 ou $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$.

[1] P. Hicher, R. Haumont, R. Saint-Martin, X. Mininger, P. Berthet, R. Revcolevschi, *Journal of Crystal Growth*, 409, 23-26 (2015)

[2] S. Uda, X. Huang, S. Koh, *Journal of Crystal Growth*, 281, 481 - 491 (2005)

[3] S. Uda, S-Q Wang, N. Konishi, H. Inaba, J. Harada, *Journal of Crystal Growth*, 275, 251 - 258 (2005)

[4] H. Kimura, H. Koizumi, T. Uchida, S. Uda, *Journal of Crystal Growth*, 311, 1553 - 1558 (2009)

Origine des déformations optiques dans les cristaux de DKDP

PIQUARD J. (a)(c), ZACCARO J. (b) (c), PINTAULT B. (a), GROISIL M. (a), GUILLET F. (a), IBANEZ A. (b)(c)

a CEA/DAM, Le Ripault - BP 16, F-37260 Monts

b CNRS Institut Néel - BP 166, F-38042 Grenoble - CEDEX 9

c Univ. Grenoble Alpes -38041 Grenoble

juliettepiquard@gmail.com

Les cristaux de KDP (KH_2PO_4) et de DKDP ($\text{K}(\text{H}_{1-x}\text{D}_x)_2\text{PO}_4$) sont largement utilisées comme convertisseur de fréquence ou comme cellule de Pockels. Le développement d'un système de croissance rapide dans des conditions stationnaires [1] permet d'obtenir des cristaux de DKDP en des temps courts et avec une teneur en deutérium homogène. Cependant, les optiques obtenues à partir de ces cristaux montrent une perturbation de la surface d'onde (déformation optique) ainsi que du Crazing (formation de fissures sur la surface du cristal dues à un échange isotopique H/D), qui pourraient rendre problématique leur utilisation comme optiques pour les lasers de grande puissance. Des déformations optiques similaires, visibles en topographie X, ont été observées pour des cristaux de KDP obtenus par croissance rapide et peuvent être expliquées par l'incorporation inhomogène d'une impureté non identifiée [2] entre les différents secteurs (de croissances et vicinaux). Ces impuretés impactent les secteurs de croissance pyramidaux et plus spécifiquement un des secteurs vicinaux, celui ayant la plus grande vitesse d'avancement de marche [3]. Afin d'obtenir des cristaux de KDP et de DKDP avec des propriétés optimales, il est essentiel de déterminer l'origine de ces déformations optiques et d'identifier le mécanisme responsable de cette composition non-homogène et quelle est l'importance de l'échange isotopique dans ce phénomène. Dans cette étude, nous avons confirmé pour le DKDP la corrélation directe observée dans le KDP entre les secteurs vicinaux, les contrastes présents en topographie X et les distorsions optiques. Des complications spécifiques à la perte de deutérium dans le DKDP ont été observées : du Crazing et des altérations de surface affectent le secteur vicinal précédemment identifié. Ces deux phénomènes participent aux perturbations locales de longueur d'onde observées (changement de chemin optique et d'indice de réfraction). Afin de vérifier si la perte de deutérium est responsable de la déformation optique observée, les mêmes expériences ont été effectuées sur une plaque polie de KDP. Une perturbation similaire du front d'onde ainsi que des contrastes en topographie X associés au même secteur vicinal ont été observés pour la plaque de KDP. Ainsi, même si l'inhomogénéité de la perte en deutérium pourrait être la cause d'une déformation optique, d'autres causes existent. Un gradient d'impuretés dans le cristal semble donc être l'origine privilégiée de ces phénomènes.

Ti doped sapphire crystal growth by Kyropoulos method for high power laser application

SEN G.(a), DUFFAR T.(a), ALOMBERT-GOGET G.(b), LEBBOU K.(b), BARTHALAY N.(c), PEZZANI C.(c)

(a) SIMAP-EPM, UMR 5266 CNRS, 38402 Saint Martin d'Hères, France.

(b) Institut Lumière Matière, Université Lyon 1—UMR 5306 CNRS, 69622 Villeurbanne, France

(c) RSA le rubis SA, BP 16, 38560 Jarrie/Grenoble, France
gouravsen89@gmail.com

Advances in the field of Laser technology has led to the quest for development of ever powerful laser installations. Laser installations in the range of peta-Watts are envisioned for the next decade and there is a need for Ti-doped sapphire crystal lenses for these installations. Kyropoulos crystal growth method is preferred to grow such massive crystals which can yield discs up to 200mm in diameter due to the low temperature gradient during growth and hence lower stress related defects. However, the crystal quality is very sensitive to the growth parameters and hence it is very important to establish the relationship between the various observed defects and the growing conditions. As a first approach a study was made to relate the growth parameters i.e. pulling rate and growth rate to the morphology of the obtained crystals. Based on it the growth parameters for an ideal crystal growth was defined and the crystal obtained was with a better morphology and less macroscopic defects. Secondly, since the sapphire crystal is doped with Ti for the required optical properties it is important to study the distribution of Ti in the crystal. To this effect some incomplete crystals were pulled out during the growth process to visualize the crystal-melt interface during the growth which explained the profile of Ti distribution in the discs cut from the crystals.

Effet des champs magnétiques sur la cristallisation des matériaux

K. ZAIDAT, L. HACHANI ET Y. FAUTRELLE

Univ. Grenoble Alpes, CNRS-SIMAP, F-38000 Grenoble, France

kader.zaidat@simap.grenoble-inp.fr

Dans le domaine de l'élaboration à partir de la phase liquide, les principaux enjeux industriels résident dans la possibilité de maîtriser la structure ainsi que les défauts qui surviennent lors de la phase de solidification. Une structure contrôlée permet de garantir certaines propriétés d'usage du matériau solidifié. Cette structure de grains peut être soit colonnaire, soit équiaxe, soit encore les deux à la fois lorsque se produit la « transition colonnaire équiaxe (CET) ».

Lors de la solidification, les mouvements hydrodynamiques dans la phase liquide ont une influence importante sur la structure du produit solidifié ainsi que sur la ségrégation. Lorsqu'ils sont naturels, ces mouvements sont engendrés par la convection thermosolutale due aux gradients de température et de concentration, eux-mêmes liés aux diffusivités thermiques des phases, solutale des espèces chimiques et aux différences de conductibilités thermique du solide, du liquide et du creuset pour la convection radiale.

L'utilisation d'un champ électromagnétique pour contrôler ces écoulements, est devenue un moyen privilégié et a déjà fait l'objet de plusieurs expériences et d'applications industrielles. En effet, avec un champ électromagnétique, il est possible d'agir sur les écoulements sans aucun contact physique.

Cette étude démontre l'importance cruciale de la maîtrise de la convection pour parvenir à contrôler les ségrégations et la structure des grains, et elles ouvrent des perspectives quant à l'utilisation des champs magnétiques pour leur contrôle.

Caractérisation et contrôle industriel des contraintes locales en microélectronique par cartographies du réseau réciproque en diffraction X - corrélation avec des analyses par DFEH

DURAND A.(a,B), BOUREAU V. (a,C), WORMINGTON M. (d), LE-CUNFF D. (a), HOURS A. (a), CLAVERIE A (c), HYTHCH M. (c), ROUCHON D. (b), BENOIT D. (a), GERGAUD P. (b)

(a) STMicroelectronics, 850 rue Jean Monnet, 38926 Crolles, France

(b) Univ. Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France and CEA, Leti, Minatec Campus, F-38054 Grenoble, France

(c) CEMES-CNRS, 29 rue Jeanne Marvig, 31055 Toulouse, France

(d) Jordan Valley Semiconductors, Migdal Ha'Emek, Israel

patrice.gergaud@cea.fr

Dans les technologies en microélectronique, au-delà de la réduction d'échelle, c'est l'introduction de contraintes mécaniques dans le canal du transistor qui permet d'atteindre des performances plus élevées. L'intégration de cette technologie dans le processus de production nécessite le développement d'une métrologie du champ de déformation autour du transistor, tout au long des étapes de fabrication. Aujourd'hui, les techniques de microscopie électronique sont principalement utilisées. Cependant la nécessité d'une préparation d'échantillon les rend peu compatibles avec un contrôle régulier en ligne. Récemment des équipements de diffraction des rayons X haute résolution (HRXRD) ont été développés pour une métrologie des déformations en salle blanche. Ces équipements ont capacité à mesurer de manière non destructive et fiable des films minces de SiGe de seulement quelques nanomètres d'épaisseur, avec une grande sensibilité aux déformations élastiques des plans cristallin. Dans le cas de films structurés représentatifs des caractéristiques géométriques d'un transistor, la complexité du champ de déformation nécessite la mesure et l'analyse détaillée de cartographies de l'espace réciproque (CER) sur plusieurs réflexions symétriques et/ou asymétriques. Toutefois, il est compliqué de déduire le champ de déformation à partir de l'intensité diffractée, étant donné que la phase contenant l'information sur la localisation spatiale des déformations est perdue lors de la mesure. La démarche que nous mettons en place consiste à corréler des CERs expérimentales avec des CERs modélisées à partir du champ de déplacement généralement déduit d'un calcul mécanique par la méthode des éléments finis (FEM). Les CERs sont calculées dans l'approximation cinématique, en considérant l'ensemble des positions atomiques présentes dans un volume élémentaire défini par la périodicité de la structure et la longueur de cohérence transversale du faisceau. Pour illustrer la faisabilité de cette démarche expérimentale en ligne, nous présentons les résultats obtenus sur un diffractomètre industriel JVX7200, et nous confrontons des CERs expérimentales obtenues par diffraction X en laboratoire et des CERs simulées à partir du champ de déplacement mesuré en microscopie électronique par DFEH (holographie). Les structures étudiées sont des réseaux périodiques de pMOS possédant une grille de 20 nm de longueur et des sources/drains de 30nm d'épaisseur, formés par dépôt épitaxial de Si_{0.75}Ge_{0.25}.



Characterization of lead titanate thin films prepared by SOL GEL process

E. EL MOUSSAFIR¹, R.ADHIRI¹, M.MOUSSETAD¹, Y. GUAAYBESS¹

university hassan 2 casablanca faculty of science ben m'sik morocco

elmoussafir@hotmail.fr

Ferroelectric materials are of high interest for a numerous applications, including non-volatile memories, dynamic random access memories, electro optic switches, pyroelectric detectors, etc. and considerable attention has recently focused on the development of the technology for their growth in thin films.

Lead titanate (PbTiO_3) PT sol-gel derived thin films have been prepared on glass substrates using lead acetate trihydrate, and titanium isopropoxide as precursors along with 2-methoxyethanol as solvent and acetic acid as catalyst by spin coating method. Techniques including X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), electrical and ferroelectric hysteresis measurements have been performed for layer characterization.

Keywords: Sol-gel coatings; thin films; PT; Electrical properties

Study of Amorphous - Crystalline Phase Transition in Phase Change Materials

GALLARD M. (a,B), MOCUTA C. (a), NOE P. (c), SABBIONE C. (c), HIPPER F. (d), ESCOUBAS S.(b), PUTERO (b), GUICHET C. (b), RICHARD MI. (b,E), BRENAC A. (f), MOREL R. (f), THOMAS O. (b)

(a) Synchrotron SOLEIL, l'Orme des Merisiers, Saint-Aubin-BP 48, 91192 Gif-sur-Yvette, France

(b) Aix-Marseille Université, CNRS, IM2NP UMR 7334, Campus de St-Jérôme, 13397 Marseille, France

(c) Université Grenoble Alpes, CEA-LETI, MINATEC campus, 17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble, France

(d) LNCMI, CNRS-UGA-UPS-INSA, 25 rue des Martyrs, 38042 Grenoble, France

(e) ID01/ESRF, The European Synchrotron, 71 rue des Martyrs, 38043 Grenoble, France

(f) CEA/INAC, 17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble, France

gallard@synchrotron-soleil.fr

Phase-change materials (PCMs) are promising materials for data-storage applications. They are already used in rewriteable optical data storage (DVD, Blue ray) and offer a great potential for non-volatile phase-change random access memories (PCRAM) [1-3]. In this technology, the storage mechanism relies on a rapid and reversible transition between the amorphous and crystalline states. Upon crystallization, PCMs exhibit structural and electrical changes: the mass density, the optical reflectivity and the electrical resistivity usually reveal a steep variation. The large optical contrast between the amorphous and crystalline phases is generally accompanied by a large change in mass density [4] that leads to voids formation with a subsequent degradation of PCRAM cells reliability [5]. The average change in mass density upon crystallization is well known for usual PCM such as the prototype $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ (GST) or GeTe, but little is known about the influence of size on the density change and on the crystallographic texture, which may change drastically the stress in the PCM.

The aim of this work is to address the physical phenomena involved during the amorphisation and the crystallization of thin and ultrathin films or nano-clusters of chalcogenides. The possibility of down-scaling the PCM requires an understanding of the mechanism of phase transition, i.e. the interconnection between strain, surface energy, atomic structure and size function of the temperature. Analysis techniques like X-ray Diffraction (XRD) and Pair Distribution Function (PDF) allow in-situ characterization of the sample prior to and during the phase transition. Simultaneously and complementary measurements can also be performed: changes in ohmic resistance, reflectance [6], sample macroscopic curvature, etc. The first results obtained on chalcogenide thin films on DiffAbs beamline (Synchrotron SOLEIL) will be shown and discussed.

This work was benefiting of funding from ANR-15-CE24-0021, ANR Sesame.

[1] M. Wuttig and N. Yamada, Nat. Mater. 6, 824 (2007).

[2] M. Gill et al., Proceeding IEEE Int. Solid State Circuits Conf. 1, 458 (2002).

[3] S. Raoux et al., Chem. Rev. 110, 240 (2010).

[4] Y. Saito et al., Appl. Phys. Lett. 102, 051910 (2013).

[5] C.-F. Chen et al., in 2009 IEEE Int. Mem. Work. (IEEE, 2009), pp. 1-2.

[6] M. Putero et al., Thin Solid Films 541 21-27 (2013).



Fluoresce and let dye - structural determinants of bright yellow fluorescence

DAMIEN CLAVEL (a,B,*), GUILLAUME GOTTHARD(c), CÉLINE LAFAYE(a), HÉLÈNE PASQUIER(b), NATHAN C. SHANER(d), ANTOINE ROYANT(a,C)

(a) Institut de Biologie Structurale, CEA/CNRS/UJF, Grenoble,

(b) Laboratoire de Chimie Physique, Université Paris-Saclay,

(c) European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble,

(d) Scintillon Institute, San Diego, CA

(*) dclavel@ibs.fr

dclavel@ibs.fr

Fluorescent Proteins (FPs) are extensively used in cell biology to understand a wide range of biological processes from the molecular to the organism level [1]. Cell biologists keep looking for FPs with improved photophysical properties regardless of the cellular compartment of use. Until very recently FPs used in the lab were only related to the Cnidaria phylum comprising the hydrozoa [2] (e.g. jellyfish) and anthozoa [3] (e.g. sea anemone) classes. In 2013, very bright FPs have been discovered and developed from the chordata phylum: IrfYFP and mNeonGreen [4]. We have performed an in-depth structural characterization of these FPs using molecular biology, X-ray crystallography, in crystallo optical spectroscopy and molecular dynamics simulations. Our experimental results highlight specific interactions in the vicinity of the chromophore that explain the exceptional properties of these proteins.

[1] Chudakov et al., *Physiol. Rev.* 90, 1103-1163 (2010).

[2] Prasher et al., *Gene* 111, 229-233 (1992).

[3] Matz et al., *Nat. Biotechnol.* 17, 969-973 (1999).

[4] Shaner et al., *Nat. Methods* 10, 407-409 (2013).

Analysis of Dystrophin Central Domain Fragments 3D Structure in the Presence of Bicelles

DOS SANTOS MORAIS R. (a,B,C), MOLZA A-E. (b), DELALANDE O. (b), LE RUMEUR E. (b), RAGUENES-NICOL C. (b), CHERON A. (b), CHENUUEL T. (b) PEREZ J. (c), COMBET S. (a), HUBERT J-F. (b)

(a) Laboratoire Léon-Brillouin (LLB, UMR12, CEA-CNRS, Saclay, France)

(b) IGDR (UMR6290, Rennes, France)

(c) Synchrotron SOLEIL (Saint-Aubin, France).

sophie.combet@cea.fr

The protection of cell membrane against shearing stress is ensured by cytoskeletal proteins. Amongst them, dystrophin (1) plays a key-role in muscle and its absence leads to the severe Duchenne Muscular Dystrophy (DMD), whereas its deficiency causes heterogeneous Becker Muscular Dystrophy (BMD). Exhaustive knowledge of dystrophin membrane interaction is needed to help for gene therapy strategies devoted to DMD or BMD.

Dystrophin is a large, monomeric, amphipathic, and fibrous protein, whose structural analysis is not accessible by NMR and X-ray crystallography. Its three-dimensional structure is being elucidated through the combined use of SAXS and molecular modeling (2). Previous work of J.F. Hubert's team highlighted that the interfacial properties of dystrophin are modulated according to the region of the protein involved, the nature of lipids, as well as the membrane curvature, that play key-roles in the physiology of the muscle cell (3,4,5). To understand what may be the role of these properties in vivo, we aim to determine the structure and the interaction mode of dystrophin fragments in the presence of the bicelle membrano-mimetic model. To carry out this project, SAXS and SANS data are coupled to molecular modeling.

References

[1] Le Rumeur, E., Winder, S. J. & Hubert, J.-F., *Biochim. Biophys. Acta* 1804, 1713-1722 (2010). [2] Molza, A.-E. et al., *Faraday Discuss.* 169, 45-62 (2014). [3] Legardinier, S. et al., *J. Mol. Biol.* 389, 546-558 (2009). [4] Sarkis, J. et al., *J. Biol. Chem.* 286, 30481-30491 (2011). [5] Sarkis, J. et al., *FASEB J. Off. Publ. Fed. Am. Soc. Exp. Biol.* 27, 359-367 (2013).



rsFolder : an ultra-stable photoswitchable fluorescent protein for super-resolution imaging of the bacterial periplasm

EL KHATIB M. (a,B,C), MARTINS A. (a,B,C), BOURGEOIS D. (a,B,C), COLLETIER J.P. (a,B,C), ADAM V. (a,B,C)

(a) Univ. Grenoble Alpes, IBS, F-38044 Grenoble, France.

(b) CNRS, IBS, F-38044 Grenoble, France.

(c) CEA, IBS, F-38044 Grenoble, France.

mariam.el-khatib@ibs.fr

Reversibly switchable fluorescent protein (RSFPs), capable of toggling back and forth between a fluorescent “on” and a non-fluorescent “off” state, are central to several nanoscopy approaches, e.g. RESOLFT (1) and pcSOFI (2). Yet, fast-folding variants that can allow nanoscale visualisation in cellular compartments where oxidative folding takes place, such as the bacterial periplasm, the endoplasmic reticulum, the peroxisome and the mitochondrial inter membrane space are lacking. We report on a two-step rational design a new RSFP, rsFolder and rsFolder2. We first generated a variant able to fold and photoswitch in the bacterial periplasm, rsFolder, by hybridisation of the Superfolder-GFP (3) backbone with four key mutations of rsEGFP2 (4). Rs-Folder inherited both the fast folding properties of the former and the rapid switching and strong fatigue resistance of the latter. Photophysical characterization yet revealed a reduced switching contrast. Furthermore, a dramatically increased thermal stability was observed of the “off”-state. Structural characterization of rsEGFP2 and rsFolder in both their “on” and “off” was carried out, revealing distinct photoswitching mechanisms. Based on these, a variant with improved switching contrast and a reduced thermal stability of the “off”-state, rsFolder2, was produced by introducing an additional mutation in the rsFolder scaffold. Expression tests showed that unlike their parent protein, both rsFolder and rsFolder2 are able to express, fold and mature in the bacterial periplasm. We demonstrate that imaging at a resolution of ~80 nm is attainable using rsFolder2 as a molecular marker. The rsFolders could open the door to nanoscale imaging of proteins in oxidative cellular compartments (5).

1. Hofmann M. et al. (2005) Proc Natl Acad Sci USA 102, 17565–17569

2. Dedeccker P. et al. (2012) Proc Natl Acad Sci USA 109, 10909–10914

3. Pedelacq J. D. et al. (2006) Nat Biotechnol 24, 79–88

4. Grotjohann T. et al. (2012) Elife 1, e00248

5. El Khatib M. et al. (2016) Sci Rep. 6, 18459

Conformational heterogeneity of the regulatory protein CP12 in its oxidised and reduced states, and in complex with GAPDH

LAUNAY H. (a), BARRE P. (a), PUPPO C. (b), GONTERO-MEUNIER B. (b), RECEVEUR-BRECHOT V. (a)

(a) ISCB, Centre de Recherche en Cancérologie de Marseille (CRCM), CNRS UMR 7258, INSERM U 1068, Institut Paoli-Calmettes, and Aix-Marseille Universités, CS30059, 13273 Marseille cedex 9, France.

(b): Laboratoire de Bioénergétique et Ingénierie des Protéines, UMR 7281 CNRS & Aix-Marseille Université, 13402 Marseille Cedex 20, France
veronique.brechot@inserm.fr

The chloroplastic Protein CP12 is a regulatory protein of the Benson-Calvin cycle. During the day, in the reduced state, CP12 is inactive. Upon oxidation, during the night, CP12 binds to GAPDH and PRK to inhibit carbon fixation and glycosynthesis. The oxidation state of CP12 is controlled by the formation of two intramolecular disulphide bridges. CP12 was known to be roughly intrinsically disordered in its reduced state, while being partly ordered in the oxidised state. By combining NMR and SAXS experiments, we showed that reduced CP12 is surprisingly fully disordered, with no transient or local residual structure likely to be precursor of the structures present in the oxidised state and/or in the bound state with GAPDH or PRK. On the other hand, we analysed the structural properties of oxidised CP12 again by combining NMR, SAXS and Circular Dichroism (CD) data. We thus showed that, contrary to what is predicted using homology modelling, CP12 does not adopt a stable structure but exhibits a conformational heterogeneity, with varying lifetimes along the sequence. While the C-terminus is composed of a rapidly interconverting disordered linker followed by a stable helix around the second disulphide bridge, the N-terminal half of the protein containing the first disulphide bridge displays two helices folding and unfolding at a ms timescale. Two apparent populations are thus observed, with 60% of helical conformers and 40% of random conformers in the N-terminal region. Interestingly, as observed using SAXS and crystallographic partial structures on the binary complex, when CP12ox is bound to its physiological partner GAPDH, the extended conformers are stabilised, and form a "fishing line" ready to catch PRK and to form the ternary complex. These results shed new light on the thermodynamics of these interactions, and on the mechanism of regulation of photosynthesis during the daily redox oscillation."



Production of unstable proteins to through the formation of stable core complexes: the HIV-1 pre-integration complex

NICOLAS LEVY, SYLVIA EILER, KARINE PRADEAU, JULIEN BATISSE, OYINDAMOLA OLADOSU, BENOIT MAILLOT, MARC RUFF

IGBMC (Institut de Génétique et de Biologie Moléculaire et Cellulaire), Department of Integrative Structural Biology, UDS, U596 INSERM, UMR7104 CNRS.

ruff@igbmc.fr

After retroviral infection of a target cell, during the early phase of replication, the HIV-1 genomic viral RNA is reverse transcribed by the viral reverse transcriptase (RT) to generate the double-stranded viral DNA that interact with viral and cellular proteins to form the pre-integration complex (PIC). Viral integrase (IN) is a key component of the PIC and is involved in several steps of replication notably in reverse transcription, nuclear import, chromatin targeting and integration. Viral components such as IN cannot perform these functions on their own and need to recruit host cell proteins to efficiently carry out the different processes. IN is a flexible protein showing high inter-domain flexibility. This flexibility accounts for its ability to interact with multiple partners, which in turn chaperone PIC formation and allows its multiple functions in viral replication. Yet the molecular mechanisms and dynamics of these processes, the role of cellular co-factors as well as post-translational modifications remain largely unknown. Purification of proteins that participate in these large transient complexes is impeded by low amounts, heterogeneity, instability and poor solubility. To circumvent these difficulties we develop a two-step strategy. First we set up a methodology that enables the production of stable complexes for structural and functional studies (1). Second, we develop a system for the production of multi-protein complexes from mammalian cells by the design of a Poxvirus expression system enabling assembly of entire complexes within cells. This procedure is benchmarked and applied to the HIV-1 pre-integration complex (PIC). We demonstrate the stabilization of the HIV-1 integrase by formation of complexes with partner proteins and DNA. Routine 10 milligram yields of pure HIV-1 IN/hLEDGF were obtained. This procedure provides a powerful research tool for structural and functional studies of proteins participating in noncovalent macromolecular complexes.

(1) Nicolas Levy et al., 2016, Nature communication, in press

Structural characterization of BolA-GRX complexes

RORET T. (a,B), TSAN P. (c), COUTURIER J. (a,B), ZHANG B. (d), JOHNSON MK. (d),
DIDIERJEAN C. (c), ROUHIER N. (a,B)

(a) Université de Lorraine, Interactions Arbres - Microorganismes, UMR1136, F-54500 Vandoeuvre-lès-Nancy, France.

(b) INRA, Interactions Arbres - Microorganismes, UMR1136, F-54280 Champenoux, France.

(c) Université de Lorraine and CNRS, UMR 7036 CRM2, BioMod group, 54506 Vandoeuvre-lès-Nancy, France.

(d) Department of Chemistry and Center for Metalloenzyme Studies, University of Georgia, Athens, Georgia 30602, USA.

thomas.roret@univ-lorraine.fr

Because proteins usually function in macromolecular complexes, identifying protein-protein interactions constitute an essential step toward the understanding of protein networks and functions. The description of these interactions is difficult because they can for example be very transient, or a given protein can have multiple partners involving different or overlapping binding sites, or more rarely it can have a single partner but different modes of interactions (1).

BolA could be defined as DNA binding proteins acting essentially as stress-responsive transcriptional regulators in bacteria (2). It was thus surprising that a BolA, referred to as Fra2 (Fe repressor of activation-2), and cytosolic monothiol Grx3/4 contributed to the regulation of iron homeostasis by forming stable [2Fe-2S] cluster-bridged holo-heterodimers controlling the nuclear translocation of the *Saccharomyces cerevisiae* Aft1/Aft2 transcription factors in response to a mitochondrial signal (3-4).

Interestingly, in the case of a GRX-BolA holo-heterodimer from *Arabidopsis thaliana*, we have shown by spectroscopic evidences and from X-ray structures that two histidine residues serve for the coordination of a Rieske-type [2Fe-2S] cluster in addition to the catalytic cysteine of the GRX and a glutathione molecule. NMR interaction experiments using apoproteins indicate that a completely different heterodimer was formed involving the nucleic acid binding site of BolA and the C-terminal tail of GRX (5). This is consistent with the observation that an *in vivo* GRX-BolA interaction is found both in iron-replete and iron-depleted yeast cells (3).

The possible biological importance of these complexes is presented considering the physiological functions previously assigned to BolA and to GRX-BolA complexes.

1. Nooren, I. M., and Thornton, J. M. (2003). *EMBO J.* 22, 3486-3492.
2. Santos, J. M., et al. (1999). *Mol. Microbiol.* 32, 789-798.
3. Kumánovics, A., et al. (2008). *J. Biol. Chem.* 283, 10276-10286.
4. Li, H., et al. (2009). *Biochemistry* 48, 9569-9581.
5. Roret T, et al. (2014). *J Biol Chem* 289, 24588-24598.



An automated microscale thermophoresis screening approach for fragment-based lead discovery

VILLINGER S.(a), MATHIEU M.(a), LINKE P.(b), AMANING K.(a), MASCHBERGER H.(b), ROTH M.(b), VALLEE F.(a), STEIER B.(a), BAASKE P.(b), DUHR S.(b), BREITSPRECHER D. RAK A.(a)

(a) Sanofi R&D, Structure-Design-Informatics, Vitry sur Seine, France

(b) NanoTemper Technologies GmbH, Munich, Germany

magali.mathieu@sanofi.com

Fragment-based lead discovery has proved to be an effective alternative to high-throughput screenings in identifying chemical matter that can be developed into robust lead compounds. The search for optimal combinations of biophysical techniques that can correctly and efficiently identify and quantify binding can be challenging due to the physicochemical properties of fragments. In order to minimize the time and costs of screening, optimal combinations of biophysical techniques with maximal information content, sensitivity, and robustness are needed. Here we describe an approach utilizing automated microscale thermophoresis (MST) affinity screening to identify fragments active against MEK1 kinase. MST identified multiple hits that were confirmed by X-ray crystallography but not detected by orthogonal methods. Furthermore, MST also provided information about ligand-induced aggregation and protein denaturation. The technique delivered a large number of binders while reducing experimentation time and sample consumption, demonstrating the potential of MST to execute and maximize the efficacy of fragment screening campaigns.

Aggregation and growth of ZnO quantum dots prepared from sol-gel chemistry: an in situ SAXS and UV-Vis combined study

BRUNO L. CAETANO#, VALÉRIE BRIOIS*, SANDRA H. PULCINELLI#, FLORIAN MENEAU*
AND CELSO V. SANTILLI#

#Instituto de Química, UNESP, Rua Prof. Francisco Degni, 55, 14800-900 Araraquara, SP, Brazil

*Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, BP48, Saint Aubin, 91192 Gif-sur Yvette, France

santilli@iq.unesp.br

Herein we discuss the mechanisms of growth control of ZnO quantum dots (Q-dot) prepared from the zinc oxy-acetate ethanolic solution by the addition of LiOH. Through in situ monitoring of Q-dot radii and of aggregation index calculated from UV-Vis absorption spectra and small-angle X-ray scattering the aggregation and growth of ZnO nanocrystal was well described from two kinetic models: during the first step ($t < 50$ min) the structural evolution is controlled by the coalescence caused by the oriented attachment between the nanocrystal aggregates, while at the advanced time the Q-dot coarsening follows the Ostwald ripening mechanism. From the higher oriented attachment efficiency observed here as compared with early reported synthesis using NaOH and KOH we propose an universal mechanism to control coalescence and coarsening of ZnO nanocrystal provided from the shield caused by the adsorption of the alkali cation. From X-ray diffraction and transmission electron microscopy results we demonstrate that this mechanism is also useful to prepare Q-dot powders with controlled size.



ProXMI: Protein Xal Multimodal Imaging

KUNTZEL T.(a), RODRIGUEZ V.(a), KAUFFMANN B.(b), ADAMIETZ F. (a), RISSE P.(c),
RANGER C.(d)

(a) Institut des Sciences Moléculaires, CNRS UMR5255, Université de Bordeaux

(b) Plateforme IBISA de biophysico-chimie structurale de l'IECB. UMS3033 CNRS, INSERM US001, Université de Bordeaux

(c) Explora Nova, Village Informatique, La Rochelle

(d) Explora Nova, Centre de Génomique Fonctionnelle, Bordeaux

thomas.kuntzel@u-bordeaux.fr

La cristallisation d'une protéine ou d'un fragment d'acide nucléique ciblée est un phénomène rare et impossible à prédire, il est donc nécessaire de tester un grand nombre de précipitants et de paramètres expérimentaux (pH, température, présence de sel, d'additifs, etc.) pour définir les conditions de cristallisation de ces macromolécules. Une fois les plaques de criblage produites, la formation des cristaux peut prendre quelques jours, quelques semaines voire même plusieurs mois. Les gouttes doivent être observées régulièrement au cours de cette étape. Le nombre accru d'expériences mises en oeuvre rend l'observation au microscope optique très difficile et fastidieuse. Le développement d'outils d'aide à la détection de cristaux est indispensable.

Nous développons un imageur de cristaux combinant la lumière blanche et la technique d'imagerie d'optique non linéaire de second ordre. La Génération de Second Harmonique (SHG) est parfaitement adaptée à l'imagerie de cristaux de protéines puisque les signaux de SHG ne sont générés que par des cristaux non centro-symétriques (protéines, Acides nucléiques etc.) et sous champ optique intense. En combinant l'imagerie en lumière blanche et l'imagerie de second harmonique en mode épi-fluorescence, il nous est possible de détecter les cristaux de protéines (mais aussi d'autres molécules d'intérêt biologique) et de suivre leur croissance dans le temps et en conditions difficiles (précipités amorphes ou présence de condensation sur le film plastique). D'autre part notre montage permet de discriminer les cristaux d'intérêt (protéines cristallisées) des cristaux sans intérêt (cristaux de sels).

Analyse 3D- PDF de phases quasi-liquides de l'alcane dans l'urée

MARIETTE C. (a), SIMONOV A. (a), GUÉRIN L. (a), RABILLER P. (a), BOSAK A. (b), TOUDIC B. (a)

(a) Institut de Physique de Rennes, UMR6251, Université de Rennes 1, 263 av. Gal. Leclerc, 35042, Rennes, France

(b) European Synchrotron Radiation Facility, 71 av. des Martyrs, 38042, Grenoble, France

celine.mariette@univ-rennes1.fr

Les composés d'inclusion d'alcane (C_nH_{2n+2}) dans l'urée ($CO(NH_2)_2$) constituent une famille prototypes de composites aperiodiques [1]. Dans ces composés, l'urée a une structure en double hélice formant des canaux organisés sur un réseau hexagonal dans lequel sont confinées de façon ultime les molécules d'alcane. La période de l'hélice d'urée est en général en rapport irrationnel avec la période du sous réseau d'alcane. Du fait de cette absence de périodicité, les molécules d'alcanes possèdent un degré de liberté de glissement suivant la direction des canaux. Pour les composés d'alcanes les plus courts ($n=7$ à 13), nous avons montré récemment que cela se traduit à température ambiante par l'existence de phases de type quasi-liquide confinées pour le sous-réseau d'alcane [2, 3]. L'image de diffusion du sous-système est ainsi uniquement constituée de plan diffus ne contenant pas de pics de Bragg. Cependant, l'intensité dans ces plans est fortement modulée, ce qui traduit l'existence d'un ordre latéral local. Les instruments de diffraction de dernière génération (détecteurs de types pixel à zéro bruit et grande dynamique) couplés au développement de méthodes et programmes adaptés à des analyses sur monocristaux (3D- μ PDF, programme YELL), nous ont permis d'obtenir des informations quantitatives sur les corrélations dans cette phase quasi-liquide dans monocristal. Les figures de diffusion diffuse sont bien décrites par un modèle simple incluant des corrélations à courtes portées entre les molécules d'alcanes voisines mais aussi entre les molécules d'alcane et la matrice d'urée localement flexible. Cet ordre local sera discuté au regard des mises en ordre à longue distance existant à basse température.

[1] Toudic et al., Science, 2008, 319, 69.

[2] Mariette et al., J. Chem. Phys. 2012, 136, 104507.

[3] Mariette et al., Z. Kristallogr. 2015; 230(1), 23-35.



The use of dipolar couplings for NMR crystallography of sub-microcrystalline powders

MOLLIKA G. (a), THUREAU P. (a), DEKHIL M. (a), ZIARELLI F. (b), VIEL S. (a)

(a) ICR UMR 7273 Aix-Marseille Université, CNRS, 13397 Marseille (France)

(b) Fédération des Sciences Chimiques de Marseille FR 1739 Aix-Marseille Université, CNRS, Centrale Marseille, 13397 Marseille (France)

giulia.mollica@univ-amu.fr

Diffraction techniques currently remain unparalleled in structural elucidation of materials for which single crystals of sufficient dimensions and quality can be grown. However, despite recent technological advances in microdiffraction, there still is a large number of systems for which it is not possible to obtain suitably sized single crystals, either because of the preparation procedure of the substance, or because such crystals cannot simply be grown.

Notably, the invasive procedures commonly used for the preparation of solid pharmaceutical formulations are not only unfavorable to the growth of large crystals, but can even induce polymorph transitions of the active pharmaceutical ingredient, with potentially harmful consequences.

Powder X-ray diffraction (PXRD) is presently the most used analytical technique for investigating pharmaceutical powders, often in combination with other analytical techniques. Notably, the last decade has seen the development of numerous 'NMR crystallography' [1] approaches aimed at providing atomic-level information facilitating the interpretation of PXRD data via the synergistic combination of Solid-State Nuclear Magnetic Resonance and computation. Most of the reported applications of NMR crystallography to structural elucidation of organic molecular crystals have their basis on the use of chemical shift (CS) [2]. However, even though CS is certainly the most easily accessible of the NMR observables, de facto no direct relationship exists between the CS value and the crystal structure, hence complicating the analysis of the data.

We present here a different approach based on the exploitation of a more structurally relevant NMR interaction, the dipolar coupling, which is directly related to the inverse cube of the internuclear distance. Recent methodological developments from our group in this area are presented, which are directed towards the analysis of both uniformly isotopically enriched and natural isotopic abundance organic pharmaceutical powders [3].

[1] NMR Crystallography (Eds.: R. K. Harris, R. E. Wasylshen, M. J. Duer), John Wiley & Sons, Chichester, 2009.

[2] a) M. Baías, et al., Phys. Chem. Chem. Phys. 2013, 15, 8069-8080; b) M. Baías, et al., J. Am. Chem. Soc. 2013, 135, 17501-17507.

[3] G. Mollica, et al., Angew. Chem. Int. Ed. 2015, 54, 6028-6031.

Experimental studies of charge and spin distributions on pure organic radical Nit(SMe)Ph through a joint refinement from X-ray and polarized neutron diffraction data

VOUFACK A. B. (a), CLAISER N. (b), GILLET J.-M. (c), GILLON B. (d), LECOMTE C. (e), SOUHASSOU M. (f)

(a) CRM2, CNRS-Université de Lorraine, BP 70239, Vandoeuvre-lès-Nancy CEDEX, 54506, France

(b) CRM2, CNRS-Université de Lorraine, BP 70239, Vandoeuvre-lès-Nancy CEDEX, 54506, France

(c) SPMS, CNRS-Ecole Centrale des Arts et Manufactures, Grande Voie des Vignes, Châtenay-Malabry CEDEX, 92295, France

(d) LLB, CEA-CNRS, CEA Saclay, Gif-sur-Yvette, 78180, France

(e) CRM2, CNRS-Université de Lorraine, BP 70239, Vandoeuvre-lès-Nancy CEDEX, 54506, France

(f) CRM2, CNRS-Université de Lorraine, BP 70239, Vandoeuvre-lès-Nancy CEDEX, 54506, France

ariste-bolivard.voufack@univ-lorraine.fr

Since the work of Deutsch et al. (2012, 2014), it is possible to carry out a joint study of experimental charge and spin distributions for a better understanding of the magnetic interactions in crystals. The lecture will focus on the application of such a joint refinement on a pure organic radical 2-(4-thiomethylphenyl)-4,4,5,5-tertrahydroimidazole-1-oxyl-3-oxide, commonly known as Nit(SMe)Ph (Pillet et al. 2001; Pontillon et al. 1999). Spin resolved electron density modelled from the joint refinement where spin up and spin down distributions can be visualised separately. These electron distributions and their topology will be compared with the previous results obtained on charge and spin density (Pillet et al. 2001; Pontillon et al. 1999) and with those provided by recent DFT calculations respectively.

Keywords: multipole refinement; charge and spin densities; joint refinement; molecular magnetic material; magnetization density; polarized neutron diffraction

References

Deutsch, M., Claiser, N., Pillet, S., Chumakov, Y., Becker, P., Gillet, J.-M., Gillon, B., Lecomte, C. & Souhassou, M., (2012). *Acta Cryst. A* 68, 675–686.

Deutsch, M., Gillon, B., Claiser, N., Gillet, J.-M., Lecomte, C., & Souhassou, M., (2014). *IUCrJ* 1, 194–199.

Pillet, S., Souhassou, M., Pontillon, Y., Caneschi, A., Gatteschi D., & Lecomte, C., (2001). *New J. Chem.* 25, 141–143.

Pontillon, Y., Caneschi, A., Gatteschi, D., Grand, A., Ressouche, E., Sessoli, R., & Schweizer, J., (1999). *Chem. Eur. J.* 5, No 12, 3616–3624.

One Electron Properties of YTiO_3 Refinement from Multi Experimental and Theoretical Investigations

Z.Y YAN (a), A.B. VOUFACK (b), C. LECOMTE (b), Y. SAKURAI (c), N. CLAISER (b), M. SOUHASSOU (b), I. KIBALIN (d), B. GILLON (d), P. CORTONA (a), M. ITOU (c), M. BRANCEWICZ (c), J.M GILLET (a)

(a) Laboratoire Structures Propriétés et Modélisation des Solides, UMR 8580, Université Paris Saclay, CentraleSupélec, CNRS, Grande Voie des Vignes, 92295 Chatenay-Malabry, France

(b) Laboratoire Cristallographie, Résonance Magnétique et Modélisations, CRM2, UMR 7036, Institut Jean Barriol, Université de Lorraine, Vandoeuvre-les-Nancy, BP239, F54506, France.

(c) Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI), Mikaduki, Sayo, Hyogo 679-5198, Japan

(d) Laboratoire Léon Brillouin, UMR12, CEN-Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France
zeyin.yan@centralesupelec.fr

Experimental and theoretical investigations of the electronic and magnetic properties of YTiO_3 have been conducted. In position space, the charge and spin densities are determined using high resolution X-ray diffraction and polarized neutrons diffraction, while in momentum space, directional magnetic Compton profiles, measured by the polarized X-ray incoherent inelastic scattering, are used to reconstruct two dimensional spin momentum density. This project is an ANR grant which aims to combine X-ray, polarized neutron diffraction and Compton scattering experiments on YTiO_3 perovskite structure whose magnetic properties are due to an unpaired electron on Ti 3d orbitals. The quasi octahedral oxygen environment around Ti lead to the energy of d_{xy} , d_{xz} , d_{yz} to be less than that of $d_{x^2-y^2}$ and d_{z^2} . The resulting electron density in position (diffraction experiments) and momentum space (Compton scattering), compared to that obtained by means of periodic DFT calculations, will be used to reconstruct by an experimental first order density matrix.

In situ X-Ray diffraction studies of the piezoelectric behavior of PZT thin films

CORNELIUS T.W. (a), MOCUTA C. (b), ESCOUBAS S. (a), ARAÚJO E.B. (c), LIMA E.C. (d), THOMAS O. (a)

(a) Aix-Marseille Université, CNRS, IM2NP (UMR7334), Marseille, France

(b) Synchrotron SOLEIL, Gif-sur-Yvette, France

(c) Departamento de Física e Química, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, SP, Brazil

(d) Universidade Federal do Tocantins, Porto Nacional, TO, Brazil

thomas.cornelius@im2np.fr

Within the last decade, the properties of ferroelectrics have been extensively studied. Several important devices, such as Ferroelectric Random Access Memories (FeRAMs) and Dynamic Random Access Memory (DRAM), are manufactured based on ferroelectric thin films [1, 2]. With the crescent and continuous demand for portability in consumer electronics, the understanding of the effects of miniaturization on the properties of ferroelectrics thin films becomes increasingly important. Although continuous improvements in conventional semiconductor designs are implemented, the basic physics of the size effects is, however, poorly understood. It is well known that the crystallite size plays an important role in tailoring ferroelectrics properties.

For studying the piezoelectric properties of $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ (PZT) thin films consisting of few tens of nanometer sized grains, in situ X-ray diffraction has been performed at the DiffAbs beamline at SOLEIL synchrotron [3]. For this purpose, gold electrodes of 0.3 mm in diameter were deposited on top of the thin film. The diffraction signal from an area beneath an electrically contacted electrode was monitored as a function of the applied electric field. Constant electric fields as well as alternating ones with frequencies ranging from 60 Hz to 31 kHz were applied. From the shift of the position of the Bragg peak the piezoelectrically induced strain was determined. The piezoelectric hysteresis of the material resulted in butterfly loops" [4] for the induced piezoelectric strain. Measurements at different Bragg reflections revealed an anisotropic behavior with the largest piezoelectric coefficient along the [001] direction. Asymmetric "butterfly loops" found for one of the compositions of the thin films indicate the presence of a self-polarization within the thin film. These findings are supported by piezoelectric force measurements revealing an asymmetry of the hysteresis loops towards positive electric fields which are a clear signature of a macroscopic self-polarization effect in the studied PZT films.

[1] J.F. Scott and C.A. Araujo, *Science* 246, 1400 (1989).

[2] J.F. Scott, *Ferroelectric Memories* (Springer, Heidelberg, Germany, 2000).

[3] A. Davydok, T.W. Cornelius, C. Mocuta, E.C. Lima, E.B. Araújo, O. Thomas, *Thin Solid Films* (2016), doi:10.1016/j.tsf.2016.01.045

[4] M.C. Ehmke, J. Glaum, M. Hoffman, J.E. Blendell, K.J. Bowman, *J. Am. Ceram. Soc.* 96, 2913 (2013).

New tungstates phases for methane conversion

Damascena dos Passos, R.H. (a,b), Arab, M. (a), Pereira de Souza, C. (b) and C.Leroux, C. (a)

a) Université de Toulon, CNRS, IM2NP UMR 7334, 83957 La Garde, France

b) Universidade Federal do Rio Grande do Norte, L. Nova, 59072-970 Natal, Brazil

leroux@univ-tln.fr

Tungstates are known for their high chemical stability and catalytic properties of the cerium, therefore strontium-cerium tungstates, SrWO_4 , $\text{Ce}_2(\text{WO}_4)_3$ and $\text{SrxCey}(\text{WO}_4)_2$, are a good candidates for methane gas transformation into syngas ($\text{H}_2 + \text{CO}$) using partial oxidation process. For that, membrane reactor involves complex mechanism of ionic, electronic conduction and catalytic oxidation based on the charge carriers transfer.

The polycrystalline material has been synthesized using a specific modified EDTA-citrate complexing methodology. The obtained phase has been characterized by X-Ray Diffraction, Thermogravimetry and Differential Thermal Analyse, scanning and transmission electronic microscopy techniques, energy dispersive X-ray and surface area analyses. A Rietveld analysis of diffraction profiles has allowed determining the structural parameters of the as prepared material. The analysis showed that the tungstates have the desired structure, exhibit good crystallization, without formation of residual phases, for a calcination temperature in the range of 600 to 1000°C. The catalytic reactivity of the samples was analyzed using a reactor coupled to a combined system of Fourier Transform Infrared spectrometer and Mass Spectrometer apparatus. The measurements were performed under oxidizing (methane-air) and reducing (methane-argon gas flows), in the temperature range 500°C-1000°C. The catalytic activity was determined as a function of time, temperature and methane concentration. These materials have a good catalytic activity for the partial methane conversion.

The electrical conduction of compacted tungstates pellets has been determined from electrical impedance spectroscopy analyses between 300°C and 950°C. The measurement were performed using AC and DC mode polarization. They are conducted in the same temperature range explored in catalytic experiments under oxidizing and reducing atmosphere. Electrical measurements were interpreted using Nyquist representations as a function of temperature. The semicircles were described in terms of classical equivalent electrical circuits. The conduction behavior showed a semiconducting with electronic and ionic mix conductions. To evidence the oxygen role in the methane oxidation, the electrical conduction were performed under partial pressure of dioxygen. The catalytic activity of the samples was correlated to the enhanced mixed conduction observed above 450 °C.

Mixture of Nano-Crystalline Textured Phases: Challenge in Phase Ratio Determination

Case of Morphotropic $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ Films

VAXELAIRE N. (a,B), KOVACOVA V. (a,B), ISTIQOMAH KHAMIDY N. (a,B), GERGAUD P. (a,B)

(a) Université Grenoble Alpes, Grenoble, F-38000, France.

(b) CEA/LETI, MINATEC Campus, Grenoble, F-38054, France.

nicolas.vaxelaire@cea.fr

Very interesting physics appears sometime at the frontier of a phase diagram. The case of the most common piezoelectric material is relevant. Electro-mechanical coupling and other electrical properties are enhanced just at the frontier between rhombohedral and tetragonal phase in $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ diagram (e.g morphotropic phase) [1, 2] Working with such material leads to experimental difficulties in structural characterization. However a proper determination of phase ratio is the key point to understand and model electrical properties [3, 4]. Additional difficulties could occur when working with thin films (i.e. presence of texture) [5], or in case of specific experimental configuration like 2D transmission geometry [6].

To illustrate these different effects and evaluate uncertainties in refinement, we have simulated several "synthetic" diagrams. The most delicate effect is probably due to nano-diffraction domains which cause large peak broadening (see Fig. 1b). This work paves the way to quantitative analysis in complex sample.

Keywords : Rietveld, Texture, Thin Film, Morphotropic Phase

[1] B. Noheda et al, Phys. Rev. B 61, 8687-8695 (2000).

[2] N. Setter al, J. Appl. Phys. 100, 051606 (2006).

[2] M. Hinterstein, Physical Review Letters 107, 077602 (2011)

[3] V. Kovacova, N. Vaxelaire et al Phys. Rev. B 90, 140101 (2014).

[4] D. Chateigner, Combined Analysis, Wiley (2010).

[5] N. Vaxelaire et al, J. Appl. Cryst 47, 495-504 (2014).

Analyse structurale d'un nouveau composé organique a transfert de charges par diffraction des rayons X et calcul ab initio

R.I. BAHOUSSI, N. BENHALIMA, A. CHOUAIIH, F. HAMZAOUI

Laboratoire de Technologie et Propriétés des Solides (LTPS), Université de Mostaganem,
27000 Mostaganem, Algérie
bahoussi.rawia@yahoo.fr

Le présent travail est consacré à l'étude structurale d'un nouveau composé organique hétérocyclique à transfert de charges de la famille des quinoléines de formule chimique $C_{18}H_{20}O_3N_4S$. Les dérivées de quinoléine sont une classe très importante des hétérocycles contenant de l'azote, qui présentent un large éventail d'activités biologiques. [1-3] Cette étude a été réalisée, d'une part, en utilisant les données de diffraction des rayons X enregistrées à basse température (100K) et d'autre part les calculs théoriques ab initio pour établir la configuration, la stéréochimie et la conformation stable de la molécule. Le composé cristallise dans le groupe d'espace P21 du système monoclinique avec $Z = 2$, les paramètres de mailles sont : $a = 4.2184 (3) \text{ \AA}$, $b = 21.351 (2) \text{ \AA}$, $c = 10.2512 (9) \text{ \AA}$, $\beta = 99.721 (2)^\circ$, $V = 910.06 (13) \text{ \AA}^3$. Seules les réflexions avec $I > 2\sigma(I)$ ont été utilisées dans l'affinement de structure. Les calculs théoriques ont été effectués à l'aide du programme Gaussian version 2009. [2] La stabilité de la structure obtenue ainsi que le transfert de charges au sein de la molécule ont été confirmés par la détermination des énergies des niveaux HOMO et LUMO ainsi que l'énergie du gap théorique.

Références

- [1] Srikanth L, Raghunandan N, Srinivas P, Reddy GA (2010) Int J Pharm Bio Sci 1:120.
- [2] Mitscher LA (2005) Chem Rev 105:559-592.
- [3] Wang Z, Vince R (2008) Bioorg Med Chem Lett 18:1293-1296.
- [4] Frisch MJ, Trucks GW, Schlegel HB, et al. (2009) Gaussian 09 C.01.

Corrélations structures propriétés ONL de trois nouveaux composés semi-organiques

BENALI-CHERIF R. (a), TAKOUACHE T. (a), RBENDEIFE-E. (b), BENALI-CHERIF N. (a)

(a) Laboratoire des Structures, Propriétés et Interactions Inter Atomiques (LASPI2A). Algérie.

(b) Laboratoire de Cristallographie, Résonance Magnétique et Modélisations (CRM2, UMR CNRS 7036). France

rym_46@hotmail.com

L'étude des composés semi-organiques connaît un intérêt grandissant depuis quelques années. Outre leur intérêt fondamental pour la nature des liaisons intervenant entre les anions minéraux et les cations organiques, ces composés présentent également des propriétés physico-chimiques et optiques remarquables. Récemment, la variété des cristaux hybrides semi-organiques a été développée pour des applications ONL. La combinaison des composés organiques, plus particulièrement les acides aminés avec les acides minéraux, donne naissance à de nouveaux cristaux hybrides présentant de fortes propriétés ONL.

La mesure des susceptibilités électriques non linéaires du troisième ordre a été effectuée pour trois nouveaux composés semi-organiques à base des acides ortho, méta et para aminobenzoïque avec l'acide sélénieux (H_2SeO_3), par la technique de Génération du Troisième Harmonique (THG).

Les valeurs de la susceptibilité électrique non linéaire du troisième ordre des composés étudiés ont été calculées en utilisant le modèle théorique de Kubodera et Kobayashi. Ces valeurs sont plus fortes que celle de la silice (matériau de référence). La plus grande valeur est observée pour le composé ortho, $= 9,63 \times 10^{-21} \text{ m}^2/\text{V}^2$ en raison de l'augmentation de transfert de charge et au nombre important de liaison hydrogène qui augmente le moment dipolaire du composé.

L'activité optique non linéaire de troisième ordre est présente dans les trois composés. La décortication de tous les paramètres structuraux et les modes d'empilement nous ont permis de bâtir de solides hypothèses de corrélation entre la matière dans son intime structure atomique et la propriété mesurée.

Cette activité ONL est générée essentiellement par l'association de cations organiques aromatiques et d'anion minéraux. La différence dans les valeurs de la réponse optique peut être attribuée aux paramètres structuraux suivant: la symétrie cristalline, la structure et l'organisation moléculaire et à la contribution des interactions intra et intermoléculaires.

Diffraction des Rayons X sur poudres d'une Structure Zéolithique

C. BENDENIA¹, B. HADRI¹, S. BENDENIA²

Laboratoire d'Electromagnétisme et Optique guidée, université de Mostaganem.

bchahi@yahoo.com

Les procédés industriels utilisent des adsorbants zéolithiques de type X, Y ou A. ces zéolithes, après synthèse, contiennent du sodium, qui sera échangé par d'autres cations pour augmenter leur efficacité et leur sélectivité lors des procédés de séparation.

L'étude structurale de tels tamis moléculaires est réalisée par la méthode de diffraction des rayons X sur poudres. Cette technique d'analyse a connu un très grand essor après l'avènement de l'affinement de Rieveld.

L'affinement de structure par la méthode de Rieveld repose sur la comparaison entre les intensités et le profil du diffractogramme observé et ceux d'un diffractogramme calculé sur la base d'une hypothèse structurale. En chaque point du diagramme, l'intensité observée est considérée comme la somme des intensités de toutes les raies individuelles. Cela est particulièrement utile lorsque plusieurs réflexions se superposent.

A cette fin, notre présent travail est porté sur l'affinement de structure d'une zéolithe par la méthode de Rieveld en utilisant le logiciel X'Pert plus.

Pour cela le spectre de diffraction des rayons X enregistré pendant une durée de balayage de 4 heures a été en premier lieu traité et indexé. Les paramètres structuraux globaux ainsi que les positions atomiques et les paramètres thermiques ont été affinés.

Etude cristallographique des zéolithes échangées par $\text{Cr}^{3+}/\text{Ni}^{2+}$

S. BENDENIA¹, H. DIB¹, C. BENDENIA² ET A. KHELIFA¹

¹Laboratoire de Structure, Elaboration et Applications des Matériaux Moléculaires (S.E.A.2.M), Université de Mostaganem, B.P. 981, R.P., 27000, Mostaganem, Algérie
bendenias@yahoo.fr

Cette étude consiste à caractériser une série des solides zéolithiques échangées par des cations divalents et/ou trivalents par plusieurs taux d'échange. Les différents échantillons ont subi un contrôle aux rayons X, dans le domaine de 2θ variant de 5 à 40°, en utilisant le diffractomètre Phillips PW 1830, muni de la radiation $\text{CuK}\alpha$ de longueur d'onde $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$. L'étude quantitative a été réalisée par le logiciel X Pert plus passant par un fitting, une indéxation et au final une quantification. Les diffractogrammes obtenus montrent que les pics les plus intenses, caractéristiques de la zéolithe NaX, persistent après la réaction d'échange, pour l'ensemble des échantillons. Néanmoins, leur intensité a relativement diminué pour la majorité des échantillons. L'examen des diffractogrammes montre que certains pics de faible intensité, caractéristiques des zéolithes X, ont disparu après l'échange. Cette évolution pourrait s'expliquer par une distribution des cations Cr^{3+} et Ni^{2+} dans des sites ne correspondant pas forcément à ceux occupés par Na^+ . Afin de quantifier la diminution de l'intensité des pics, nous avons jugé utile de déterminer le pourcentage de cristallinité et de suivre son évolution au cours de l'échange ionique. Le pourcentage de cristallinité, c , est déterminé par le rapport: $c = \frac{H}{H_0}$ où H et H_0 sont respectivement les largeurs à mi-hauteur des pics caractéristiques de l'échantillon échangé et de la zéolithe NaX. Il semblerait ainsi que le pourcentage de cristallinité dépend non seulement du taux d'échange global mais aussi du nombre de cations Cr^{3+} introduits.



Contrôle des interactions cuprophiliques dans un cluster de cuivre mécanochromique luminescent.

BENITO Q.(a), BAPTISTE B. (b), POLIAN A. (b), DELBES L. (b), MARTINELLI L. (a), GACOIN T. (a), BOILOT J.P. (a), PERRUCHAS S. (a)

(a) Laboratoire de Physique de la Matière Condensée (PMC), CNRS - Ecole Polytechnique, 91128 Palaiseau Cedex, France.

(b) Institut de Minéralogie, de Physique des Matériaux et de Cosmochimie (IMPMC), UPMC Sorbonne Universités, CNRS UMR 7590, 75005 Paris, France.

benoit.baptiste@impmc.upmc.fr

Les matériaux mécanochromiques sont des systèmes qui ont la propriété de changer de couleur lorsqu'ils sont soumis à une contrainte (pression ou broyage par exemple). Le développement d'applications reposant sur ces propriétés mécanochromiques de matériaux luminescents (1) requiert nécessairement la connaissance précise des mécanismes responsables du changement de longueur d'onde d'émission lorsqu'une contrainte est exercée. Dans ce contexte, cette étude porte sur la caractérisation d'un système basé sur un complexe d'iodure de cuivre $[\text{Cu}_4\text{I}_4\text{L}_4]$ (L=ligand phosphine) (2) sous pression hydrostatique contrôlée, en cellule à enclumes de diamant. Des analyses par diffraction des rayons x in-situ sur monocristal couplées aux mesures d'émission sous pression nous ont permis de corréler les propriétés de luminescence avec la structure moléculaire du complexe. Plus particulièrement, nous démontrons ici que les interactions cuprophiliques sont à l'origine des propriétés de luminescence lorsqu'une pression est appliquée sur ce type de composé multi-coordonné.

(1) Y. Sagara and T. Kato, Mechanically induced luminescence changes in molecular assemblies", Nature Chemistry, 1, (2009), 605-610.

(2) S. Perruchas, X. F. Le Goff, S. Maron, I. Maurin, F. Guillen, A. Garcia, T. Gacoin and J-P. Boilot, "Mechanochromic and Thermochromic Luminescence of a Copper Iodide Cluster", J. Am. Chem. Soc., 132, (2010), 10967-10969.

Dipole moment determination and electron density study of (E)-3-(4-Fluorophenyl)-1-[4-(methylsulfanyl)phenyl]prop-2-en-1-one with high resolution single crystal X-ray diffraction

BOUKABCHA.N ,YAHIAOUI.S,MEGROUS.Y ,CHOUAIIH.A AND HAMZAOUI.F

Laboratory LTPS, Engineering Department, Faculty of Sciences and Technology,
University Abdelhamid Ibn Badis - Mostaganem, Algeria
n.boukabcha@gmail.com

This work is devoted to the electron density distribution study and dipolar moment determination from high resolution X-ray data using the Hansen and Coppens model incorporated in the MoPro package of (E)-3-(4-Fluorophenyl)-1-[4-(methylsulfanyl)phenyl]prop-2-en-1-one which crystallizes in the monoclinic system (P21/c) form, with four molecules in the unit cell. Deformation electron density maps and calculated atomic net charges demonstrate the characters of the donor-acceptor groups.

This study provides not only validation for experimentally derived parameters but also a good analysis of the charge density analysis of this molecule in monoclinic structure. The visualization of the electron density distribution of the molecule in the monoclinic structures will lead to some explanations about the existence of the polymorphism in C₁₆H₁₃FOS compound. Finally our results could be analyzed in more detail, if they were complemented by a quantum chemistry calculation (Gaussian 09).

Keywords: Charge density, molecular dipole moment, hydrogen bonds, MoPro program.

References

- [1]- N. Anuradha, A. Thiruvalluvar, M. Mahalingaand R. J. ButcherActa Cryst. (2008). E64, o2118-o2119
- [2]- Hansen, N. and Coppens, P. (1978). ActaCryst.A34, 909-921.



Theoretical investigation and experimental electrostatic Parameters determination of 4-Methyl-N-[(5- Nitrothiophen-2-ylmethylidene)] aniline Compound

N.BOUKABCHA , S.YAHIAOUI, Y.MEGROUSS, N.BENHALIMA , A. CHOUAIIH AND F.HAMZAOU

Laboratory LTPS, Department of Engineering, Faculty of Science and Technology,
University Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem Algeria
n.boukabcha@gmail.com

The crystal structures of 4-methyl-N-[(5- nitrothiophen-2-ylmethylidene)]aniline with have been solved by direct methods from X-ray diffraction data. The obtained structure is monoclinic, space group $P2_1/n$, with $a = 4.7606$ (4) Å, $b = 22.415$ (2) Å, $c = 10.7008$ (15) Å and $\beta = 92.566$ (13)°, $V = 1140.7$ (2) Å³, $Z = 4$, $R = 0.0034$ for 2693 observed reflections [1].

The molecular geometrical parameters, of the title compound have been calculated by using DFT/B₃LYP with 6-311G (d,) level. From results, experimental and theoretical structural properties are in good agreement. In the solid state molecular structures and packing are discussed.

We present the electron density analysis of organic compound chemical formula C₁₂H₁₀N₂O₂S. Indeed, determining the electrostatic properties of nonlinear optical organic compounds requires knowledge of the distribution of the electron density with high precision.

The electron density study is performed using the Mopro program [2] based on the multipolar model of Hansen & Coppens. Electron density analysis allows determination of the value and orientation of the dipole moment. The net atomic charges, electrostatic potential and molecular dipole moment have been determined in order to understand the nature of inter- and intramolecular charge transfer.

Keywords: electron density, dipole moment, electrostatic potential.

Bibliographic references:

- [1] Mingjian Cai,, Xiuge Wang and Tao Sun Acta Cryst. (2011). E67, o2218
- [2] Jelsch, C., Guillot B., Lagoutte, A. & Lecomte C. J. Applied Crystallography 38, 38-54 (2005). Advances in protein and small-molecules charge-density refinement methods using MoPro.

Theoretical and experimental electrostatic Parameters determination (E)-3-(4-Fluorophenyl)-1-[4-(methyl-sulfanyl)phenyl]prop-2-en-1-one Compound

N.BOUKABCHA, R.RAHMANI, Y.MEGROUSS, N.BENHALIMA, S.YAHIAOUI, A. CHOUAIIH AND F.HAMZAOU

Université de Mostaganem
boukabcha_nour@yahoo.fr

We present the electron density analysis of organic compound (E)-3-(4-Fluorophenyl)-1-[4-(methyl-sulfanyl)phenyl]prop-2-en-1-one with chemical formula $C_{16}H_{13}FOS$. Indeed, determining the electrostatic properties of nonlinear optical organic compounds requires knowledge of the distribution of the electron density with high precision. On the other hand, a structural analysis is performed. Two methods are used to obtain the structure, X-ray diffraction and theoretical calculation with density functional theory (DFT).

The electron density study is performed using the Mopro program 1503 based on the multipolar model of Hansen & Coppens. Electron density analysis allows determination of the value and orientation of the dipole moment. The net atomic charges, electrostatic potential and molecular dipole moment have been determined in order to understand the nature of inter- and intramolecular charge transfer. The study reveals the nature of intermolecular interactions including charge transfer and hydrogen bonds in the title compound.

Crystallographic data : monoclinic system - space group $P2_1/C$. Cell parameters: $a = 29.7846(9) \text{ \AA}$, $b = 5.7070(3) \text{ \AA}$, $c = 7.7071(4) \text{ \AA}$, $\beta = 90.781(3)^\circ$, $V = 1309.94(10) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $R = 0.024$ for 2944 observed reflections [2].

Static deformation density

Keywords: electron density, dipole moment, electrostatic potential.

Bibliographic references:

- [1] Jelsch, C., Guillot B., Lagoutte, A. & Lecomte C. J. Applied Crystallography 38, 38-54 (2005). Advances in protein and small-molecules charge-density refinement methods using MoPro.
- [2] N. Anuradha, A. Thiruvalluvar, M. Mahalingam and R. J. Butcher Acta Cryst. (2008). E64, 02218



Plasticité liée au couplage migration/cisaillement dans les joints de grain

NICOLAS COMBE, FRÉDÉRIC MOMPIOU, MARC LEGROS

CEMES-CNRS, Université de Toulouse

marc.legros@cemes.fr

Les métaux à grains nanocristallins (nc) (~ 100 nm) présentent une résistance à la déformation plastique largement supérieure au même matériau à taille de grains conventionnelle. Une des spécificités de ces nanocristaux est qu'ils ne contiennent pratiquement pas de dislocations. Plusieurs expériences ont montré que dans ces matériaux, les joints de grains eux-même participaient de façon prépondérante à la déformation plastique [1,2] par un mécanisme de couplage entre migration et contrainte de cisaillement.

Ce mécanisme de migration couplée au cisaillement est mal connu car peu de gens l'ont étudié, de façon expérimentale ou théorique. Nous avons pu montrer qu'il était basé sur le déplacement de défauts linéaires appelés disconnexions qui sont spécifiques aux joints de grains. Comme pour les dislocations dans les cristaux, les propriétés de ces disconnexions semblent guider le mécanisme de déformation par couplage. Pour arriver à cette conclusion, nous avons à la fois mené des expériences en MET in situ et des simulations en dynamique moléculaire à l'aide de la technique NEB (Nudge Elastic Band).

[1] F. Mompiou, M. Legros, D. Caillard, Pour La Science 370 (2008) 82.

[2] F. Mompiou, Bulletin de L'Union Des Physiciens 879 (2005) 125.

Etude quantitative par diffraction des rayons X de la cristallisation de nanocristaux de SnO₂ dans des verres élaborés par voie sol-gel.

COSTILLE B., DUMOULIN M., THUNE E., GUINEBRETIERE R.

ENSCI, Université de Limoges, SPCTS, UMR CNRS 7315, 12 rue Atlantis, 87068 Limoges Cedex

benjamin.costille@etu.unilim.fr

Nos travaux portent depuis plusieurs années sur la dispersion par le procédé sol-gel de nanocristaux d'oxyde d'étain dans une matrice de silice amorphe[1]. Chiodini et ses collègues ont montré qu'il est possible de contrôler la photoluminescence[2] de l'oxyde d'étain en modifiant la taille des nanocristaux au sein de la matrice. Le procédé sol-gel a été choisi car il permet d'obtenir un matériau amorphe homogène et pur, synthétisé à température ambiante, contrairement à un verre traditionnel obtenu par la fusion à haute température.

Des études de diffusion centrale réalisées sur la ligne BMO₂ à l'ESRF ont permis de suivre le processus de séparation de phase amorphe au sein du système SiO₂-SnO₂[3]. Le suivi de la cristallisation au cours de traitements thermiques basse température, que nous présentons ici, a été réalisé par diffraction des rayons X sur la ligne DIFFABS à SOLEIL et par observations en microscopie électronique en transmission.

Les diagrammes de diffraction montrent simultanément une diminution du fond diffus et de la largeur des pics de diffraction caractéristiques de l'oxyde d'étain. Nous avons modélisé les diagrammes de diffraction à l'aide du logiciel MAUD[4] et déterminé la taille des cristaux d'oxyde d'étain et le taux de cristallisation. Nous montrons que la diminution du fond de diffusion est due à l'appauvrissement de la matrice amorphe en étain et que le choix pertinent des températures du traitement thermique permet de favoriser la cristallisation et de minimiser la taille des cristaux.

[1] Y. C. Wu, W. Hamd, E. Thune, A. Boule, C. Rochas, et R. Guinebretière, J. Non-Cryst. Solids, vol. 355, no 16-17, p. 951-959, juin 2009.

[2] S. Brovelli, N. Chiodini, R. Lorenzi, A. Lauria, M. Romagnoli, et A. Paleari, Nat. Commun., vol. 3, p. 690, févr. 2012.

[3] M. Dumoulin, Thèse de l'Université de Limoges, 2013.

[4] L. Lutterotti, Nucl. Inst Methods Phys. Res., vol. B, no 268, p. 334-340, 2010.



Synthèse et étude structurale d'un nouveau composé organique hétérocyclique

DJAFRI A.(a,B), BOUKABCHA N.(b) , BENHALIMA N. (b), DJAFRI M.A. (c), CHOUAÏH A. (b)

(a)Laboratory of Technology and Properties of Solids, Abdelhamid Ibn Badis University, BP 227 Mostaganem 27000, Algeria

(b)Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-chimiques (CRAPC), BP 384-Bou-Ismaïl-RP 42004, Tipaza-Algeria.

(c)Laboratoire de Synthèse Organique Appliquée (LSOA), Département de Chimie, Faculté de Sciences, University of Oran Es-Se'nia, 31000 Oran, Algeria
djafahmed@yahoo.fr

Les composés hétérocycliques occupent une place importante dans la synthèse organique. Parmi cette classe de composés nous nous sommes intéressés aux thiazolidinones possédant un groupement méthylène actif et à leur condensation avec les aldéhydes aromatiques pour l'obtention des arylidènes iminothiazolidinones à forte délocalisation électronique. Ces derniers ont montrés une large gamme d'activité pharmaceutique (antivirales, antibactérien, antifongiques et anticancer) [1-2].

Ces dernières années, les thiazolidinones à effet push-pull ont été étudiées pour leurs propriétés optiques non-linéaires [3] et leurs applications dans les cellules photovoltaïques [4].

Dans ce travail, le composé $C_{24}H_{19}N_3O_5S$ a été synthétisé et caractérisé par IR, RMN (1H , ^{13}C). Ensuite, sa structure a été déterminée par diffraction des rayons X. Les résultats obtenus par diffraction X sont confrontés à ceux obtenus par modélisation moléculaire. Les calculs théoriques ont été effectués par les deux méthodes DFT et HF en utilisant deux différentes bases de calcul : 6-31G (d,p) et 6-311G (d,p). Enfin, une analyse structurale détaillée a permis d'obtenir les longueurs des liaisons, les angles de valence et les angles de torsion.

Mots clés : Arylidènes Iminothiazolidinones, DRX, HF, DFT/B3LYP, Structure.

Références bibliographiques :

- 1.Verma, A.; Saraf, S.K. 4-Thiazolidinone-A biologically active scaffold. Eur. J. Med. Chem. 2008, 43, 897-905.
- 2.Prabhakar,Y.S.; Solomon, V.R.; Gupta, M.K.; Katti, S.B. QSAR studies on thiazolidines: A biologically privileged scaffold. Top. Heterocycl. Chem. 2006, 4, 161-249.
- 3.Smokal, V.; Derkowska, B.; Czaplicki, R.; Krupka, O.; Kolendo, A.; Sahraoui, B. Nonlinear optical properties of thiazolidinone derivatives. Opt. Mater. 2009, 31, 554-557.
- 4.Yapi, A.S.; Toumi, L.; Lare, Y.; Soto, G.M.; Cattin, L.; Toubal, K.; Djafri, A.; Morsli, M.; Khelil, A.; Del Valle, M.A.; et al. On the influence of the exciton-blocking layer on the organic multilayer cells properties. Eur. Phys. J. Appl. Phys. 2010, 50, 30403:1-30403:8.

Synthesis, Characterization and X-ray diffraction investigation of transition mechanism in the organic-inorganic layered perovskite system

KAIBA A.(a), KHECHOUBI M.(b), GUIONNEAU P.(c)

(a) Prince Sattam bin Abdulaziz University, College of Sciences and Humanities, Physic Department, P.O. Box 83, Al-Kharj 11942, Saudi Arabia.

(b) Moulay Ismail University, Faculty of Sciences, Laboratory of Materials and Modification, Physics Department, B.P. 11201 Zitoune. 5000 Meknes, Morocco.

(c) Bordeaux University, UPR 9048, ICMCB-CNRS, 87 av. Dr. Schweitzer 33600 Pessac France
abkaiba@yahoo.fr

Hybrid organic - inorganic materials offer significant opportunities for combining attractive features of inorganic and inorganic systems within single material. In last few years, much attention has been devoted to the synthesis and characterization of this family, owing to the tenability of their structural features. Several papers have been published on chemical compounds of the general formula $(n\text{-C}_n\text{H}_{2n+1}\text{NH}_3)_2\text{MX}_4$ where M is divalent metal and X is halogen¹. Applications of the layered perovskite materials involve the development of functional electronic, magnetic, optoelectronic materials and recently the unprecedentedly rapid rise in energy conversion efficiency seen in photovoltaic devices based on based on $\text{PbI}_3\text{CH}_3\text{NH}_3$ 2.without forgotten their application in solar energy storage field. In the last context, the single crystal of $[\text{NH}_3\text{-(CH}_2)_3\text{-COOH}]_2\text{CdCl}_4$ has been synthesized and structurally investigated. This composite crystalizes the monoclinic P21 space group, with $a = 7.362(2) \text{ \AA}$, $b = 7.468(2) \text{ \AA}$, $c = 15.273(3) \text{ \AA}$, $\beta = 99.810(3)^\circ$, $Z=2$ and $V = 827.423(4) \text{ \AA}^3$ at 200 K. The unit cell parameters evolution in temperature showed a reversible phase transitions in the range (200-360 K). After the transition ($T \sim 354 \text{ K}$), there is phase change (monoclinic system, P21/a space group, with $a = 7.496(2) \text{ \AA}$, $b = 7.497(2) \text{ \AA}$, $c = 15.536(3) \text{ \AA}$, $\beta = 96.020(3)^\circ$, $Z=2$ and $V = 868.27(4) \text{ \AA}^3$ at 360 K).

Keywords: X-ray diffraction, crystal structure, phase transition, organic - inorganic perovskite

[1] Mitzi, D. B. Prog. Inorg. Chem. 1999, 48, 1-121.

[2] Perovskite cells charge forward. M. A. Green and T. Bein, Nat Mater 14 (2015) 559-561.



New Crystalline and Vitreous Compounds belonging to Na₂O-CaO/MnO-TiO₂-P₂O₅ system

LAMRHARI S.(a), EL KHALIDI Z.(a), EL JAZOULI A.(a), LEBRAUD E.(b), PECHEV S.(b), KRIMI S.(c), HADDAD M.(d), COUZI M.(e), LACHGAR A.(f)

(a) Faculté des Sciences Ben M'Sik, Université Hassan II, Casablanca, Maroc.

(b) CNRS, Université de Bordeaux, ICMCB, Pessac, France.

(c) Faculté des Sciences Ain Chock, Université Hassan II, Casablanca, Maroc.

(d) Faculté des Sciences, Université Moulay Ismaïl, Meknès, Maroc.

(e) CNRS, Université de Bordeaux, ISM, Talence, France.

(f) Wake Forest University, Winston-Salem, North Carolina, USA.

lamrharisamiha@gmail.com

Transition metal phosphates in both crystalline and vitreous forms are extensively studied for their potential application in heterogeneous catalysis, renewable energy, biomedical engineering, and environmental remediation. The study of Na₂O-CaO-TiO₂-P₂O₅ system showed that some compositions exist in both crystalline and glassy forms. The present work reports the synthesis and structural characterization of crystalline and vitreous compounds belonging to Na₂O(1-x)-CaOx-MnO-TiO₂-P₂O₅ system.

The glasses were synthesized by the melting-quenching process at 1000°C. The crystalline compositions were prepared either by solid-state method at 750°C or by crystallization of the corresponding glasses at 650°C. Density of glasses was determined by the Archimedes method. The molar volume was calculated from the molecular weight and density. The density of the glasses increases and their molar volume decreases as manganese replaces calcium and x increases, indicating reticulation of the glass network, due to higher electric field strength of Mn²⁺ compared to Ca²⁺. The glass transition, crystallisation and melting temperatures (T_g, T_c, T_m) were determined by DSC analysis. The values are around 480°C for T_g, 650°C for T_c and 800°C for T_m. Powder X-ray diffraction study shows that the crystalline compounds crystallize in R₃₂ space group. Their structure belongs to the Nasicon type. It consists of a three dimensional network of PO₄ tetrahedra and AO₆ [A = Ti, Ca] octahedra sharing corners. The Na⁺ ions occupy the interstitial sites labelled M(1) and M(2). Raman spectroscopy study shows that the glasses contain -Ti-O-Ti-O-Ti-chains, indicating that the [TiO₆] octahedra are linked to each-other through corners, unlike the crystalline phases where they are connected to each-other via PO₄ tetrahedra. Electron paramagnetic resonance study shows that Mn²⁺ ions occupy octahedral sites in both crystalline and vitreous compounds.

Précision des données de diffraction sur monocristal : une étude basée sur un diffractomètre équipé d'un détecteur pixel XPAD

CLAUDE LECOMTE, SLIMANE DAHAOUI, EMMANUEL WENGER, PAUL ALLE, DOMINIK SCHANIEL

CRM2 UNIVERSITE DE LORRAINE

claude.lecomte@univ-lorraine.fr

The new generation of X-ray detectors, the hybrid pixel area detectors or 'pixel detectors', are based on direct detection and single-photon counting processes. Large linearity range, high dynamic and extremely low noise leading to unprecedented high signal-to-noise ratio, fast readout time (high frame rates) and electronic shutter are among their intrinsic characteristics which render them very attractive. First used on synchrotron beam lines, we will show that these detectors are also promising at laboratory sources, in particular for pump-probe or quasi-static experiments [1] and accurate electron density measurements [2]. An original laboratory diffractometer made from a Nonius Mach3 goniometer equipped with an Incoatec Mo micro source and an XPAD pixel area detector has been developed at the CRM2 laboratory. Results of several tests will be presented

[1] Diffraction studies under in-situ electric field using a 2D hybrid pixel XPAD detector : P. Fertey, P. Allé, E. Wenger, B. Dinkespiler, S. Hustache, K. Medjoubi, F. Picca, C. Lecomte and C. Mazzoli, *Journal of Applied Crystallography*, 46, 1151-1161, 2013.

[2] XPAD X-ray hybrid pixel detector for charge density quality diffracted intensities on a laboratory equipment : E. Wenger, S. Dahaoui, P. Allé, P. Parois, C. Palin, C. Lecomte and D. Schaniel, *Acta Crystallographica B*, 70, 5, 783-791, 2014.

Keywords: Hybrid pixels detector, CCD X-ray detectors, CMOS X-ray detectors, charge density study, accurate X-ray diffraction data.



X-ray and DFT electrostatic parameters Determination of a coumarin derivative compound C₁₇H₁₃NO₃

MEGROUSS Y, CHOUAÏH A, BOUKABCHA N, HAMZAOUÏ F

Laboratoire de technologie et propriété du solide (L T P S) University of Mostaganem, 27000 Mostaganem, Algeria)
youmeg@hotmail.fr

During the last decade huge efforts have been focused in the development of new organic materials non-linear optical properties [1]. These materials are known for their remarkable NLO properties that can be several orders of magnitude than those of known mineral compounds. These compounds have applications especially in the field of telecommunications and the generation of second harmonics.

We present a comparative study based on the exploitation of high resolution X-ray diffraction experimental data on the one hand, [2] and theoretical ab initio calculations on the other. We performed a detailed structural and thermal analysis of the molecule and the calculation of the electrostatic properties of the molecular system such as the distribution of the charge density in the mean planes of the molecule [3] and the electrostatic potential around the molecule. The experimental results have been obtained through the MOPRO software [4] using the multipolar model Hansen-Coppens showing the distribution of the electron density in the form of spherical harmonics. Theoretical calculations were performed by the Gaussian 03 program using two methods of Hartree Fock and model of the DFT at the B3LYP / 6-31G.

The comparison of the results shows a good agreement between the experimental values thus testifying to the good quality of XRD data [5]. The study revealed the nature of the intramolecular charge transfer existing within this molecule. Les detailed results relating to the calculation of the electrostatic potential and the distribution of the charge density in the crystal will be presented at the meeting.

References

- [1] J. Zyss, Molecular Nonlinear Optics: Materials and Devices, Academic Press, New York, 1994.
- [2] K. Clays, B.J. Coe, Chem. Mater. 15, 642 (2003).
- [3] Hamzaoui, F.; Drissi, M.; Chouaïh, A.; Lagant, P.; Vergoten, G. Electron Charge Density Distribution from X-ray diffraction Study of the M-Nitrophenol compound in the monoclinic.
- [4] Jelsch, C., Guillot B., Lagoutte, A. & Lecomte C. J. Applied Crystallography 38, 38-54 (2005). Advances in protein and small-molecules charge-density refinement methods using MoPro.
- [5] Hamzaoui, F.; Drissi, M.; Chouaïh, A.; Lagant, P.; Vergoten, G. Electron Charge Density Distribution from X-ray diffraction Study. Int. J. Mol. Sci. 2006, 7, 103-115.

Electrostatic Properties Study Of Monomeric And Dimeric Of 2-Chloro-N-(2 Methylphenyl) Benzamide compound .

NAWEL K.(a), NADIA B.(b), ABDEKADER C.(c), FODIL H.(d)

(a);(b);(c);(d) Laboratoire de Technologie et Propriete des Solides -Faculte FST .Universite de Mostaganem.Algérie.
nawelkhelloul@yahoo.fr

The monomer and dimer structures of the title molecule have been obtained from density functional theory (DFT) B3LYP method with 6-31G (d,p) as basis set calculations. We present the electron density analysis of compound 2-Chloro-N-(2 Methylphenyl) Benzamide with chemical formula $C_{14}H_{12}ClNO$. The optimized geometrical parameters obtained by B3LYP/6-31G (d,p) method show good agreement with experimental X-ray data. The polarizability and first order hyperpolarizability of the title molecule were calculated and interpreted. The electron density study is performed using the Mopro program based on the multipolar model of Hansen & Coppens. Electron density analysis allows determination of the value and orientation of the dipole moment .

The intermolecular N-H...O hydrogen bonds are discussed in dimer structure of the molecule. The predicted frontier molecular orbital energies at B3LYP/6-31G(d,p) method set show that charge transfer occurs within the molecule. The frontier molecular orbital calculations clearly show the inverse relationship of HOMO-LUMO gap with the total static hyperpolarizability. The results also show that 2-Chloro-N-(2-methylphenyl) benzamide molecule may have nonlinear optical (NLO) comportment with non-zero values.

Keywords--electron density ,DFT, HOMO, LUMO, NLO



Formation of extended structural defects during the crystallization of monolike photovoltaic silicon

Vanessa A. Oliveira¹, Marina Rocha¹, Denis Camel¹, Maria Tsoutsouva², Thu Nhi Tran Thi², Tamzin Lafford², José Baruchel²

(1) CEA/LITEN, INES, F-73375 – Le Bourget-du-Lac (2) ESRF, F-38043 - Grenoble

The conversion efficiency of conventional multi-crystalline Si photovoltaic cells is currently limited by the recombination of photo-generated charge carriers in regions of high densities of dislocations present in the mc-Si wafers issued from large ingots directionally solidified in crucibles. For this reason, an improved process of so called “monolike” Si crystallization [1] is being developed industrially, where solidification is performed above a pavement of monocrystalline seeds. In the present work, the mechanisms of formation of extended structural defects during the monolike growth process are discussed on the basis of comparative experiments of crystallization and four-point bending tests at high temperature. A quantitative characterization of the defects is performed through Rocking Curve Imaging by synchrotron X-ray diffraction at ESRF [2], and their influence on final properties is determined by photoluminescence and charge carrier life time mapping. Stationary cellular structures of dislocations are found to be formed at high temperature during crystallization, with dislocations densities (10^3 to 10^4 cm⁻²) which depend on the level of thermomechanical stress but remain below the critical range above which they would cause a decrease of the charge carrier lifetime. On another hand, the mechanisms of formation of the locally observed and much more detrimental domains of sub-grain boundaries is analysed as a function of the crystallographic orientations of the pavement of seeds, i.e. the crystallization direction, and the interface plane and misorientation between neighboring seeds. Results are used to propose improvements of the monolike process parameters.

[1] A. Jouini, D. Ponthenier, H. Lignier, N. Enjalbert, B. Marie, B. Drevet, et al., Improved multicrystalline silicon ingot crystal quality through seed growth for high efficiency solar cells, *Progress PV Res. Appl.* (2012) 735–746.

[2] M.G. Tsoutsouva, V. A. Oliveira, J. Baruchel, D. Camel, B. Marie, T. a. Lafford, Characterization of defects in mono-like silicon for photovoltaic applications using X-ray Bragg diffraction imaging, *J. Appl. Crystallogr.* 48 (2015) 645–654.

Electron charge density distribution in lithium Niobate.

TABTI CHAREF, A. CHOUAIIH & F. HAMZAOU

Laboratory Itps University of Mostaganem, 27000 Mostaganem, Algeria

tabti_ltps@yahoo.fr

The deformation density and structural geometry for lithium niobate (LiNbO_3) at low and room temperature are derived from single crystal high resolution X-ray diffraction measurements. The geometry of LiNbO_3 and molecular packing arrangement are analyzed and compared with literature data. Data was collected at 120 K and 293 K for a spherical LiNbO_3 crystal using a CAD4 Enraf Nonius four-circle diffractometer equipped with a low temperature device using liquid nitrogen. The lithium niobate is an optical uniaxial crystal, ferroelectric compound known for its interesting properties in the non linear optical domain. The data processing was carried out using the formalism as described by Blessing. The structure refinement was carried out using the program XD. The reliability factors obtained at the end of the refinement are 4% for the room temperature and about 3% for the low temperature investigation.



Désordre et transition de phase dans un nouveau composé semi-organique : Anilinium hydrogène sélénite monohydrate.

TAKOUACHET R. (a), BENALI-CHERIF R. (a), BENDEIF E-E. (b), BENALI-CHERIF N. (a)

(a) Laboratoire des Structures, Propriétés et Interactions Inter Atomiques (LASPI2A). Algérie.

(b) Laboratoire de Cristallographie, Résonance Magnétique et Modélisations (CRM2, UMR CNRS 7036). France

takouachet1@hotmail.fr

Les désordres dynamiques ou statiques sont souvent liés aux phénomènes de transition de phase, et sont d'un intérêt croissant. Leurs quantifications et compréhensions par l'utilisation de la diffraction et de la spectroscopie permet d'étudier cette corrélation et expliquer ainsi la fréquence, la diversité, le caractère spectaculaire et l'intérêt des problèmes conceptuels qui s'y rattachent. Trois études cristallographiques, par diffraction des RX sur monocristaux du nouveau composé hybride à 295 K, 225 K et 100 K, nous ont permis d'observer l'existence d'un changement structural. Ce changement est caractérisé par un changement du groupe d'espace et de chiralité. Ce changement induit par la variation de la température permet de confirmer l'existence d'une transition de phase.

Afin de mieux comprendre les résultats de l'analyse structurale du nouveau composé semi-organique à cation désordonné et vérifier l'origine du désordre (statique ou dynamique), nous avons réalisé des mesures par l'analyse enthalpique différentielle (DSC), de la température ambiante à 120K en montant et en descendant en température. La vitesse de balayage utilisée est de 10 K/min et 5 K/min.

Les mesures calorimétrique montrent des anomalies autour de $T_1 = -20^\circ\text{C}$ et $T_2 = -70^\circ\text{C}$ en refroidissant, et autour de $T_3 = -45^\circ\text{C}$ et $T_4 = 0^\circ\text{C}$ en chauffant. Ces anomalies révèlent des transitions de phases avec des cycles d'hystérésis de $\sim 30^\circ\text{C}$.

Nous avons suivi ces transitions de phase par des mesures de diffraction de rayons X sur monocristal.

Millisecond time-resolved X-ray crystallography on photoactive proteins

AUMONIER S. (a), GOTTHARD G. (a), LEONARD G. (a), VON STETTEN D. (a), ROYANT R. (b)

(a) European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France

(b) Institut de Biologie Structurale, Grenoble, France

sylvain.aumonier@esrf.fr

Recent developments of structural biology beamlines at the ESRF should allow time-resolved X-ray macromolecular crystallography (TR-MX) experiments to be routinely performed on the millisecond time scale. Photoreceptor proteins implicated in light-regulated processes contain chromophores which, upon light absorption, trigger structural changes that eventually cause physiological response, such as phototropism for the phototropin 2 from *Arabidopsis thaliana*. We have focused on the LOV2 (type 2 Light, Oxygen, Voltage sensing) domain of phototropin 2, which binds a FMN (Flavin Mono Nucleotide) chromophore. Upon blue light excitation, a covalent adduct cysteinyl-FMN builds up and form the signaling state [1][2]. Using a combination of kHz X-ray data collection and in crystallo optical spectroscopy performed at room temperature, we plan to unveil the structural details of the protein rearrangements linked with the buildup of intermediate states. Eventually, our study should pave the way for millisecond room temperature monochromatic time-resolved X-ray crystallography experiment that, once established, will be available to the ESRF user community.

[1] Swartz, T. E. et al. J. Biol. Chem. 276, 36493-36500 (2001).

[2] Crosson, S. & Moffat, K. Plant Cell 14, 1067-1075 (2002).



Structure-based approach for enzyme engineering against organophosphorus chemicals

JACQUET P. (a), DAUDÉ D. (b), ELIAS M. (c), CHABRIÈRE E. (a)

(a) Aix Marseille Université, URMITE, UM63, CNRS 7278, IRD 198, INSERM 1095, Marseille, France.

(b) Gene&GreenTK, Faculté de Médecine, 27 boulevard Jean Moulin, Cedex 5, Marseille 13385, France.

(c) Department of Biochemistry, Molecular Biology and Biophysics & Biotechnology Institute, University of Minnesota, St. Paul, MN 55108, USA.

jacquet.pauline@gmail.com

Organophosphates (OPs) are neurotoxic compounds largely used as pesticides around the world. Over the years, utilization of OP lead to a considerable environmental contamination and responsible for 300,000 deaths in the world every year. OPs are also used as chemical warfare nerve agents (CWNAs) such as sarin or VX. Currently, no satisfying method for external decontamination are available, therefore bioremediation with enzyme seems to be an appealing method 1. Among OP degrading enzymes, mesophilic phosphotriesterases (PTEs) are the most active biocatalysts with catalytic efficiencies close to the theoretical diffusion limit. However these enzyme are poorly stable what hinder their potential for bioremediation. Hyperthermostable enzymes from extreme environments were thus considered. In particular, SsoPox isolated from the archaeon *Sulfolobus solfataricus*, displaying a lactonase activity and a promiscuous phosphotriesterase activity was deeply investigated 2. Conversely to PTEs, SsoPox is extremely robust ($T_m=106^{\circ}\text{C}$) but its activity for OP degradation is from far lower. A protein engineering strategy was started in order to reach a compromise between PTEs activity and SsoPox robustness. 3D structure of SsoPox was first determined and found to be closely related to PTE architecture, the main discrepancies consisting in the shortening of loop 7 and the rearrangement of loop 8 3. Using structural similarities, a mutational database listing potential beneficial substitutions was designed in order to transfer the active site of PTE into the hyperstable scaffold of SsoPox. These mutations lead to a higher flexibility of loop 7 and an increased promiscuous activity. Variants displaying up to 2000-fold increased against OPs and broadened spectrum of action while maintaining a tremendous stability were isolated. This enzyme is still under engineering to further increase its potential against both insecticides and CWNAs.

1. Jacquet, P. et al. Current and emerging strategies for organophosphate decontamination: special focus on hyperstable enzymes. *Environ. Sci. Pollut. Res.* (2016).

2. Del Vecchio, P. et al. Structural determinants of the high thermal stability of SsoPox from the hyperthermophilic archaeon *Sulfolobus solfataricus*. *Extrem. Life Extreme Cond.* 13, 461-470 (2009).

3. Hiblot, J., Gotthard, G., Elias, M. & Chabriere, E. Differential active site loop conformations mediate promiscuous activities in the lactonase SsoPox. *PLoS One* 8, e75272 (2013).

Caractérisation structurale du recrutement de la protéine d'échafaudage JIP1 par la Kinésine1

NGUYEN TQ. (a), CHENON M. (a), FERNANDEZ-VARELA P. (a), VELOURS C. (a), MAS P. (b), HART D. (b), LLINAS P. (a) AND MENETREY J. (a)

(a) Institut de Biologie Intégrative de la Cellule (I2BC), Département B3S - CNRS, bâtiment 34, 1 avenue de la Terrasse 91190 Gif-sur-Yvette, France.

(b) European Molecular Biology Laboratory (EMBL), High-Throughput Expression ESPRIT, 71 avenue des Martyrs, CS 90181, 38042 Grenoble Cedex 9 France
nguyen.quyen@i2bc.paris-saclay.fr

JIP1 (JNK-Interacting Protein 1) est une protéine d'échafaudage pour les MAP kinases, JNK et p38 ; elle régule ainsi des voies de signalisation essentielles pour différents processus cellulaires critiques tel que la prolifération, la différenciation et l'apoptose. JIP1 est une protéine cargo de la kinésine1 et est transportée, ainsi que ses MAP kinases associées, par ce moteur moléculaire à travers la cellule. JIP1 est aussi une protéine adaptatrice de la kinésine1 capable de lier cette dernière à certaines protéines, par exemple APP (Amyloid Protein Precursor), qui est impliquée dans la maladie d'Alzheimer. Le recrutement et le transport de JIP1 par la kinésine1 représentent donc un aspect essentiel de la fonction de JIP1. Comprendre comment cette dernière est recrutée et transportée par la kinésine1 est important pour décortiquer le rôle de cette protéine dans différents processus cellulaires liés à des pathologies humaines.

A ce jour, la caractérisation structurale du mode de recrutement de JIP1 par la kinésine1 a été peu décrite. Précédemment, leurs régions d'interaction respectives ont été délimitées à l'extrémité C-terminale de JIP1 et au domaine TPR de la chaîne légère (KLC) de la kinésine1. Ce projet a pour but de caractériser l'interaction entre JIP1-Cter et KLC en solution par des approches biophysiques (ITC, MST, UCA, SEC-MALS...) et de déterminer la structure 3D de ce complexe par cristallographie.

Une première approche visant à caractériser l'interaction entre le domaine TPR de KLC et des peptides de JIP1-Cter, nous a permis d'identifier la zone d'interaction minimale de KLC. Des essais de cristallisation d'un complexe entre KLC et ces peptides de JIP1 sont en cours. Une seconde approche consistant à utiliser des fragments solubles de la région C-terminale de JIP1 devrait nous permettre de mieux comprendre le mode d'assemblage de ce complexe et augmenter nos chances de le cristalliser. Ces fragments solubles ont pu être identifiés par une approche innovante de biologie moléculaire, ESPRIT (EMBL, Grenoble, D. Hart). La caractérisation structurale d'un premier fragment de JIP1-Cter a été menée et a permis d'identifier une région de dimérisation de JIP1 inattendue.



Structural and functional studies of nucleotide excision repair in the extreme-radiation resistant bacterium *D. radiodurans*

MEIKE STELTER, SALVATORE DE BONIS AND JOANNA TIMMINS

Viral Infection & Cancer Group, Institut de Biologie Structurale, CNRS/CEA/University Grenoble Alpes, 71, avenue des Martyrs, 38044 Grenoble, France
joanna.timmins@ibs.fr

Deinococcus radiodurans is a non-pathogenic bacterium displaying an extraordinary resistance to a wide-range of DNA-damaging agents, such as ionising radiation and desiccation. This phenotype has been proposed to result from an outstanding ability to repair its damaged DNA rather than from efficient protection of its genome. Most species can only tolerate a few DNA double-strand breaks (DSBs), while *D. radiodurans* can withstand and repair over 100 DSBs in its genomic DNA. A number of factors contribute to this robust DNA repair phenotype: high levels of anti-oxidant metabolites, a well-protected proteome, an efficient DNA repair machinery, a condensed genome and a high genome copy-number.

Here, we present our work on the structural and functional characterisation of DNA repair proteins involved in the nucleotide excision repair (NER) pathway in *D. radiodurans*. NER is a versatile pathway, capable of removing a very wide range of lesions including adducts caused by smoking or generated by chemotherapy and UV-induced lesions. The common feature of these DNA lesions is believed to be their ability to distort or destabilise the DNA duplex. NER is carried out by a set of highly conserved proteins: the UvrA, B, C and D proteins. We have determined the crystal structures of the UvrA2 protein, the UvrD helicase in complex with DNA and the C-terminal region of UvrC, and have performed a number of biochemical assays on these proteins. These data reveal that these proteins are highly dynamic (different crystal forms providing multiple snapshots) and shed light on the highly efficient repair mechanisms underlying *D. radiodurans*' ability to withstand extensive DNA damage.

Station de micromanipulation interactive couplée à un micro- faisceau de rayons X pour l'analyse d'objet individuel (sub)micronique

MARCHI F. (a), RENAHY D. (a), DOUILLET S. (b), MARADJ H. (b), FAUQUET C(b),
TONNEAU D. (b)

(a) Univ. Grenoble Alpes, Inst NEEL, F-38042 Grenoble, France

(b) CINaM, 13288, Marseille, France

florence.marchi@neel.cnrs.fr

Avec l'expansion des micro et nanotechnologies, il est devenu nécessaire de pouvoir effectuer des analyses structurale et/ou chimique non destructives à l'échelle submicronique sur des objets individuels. Pour y parvenir deux conditions sont requises: d'une part un faisceau d'analyse de taille et de puissance adaptée et d'autre part un outil de localisation et de maintien adapté aux dimensions des objets. Pour répondre à ce besoin, nous avons développé une station de micromanipulation interactive couplée à une plateforme d'analyse XRF utilisant un microfaisceau de rayons X obtenu à partir d'une source de laboratoire focalisée à travers des capillaires[1]: son diamètre au point focal est d'environ 44?m.

L'élément clé de la station de micromanipulation est un préhenseur mécanique commercial équipé d'un capteur de force intégré [2]: une micropince dont l'un des doigts assure l'ouverture et la fermeture de la pince tandis que l'autre équipée d'un capteur de force capacitif mesure en temps réel l'intensité de l'interaction pince-objet. La station de micromanipulation est pilotée par une interface évoluée qui permet en temps réel d'avoir un retour visuel, sonore et haptique des (inter)actions entre l'objet et le préhenseur. Cette interactivité facilite la procédure d'alignement et réduit les risques de détérioration de l'échantillon.

Un premier couplage entre ces deux stations a permis de déterminer la procédure pour saisir un fil de tungstène effilé (son diamètre variait de 20?m à quelques centaines de nanomètres), le placer dans le faisceau puis de positionner sa partie effilée de manière précise au point de focalisation du faisceau X. Grâce aux spectres XRF enregistrés à différents endroits de la partie effilée, la quantité de matière minimale pouvant être analysée a été déterminée : une sphère de 4?m de diamètre. Par extrapolation de ces résultats et en tenant compte de l'état de l'art des synchrotrons, le couplage de cette micropince interactive avec un microfaisceau synchrotron permettrait d'analyser des objets de taille submicronique.

Dans la perspective de caractériser les propriétés structurales d'objet (sub)micronique individuel, cette station de micromanipulation pourrait être couplée à un diffractomètre de rayon X et ainsi enregistrer des spectres sur un micro/nano-cristal tout en y appliquant une pression mécanique variable et contrôlée.

[1] Dehlinger et al (2013). Nanoscale Research Letters, 8:271

[2]FEMTO-Tools: <http://www.femtotools.com/>



Experiences with the EIGER X 9M detector on PROXIMA 2A at Synchrotron SOLEIL

SHEPARD W.(a)*, DAWEIC A.(a), FOX G.(a), SAVKO M.(a) & STURA E.(b)

(a) Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, BP 48GIF-sur-YVETTE, F-91192 France

(b) CEA, iBiTec-S, Service d'Ingénierie Moléculaire des Protéines, LTMB, Gif-sur-Yvette F-91191, France

william.shepard@synchrotron-soleil.fr

An EIGER X 9M area detector was recently installed and commissioned on the PROXIMA 2A beamline at Synchrotron SOLEIL. This photon counting detector has 75 μm -sized pixels and is capable of collecting at 238 frames per second in 9M mode and 750 frames per second in 4M mode. Coupled with a high precision goniometer and intense undulator radiation from a 3rd generation synchrotron, such new detector technology offers the possibility of ultra-fast data collections for macromolecular crystallography, where a complete X-ray diffraction data set can be collected down to the sub-second regime. Here we present the first results from the PROXIMA 2A user community and discuss the new opportunities for MX experiments in the future.

An insight in water decontamination by photocatalysis of ZnFe_2O_4 elaborated by sol-gel process

SAMIR BRICHE, YASSINE REDOUANY, YASSINE MOUHIB

Moroccan Foundation for Advanced Science, Innovation & Research.

s.briche@mascir.com

Les ferrites sont des matériaux à structure spinelle de groupe d'espace $Fd3m$ et de formule chimique MFe_2O_4 où M est un ion métallique divalent (Mn^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} ...etc.). Dans cet arrangement les anions oxygènes forment un réseau cubique à faces centrées définissant des sites interstitiels octaédriques et tétraédriques et selon la répartition des ions divalents et trivalents dans les deux sites, le ferrite peut être directe, inverse ou partiellement inverse. La formule générique est $(\text{M}_{1-?}\text{Fe}_?)\text{A}(\text{M}_?\text{Fe}_{2-?})\text{BO}_4$. Où $?$ représente le degré d'inversion.

Ces matériaux présentent des propriétés électriques, magnétiques très intéressantes, qui les rendent plus attractif dans divers domaines d'application tels que les fluides magnétiques, les absorbants magnétiques, la micro-électronique, la biotechnologie (hyperthermie, drug-Delivery). Récemment les ferrites font une percée dans les applications environnementales qui découlent de leurs propriétés photocatalytique et de détection de gaz.

Dans cette étude expérimentale, nous nous sommes intéressés à la caractérisation des poudres et des couches minces de ferrite de zinc (ZnFe_2O_4), obtenus par le procédé sol-gel pour les applications photocatalytiques. Dans un premier temps, nous allons présenter les résultats des caractérisations structurales et morphologiques réalisés sur les poudres et des couches minces calcinées à différentes températures. Les résultats de l'étude photocatalytiques réalisée sur un colorant industriel (l'orange G), seront également présentés.

Minéraux et transformations de phase des dépôts fumerolliens et spéléothèmes associés à la coulée de 2007 du Piton de la Fournaise, La Réunion

DEVOUARD B. (a,b), FINIZOLA A. (c), DEVIDAL J.-L. (b), BERTIL A. (d), VLASTELIC I. (b) GUIMBRETIÈRE G. (e)

(a) Aix-Marseille Université, CNRS, IRD, CEREGE UMR34, 13545 Aix en Provence

(b) Université Blaise Pascal, CNRS, IRD, LMV UMR 6524, 63000 Clermont-Ferrand

(c) Université de La Réunion, IPGP, Sorbonne Paris Cité, CNRS (UMR 7154), Saint Denis de la Réunion

(d) Saint-Benoît, La Réunion, France

(e) CNRS UPR3079 CEMHTI, Université d'Orléans

devouard@cerege.fr

Les systèmes fumerolliens et hydrothermaux associés aux éruptions volcaniques nous renseignent sur les perturbations de l'environnement liées au dégazage des éléments volatiles et aux modifications de chimie des eaux souterraines accompagnant les grandes éruptions volcaniques. De plus, les minéralisations fumerolliennes montrent souvent des phases encore non caractérisées ou inconnues à l'état naturel.

Nous avons étudié par une combinaison de DRX, EDS-MEB, EPMA et spectroscopie Raman les minéralisations associées aux systèmes fumerolliens en surface et aux circulations hydrothermales développées dans le tunnel de lave de l'importante coulée de 2007 du Piton de la Fournaise à la Réunion.

Les minéraux fumerolliens récoltés à la surface à des températures de 100-400 °C montrent des associations complexes de soufre natif, sulfates et fluorures associant gypse, thénardite, aphtitalite, ralstonite et leonardsenite ($\text{MgAlF}_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, seconde occurrence mondiale). Les dépôts de haute température montrent des spectres d'éléments en trace typiques des gaz volcaniques (avec des concentrations en Pb jusqu'à 800 ppm), alors que les minéralisations de plus basse température sont appauvries en éléments les plus volatiles ($\text{Pb} < 1\text{ppm}$), à l'exception de Pd et Tl (dans les fluorures) et Se (dans le soufre natif).

Les minéralisations développées à l'intérieur d'un tunnel de lave dans la coulée ont pu être suivies au cours du refroidissement par des prélèvements pendant plusieurs années au cours du refroidissement de la coulée. Parmi les phases de basse température, de spectaculaires spéléothèmes de mirabilite ont été observés. La mirabilite, instable, se transforme en thénardite par déshydratation. Des sulfates et vanadates de Cu sont également associés à des cristallisations de gypse. Des cristallisations dendritiques, formées à haute température ($> 120\text{ °C}$) ont pu être prélevées au fond du tunnel en 2012 et 2013. La caractérisation préliminaire de ces dendrites suggère une association de deux sulfates anhydres, Na_2SO_4 et NaKSO_4 , formées par une exsolution en deux étapes à partir d'une phase de haute température $(\text{Na,K})_2\text{SO}_4$. Raman et DRX suggèrent que phase Na_2SO_4 est un polymorphe de haute température de la thénardite, normalement instable à température ambiante, mais qui pourrait ici être stabilisée par la présence de K comme élément mineur.

Effets magnétoélastiques et ordre magnétique dans le ruthénate trois-couche $\text{Sr}_4\text{Ru}_3\text{O}_{10}$

CAPOGNA L. (a), GRANATA V. (b), FORTE. F (b), STUNAUULT A. (c), LEPETIT M.B. (d), CUOCO M. (b), VECCHIONE A. (b)

(a) CNR IOM OGG c/o ILL

(b) Università di Salerno, Italie

(c) Institut Laue Langevin

(d) CNRS

capogna@ill.fr

En utilisant la diffusion élastique des neutrons, nous avons étudié les propriétés structurales et magnétiques du ruthénate de strontium $\text{Sr}_4\text{Ru}_3\text{O}_{10}$. Ce composé appartient à la classe $\text{Sr}_{n+1}\text{Ru}_n\text{O}_{3n+1}$ qui est caractérisée par des blocs de n couches de RuO_6 octaèdres. Le nombre de couches n détermine les propriétés de ces matériaux car il module le poids relatif des différentes interactions qui jouent dans la physique du système. Sr_2RuO_4 ($n=1$) est un supraconducteur non conventionnel alors que SrRuO_3 (n infini) est ferromagnétique et $\text{Sr}_3\text{Ru}_2\text{O}_7$ ($n=2$) métamagnétique.

$\text{Sr}_4\text{Ru}_3\text{O}_{10}$ ($n=3$) se situe entre les systèmes $n=1$ et n infini car il est à la fois ferromagnétique suivant l'axe c et métamagnétique dans le plan ab .

Avec la diffraction de neutrons polarisés et non, nous avons résolu la structure magnétique en utilisant l'analyse de symétrie, et dévoilé la dépendance du magnétisme de la position des ions dans le bloc de couches.



Time-resolved Quick-X-ray Absorption Spectroscopy at SOLEIL: Applications in Heterogeneous Catalysis and Energy Storage Fields

VALÉRIE BRIOIS (a), LAURENT BARTHE (a) STÉPHANIE BELIN (a) CAMILLE LA FONTAINE (a)

(a) Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, BP48, 91192 Gif-sur-Yvette
briois@synchrotron-soleil.fr

With the development of third generation Synchrotron Radiation sources, like SOLEIL, new opportunities in the sub-second time-resolved materials characterisation have emerged, in particular with the so-called Quick-EXAFS technique. This technique is based on the sequential data acquisition, where a double crystal monochromator is continuously moved from high to low Bragg angles and the absorption spectrum is measured on fly. Two permanently installed Quick-EXAFS monochromators was designed at SOLEIL in the past years and successfully used at the SAMBA beamline (Spectroscopies Applied to Materials Based on Absorption) [1] before to be recently transferred at the ROCK beamline (Rocking Optics for Chemical Kinetics), a newly funded beamline by the French Agence Nationale de la Recherche in the framework of the national “Grand Emprunt”.

A wide range of sample environments are available on the ROCK beamline for the users. Noticeably, dedicated cells are ready to use for heterogeneous catalysis experiments [2] (together with gas delivery system and a mass spectrometer for activity measurement) and for electrochemical cycling of batteries [3]. The beamline will also offer to users the possibility to combine Quick-EXAFS measurements with complementary techniques, such as UV-vis. and/or Raman spectroscopies. In this poster, a description of the ROCK beamline will be given together with the dedicated sample environment available at the beamline for experiments in catalysis and energy storage fields.

[1] E. Fonda, A. Rochet, M. Ribbens, S. Belin, V. Briois J. Synchrotron Rad. 19 (2012) 417 – 424

[2] C. La Fontaine, L. Barthe, A. Rochet, V. Briois Catalysis Today, 205 (2013) 148–158

[3] J.B. Leriche, S. Hamelet, J. Shu, M. Morcrette, C. Masquelier, G. Ouvrard, M. Zerrouki, P. Soudan, S. Belin, E. Elkaïm, F. Baudelet J. Electrochem. Soc. 157 (2010) A606 - A610

In situ nano-mechanical tests in the light of synchrotron X-ray diffraction

CORNELIUS T.W. (a), REN Z. (a), DUPRAZ M. (b), BEUTIER G. (b), VERDIER M. (b), RABKIN E. (c), RICHTER G. (d), THOMAS O. (a)

(a) Aix-Marseille Université, CNRS, IM2NP UMR 7334, 13397 Marseille Cedex 20, France

(b) Grenoble Institute of Technology & CNRS, BP 75, 38402 Saint-Martin d'Hères Cedex, France

(c) Technion - Israel Institute of Technology Department of Materials Engineering, 32000 Haifa, Israel

(d) MPI for Intelligent Systems, Heisenbergstrasse 3, 70569 Stuttgart, Germany

thomas.cornelius@im2np.fr

In the recent past, low-dimensional materials attracted enormous attention due to the extraordinary properties compared to their bulk counterparts. For instance, micro- and nano-mechanical tests revealed an increasing yield strength with decreasing size of the structure reaching the ultimate limit of the material for nanowires. While bulk fcc metals fail at stresses of few MPa, ultra-high strengths were demonstrated for gold nanowires with an elastic limit of few GPa [1, 2]. Additionally, while semiconductors such as Si and InSb are brittle at room temperature and become ductile at elevated temperatures of few hundred degrees Celsius, pillars of sufficiently small diameters are ductile under ambient conditions [3].

To shed additional light on the mechanical behavior of low-dimensional materials, in situ experimental setups are being designed for imaging the deformation process as well as the nucleation and evolution of defects induced by the mechanical loading. So far, in situ mechanical tests coupled with diffraction techniques concentrated on micrometric samples [4, 5]. Recently, we have developed a scanning force microscope (SFINX) which may be installed at 3rd generation synchrotron beamlines for in situ nano-mechanical tests [6, 7, 8]. Here, we will present the coupling of atomic force microscopy with Bragg coherent X-ray diffraction imaging (BCDI) and μ Laue diffraction for in situ nano-indentation on Au nano-crystals and in situ three-points bending tests on self-suspended Au nanowires, respectively [7, 8]. These in situ experiments enabled us for the first time to image by BCDI a prismatic loop in a Au crystal which had been induced by nano-indentation. Moreover, the in situ coupling with μ Laue diffraction allowed for measuring the complete profile of a mechanically loaded nanowire giving access to the elastic as well as the plastic deformation of the nanostructure.

This work was funded by the French National Research Agency through project ANR-11-BS10-01401 MecaniX.

[1] B. Wu et al., *Nature Materials* 4 (2005) 525

[2] G. Richter et al., *Nano Lett.* 9 (2009) 3048

[3] F. Östlund, et al., *Adv. Funct. Mat.* 19 (2009) 2439

[4] C. Kirchlechner et al., *Acta Materialia* 60 (2012) 1252

[5] R. Maaß et al., *Mater. Sci. Eng. A* 524 (2009) 40

[6] Z. Ren et al., *J. Synchrotron Radiat.* 21 (2014) 1128

[7] C. Leclerc et al., *J. Appl. Cryst.* 48, 291 (2015)

[8] M. Dupraz, PhD thesis, Université Grenoble Alpes, Grenoble, France (2015)



Nanoparticules de ferrites : relation morphologie - réactivité

FERNANDES DE MEDEIROS I. A. , LOPES MORIYAMA A.L. (a,b), MADIGOU V. (a), GIORGIO S. (c), PEREIRA DE SOUZA C.(b), LEROUX CH.(a)

(a) Université de Toulon, CNRS, IM2NP, UMR 7334, Bât.R, BP 20132, F- 83957 La Garde Cedex, France

(b) Universidade Federal do Rio Grande do Norte, , Campus Universidado, L. Nova, 59072-970 Natal, Brazil

(c) Aix-Marseille Université, CNRS, CINaM UMR 7325, 13288 Marseille, France

leroux@univ-tln.fr

Les caractéristiques de détection d'un matériau sensible dépendent de nombreux paramètres comme le rapport surface/volume, la porosité, et les faces cristallographiques exposées au gaz. Il devrait être possible d'adapter la sensibilité voire la sélectivité des nanomatériaux en contrôlant leur taille, leur morphologie, et leur structuration. Dans le cas de nanomatériaux à morphologie spécifique, comme des cubes, octaèdres, fils, il est possible de privilégier certaines faces cristallographiques, qui ne présentent pas les mêmes propriétés catalytiques vis-à-vis d'un gaz. L'objectif de ce travail est de disposer de différentes morphologies d'un même oxyde afin d'en étudier l'influence sur les propriétés catalytiques et donc sur les propriétés de détection. Des nanooctaèdres d'une vingtaine de nanomètres ont été obtenus par synthèse hydrothermale. La morphologie des nanoparticules ainsi que les plans cristallins exposés ont été caractérisés par des séries de tilt en HREM. L'évolution de la morphologie des particules sous gaz a été étudiée au microscope environnemental 300 kV JEOL. Des nano-octaèdres de CoFe_2O_4 ont été soumis à des cycles d'oxydo réduction sous $\text{H}_2\text{-O}_2$ à une pression de 1 mbar. Les faces $\{111\}$ qui limitent les nano octaèdres ont tendance à se micro-facetter en présence de O_2 pour donner des faces d'indices plus élevés. Ce phénomène est précédé d'une extension des faces $\{100\}$ accentuant la troncature des octaèdres. Une morphologie cubique, avec des faces $\{100\}$ exposées est en cours d'élaboration.

Diffraction X polyvalente à l'ICMCB: poudres, monocristaux, couches minces, textures, in-operando et in-situ.

LEBRAUD E.(a), PECHEV S.(a), GUIONNEAU P. (a)

(a) CNRS, Université de Bordeaux, ICMCB, UPR9048, 87, Avenue du Docteur Schweitzer, F-33600 Pessac, France
lebraud@icmcb-bordeaux.cnrs.fr

L'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB) focalise ses recherches sur la Chimie du Solide, la Science des Matériaux et les Sciences Moléculaires: concevoir, préparer, mettre en forme et caractériser les matériaux pour découvrir, maîtriser et optimiser des fonctions spécifiques. A ce titre, la diffraction des rayons X joue un rôle privilégié dans la démarche des chercheurs: de la simple identification de phase à la détermination de structures cristallines nouvelles et complexes en passant par des investigations cristallographiques poussées autour des transitions de phase et des relations structure-propriétés.

L'ICMCB réalise des recherches fondamentales sur des matériaux modèles susceptibles d'avoir des applications dans quatre domaines : l'énergie, les matériaux fonctionnels et multifonctionnels, les nanomatériaux ainsi que l'environnement et le développement durable. Outre divers niveaux de résolution, la diffraction X proposée au sein de notre institut doit donc pouvoir atteindre les problématiques liées aux changements structuraux en cours de processus - dits in operando -, en conditions thermodynamiques variables - dites in situ - et doit s'adresser aux échantillons sous divers aspects - poudres, monocristaux -, différentes tailles - du macrocristal au nanocristal- et mises en formes - capillaires, couches minces, matériaux texturés.

De plus, compte tenu des thématiques développées, l'instrumentation répond aux spécificités d'une large gamme de matériaux : minéraux, inorganiques, organométalliques et organiques y compris les matériaux incommensurables et modulés.

Le centre de diffraction X de l'ICMCB répond à ce cahier des charges exigeant en s'appuyant sur un parc de douze diffractomètres dont huit dédiés aux mesures sur poudre, deux aux monocristaux milli- et micrométriques, un aux monocristaux macroscopiques et un pour la caractérisation des couches minces et des textures.

Ce parc est modulé par une large palette de préparations d'échantillons (petites quantités, hygroscopiques ...), une gamme étendue de températures accessibles (6K - 1800K), le développement en cours des mesures sous pression (DAC) et sous atmosphère confinée. Dans ce cadre, toute demande de montage d'expérience spécifique est examinée.



In situ and operando XAS studies of bimetallic Ni-Cu catalysts derived from hydrotalcite-like precursors

PASSOS A.R. (a), PULCINELLI S.P., (b), SANTILLI C.V. (b), BRIOIS V. (a)

(a) Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, BP48, Saint Aubin, 91192 Gif-sur Yvette, France

(b) Instituto de Química, UNESP - Univ Estadual Paulista, Rua Professor Francisco Degni, 55, 14800-900 Araraquara, SP, Brazil

aline.ribeiro-passos@synchrotron-soleil.fr

The environmental pollution problems associated with the use of fossil fuels have generated interest in processes based on the use of clean energy. Hydrogen is considered as a promising source of clean energy, especially when it is produced from renewable sources such as ethanol.¹ Ni catalyst is very active on the production of hydrogen from ethanol steam reforming (ESR). However Ni catalysts suffer deactivation due to the coke deposition. To minimize these problems other metals may be added as Cu for producing bimetallic Ni-Cu catalysts. These bimetallic catalysts have high stability in the ESR when they are in the form of nanoparticles.² Nanoparticles with high dispersion and large specific surface area bimetallic catalysts can be obtained by the decomposition of layered double hydroxides (LDH). Ni-Cu LDH-type compounds with hierarchical pore structure were produced by the sol-gel method followed by phase separation. The synthesis was performed starting from metal chlorides aqueous/ethanolic solution with poly(ethylene oxide) incorporated as phase separation inducer. Phase separation occurs between the gel phase and the solvent phase which results in the formation of macro and mesoporous LDH. During the thermal decomposition Ni and Cu oxide nanoparticles supported on alumina were obtained. The catalysts were characterized in situ and operando under realistic activation and reaction conditions by the combination of Quick-XAS (X-ray Absorption Spectroscopy) for monitoring the change of the local order simultaneously at the Ni and Cu K-edges and Raman spectroscopy for monitoring carbon deposition on the ROCK beamline at SOLEIL. Additionally, the reaction products were monitored by Mass spectroscopy. The addition of Cu to Ni catalysts leads to the increase of surface Ni species and the enhancement of Ni reducibility. Catalytic performance in ESR was enhanced in the catalysts, particularly in the bimetallic NiCu catalyst which showed the highest selectivity for hydrogen production.

1. Mattos, L. V.; Jacobs, G.; Davis, B. H.; Noronha, F. B., Chemical Reviews 2012, 112, (7), 4094-4123.

2. Yu, X.-P.; Chu, W.; Wang, N.; Ma, F., Catalysis Letters 2011, 141, (8), 1228-1236.

Operando XAS/Raman investigation of the regeneration of cobalt catalyst during ethanol steam reforming reaction

PASSOS A.R. (a), PULCINELLI S.P. (b), SANTILLI C.V. (b), BRIOIS V. (a)

(a) Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, BP48, Saint Aubin, 91192 Gif-sur Yvette, France

(b) Instituto de Química, UNESP - Univ Estadual Paulista, Rua Professor Francisco Degni, 55, 14800-900 Araraquara, SP, Brazil

aline.ribeiro-passos@synchrotron-soleil.fr

Cobalt-based catalysts have been reported to have good Ethanol Steam Reforming (ESR) performance due to their high activity for the cleavage of C-H and C-C bonds. ¹ For ESR catalysts the main deactivation mechanism mentioned in literature is attributed to the formation of inert carbon phases which can block the cobalt active sites. ² In the general effort of development of stable catalysts for ESR, new strategies are emerging. For instance to avoid carbon deposition during the ESR reaction, the addition of oxygen pulse to the feed since oxygen enhances the gasification rate of the carbon deposits. Cobalt catalysts supported in alumina were prepared by incipient wetness impregnation to get 10 % w/w of cobalt and tested in the reaction at 450 °C. The catalysts were characterized in situ and operando under realistic activation and reaction conditions by the combination of Quick-XAS (X-ray Absorption Spectroscopy) for monitoring the change of the local order around Co and Raman spectroscopy for monitoring carbon deposition on the ROCK beamline at SOLEIL. Additionally, the reaction products were monitored by Mass spectroscopy. The coupling XAS and Raman spectroscopy was essential to correlate the carbon deposition and the cobalt speciation obtained by XAS. Alternating the oxygen pulses promote controlled reoxidation of metallic cobalt to maintain the Co²⁺/Co⁰ ratio constant during the reaction and to promote carbon oxidation. This study of the deactivation/regeneration of catalysts found that an oxidizing treatment recovered the performance of deactivated catalyst. As an important conclusion of the work reported herein, we have evidenced that the cobalt oxide (CoO) plays a key role in the stability over time of the catalyst through oxidation of adsorbed and reactive carbon atoms. Then the control of the Co²⁺/Co⁰ ratio appears to be one of the key issues in the design of efficient cobalt alumina-supported ethanol steam reforming catalysts.

1. Avila-Neto, C. N.; Liberatori, J. W. C.; da Silva, A. M.; Zanchet, D.; Hori, C. E.; Noronha, F. B.; Bueno, J. M. C., *Journal of Catalysis* 2012, 287, 124-137.

2. Mattos, L. V.; Jacobs, G.; Davis, B. H.; Noronha, F. B., *Chemical Reviews* 2012, 112 (7), 4094-4123.



Development of bi-promoted (CoNiMoS) hydrotreating catalysts : An in-situ XAS experiment of the active phase formation.

PLAIS L. (a,B), LANCELOT C. (a), LAMONIER C. (a), BRIOIS V. (b)

(a)Unité de Catalyse et Chimie du Solide, Université de Lille 1, 59650 Villeneuve d'Ascq

(b)Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, 91190 Saint-Aubin

lucie.plais@synchrotron-soleil.fr

The role of the hydrotreating catalyst is to enhance the removal of sulfur and nitrogen in heavy petroleum feedstock. Catalysts for hydrodesulfurization (HDS) processes can be described as supported MoS₂ slabs decorated at the corners and edges by cobalt or nickel atoms, the active phase being “CoMoS” or “NiMoS”, typically supported on the γ -alumina. Catalysts based on heteropolyanions (HPA) have been used to introduce in the same molecular entity promoter (Co or Ni) and molybdenum at the oxidic level and have shown a better hydrodesulfurization activity compared to catalysts prepared using co-impregnation of ammonium heptamolybdate and cobalt(II) nitrate.¹

This study focuses on obtaining bi-promoted hydrotreating catalysts with cobalt and nickel, such bi-promoted catalysts being difficult to obtain with classical precursors because of the low promotion of the active phase formed after sulfidation. As efficient bi-promoted catalysts appeared difficult to obtain,² our approach consists in preparing catalysts using nickel and/or cobalt salts of Anderson HPA. After drying, ex situ Raman spectroscopy and EXAFS results indicate that the HPA structure is preserved on γ -alumina. Indeed, polyoxomolybdate architecture is kept with slight modifications of promoter local order.

In situ sulfidation followed by time resolved X-ray absorption spectroscopy (Quick-XAS) has been done at the new ROCK beamline at SOLEIL synchrotron allowing to study in a same experiment Ni, Co and Mo local orders.³ The sulfidation was carried out on ex-situ dried samples, in-situ dried samples and calcined samples. Chemometric method based on multivariate curve regression with alternative least squares (MCR-ALS)^{4,5} has been used to highlight the reaction intermediates during the genesis of the active phase when two promoters are simultaneously present in the sample and emphasize different sulfidation kinetics according to the pre-treatment of oxidic precursors.

1. J. Mazurelle, C. Lamonier, C. Lancelot, E. Payen, C. Pichon and D. Guillaume, *Catalysis Today*, 130, 41-49 (2008).
2. T.K.T. Ninh, D. Laurenti, E. Leclercq, and M. Vrinat, *Applied Catalysis A : General*, 487, 210-218 (2014).
3. C. La Fontaine, L. Barthe, A. Rochet, V. Briois, *Catalysis Today*, 205, 148-158 (2013).
4. R. Tauler, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 30, 133-146 (1995).
5. C. Ruckebush, L. Blanchet, *Analytica Acta*, 765, 28-36 (2013).

Operando Multi-Grain Diffraction in Ferroelectric Thin Film

VAXELAIRE N. (a,B), GUEYE I. (a,B), LEAKE S.(c), LE RHUN G. (a,B), DEFAY E. (d), GERGAUD P. (a,B)

(a) Université Grenoble Alpes, Grenoble, F-38000, France.

(b) CEA/LETI, MINATEC Campus, Grenoble, F-38054, France.

(c) European Synchrotron Radiation Facility, F-38043 Grenoble, France.

(d) Luxembourg Institute of Science and Technology (LIST) - Materials Research and Technology Department, 41 rue du Brill, L 4422 Belvaux, Luxembourg

nicolas.vaxelaire@cea.fr

The physics of domain (elastic and ferroelectric switching, wall motion, phase boundary motion...) plays the major role in the electro-mechanical coupling in ferroelectrics. For example $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ (PZT) films are used in many low voltage-MEMS applications, integrated in inkjet printheads, adaptive optics or haptic screens. Improving their piezoelectric properties (i.e. d_{33} and d_{31} coefficients) remains highly desirable. To reach this goal, local scale studies must be conducted in order to address complex interactions between stress and domain switching, to address effect of texture... A strong local heterogeneities due to the residual stress and grain orientation is expected in polycrystalline films affecting the overall electrical response.

We recently have developed advanced synchrotron knowhow to characterize functional thin films during electrical cycling [1, 2]. Using "coherent high resolution pole figure" technique [3], we was able to probe several tens of single grain (002/200 Bragg peak) during electrical loops (see Fig.1). A variety of behaviors between grains has been observed (missing intensity, phase change, a-to-c switching...). We believe this approach will provide new findings to elucidate complex domain behaviors in ferroelectric polycrystals.

Keyword

Synchrotron, Nano-beam diffraction, Ferroelectric, Thin Film, In-situ/Operando

[1] N. Vaxelaire, P. Gergaud, G. Vaughan, J. Appl. Cryst 47, 495-504 (2014).

[2] V. Kovacova, N. Vaxelaire et al Phys. Rev. B 90, 140101 (2014).

[3] Vaxelaire, PhD Dissertation, Aix-Marseille University (2011).



Mise en évidence et caractérisation structurale de nouveaux polymorphes de la N-méthylurée

BAAKLINI G. (a), GBABODE G. (a), NEGRIER P. (b), MONDIEIG D. (b), COQUEREL G. (a)

(a) Normandie Université, Laboratoire SMS- EA3233, Université de Rouen, F-76821, Mont Saint Aignan, France

(b) Université Bordeaux, LOMA, UMR 5798, 351 Cours de la Libération, F-33400 Talence, France

gabin.gbabode@univ-rouen.fr

La N-méthylurée (NMU), de formule $C_2H_6N_2O_2$, est une petite molécule organique principalement utilisée pour ses propriétés d'optique non linéaire [1]. Notre intérêt s'est porté sur cette molécule au sein de notre laboratoire car elle a la particularité d'être non chirale mais pourtant de cristalliser dans un groupe d'espace chiral [2] ($P2_12_12_1$, nommée par la suite forme I). Aucune autre forme cristalline de la NMU n'a été reportée dans la littérature depuis la première résolution structurale de la forme I en 1933 [3].

Dans ce travail, nous mettons en évidence l'existence de deux nouvelles formes polymorphiques de la NMU, lorsque le composé est cristallisé par trempe depuis la phase liquide, nommées forme II (obtenue après trempe à -50°C) et forme III (obtenue après trempe à -173°C). Nous avons pu prouver par DSC et mesures de diffraction des rayons X résolues en température que les formes II et III sont reliées entre elles par une relation énantiotrope (donc caractérisée par une transition de phase endothermique entre les deux formes), alors que celles-ci sont liées par une relation monotrope avec la forme I, la forme stable. Les structures cristallines des formes II et III ont été résolues à partir de diagrammes de diffraction X de poudre mesurées à -50°C (forme II) et -173°C (forme III). Les deux formes cristallisent dans le groupe d'espace $P2_1/c$ et présentent un empilement similaire des molécules de NMU liées entre elles par des liaisons hydrogène entre les groupes C=O et N-H.

Dans cette contribution, nous présenterons et analyserons en détail les structures cristallines des deux nouvelles formes de la NMU que nous comparerons à celle de la forme stable. Nous montrerons que l'arrangement structural au sein des trois formes de la NMU est construit à partir des mêmes synthons et que les différences entre les trois structures résident dans des détails structuraux subtils. Finalement, l'analyse des trois structures cristallines nous permettra de proposer une interprétation plus fine du comportement polymorphique de la NMU.

Références

- [1]. Shepherd, E. E. A., Sherwood, J. N., Simpson, G. S., J. Cryst. Growth, 1996, 167, 709-715.
- [2]. Huiszoon, C., Tiemessen, G. W. M., Acta Crystallogr. 1976, B32, 1604-1606.
- [3]. Corey, R. B., Wyckoff, R. W., Zeitschrift für Kristallographie, 1933, 85, 132-142.

The moment dipolar and the transfert of charge in the molecular organic

H. BENAÏSSI, S. YAHYAOUI, A. CHOUAÏH, F. HAMZOUÏ

laboratoire LTPS université de Mostaganem Algérie

benaisihafida86@yahoo.fr

In this work, we are interested in determining the structure by molecular modeling and the experimental and theoretical study of the distribution of the electron density of $C_{21}H_{13}N_3O_2$ compound (compound NLO properties). We will also use the Hansen-Coppens model (1978) for the evaluation of the physical quantities of the molecule ie the atomic net charges and molecular dipole moment to highlight the charge transfer in the molecule.

Theoretical calculations were performed using the Hartree-Fock (HF) and Density Functional Theory (DFT/B3LYP) with the calculation basis 6-31G(d). We conclude this work by comparing the results of the theoretical calculation and those experimentally obtained by DRX.

Keywords: electron density, electrostatic potential, charge density.



Crystal structures of iron-based molecules: from simplicity to complexity

CHAMOREAU L.-M. (a), DE S.(a), MONDAL A. (a), JIMÉNEZ J.-R.(a) DURDEVIC S. (a), FERTEY P. (b), JULVE M. (c), JOURNAUX Y. (a), LISNARD L. (a), LESCOUËZEC R. (a)

(a) Institut Parisien de Chimie Moléculaire, UPMC CNRS UMR 8232, 4 place Jussieu, 75005 Paris, France

(b) Synchrotron SOLEIL, F-91192 Gif Sur Yvette, France

(c) Instituto de Ciencia Molecular (ICMol), Facultat de Química, Universitat de Valencia, C/Catedrático Jose Beltrán 2, 46100 Burjassot, Valencia, Spain.

lise-marie.chamoreau@upmc.fr

In the field of molecular magnetism, the synthesis of new compounds with original properties, such as bistability, is an important aim for chemists. Crystal structure determination is a crucial step in the process both to fully characterize the obtained compounds but also to rationalize the physical properties and the synthetic strategies. We will present the structural investigations for a family of iron-based molecular materials. Building blocks containing iron were reacted with different metallic ions ($M = \text{Co}, \text{Fe}$) and co-ligands, leading to a large variety of architectures, from the most simple mononuclear $[\text{Fe}(\text{bik})_2(\text{NCS})_2]$ complex to a nanoscopic $\{\text{Fe}_{60}\}$ coordination cluster, including $\{\text{Fe}_2\text{M}_2\}[1]$ squares and $\{\text{Fe}_x\text{Co}_y\}$ cages [2]. A systematic study of the metal-ligand distances and angles gives key information for the determination of the oxidation state or the spin state of the ions. When magnetic measurements show switchable properties, variable temperature SC-XRD experiments represents a precious tool to characterize the structural modifications associated with the spin crossover or the electron transfer phenomena.

[1] S. De, J.-R. Jiménez, Y. Li, L.-M. Chamoreau, A. Flambard, Y. Journaux, A. Bousseksou, et R. Lescouëzec, *RSC Adv.*, 2016, 6, 17456-17459.

[2] A. Mondal, S. Durdevic, L.-M. Chamoreau, Y. Journaux, M. Julve, L. Lisnard, et R. Lescouëzec, *Chem. Commun.*, 2013, 49, 1181-1183.

Emission de fluorescence de colorants organiques dans le proche infrarouge à l'état solide

ANTHONY D'ALÉO,¹ ELENA ZABOROVA,¹ VASILE HERESANU,¹ MICHEL GIORGI,² FRÉDÉRIC FAGES¹

¹ CINaM, Aix Marseille Université, CNRS, UMR 7325, Campus de Luminy, Case 913, 13288 Marseille cedex 9

² Spectropole, Fédération Chimie Marseille, Aix Marseille Université, CNRS, Campus Scientifique de Saint Jérôme - 13397 Marseille cedex 20

frederic.fages@univ-amu.fr

Le développement de nouveaux colorants et semi-conducteurs organiques fluorescents à l'état solide est essentiel pour les technologies de l'optoélectronique (OLEDs), des capteurs, ou bien de la photonique (lasers organiques). Les molécules π -conjuguées qui émettent dans le proche infrarouge sont particulièrement recherchées pour des applications en (bio)imagerie, communication optique, ou dispositifs d'affichage sécurisés. Cependant l'obtention de rendements quantiques d'émission élevés dans ce domaine de longueur d'onde représente un défi en raison d'un certain nombre de limitations photophysiques, liées par exemple aux phénomènes d'extinction de fluorescence inhérents à l'état condensé. Nous avons démontré récemment que deux familles de colorants, basées sur des complexes de difluorure de bore, donnent lieu à l'état cristallin à des émissions entre 700 et 800 nm avec des efficacités inégalées à ce jour. Cet exposé présentera les propriétés photophysiques de structures moléculaires choisies en solution et à l'état solide, ainsi que les relations structure cristalline - propriété optique qui permettent d'expliquer l'origine de l'émission de fluorescence proche infrarouge. En particulier, la nature et les caractéristiques géométriques de l'empilement moléculaire sont des facteurs déterminants. Ces travaux ont conduit à l'élaboration de nanoparticules organiques fluorescentes dans le proche infrarouge sous excitation biphotonique dans le proche infrarouge également. Un exemple d'application de ces nanomatériaux dans le domaine de l'imagerie cellulaire sera décrit.

- D'Aléo, A.; Gachet, D.; Heresanu, V.; Giorgi, M.; Fages, F., Chem.-Eur. J. 2012, 18, 12764.
- Felouat, A.; D'Aleo, A.; Fages, F., J. Org. Chem. 2013, 78, 4446.
- D'Aléo, A. et al, J. Mater. Chem. C 2014, 2, 5208.
- D'Aléo, A.; Heresanu, V.; Giorgi, M.; Le Guennic, B.; Jacquemin, D.; Fages, F., J. Phys. Chem. C 2014, 118, 11919.
- Alemany, P.; D'Aleo, A.; Giorgi, M.; Canadell, E.; Fages, F., Crystal Growth & Design 2014, 14, 3700.
- Kim, E.; Felouat, A. et al, Org. Biomol. Chem. 2016, 14, 1311.
- Kamada, K. et al, Chem. Eur. J. 2016, accepted.



Synthesis, structure and electrochemical study of (E)-4-Hydroxy-6-Methyl-3-(1-(2-Phenylhydrazono)Ethyl)-2H-Pyran-2-One

DJEDOUANI A. (a,B), MAKOUFA N. (a), TABTI S. (a), MOUSSER H. (a), MOUSSER A. (a), DARANC J C. (c)

(a) Laboratoire de Physicochimie Analytique et Cristallographie des Matériaux Organométalliques et Biomoléculaires, Constantine 1.

(b) Ecole Normale Supérieure De Constantine.

(c) Laboratoire de Chimie de Coordination 205 route de Narbonne 31077 Toulouse Cedex 04, FRANCE
djedouani_amel@yahoo.fr

The synthesis and structure of Schiff bases have attracted much attention in biology and chemistry [1]. One of the aims of investigating the structural chemistry of Schiff bases is to develop protein and enzyme mimics [2]. Structural information is useful in investigating the coordination properties of Schiff bases functioning as ligands [3]. There are only a few reported crystal structures of Schiff bases derived from DHA [4]. A series of Schiff bases has been synthesized in our laboratory by the condensation of aromatic amines and diaromatic amines with carbonyl groups [5]. As part of the ongoing work, we recently synthesized the title compound, and determined its crystal structure. The asymmetric unit contains three independent molecules, viz. A, B and C (Figure 1).

Our work is dedicated for the synthesis, characterisation and electrochemical study survey of new phenylhydrazone, derivative from dehydroacetic acid and phenylhydrazone : (E)-4-hydroxy-6-methyl-3-(1-(2-phenylhydrazono)ethyl)-2h-pyran-2-one.

This compound was characterised by usual spectroscopic methods so as IR, NMR, and RX. The compound has the following structural properties : Monoclinic, $P2_1/c$, $a=11.8933(5)\text{\AA}$, $b=7.9260(3)\text{\AA}$, $c=12.9177(7)\text{\AA}$, $\beta=91.2598(14)^\circ$, and $Z=8$

An electrochemical study, by cyclic voltammetry for the compound, has been achieved in aprotic medium, DMF-TBAHFB 0.1M, on a platinum electrode of 2 mm of diameter. A cyclic sweep in the -1.8 to +1.8 V range shows an anodic peak at 1.43V and two cathodic peaks at -0.717 V and -0.149 V.

Références :

- [1] I.A. Kahwa, J. Selbin, T. C Hsieh, & R. A. Laine, *Inorg. Chim. Acta*, 118 (1986) 179.
- [2] M. Santos, I. A. Bagatin, E. M. Pereira, & A. Ferreira, *J. Chem. Soc. Dalton Trans*, (2001). 838.
- [3] O. Saim, U. Dinçer, T. Y. Leyla, B. Nermin, & G. Bahattin, *J. Mol. Struct* 688 (2004) 207.
- [4] Y. Bai, J. Liu, D.B. Dang, & C. Duan, *Acta Cryst E* 62 (2006) m1805.
- [5] A. Ghames, T. Douadi, D. Haffar, S. Chafaa, M. Allain, M. A ; Khan, G. Bouet, *Polyhedron*, 25 (2006) 3201.

Contrôle des caractéristiques des pores dans des architectures supramoléculaires nano-poreuses :

Etude cristallographique

DUHAYON C., ROQUES N., ET SUTTER J.P.

Laboratoire de Chimie de Coordination du CNRS, BP 44099, 205 route de Narbonne, 31077 Toulouse Cedex 4
carine.duhayon@lcc-toulouse.fr

Une des thématiques de notre équipe est la réalisation et la caractérisation d'architectures nano-poreuses [1][2][3] aux propriétés zéolitiques spécifiques. La conception de briques moléculaires adaptées, leurs organisations en édifices supramoléculaires, et l'étude des propriétés constituent nos voies d'accès à ce domaine de recherche fascinant. Ces nouveaux matériaux sont développés dans des perspectives d'application (capture, séquestration et stockage de gaz, sorption sélective ...).

Le travail présenté est dédié à l'étude de matériaux poreux obtenus par auto-assemblage de briques moléculaires de type $[\text{Cr}(\text{ox})_3]^{3-}$ et de cations organiques tripodes de type $[\text{Tripy-R}]^{3+}$ présentant trois groupements pyridinium et un groupe R modulable, interagissant par le biais de liaisons hydrogène. Les briques $[\text{Cr}(\text{ox})_3]^{3-}$ constituent les noeuds du réseau et nous verrons comment la modification du substituant (R) du cation influence la taille et les caractéristiques chimiques des pores sans altérer la structure (matériaux isostructuraux, groupe d'espace $P4_12_12$). Nous montrerons également que pour des R peu encombrants, des cations et des complexes anioniques peuvent être piégés dans les pores du réseau au moment de la formation du matériau.

L'ensemble des caractérisations structurales obtenues par diffraction des rayons X sur monocristaux sera présenté.

Mots-clés : MOF, Rayons X, diffraction, structure cristalline.

Références :

- [1] G. Mouchaham, M. Gualino, N. Roques, C. Duhayon, S. Brandès and J.P Sutter, CrystEngComm, 2015, 17, 8906-8914.
- [2] N. Roques, G. Mouchaham, C. Duhayon, S. Brandès, A. Tachon, G. Weber, J.P. Bellat, and J.P. Sutter, Chem. Eur. J. 2014, 20, 11690 - 11694.
- [3] G. Mouchaham N. Roques C. Duhayon I. Imaz and J.P. Sutter, New J. Chem., 2013, 37, 3476-3487.



Est-ce que la molécule eau peut-être chirale ?

Exemple d'induction chirale étudiée par DRX, VCD et DFT

GIORGI M. (a), NAUBRON J.V. (a), ROUSSEL C. (b), GHERASE D. (c)

(a) Spectropole FR 1739, CNRS, Aix Marseille Université, France

(b) Chirosciences UMR 7313, CNRS, Aix Marseille Université, France

(c) Department of chemistry, The Scripps Research Institute, La Jolla, USA

michel.giorgi@univ-amu.fr

En chimie organique la détermination des configurations absolues des molécules chirales est une information très souvent fondamentale. Les différences de propriétés des 2 énantiomères peuvent être très différentes, dramatiques dans certains cas (le cas tristement célèbre de la Thalidomide en est la malheureuse démonstration).

Seules deux méthodes d'investigation permettent d'obtenir la configuration absolue d'une molécule ab initio : la Diffraction des Rayons X sur monocristal (DRXm) et le Dichroïsme Circulaire (DC) vibrationnel et/ou électronique. De fait ces méthodes sont très complémentaires et permettent d'atteindre des niveaux d'informations très pointus, impossibles à obtenir avec d'autres techniques.

Ainsi dans l'étude présentée nous montrerons comment l'utilisation combinée de la DRXm et du DC ont permis d'une part de caractériser la bonne configuration absolue d'une urée cyclique et déterminer la présence d'une molécule d'eau engagée dans des liaisons hydrogène non usuelles et d'autre part de mettre en évidence une induction de chiralité sur une molécule d'eau, normalement achirale.

Cette observation inattendue car elle n'était pas l'objet premier de l'étude - exemple type de sérendipité - nous a alors amenés à poursuivre et renforcer les interactions entre les 2 techniques afin de développer un projet d'étude original.

Son objectif est de caractériser les propriétés chirales de l'eau en s'intéressant à la densité électronique et en tentant de visualiser une dissymétrisation potentielle de sa densité électronique dans un environnement chiral. Deux composés tests énantiopurs, des acides aminés hydratés, sont utilisés comme modèles pour mener les études de densité de charge par DRXm haute résolution ainsi que les études en Dichroïsme Circulaire et les résultats préliminaires seront présentés.

Oxysulfate de fer bidimensionnel : Structure et propriétés

GONANO BRUNO, BRÉARD YOHANN, PEREZ OLIVIER ET PELLOQUIN DENIS

Laboratoire CRISMAT, UMR 6508

bruno.gonano@ensicaen.fr

La synthèse de nouveaux matériaux oxy-anions de métaux de transition est un challenge d'actualité puisqu'elle peut conduire à l'obtention de matériaux à propriétés remarquables, tel que la supraconduction ($\text{Ba}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_2\text{CO}_3$), la conduction électronique et ionique ($\text{Ba}_4\text{RECu}_2+x\text{O}_y(\text{CO}_3)$)....

Certains de ces matériaux dérivent de la Pérovskite, l'atome central du groupement « polyanion » occupe alors le plus souvent le site B de cette dernière.

Nous avons synthétisé le composé $\text{Sr}_4\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_{0.5}\text{O}_{6.5}$ sous forme de monocristal et de poudre polycristalline. La structure atomique du matériau peut être décrite comme une alternance de feuillet $\text{SrO} - \text{SrFeO}_3 - x - \text{SrSO}_4 - \text{SrFeO}_3 - x$, rappelant ainsi la phase de Ruddlesden et Popper $n=3$ (RP_3) où le bloc central de la couche Pérovskite est substitué par des groupements SO_4 .

Notons cependant que, dans notre cas, cette couche totalement vacante en fer, ne semble être qu'à demi-occupée par les groupements SO_4 . Toutes tentatives d'insertion d'une plus grande quantité de sulfates s'étant soldées par l'obtention de SrSO_4 en phase secondaire.

La présence de groupement sulfate "de coeur" (et non de surface) a été confirmée par spectrométrie infrarouge, leur quantité l'a été par analyse thermogravimétrique.

La diffraction électronique a révélé une maille quadratique de paramètres a_p (3.9 Å) et $c=29.5$ Å cohérents avec ceux attendu pour un empilement de type RP_3 . Les conditions de réflexions sont compatibles avec le groupe d'espace $I4/mmm$. L'étude par diffraction X effectuée sur monocristal confirme ce fait. Cependant au cours du processus d'affinement du modèle structural, aucune précision n'a pu être apportée sur la position atomique des oxygènes du groupement anionique. Les transformées de Fourier différence effectuées n'ont pu résoudre ce problème. Les images de microscopie électronique haute résolution confirment cependant notre séquence d'empilement de couche sans faute notable, les couches sulfates présentant un contraste typique en croix.

L'utilisation de techniques de caractérisations complémentaires (diffraction de neutrons ainsi que la diffraction X synchrotrons (ESRF)) a été primordiale au vu de la distribution complexe des groupements sulfate au sein de leur couche.

Les propriétés magnétiques de notre composé ont également été étudiées. Les mesures d'aimantation en fonction de la température montrent un comportement antiferromagnétique jusqu'à une température relativement élevée (600K) pour un composé bidimensionnel.

Élaboration, caractérisation et étude des propriétés physiques des composés hybrides de types $AHg_1-XCdXCl_3$ ou A: 4,N,N-Triméthylaniline.

MARIEM HAJBI (a), MONIA ABDI (a), MOHAMED LOUKIL (a)

(a) Laboratoire d'environnement et des sciences des matériaux, faculté des sciences de Sfax, BP 1171, 3018 Sfax, Tunisia
mariam.hajbi@gmail.com

Dans ce travail, le but est de préparer des matériaux hybrides organiques/inorganiques à base de complexes d'ammoniums et d'halogénures de métaux divalents (Cd ou Hg) et d'interpréter l'effet de substitution partielle de Hg^{2+} par un cation divalent Cd^{2+} . Cette préparation nous a permis, d'obtenir un composé stoechiométrique $C_9H_{14}NHgCl_3$ et un composé non stoechiométrique $C_9H_{14}NCd_{0.73}Hg_{0.27}Cl_3$.

Différentes techniques sont souvent utilisées, pour caractériser ces deux composés tel que : DRX, RMN, Spectroscopie Infrarouge, diffusion Raman et Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).

Le composé $[C_9H_{14}N]HgCl_3$ cristallise dans le système monoclinique avec le groupe d'espace $P2_1/n$. Les paramètres de maille sont $a = 7,6937(11) \text{ \AA}$, $b = 13,1678(19) \text{ \AA}$, $c = 13,1496(19) \text{ \AA}$; $V = 1326,6(3) \text{ \AA}^3$ et $Z = 4$. Les facteurs de fiabilité obtenus sont : $R = 0,03$ et $R_w = 0,073$.

Le composé $[C_9H_{14}N]Cd_{0.73}Hg_{0.27}Cl_3$ cristallise dans le système monoclinique avec le groupe d'espace $P2_1$ et les paramètres de maille: $a = 7,2768(5) \text{ \AA}$, $b = 18,2733(14) \text{ \AA}$, $c = 10,2106(6) \text{ \AA}$; $V = 1328,55(16) \text{ \AA}^3$ et $Z = 4$. Les facteurs de fiabilité obtenus sont : $R = 0,026$ et $R_w = 0,069$.

Ensuite, les résultats spectroscopie vibrationnelle à l'ambiante ont montré la présence du cation organique et les groupements $HgCl_3$ et $Hg/CdCl_3$, respectivement.

Enfin, dans le but d'établir des corrélations entre la structure et les propriétés dans ces deux composés, une étude des propriétés électriques par spectroscopie d'impédance est utilisée, afin de proposer un circuit équivalent pour chaque composé élaboré et de déterminer les mécanismes de conduction.

X-ray diffraction and Raman spectroscopy studies of structure and phase transition in Sr_2ZnWO_6 perovskite.

MIRINIOUI F.(a), MANOUN B.(a), TAMRAOUI Y. (a) AND LAZOR P.(b)

(a) Laboratoire des Sciences des Matériaux, des Milieux et de la modélisation (LS3M), FPK Khouribga, Université Hassan 1er, Morocco.

(b) Department of Earth Sciences, Uppsala University, SE-752 36, Uppsala, Sweden.

f.mirinioui@gmail.com

Recently research on double perovskites has gained strong interest in particular after the discovery of the metallic and ferromagnetic characteristic in $\text{Sr}_2\text{Fe MoO}_6$ and $\text{Sr}_2\text{FeReO}_6$ by Kobayashi et al. [1]. The modification of structural and magnetic properties by changing the A, B' and/or B''-site cations in $\text{A}_2\text{B}'\text{B}''\text{O}_6$ type double perovskites has also gained interest in order to better understand the mechanism of colossal magnetoresistance (CMR) and other unusual physic-chemical properties. Recently, various studies have been performed on general formulas Sr_2MWO_6 materials ($\text{M} = \text{Ni}, \text{Zn}, \text{Co}, \text{Cu}$) [2-3].

In the present work, the Sr_2ZnWO_6 double perovskites have been prepared in polycrystalline forms by solid-state reaction in air. These new materials have been studied by X-ray diffraction and Raman spectroscopy. The room-temperature crystal structure is monoclinic. The monoclinic to tetragonal to cubic phase transition was clearly observed while increasing temperature

[1] K.-I. Kobayashi, T. Kimura, H. Sawada, K. Terakura, Y. Tokura, Nature 395 (1998) 677 ;

[2] M. Gateshki, J.M. Igartua, E. Hernandez-Bocanegra, J. Phys.: Cond. Matter 15 (2003) 6199-6217.

[3] Bouchaib Manoun, Josu M. Igartua, Peter Lazor, Amine Ezzahi, J. of Molecular Structure 1029 (2012) 81-85.



Crystal structure of hydrated fluorides $\text{MF}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ($\text{M} = \text{Zn}, \text{Ni}, \text{Co}$): a combined approach

NÉNERT G.(a), FORSBERG K. (b), MARTINEAU C. (c), TAO T.T. (d), HALASYAMANI P. S. (d)

(a) PANalytical B.V., Lelyweg 1, 7602 EA Almelo, the Netherlands

(b) School of Chemical Sciences and Engineering, KTH Royal Institute of Technology, Teknikringen 42, 100 44 Stockholm, Sweden

(c) Institut Lavoisier de Versailles (ILV), UMR CNRS 8180, Université de Versailles St Quentin (UVSQ), 45 Avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles cedex, France

(d) Department of Chemistry, University of Houston, Houston, Texas 77204-5003, USA
gwilherm.nenert@panalytical.com

The inorganic metal fluorides and oxide-fluorides have significant importance in the development of many new technologies, and are impacting various key points of modern life, that is, energy production and storage, microelectronics and photonics, catalysis, automotive, building, etc. Many research fields and applications benefit from a better knowledge of the relationships occurring between the structure of such compounds and some pertinent physical properties [1].

Based on single crystal X-ray work, $\text{ZnF}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ has been suggested to crystallize in the polar space group $\text{Pca}21$ [2]. The possibility for non- linear optical properties of this compound and related phases motivated further investigation of this family. Among the large possible chemistry of the $\text{MF}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ family, very little is known about the crystal structure of its members. Compositions such as $\text{MF}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ family ($\text{M} = \text{Co}, \text{Ni}, \text{Fe}$) have been reported but not characterized structurally [3]. In the absence of single crystals, the structural determination of such materials is particularly complicated as oxygen and fluorine atoms exhibit very similar diffraction cross sections irrespective of the source (X-ray or neutron).

Using a combined approach of X-ray diffraction and fluorescence, neutron diffraction, second harmonic generation, XPS and NMR (^1H , ^{19}F), we show that the crystal structure of these materials is actually centrosymmetric, in contradiction to previous reports. Most importantly, we demonstrate that while $\text{ZnF}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ is effectively an hydrated fluoride, we give evidence that the real structure of the materials for $\text{M} = \text{Co}, \text{Ni}$ is actually $\text{M}(\text{OH},\text{F})_4(\text{H}_2\text{O})_2$ with likely unusual oxidation state of Co^{4+} and Ni^{4+} . The use of complementary techniques was a key to determine the correct structure of these materials.

[1] Leblanc M., Maisonneuve V., Tressaud A., Chem. Rev., 2015,115(2), pp 1191-1254. [2] B. V. Bukvetskii, S. A. Polishchuk, V. I. Simonov, Sov. Phys. Crystallogr. 18(5), 600-602 (1974). [3] B. A. Lange, H. M. Haendler, J. Inorg. Nucl. Chem. 1973, vol. 35, 3129-3133; J. Swanepoel, A. M. Heyns, Spectrochimica Acta, vol. 47A(2), 243-253 (1991).

Keywords: Fluoride, Crystallography, NMR

Un nouveau rôle pour les groupements azobenzène : le contrôle de l'assemblage bidimensionnel de molécules triphénylène et de leurs chiralités grâce à des liaisons hydrogènes.

SLECZKOWSKI P. (a), DAPPE Y. (b), UCHIDA K. (c), MARCHENKO A. (d), CROSET B. (a), LACAZE E. (a)

(a) Institut des Nano-Sciences de Paris (INSP), CNRS-UMR7588, UPMC Univ Paris 06, Paris, France

(b) SPEC, CEA, CNRS, Université Paris Saclay, CEA Saclay, Gif-Sur-Yvette, France

(c) Department of Materials Chemistry, Ryukoku University, Seta, Otsu, Japon

(d) Institute of Physics, National Academy of Sciences of Ukraine, Kiev, Ukraine

bernard.croset@insp.jussieu.fr

L'adsorption de molécules triphénylène possédant des groupements azobenzène [1] sur la surface (111) de l'or conduit à un arrangement cristallin bidimensionnel de maille particulièrement grande, ($\approx 147 \times \approx 147$) $\text{\AA}$. Un tel arrangement est chiral car pouvant apparaître sous les deux angles $\pm 8^\circ$. L'analyse d'images STM présentant une résolution intramoléculaire et des simulations DFT prenant en compte les interactions hydrogènes [2] montrent que cette chiralité s'étend de la configuration de la molécule adsorbée à la maille cristalline. Les liaisons hydrogènes entre les groupements azobenzène de molécules voisines jouent un rôle majeur dans l'apparition de cette chiralité. La comparaison de l'adsorption sur l'or avec celle sur graphite pour laquelle aucune chiralité n'est observée, combinée aux résultats des calculs DFT, nous a permis de montrer que l'interaction avec l'or des groupements azobenzène est essentielle pour la stabilisation des liaisons hydrogènes.

Références :

[1] Y. Shimizu, A. Kurobe, H. Monobe, N. Terasawa, K. Kiyohara, K. Uchida, Chem. Commun. 14, 1676, (2003).

[2] Y. J. Dappe, J. Ortega, F. Flores, Phys. Rev. B 2009, 79, 165409, (2009).



Brisure de symétrie et transition de spin dans le nouveau complexe $[\text{Fe}(\text{PM-PEA})_2(\text{NCSe})_2]$

TAILLEUR E.(a), MARCHIVIE M.(a), GUIONNEAU P.(a), DARO N.(a), ROSA P.(a), PECHEV S.(a), LEBRAUD E.(a), CHASTANET G.(a)

(a) CNRS, Univ. Bordeaux, ICMCB, UPR9048, 87, Avenue du Docteur Schweitzer, F-33600 Pessac, France
elodie.tailleur@icmcb.cnrs.fr

Le phénomène de transition de spin est une caractéristique de certains complexes contenant un ou plusieurs ions métalliques de configuration électronique $3d^4$ à $3d^7$. L'ion Fe^{2+} est celui principalement rencontré dans les complexes à transition de spin¹. Parmi eux, les complexes de la famille des $[\text{Fe}(\text{PM-L})_2(\text{NCS})_2]$ avec $\text{PM}=\text{N-2-pyridylmethylene}$, sont très étudiés car ils présentent une importante diversité de caractéristiques de transitions de spin : incomplète, graduelle, abrupte, avec ou sans hystérèse.

Le complexe $[\text{Fe}(\text{PM-PEA})_2(\text{NCS})_2]$ (avec $\text{PEA} = \text{N-(2'-pyridylmethylene)-4-(phenylethynyl) aniline}$) est particulièrement intéressant car il possède une transition de spin abrupte avec une hystérèse. Cette hystérèse se situe entre 190K et 232K pour la poudre et entre 215K et 234K pour les monocristaux². De plus, la transition de spin est accompagnée d'une transition phase ; à l'état haut spin, le $[\text{Fe}(\text{PM-PEA})_2(\text{NCS})_2]$ cristallise dans un système monoclinique $P2_1/c$ alors que la symétrie est orthorhombique $Pccn$ à l'état bas spin.

Récemment, des cristaux de $[\text{Fe}(\text{PM-PEA})_2(\text{NCSe})_2]$, où les atomes de soufre ont été substitués par des atomes de sélénium, ont été synthétisés. Les premières mesures magnétiques confirment la présence d'une transition de spin avec hystérèse. La substitution du soufre par le sélénium semble décaler la transition vers des températures plus élevées³. L'étude cristallographique sur monocristaux révèle une transition de phase à la transition de spin ; monoclinique à orthorhombique. Le $[\text{Fe}(\text{PM-PEA})_2(\text{NCSe})_2]$ présente deux polymorphes, similaires à d'autres complexes de la famille des $[\text{Fe}(\text{PM-L})_2(\text{NCS})_2]$. Une étude structurale en fonction de la température de ces polymorphes sera présentée. La diffraction sur poudre confirme le polymorphisme. L'étude microstructurale, nouvelle approche pour ce type de complexe, sera réalisée à l'aide d'expériences plus approfondies en diffraction sur poudre.

1 Spin-Crossover Materials: Properties and Applications, edited by M.A. Halcrow, 2013, John Wiley&Sons

2 Guionneau, P.; Le Gac, F.; Lakhoufi, S.; Kaiba, A.; Chasseau, D.; Létard, J.-F.; Négrier, P.; Mondieg, D.; Howard, J.A.K.; Léger, J.-M. X-ray diffraction investigation of a spin-crossover hysteresis loop. J. Phys. Cond. Matter 2007, 19, 326211/1-326211/1

3 L. Capes, J.-F. Létard and O. Kahn, Chem. Eur. J., 2000, 6, n° 12, 2246-2255

Synthèses et structures cristallines de nanocomposites polymère/zéolithe obtenus à haute pression

J.M. THIBAUD(a,*), O. CAMBON(a), J. ROUQUETTE(a), P. HERMET(a), G. GARBARINO(b), K. DZIUBEK(c,D), D. SCELTA(c), M. CEPPATELLI(c,E), F. GORELLI(c,F), R. BINI(c,G), M. SANTORO(c,F), A.VAN DER LEE(h), F. DI RENZO(b), J. HAINES(b),

(a) Institut Charles Gerhardt Montpellier, Montpellier, France

(b) ESRF, 71, avenue des Martyrs, 38000 Grenoble

(c) European Laboratory for Non Linear Spectroscopy, Fiorentino, Italy

(d) Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Poznan, Poland

(e) Istituto di Chimica dei Composti Organometallici, Sesto Fiorentino, Italy

(f) Istituto Nazionale di Ottica, Sesto Fiorentino, Italy

(g) Dipartimento di Chimica "Ugo Schiff", Università degli Studi di Firenze, Sesto Fiorentino, Italy

(h) Institut Européen des Membranes, Montpellier, France

thibaud.jeanmarc@orange.fr

Les nanocomposites polymère/zéolithe sont préparés par insertion d'un monomère sous haute pression induisant sa polymérisation. Le confinement élevé dans les micropores du matériau stabilise le polymère et améliore les propriétés physiques (électrique, optique,...). L'utilisation d'une zéolithe hôte à porosité 1D, contrairement aux pores tridimensionnel de l'étude précédente, peut induire la formation de chaînes polymères linéaires disposant de propriétés directionnelles(1). L'insertion du monomère dans la zéolithe a lieu à haute pression en utilisant une cellule enclumes diamant (CED) et la polymérisation (suivie par IR) est induite par la pression pour former le polymère confiné dans les pores.

Dans cette étude on a travaillé sur la synthèse de polyacétylène/TON et de polycarbonyle/TON, les chaînes polymères s'adaptent étroitement avec les pores unidimensionnels de 5.7x4.6 Å de la TON (Theta-1, ZSM-22).

L'affinement de la structure des échantillons, récupérés à la fin des différentes synthèses, a été réalisé par méthode Rietveld et la localisation du polymère déterminée par cartes de différence Fourier, ce qui permet de quantifier le nombre de chaînes par maille. Il y en a quatre dans le cas du polyacétylène et une pour le polyCO. Des calculs DFT ont été réalisés dans le cas de la TON et le polyacétylène/TON pour prévoir les propriétés physiques : modification d'un état isolant en semi-conducteur.

Référence:

(1) M. Santoro, K. Dziubek, D. Scelta, M. Ceppatelli, F. Gorelli, R. Bini, J.M. Thibaud, F. Di Renzo, O. Cambon, J. Rouquette, P. Hermet, A. van der Lee, J. Haines, Chem. Mater. 2015. 27, 6486.



X-Ray structural study of Homoleptic Two-Coordinate Silylamido Complexes of Cr(I), Mn(I), and Co(I)

LAURE VENDIER, C. GUNNAR WERNCKE, SYLVIANE SABO-ETIENNE AND SÉBASTIEN BONTEMPS

Laboratoire de Chimie de Coordination, UPR-CNRS 8241, 205 Route de Narbonne, 31077 Toulouse cedex 4
laure.vendier@lcc-toulouse.fr

Anionic two-coordinate complexes of first-row transition-metal(I) centers are rare molecules that are expected to reveal new magnetic properties and reactivity. Recently, we demonstrated that a $\text{N}(\text{SiMe}_3)_2^-$ ligand set, which is unable to prevent dimerisation or extraneous ligand coordination at the +2 oxidation state of iron, was nonetheless able to stabilise anionic two-coordinate FeI complexes even in the presence of a Lewis base [1]. We now report analogous CrI and CoI complexes with exclusively this amido ligand and the isolation of a $[\text{Mn}\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}_2]^{2-}$ dimer that features a Mn–Mn bond. Additionally, by increasing the steric hindrance of the ligand set, the two-coordinate complex $[\text{Mn}\{\text{N}(\text{Dipp})(\text{SiMe}_3)_2\}_2]^-$ was isolated (Dipp=2,6-*i*Pr₂-C₆H₃).

Nine complexes have been isolated and fully characterized. The formulation and conformation of each complex have been ascertained by X-ray structural studies. Each experiment was carried out at 100 K, in order to prevent any disorder within the complexes and the counter-ions. Moreover, NMR spectroscopy, and magnetic susceptibility measurements were performed on these compounds as well.

X-ray diffraction analyses revealed two structures (Co and Mn) analogous to the one previously observed for the iron complex [1], with the metal lying on a crystallographic inversion center and the $\text{N}(\text{SiMe}_3)_2^-$ ligands in an eclipsed conformation. The Si–N–Si planes are slightly bent with respect to the N–M–N axis. In addition to this perfectly linear geometries, structures that deviate from linearity are also observed in the case of chromium while bimetallic manganese (I) complex are isolated.[2].

References:

- [1] Werncke, C. G.; Bunting, P. C.; Duhayon, C.; Long, J. R.; Bontemps, S.; Sabo-Etienne, S., *Angew. Chem. Int. Ed.* 2015, 54, 245-248
- [2] Werncke, C. G.; Suturina, E.; Bunting, P. C.; Vendier, L.; Long, J. R.; Atanasov, M.; Neese, F.; Sabo-Etienne, S.; Bontemps, S., *Chem. Eur. J.* 2016, 22, 1668-1674

Integrative approach to study structural organization of the Toscana virus. Nucleoprotein

BAKLOUTI A.(1,2,3) , SÉVAJOL M.(1,2), GOULET A.(1,2), LICHÈRE J.(1,2), FERRON F.(1,2), DESMYTER A.(1,2), FALCOT A.(2), CANARD B.(1,2) , CHARREL N. R.(3), COUTARD B.(1,2), PAPAGEORGIOU N.(1,2).

1) CNRS, AFMB UMR 7257, 13288, Marseille, France

2) Aix-Marseille Université, AFMB UMR 7257, 13288, Marseille, France

3) Aix Marseille Université, IRD French Institute of Research for Development, EHESP French School of Public Health, EPV UMR_D 190 "Emergence des Pathologies Virales",
amal.baklouti@yahoo.fr

Phleboviruses, which are arthropod-borne viruses with a negative segmented RNA genome, include several human pathogens among which Rift Valley fever virus (RVFV) and Toscana Virus (TOSV).

Toscana Virus (TOSV) emerging in countries of the Mediterranean basin and can cause febrile illness and neuroinvasive infections. TOSV genome is encapsidated by a nucleoprotein (N) that plays a central role in viral replication and virus particle formation. The crystallographic structures of phleboviruses already determined show closed hexameric or pentameric rings whereas N is encapsidating the RNA in a filamentous organization. We thus initiated the structural characterization of the TOSV N protein by different methods including Electron Microscopy, crystallography and SAXS to ultimately propose a model of the protein in solution. The protein behaves mainly as an opened pentamer that shed light on how the N can be organized in filaments. Additionally, camel antibodies were raised to functionally map the domains of TOSV N and we present the structural and biophysical characterization of one of them.

Etude enzymatique et structurale de lactonases : des enzymes capables de biocontrôle bactérien

BERGONZI C. (a), SCHWAB. M (a), CHABRIERE E. (b), ELIAS M. (a)

(a) Department of Biochemistry, Molecular Biology and Biophysics and Biotechnology Institute, University of Minnesota, St. Paul, MN 55108, USA

(b) Unité de Recherche sur les Maladies Infectieuses et Tropicales Emergentes, IRD/CNRS, Université de la Méditerranée (Aix-Marseille II), 13 385 Marseille, France
bergonzi@umn.edu

Certains microorganismes ont la capacité d'adopter un comportement social nommé « Quorum sensing ». Le quorum sensing est un système de communication intercellulaire chez les bactéries qui leur permet de contrôler l'expression simultanée de certains gènes et de coordonner certains comportements au sein d'une même population bactérienne. Ce système de communication bactérien repose sur la production constante de petites molécules nommées autoinducteurs. Lorsque une certaine biomasse est atteinte, i.e. le « quorum », une concentration seuil du messenger est atteinte, ce qui conduit à l'expression de nombreux gènes, dont ceux responsables de la formation de biofilm et ceux codant pour des facteurs de virulence.

Nous avons isolé certaines enzymes, nommées lactonases, qui sont capables de dégrader certains autoinducteurs (Acyl Homoserine lactones (AHL)) et donc d'interférer avec ce type de communication bactérienne. Une telle interférence conduit en effet à l'inhibition de la production de facteur de virulence et de la formation de biofilm chez de nombreuses espèces bactériennes, principalement gram-négatives. De plus, cette stratégie est efficace contre les bactéries résistantes aux antibiotiques, et constitue ainsi une piste extrêmement prometteuse pour le développement de nouvelles thérapies.

Nous avons identifié de nouvelles lactonases thermostables qui appartiennent à la famille des métallobeta-lactamases. Nous avons pu caractériser biochimiquement ces enzymes, et déterminer leur spectre de spécificité. Ainsi, nous avons découvert que, contrairement aux lactonases connues jusqu'à présent, comme AiiA de *Bacillus thuringiensis*, ou la PLL SsoPox de *Sulfolobus solfataricus*, certaines de ces enzymes possèdent un spectre de spécificité extrêmement large. Elles sont capables de dégrader, avec une grande efficacité, des lactones possédant des chaînes aliphatiques courtes (4 carbones) ou très longues (12 carbones ou plus). Nous avons récemment déterminé la structure d'une telle lactonase isolée de *Geobacillus caldoxylosilyticus*. L'analyse de cette structure nous permet de compléter le mécanisme d'hydrolyse des lactones par cette enzyme, et la détermination de structures en complexes avec différents substrats devrait nous permettre de comprendre les déterminants structuraux expliquant la spécificité de ces enzymes. Cette étude servira de base à l'ingénierie de ces enzymes afin de produire des agents de biocontrôle efficaces.

Structure, function, activity relationship studies of *Plasmodium falciparum* IMP-specific 5'-nucleotidase

CARRIQUE L. (a), BALLUT L. (a), VIOLOT S. (a), BALARAM H. (b) AND AGHAJARI N. (a)

(a) BioCrystallography and Structural Biology of Therapeutic Targets Group, Molecular Microbiology and Structural Biochemistry, UMR5086 CNRS-University of Lyon 1, 7 passage du Vercors, Lyon, France.

(b) Molecular Biology and Genetics Unit, JNCASR, Bangalore, India.

nushin.aghajari@ibcp.fr

Approximately 300 million people worldwide are affected by malaria. The parasite *Plasmodium falciparum* induces a lethal form of malaria which causes more than 1-2 million deaths worldwide annually, with a large number of victims being children. It has a massive impact on human health in that it is the world's second biggest killer after tuberculosis. Despite intense efforts an effective vaccine is still not available.

Plasmodium falciparum is unable to synthesize de novo purine nucleotides and nucleobases, mandatory for energy production and DNA synthesis. Proteins in the purine salvage pathway are involved in the regulation of the nucleotide pool during the inner red blood cells development of the parasite. These proteins are active in transient- or stable oligomeric states which are dependent on localization and osmolyte concentration present in the cells. We are studying an IMP-specific 5'-nucleotidase (PfISN1), which belongs to the Halo Acid Dehalogenase (HAD) superfamily. To date no biochemical or structural characterization has been performed on any member of the ISN1 family. Combining Multi-Angle Light Scattering (SEC-MALS), Small Angle X-Ray Scattering (SAXS), Electron Microscopy (EM) and X-ray crystallography we provide new insights in the understanding of the influence of the environment on the quaternary structure formation and thereby on the nucleotidase activity.

Results obtained from the combined use of the above standing biochemical- and biophysical approaches for the understanding of the reaction mechanism of this important parasite enzyme from the purine salvage pathway will be presented.



Structural basis for in trans templated-DNA elongation by a eukaryotic DNA polymerase

LOC'H J. (a), ROSARIO S. (a), DELARUE M. (a)

(a) Unité de Dynamique Structurale des Macromolécules, Institut Pasteur; UMR 3528 du C.N.R.S., 25 rue du Dr Roux, 75015 Paris, France.

jerome.loch@pasteur.fr

Eukaryotic DNA polymerase of the polX family, such as pol mu and terminal deoxynucleotidyltransferase (Tdt), are key components of the Non-Homologous End Joining (NHEJ) or V(D)J recombination machinery, respectively. The role of Tdt, established a long time ago, is to add random nucleotides during V(D)J recombination. Here, we show that Tdt also has a templated-polymerase activity, similar to pol mu, in the presence of a downstream DNA duplex. We then study the molecular basis for such a templated activity and solve the crystal structures of Tdt with a full DNA synapsis containing the four DNA strands. The structures also explain all known functional features of pol mu and can serve as a model for other polX involved in V(D)J recombination. Finally, we propose a model that qualitatively explains the distributions of lengths of N-regions observed experimentally in T-cell receptors and antibodies, which takes advantage of the two activities of Tdt.

Structures cristallines à haute résolution de l'alkyle hydroperoxyde réductase Ahp1p de levure, une peroxyrédoxine 2-Cys typique originale

MOUGEOLLE A., DAUTANT A., SANCHEZ C.

IBGC UMR 5095 CNRS Université de Bordeaux

a.dautant@ibgc.cnrs.fr

Les peroxyrédoxines sont des peroxydases qui catalysent la réaction $2 R'-SH + ROOH \rightleftharpoons R'-S-S-R' + H_2O + ROH$. Au cours du cycle catalytique, une cystéine (peroxydative) est oxydée en acide sulfénique (SOH).

L'alkyle hydroperoxyde réductase Ahp1p de la levure *Saccharomyces cerevisiae* est réduite via les thiols d'une thiorédoxine ce qui en fait une 2-Cys typique (Wood et al., 2003).

La forme oxydée de Ahp1p a cristallisé dans les systèmes monoclinique (P2₁ : a = 40.02 Å, b = 131.02 Å, c = 67.57 Å, β = 104.72°) et orthorhombique (C222₁ : a = 55.7 Å, b = 133.4 Å, c = 78.2 Å). Les cristaux diffractent les rayons X respectivement à une résolution de 1,79 Å (ESRF, ID14-1) et 2.1 Å (ESRF, ID29) de résolution. Les structures ont été résolues par remplacement moléculaire en utilisant la structure de plus basse résolution (Lian et al., 2012 ; pdb 4DSQ).

Ahp1p est un homo-dimère. L'interface de dimérisation est hydrophobe. Ahp1p possède trois résidus cystéine dont deux sont accessibles au solvant. Un pont disulfure intermoléculaire entre la Cys-31 resolving et la Cys-62 peroxydative introduit une dissymétrie entre les deux chaînes dans la forme oxydée. La troisième Cys-120 n'est pas impliquée dans le mécanisme.

Références :

Lian, F-M, Yu, J, Ma, X-X, Yu, X-J, Chen, Y, Zhou, C-Z (2012) Structural Snapshots of Yeast Alkyl Hydroperoxide Reductase Ahp1 Peroxiredoxin Reveal a Novel Two-cysteine Mechanism of Electron Transfer to Eliminate Reactive Oxygen Species, J. Biol. Chem. 287, 17077-87.

Wood, ZA, Schroöder, E, Robin Harris, J, Poole, LB (2003) Structure, mechanism and regulation of peroxiredoxins. Trends. Biochem. Sci. 28, 32-40.



Crystal structure of DNA polymerase D provides an evolutionary link between the primordial replication and transcription apparatus in non-viral kingdoms

RAIA P. (a), (b), DELARUE M. (a), SAUGUET L. (a)

(a) Unité de dynamique structurale des macromolécules, Institut Pasteur & CNRS UMR 3528, 75015 Paris (France)

(b) Université Pierre & Marie Curie, 75006, Paris (France)

pierre.raia@pasteur.fr

Archaeal replicative DNA polymerases D (PolD) constitute an atypical class of DNA polymerases¹ made of a proof-reading exonuclease subunit (DP1) and a larger polymerase catalytic subunit (DP2), both with unknown structures. Extensive sequence analysis has failed to link it to any other known DNA polymerase folding type. We have determined the crystal structures of *Pyrococcus abyssi* DP1 and DP2 at 2.5 and 2.2 Å resolution, respectively, revealing a catalytic core strikingly different from all other known DNA polymerases (DNAPs). Rather, the PolD DP2 catalytic core is the same double-psi beta-barrel domain as seen in the RNA polymerase (RNAP) superfamily, which includes multi-subunit transcriptases of all kingdoms, homodimeric RNA silencing pathway RNAPs, and atypical viral RNAPs. The conserved subdomain displays a similar catalytic loop with two conserved aspartate previously shown to be mandatory for catalysis. This finding bridges together, for the first time in non-viral kingdoms, DNA transcription and DNA replication within the same protein superfamily. The PolD DP1 structure possesses a polymerase-associated Mre11-like nuclease fold dedicated to 3'-5' proofreading and confirms its evolutionary relationship to the eukaryotic replicative DNAP B-subunits inferred from previous sequence analysis studies. This study documents further the complex evolutionary history of the DNA replication apparatus in different kingdoms and proposes a novel paradigm and completes the classification of all extant DNA polymerases.

Structure-function studies of viral macro domains

RAMOS ANA SOFIA, LI CHANGQING, LICHÈRE JULIE, SULZENBACHER GERLIND, CANARD BRUNO, COUTARD BRUNO

AFMB UMR 7257, Aix-Marseille Université/ CNRS, 13288, Marseille, France
Ana-Sofia.Ferreira-Ramos@afmb.univ-mrs.fr

The genome Alphaviruses (family Togaviridae), encodes four non-structural proteins (nsP1 to nsP4) in the 5' region of the positive strand RNA. The alphavirus macro domain was identified at the N-terminus region of nsP3, followed by a Zinc-binding module and a hypervariable region at the C-terminus.

The role of nsP3 is not fully understood but is essential in the transcription process. Previous works have addressed the alphavirus macro domains of Chikungunya virus (CHIKV) and Venezuelan Equine Encephalitis Virus (VEEV). These macro domains are ADP-ribose binding modules and exhibit ADP-ribose 1''-phosphate phosphatase activity [1, 2]. Recently, a function has been discovered for viral macro domains: they are able to remove Poly- and Mono-ADP-ribose (PAR and MAR respectively) from ADP-ribosylated cellular proteins, suggesting that viral macro domain play an important role in host/virus interaction [3]. These structural and functional studies have pin-pointed specific residues involved in substrate binding and catalysis.

Two residues, an Asp and a Gly, play a key role in adenine binding and PAR removal, respectively. Sequence analysis revealed that the catalytic Gly is strictly conserved among Togaviridea macro domains, except in the case of Getah virus (GETV) which carries a Ser at that position. In order to evaluate possible structural and functional differences with this substitution, we produced and purified the GETV macro domain. We determined the GETV macro domain structure at 2Å resolution using a native data set and molecular replacement. Co-crystallization experiments with ADP-ribose are in progress, together with enzymatic assays, to clarify the still elusive catalytic mechanism of viral macro domains contributing to their broad role in innate immunity control.

References:

- 1.Egloff, M. P., et al. (2006). "Structural and functional basis for ADP-ribose and poly(ADP-ribose) binding by viral macro domains." *J Virol* 80(17): 8493-8502
- 2.Malet, H. et al. (2009). "The crystal structures of Chikungunya and Venezuelan Equine Encephalitis Virus nsP3 macro domains define a conserved adenosine binding pocket." *J Virol* 83(13): 6534-6545
- 3.Li C., et al. (submitted) "Viral Macro Domains Reverse Protein ADP-ribosylation



Glycosylate And Move: Structural And Functional Dissection Of A Glycosyltransferase Involved In Glycosylation Of A Bacterial Flagellin

SULZENBACHER, G.(a), MURAT, D.(c,d), ZAMBONI, V.(a), VINCENTELLI, R.(a), WU, L-F.(b,c) AND ALBERTO, F.(b,c)

a) Architecture et Fonction des Macromolécules Biologiques, UMR 7257 CNRS, Aix-Marseille Université, Case 932, 163 Avenue de Luminy, F-13288 Marseille Cedex 9;

b) Laboratoire de Chimie Bactérienne, UMR 7283 CNRS, Aix-Marseille Université, 31 Chemin Joseph Aiguier, F-13402 Marseille Cedex 20;

c) Laboratoire International Associé de la Bio-Minéralisation et Nano-Structures (LIA-BioMNSL), CNRS, 31 Chemin Joseph Aiguier F-13402 Marseille Cedex 20;

d) Laboratoire Information Génomique et Structurale, UMR 7256 CNRS, Aix-Marseille Université, Case 934, 163 Avenue de Luminy, F-13288 Marseille Cedex 9
Gerlind.Sulzenbacher@afmb.univ-mrs.fr

Bacterial motility is governed by motor rotation of a filament that is assembled via polymerization of flagellins after secretion via a dedicated Type III secretion system (1). Many bacteria modify their flagellins through attachment of carbohydrate groups (2), shown to be essential for the formation and functionality of an intact flagellum (3). The flagellin of our model organism *Magnetospirillum magneticum* AMB-1 (AMB-1) is glycosylated and deletion of the gene *ambo685* produced non-glycosylated flagellin and a non-flagellated phenotype. A functional flagellar filament and bacterial motility could be restored by complementation of the deletion mutant. Proteomic analysis revealed that the flagellin of AMB-1 is O-glycosylated with pseudoaminic acid, a sugar related to sialic acid. We solved the crystal structure of the product of *ambo685*, which is organised into three domains: a N-terminal Rossman-like domain of unknown function, a central α/β domain exhibiting striking structural similarity with sialyltransferases and a C-terminal α -helical bundle with intriguing structural reminiscence of flagellar chaperons. By mutation studies we could identify residues crucial for the glycosyltransferases activity of AMB0685.

References:

1. M. Erhardt, K. Namba and K.T. Hughes, Cold Spring Harb Perspect Biol 2, a000299 (2010).
2. H. Nothaft and C.M. Szymanski, Nat Rev Microbiol 8, 765-778 (2010).
3. D.J. McNally, J.P. Hui, A.J. Aubry, K.K. Mui, O. Guerry, J.R. Brisson, S.M. Logan and E.C. Soo. J Biol Chem 281, 18489-18498 (2006).

Analyse PDF de l'amorphisation du tréhalose induite par broyage haute énergie

BORDET P.(a), MARTINETTO P. (a), PAGNOUX W.(a), DESCAMPS M.(b), DUDOGNON E.(b), WILLART J-F.(b)

(a) Univ. Grenoble Alpes, Inst NEEL, F-38000 Grenoble, France

(a) CNRS, Inst NEEL, F-38000 Grenoble, France

(b) UMET, Univ. Lille 1, F-59655 Villeneuve d'Ascq, France

pierre.bordet@neel.cnrs.fr

Les procédés de broyage mécaniques sont largement utilisés dans l'industrie pharmaceutique, car ils peuvent améliorer les propriétés thérapeutiques des médicaments et notamment leur solubilité. Cette amélioration résulte principalement de la réduction de la taille des cristallites qui augmente la vitesse de dissolution et la limite de solubilité apparente. Cependant, pour certains matériaux le broyage peut également changer l'état physique lui-même. Par exemple, des amorphisations de médicaments à l'état solide induites par broyage ont déjà été rapportées [1].

On connaît mal le rôle exact des changements (micro-)structuraux dans le processus d'amorphisation lui-même. Nous proposons ici d'utiliser la fonction de distribution de paires (PDF) Méthode afin d'aller plus loin dans la compréhension du processus d'amorphisation à l'état solide induite par broyage. Technique d'analyse multiéchelle basée sur des données de diffusion totale, la PDF permet d'observer tout au long du processus de broyage l'évolution de la structure locale et de la microstructure.

Nous avons sélectionné le β -tréhalose ($C_{12}H_{22}O_{11}$), un disaccharide présentant une amorphisation progressive au broyage. Les données PDF ont été obtenues sur le diffractomètre de poudre haute résolution de la ligne de lumière CRISTAL au synchrotron SOLEIL à une énergie de 22.8keV ($\lambda = 0.544\text{\AA}$) fournissant un Q_{max} de $\sim 20.5\text{\AA}^{-1}$. Les diagrammes de diffraction présentent un élargissement progressif des pics de Bragg et l'apparition d'une bosse amorphe, jusqu'à disparition totale des pics après 2h de temps de broyage. L'ensemble des PDFs a pu être modélisé à l'aide d'un modèle comprenant une phase ordonnée à longue distance, dont la proportion et la longueur de corrélation diminuent au cours du broyage, et une phase amorphe, sans corrélations structurales intermoléculaires, dont la proportion augmente inversement.

La comparaison des PDFs obtenues pour des échantillons trempés et broyés à des temps longs montre que la structure locale évolue même dans la phase « amorphe ». Par ailleurs, l'analyse PDF de la structure locale montre clairement l'existence d'un désordre intramoléculaire, attribué à une distribution conformationnelle de l'angle de la liaison glycosidique entre les deux groupements glucose formant cette molécule de disaccharide.

N.B.: Les auteurs remercient E. Elkaim pour le support expérimental sur la ligne CRISTAL de Soleil

[1] J. F. Willart and M. Descamps, Molecular Pharmaceutics 5 (2008) 905.

Structure cristalline de $\text{AlV}_2\text{Sn}_{2-x}$

BOULET P., DE WEERD M.C., GAUDRY E., DE CLERMONT GALLERANDE E., DUBOIS J.M., FOURNEE V., LEDIEU J.

Institut Jean Lamour, UMR 7198 CNRS- Université de Lorraine, Nancy, France

Laboratoire International Associé PACS2 CNRS-Univ. Lorraine, Nancy, FR -Institut Jozef Stefan, Ljubljana, SI

p.boulet@univ-lorraine.fr

Ce poster présente nos premiers résultats concernant l'étude du système ternaire Al-V-Sn et notamment la résolution structurale d'un nouveau composé de stoechiométrie AlV_2Sn_2 .

L'étude de ce système s'effectue en synthétisant des alliages de composition variable par fusion directe dans un four à arc. L'échantillon est fondu plusieurs fois après retournement dans le but d'obtenir une meilleure homogénéité. L'échantillon est ensuite placé dans une enveloppe de tantale puis scellé dans un tube de quartz sous pression partielle d'argon. Un recuit à 700°C pendant une semaine, suivi d'une trempe, est effectué pour amener l'échantillon à l'équilibre. L'échantillon est ensuite systématiquement analysé par EDX pour identifier les phases en équilibre et par diffraction X sur poudre. Une fois la nouvelle phase ternaire mise en évidence, un nouveau traitement thermique dans un flux d'étain est effectué pour obtenir des monocristaux. Les cristaux sont étudiés à l'aide d'un diffractomètre de géométrie Kappa équipé d'une micro-source de molybdène et d'un détecteur APEXII.

La collecte des données est effectuée sur un cristal de dimensions 10 X 20 X 60 μm^3 . L'indexation du cristal obtenu a permis de résoudre la structure suivant une maille orthorhombique avec $a = 0.55931(1) \text{ nm}$, $b = 1.88017(5) \text{ nm}$ et $c = 0.67005(2) \text{ nm}$. L'analyse des extinctions systématiques a révélé que les plans de diffraction (hkl) tels que $h+k \neq 2n$, (hko) tels que $h, k \neq 2n$ et (ool) tels que $l \neq 2n$ étaient absents. Ceci nous a conduits à résoudre la structure suivant le groupe d'espace Cmce ($n^\circ 64$). Les positions des atomes ont été obtenues par méthode directe, un atome d'aluminium et un atome de vanadium ont ainsi été placés en position 8e et un atome de vanadium et 2 atomes d'étain en position 8f. Les facteurs de reliabilité obtenus, en incluant les facteurs d'agitations thermiques anisotropiques, sont $R_1 = 1.4\%$ et $wR_2 = 2.9\%$ pour $I > 2\sigma(I)$.

Cette structure, représentée ci-contre, est en fait isotype d'un composé GaV_2Sn_2 [1] dans lequel nous avons remplacé le gallium par l'aluminium. Elle peut être décrite par une double couche suivant l'axe c : une couche d'octaèdres d'étain rangés en quinconce et une couche de pentagones AlV_5 rangés tête-bêche et connectés les uns aux autres en partageant une arête.

[1] J. Ye, H. Horiuchi, T. Shishido and T. Fukuda, Acta Cryst. C 46 (1990) 1195.

Liste des participants

ABERGEL Chantal	Information Génomique et Structurale UMR7256 CNRS-AMU - Marseille - France Chantal.Abergel@igs.cnrs-mrs.fr
AGHAJARI Nushin	UMR5086 CNRS-Université Lyon1 - Lyon - France nushin.aghajari@ibcp.fr
AIT AHSAINE Hassan	Université Ibn Zohr - Agadir - Maroc a.hassan@uiz.ac.ma
ALBERIC Marie	Max Planck Institute of Colloids and Interfaces - Berlin - Allemagne marie.alberic@mpikg.mpg.de
ALBOUY Pierre-Antoine	Laboratoire de Physique des Solides, UMR CNRS 8502 - Orsay - France pierre-antoine.albouy@u-psud.fr
ALTOUNIAN Nicolas	CNRS - GRENOBLE cedex 9 - France nicolas.altounian@ujf-grenoble.fr
AMARAL DE OLIVEIRA Vanessa	Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives - Chambéry vanessa.amaoli@gmail.com
ATHMANI Hamza	Université Abbès Laghrour - Maxéville - France ham.40@live.fr
AUDEBRAND Nathalie	Université de Rennes 1, Institut des Sciences Chimiques de - Rennes - France nathalie.audebrand@univ-rennes1.fr
AUMONIER Sylvain	Institut de Biologie Structurale - GRENOBLE - FRANCE sylvain.aumonier@esrf.fr
BAHOUSSE Rawiya Imane	Université de Mostaganem - Mostaganem - Algérie bahoussi.rawia@yahoo.fr
BAILLY Corinne	Institut de Chimie de Strasbourg - STRASBOURG - FRANCE c.bailly@unistra.fr
BAISSISSE Salima	UNIVERSITE DE BATNA 1 - BATNA (ALGERIE) - s.baississe@Gmail.com
BAKLOUTI Amal	Architecture et Fonction des Macromolécule Biologique (AFMB) - Marseille amal.baklouti@yahoo.fr
BALDINOZZI Gianguido	Centralesupélec - Châtenay-Malabry - France gianguido.baldinozzi@centralesupelec.fr
BALLUT Lionel	UMR 5086 CNRS-UCBL - Lyon - France lballut@ibcp.fr
BAPTISTE Benoît	IMPMC - UMR CNRS 7590 - Lardy - France benoitb47@hotmail.fr
BARONNET Alain	CINaM-CNRS - Marseille - France baronnet@cinam.univ-mrs.fr

BATAILLE Thierry	Institut des Sciences Chimiques de Rennes UMR 6226 CNRS - Rennes - France thierry.bataille.1@ensc-rennes.fr
BAUDELET François	Synchrotron SOLEIL - Antony - antony francois.baudelet@synchrotron-soleil.fr
BENAISSA CHERIF Youcef	Université SAAD DAHLEB - CHLEF - ALGERIE youcher2003@yahoo.fr
BENAISSI Hafida	Laboratoire de cristallographie - Chlef - algérie benaissihafida86@yahoo.fr
BENALI-CHERIF Rim	Laboratoire des Structures, Propriétés et Interactions Int - Constantine - Algérie rym_46@hotmail.com
BENDENIA Chahrazed	Faculté des Sciences et de la Technologie - Mostaganem - Algérie bchahi@yahoo.com
BENDENIA Souhila	Faculté des Sciences et de la Technologie - Mostaganem - Algérie bendenias@yahoo.fr
BERGONZI Celine	University of Minnesota - Saint Paul - USA celine.bergonzi@gmail.com
BERNADO Pau	Centre de Biochimie Structurale - Montpellier - France pau.bernado@cbs.cnrs.fr
BERTHIER Eric	Thermo Fisher Scientific - Artenay - France eric.berthier@thermofisher.com
BOBO Emilie	Laboratoire SMS - Mont Saint Aignan - France emilie.bobo1@univ-rouen.fr
BOISBOUVIER Jerome	IBS - UMR5075 - GRENOBLE Cedex 9 - France jerome.boisbouvier@ibs.fr
BOMPARD Frederic	imXPAD - la ciotat - France frederic.bompard@imxpad.fr
BORDET Pierre	Institu Neel CNRS - Autrans - France pierre.bordet@neel.cnrs.fr
BOUKABCHA Nourdine	Université abdelhamid ibn badis - chlef alger - ALGERIE n.boukabcha@gmail.com
BOULET Pascal	Institut Jean Lamour - Nancy - France p.boulet@univ-lorraine.fr
BOURAIMA Adam	Université Mohammed V, Faculté des Sciences, Rabat - Rabat - Maroc abourae@gmail.com
BOURNE Yves	AFMB CNRS & Aix-Marseille Univiversité - Marseille - France yves.bourne@afmb.univ-mrs.fr
BRIOIS Valérie	SOLEIL-UR1 CNRS - Gif sur Yvette – France briois@synchrotron-soleil.fr
BURAS Andrzej	TUM-IAS - Ottobrunn - Germany aburas@ph.tum.de



CAMEL Denis	CEA-INES - Chambéry - France denis.camel@wanadoo.fr
CAPET Frédéric	UCCS - Unité de Catalyse et de Chimie du Solide - UMR CNRS - Villeneuve d'Ascq - frederic.capet@univ-lille1.fr
CAPOGNA Lucia	CNR OGG (Italie) c/o ILL - Grenoble - France capogna@ill.fr
CARRIQUE Loïc	CNRS-UCBL - Lyon - France loic.carrique@ibcp.fr
CASTETS Geraldine	Laboratoire EDYTEM - Université Savoie Mont Blanc - Chambéry - France geraldine.castets@univ-smb.fr
CERETTI Monica	Institut Charles Gerhardt UMR 5253 - Montpellier - France monica.ceretti@univ-montp2.fr
CHAMARD Virginie	Institut Fresnel - Marseille - France virginie.chamard@fresnel.fr
CHAMOREAU Lise-Marie	Institut Parisien de Chimie Moléculaire - Paris - France lise-marie.chamoreau@upmc.fr
CHAOUCHE Latifa	Université Kasdi Merbah Ouargla - Ouargla - Algérie karima.belakroum@yahoo.fr
CHASSIGNEUX Carinne	Madirel - Marseille - France carine.chassigneux@univ-amu.fr
CHEKOUR Lounis	Laboratoire LMDM - Université Frères Mentouri - Constantine - Algérie chekourl@umc.edu.dz
CLAVEL Damien	Institut de Biologie Structurale - GRENOBLE - France dclavel@ibs.fr
COLIN Clair	Insitut Néel- UPR2940 - CNRS - Grenoble - France claire.colin@neel.cnrs.fr
COLLETIER Jacques-Philippe	Institut de Biologie Structurale - Grenoble - France colletier@ibs.fr
COLLIN Blanche	CEA Cadarache - Saint Paul Lez Durance - France blanche.collin@cea.fr
COMBET Sophie	Laboratoire Léon-Brillouin UMR12 CEA/CNRS - Gif-sur-Yvette CEDEX - France sophie.combet@cea.fr
COQUEREL Yoann	ISM2 - Marseille - France yoann.coquerel@univ-amu.fr
CORNELIUS Thomas	IM2NP (UMR 7334) CNRS - Marseille - France thomas.cornelius@im2np.fr
COSTILLE Benjamin	SPCTS Université de Limoges - Limoges Cedex - France benjamin.costille@etu.unilim.fr
COTTE Marine	ESRF - Grenoble - France cotte@esrf.fr

CROGUENNEC Laurence	ICMCB-CNRS - PESSAC - FRANCE Laurence.Croguennec@icmcb.cnrs.fr
CROSET Bernard	Institut des NanoSciences de Paris, case 840, 4 place Jussie - Paris - France bernard.croset@insp.jussieu.fr
CUZAN Olesea	Fédération chimie - Marseille - France olesea_cuzan@yahoo.com
CZJZEK Mirjam	Laboratoire de Biologie Intégrative des Modèles Marins - Plougoulm - France czjzek@sb-roscoff.fr
DAILLANT Jean	SYNCHROTRON SOLEIL - GIF-SUR-YVETTE - FRANCE jean.daillant@synchrotron-soleil.fr
DAUTANT Alain	IBGC - Bordeaux - France a.dautant@ibgc.cnrs.fr
DAVIERO-MINAUD Sylvie	Unité de Catalyse et de Chimie du Solide - Villeneuve d'Ascq CEDEX - france sylvie.daviero@ensc-lille.fr
DEBASTE Frédéric	Université Libre de Bruxelles - Bruxelles - Belgique fdebaste@ulb.ac.be
DEBENEDETTI Odile	Fédération chimie - Marseille - France Odile.Debenedetti@univ-amu.fr
DESCOINS Marion	IM2NP - allauch - France marion.descoins@im2np.fr
DESSEN Andrea	Institut de Biologie Structurale - Grenoble - France andrea.dessen@ibs.fr
DEVOUARD Bertrand	CEREGE - Aix-en-Provence - France devouard@cerege.fr
DIERS Brigitte	CNRS - Paris - France brigitte.diers@cnrs-dir.fr
DJAFRI Ahmed	LTPS - Mostaganem - Algérie djafahmed@yahoo.fr
DJEDOUANI Amel	Ecole normale superieure de Constantine, - Constantine - Algerie djedouani_amel@yahoo.fr
DJEMEL Tarek	Université Abbès Laghrour - Kais - Khenchela (Algérie) tadmilk@hotmail.fr
DUBOURDIEU Catherine	Helmholtz-Zentrum Berlin GmbH - Berlin - Allemagne catherine.dubourdieu@helmholtz-berlin.de
DUFFAR Thierry	SIMAP-EPM - saint Martin d'Hères - France thierry.duffar@grenoble-inp.fr
DUHAYON Carine	Labo de Chimie de Coordination du CNRS, UPR8241 - Castanet-Tolosan - France duhayon@lcc-toulouse.fr



DUVERGER-NEDELLEC Elen

CRISMAT UMR6508 - Caen - France
elen.duverger-nedellec@ensicaen.fr

EL BARRAJ Ali

Aix Marseille Université - Marseille - France
ali.EL-BARRAJ@etu.univ-amu.fr

EL KHATIB Mariam

Institut de biologie structurale - saint martin d'hères - France
mariam.el-khatib@ibs.fr

EL MOUSSAFIR El Miloudi

Université hassan 2 casablanca faculty of science ben m'sik - Casablanca (Maroc)
elmoussafir@hotmail.fr

ELIAS Mikael

University of Minnesota - Saint Paul - USA
mhelias@umn.edu

EXCOFFIER Grégory

Fédération chimie - Marseille - France
Gregory.Excoffier@univ-amu.fr

FAGES Frédéric

Aix Marseille Université, Faculté des Sciences - Marseille - France
frederic.fages@univ-amu.fr

FAVRE-NICOLIN Vincent

ESRF-The European Synchrotron - Grenoble - France
vincent.favre-nicolin@esrf.fr

FERNANDEZ Sara

ESRF - Grenoble - France
sara.fernandez@esrf.fr

FERTE Nathalie

Centre Interdisciplinaire de Nanoscience de Marseille CInaM - marseille - france
ferte@cinam.univ-mrs.fr

FISHER Martin

Formulatrix - Rotherham - United Kingdom
martin@formulatrix.com

GALLARD Manon

Synchrotron SOLEIL - Fontenay-aux-roses - France
gallard@synchrotron-soleil.fr

GARCIA Camille

AFMB - Marseille - France

GARCIN Elsa

University of Maryland Baltimore County - Baltimore - USA
egarcin@umbc.edu

GAULLIER Guillaume

HHMI / University of Colorado, Boulder - Boulder, CO - USA
guillaume.gaullier@colorado.edu

GBABODE Gabin

Laboratoire Sciences et Méthodes Séparatives - Mont-Saint-Aignan - France
gabin.gbabode@univ-rouen.fr

GERGAUD Patrice

CEA MINATEC Campus - LA BUISSE - FRANCE
patrice.gergaud@cea.fr

GIBAUD Alain

CNRS UMR 6283, IMMM, Université du Maine - Le MANS - France
gibaud@univ-lemans.fr

GIORGI Michel

Aix Marseille Université - Marseille - France
michel.giorgi@univ-amu.fr

GONANO Bruno

Laboratoire CRISMAT - Caen - France
bruno.gonano@ensicaen.fr

GOUBET Nicolas	UPMC - Limeil Brévannes - France nicolas.goubet@upmc.fr
GRAUBY Olivier	CINaM - Marseille - France grauby@cinam.univ-mrs.fr
GUERIN Laurent	Université de Rennes 1 - Rennes - France laurent.guerin@univ-rennes1.fr
GUILLIN Jacques	Bruker AXS SAS - Champs sur Marne - France jacques.guillin@bruker.com
GUINEBRETIERE Rene	ENSCI, SPCTS, UMR CNRS 7315 - Limoges – France rene.guinebretiere@unilim.fr
GUIONNEAU Philippe	Université de Bordeaux - ICMCB - Bordeaux - France philippe.guionneau@icmcb.cnrs.fr
HAJBI Mariem	FACULTÉ DES SCIENCES DE SFAX - Sfax - Tunisie mariem.hajbi@gmail.com
HASNAIN SAMAR	University of Liverpool - Liverpool - Royaume Uni s.s.hasnain@liverpool.ac.uk
HENRY Natacha	UCCS - Villeneuve d'Ascq - france natacha.henry@ensc-lille.fr
HIDKI Sarah	UPMC - Institut des NanoSciences de Paris - Paris - France sarah.hidki@upmc.fr
HIPPERT Françoise	LNCMI / CNRS - Grenoble - France francoise.hippert@lncmi.cnrs.fr
HODEAU Jean-Louis	Institut Neel - CNRS - UGA - Grenoble - France hodeau@neel.cnrs.fr
HOH Francois	CNRS - Montpellier - France hoh@cbs.cnrs.fr
ITIE Jean-Paul	Synchrotron SOLEIL - Gif-sur-Yvette - France jean-paul.itie@synchrotron-soleil.fr
JACQUET Pauline	URMITE - Marseille - France jacquet.pauline@gmail.com
JANNANE Tariq	Laboratoire de Physique des Matériaux - Béni Mellal - Maroc tariq.jannane@gmail.com
JEUDY Sandra	IGS- CNRS UMR 7256 - CARNOUX EN PROVENCE - France sandra.jeudy@igs.cnrs-mrs.fr
KADOK Joris	Institut Jean Lamour - Nancy - France joris.kadok@univ-lorraine.fr
KAIBA Abdellah	Prince Sattam bin Abdulaziz University - AL Kharj (Arabie Saudite) - abkaiba@yahoo.fr
KARMAZIN Lydia	Institut de Chimie de Strasbourg UMR7177 - Strasbourg - France karmazin@unistra.fr



KHELLOUL Nawel	Université de Mostaganem - Mostaganem - Algérie nawelkhelloul@yahoo.fr
KLAHOLTZ Bruno	CBI, IGBMC - Illkirch - France bruno.klaholtz@igbmc.fr
KNOOP Martina	Institut de Physique / CNRS - Marseille - France martina.knoop@cnrs-dir.fr
KNOSSOW Marcel	I2BC CNRS - Gif sur Yvette - France marcel.knossow@i2bc.paris-saclay.fr
KOUVATAS Cassandre	CSM ENSCR - UMR6226 - Rennes - France cassandre.kouvatat@ensc-rennes.fr
KUNTZEL Thomas	SATT Aquitaine - BORDEAUX - France thomas.kuntzel@u-bordeaux.fr
LABAT Stephane	Aix-Marseille Université - marseille - France stephane.labat@univ-amu.fr
LAFOND Alain	Institut des matériaux Jean Rouxel (IMN) - NANTES Cedex 3 - FRANCE Alain.Lafond@cnrs-imn.fr
LAI William	PANalytical - Limeil Brévannes Cedex - France william.lai@panalytical.com
LAMRHARI Samiha	Université Hassan II Casablanca- Faculté des sciences Ben - Casablanca - Maroc lamrharisamiha@gmail.com
LANGLOIS Cyril	Laboratoire MATEIS - Villeurbanne - France cyril.langlois@insa-lyon.fr
LAURAUX Florian	Im2np - Marseille - France
LE BARS Maureen	CEREGE - Aix en provence cedex 4 - France lebars@cirad.fr
LE DREAU Loïc	Bruker AXS - champs sur marne (france) loic.le_dreau@bruker.com
LE DU Marie-Hélène	CEA, CNRS, Université Paris-Sud - Gif-sur-Yvette - France marie-helene.ledu@cea.fr
LEBRAUD Eric	ICMCB-CNRS - PESSAC – FRANCE lebraud@icmcb-bordeaux.cnrs.fr
LECOMTE Claude	université de Lorraine - Vandoeuvre les Nancy - france claudelcomte@univ-lorraine.fr
LEGRAND Pierre	Synchrotron SOLEIL - GIF-sur-YVETTE - France pierre.legrand@synchrotron-soleil.fr
LEGROS Marc	CEMES-CNRS - Toulouse - France legros@cemes.fr
LEROUX Christine	IM2NP CNRS 7334, Université de Toulon - La Garde - France leroux@univ-tln.fr

LEROY Frederic	Aix Marseille Université - Marseille - France leroy@cinam.univ-mrs.fr
LEVARD Clément	CEREGE - Rousset - France levard@cerege.fr
LEY-NGARDIGAL Kemie	CIRIMAT - Toulouse - France kemie.leyngardigal@ensiacet.fr
LINDA Pastero	Dipartimento di Scienze della Terra - Università degli Stud - Rubiana (TO) - Italie linda.pastero@unito.it
LOC'H Jérôme	Institut Pasteur - Paris - France jerome.loch@pasteur.fr
LONGEREY Julien	Cerege - Marseille - France julien.longerey@univ-amu.fr
LUNING Jan	Université Pierre et Marie Curie - Paris - France jan.luning@upmc.fr
MANGELINCK-NOËL Nathalie	IM2NP CNRS UMR 7334 - Marseille Cedex 20 - France nathalie.mangelinck@im2np.fr
MARCHI Florence	Institut Néel UPR 2940, Département PLUM, Bat D - Grenoble - France florence.marchi@neel.cnrs.fr
MARCHIVIE Mathieu	ICMCB UPR CNRS 9048 - Pessac - France mathieu.marchivie@icmcb.cnrs.fr
MARIETTE Céline	Institut de Physique de Rennes - RENNES (FRANCE) - celine.mariette@univ-rennes1.fr
MARTIN Christine	CRIMAT UMR6508 - BANVILLE - France christine.martin@ensicaen.fr
MARTINETTO Pauline	Institut Néel CNRS-UJF - Chambéry - France pauline.martinetto@neel.cnrs.fr
MASION Armand	Cerege - Marseille - France masion@cerege.fr
MASSON Olivier	Laboratoire SPCTS - Université de Limoges - Limoges - France olivier.masson@unilim.fr
MATARD-MANN Maria	Station Biologique de Roscoff - Roscoff - France maria.matard@sb-roscoff.fr
MATHIEU Magali	sanofi - Vitry sur Seine Cedex - FRANCE magali.mathieu@sanofi.com
MAYER Claudine	Universite Paris Diderot / Institut Pasteur - PARIS - FRANCE mayer@pasteur.fr
MEGROUSS Youcef	Université Abdelhamid ibn badis - Chlef - Algerie youmeg@hotmail.fr
MERABET Amina	IM2NP - Marseille - France amina.merabet@im2np.fr



MEZIANE Karima	Group d'etude des matériaux optoélectronique - marrakech - maroc karimameziane91@gmail.com
MICHEL Anny	Institut Pprime - Université de Poitiers - Chasseneuil - France Anny.S.Michel@univ-poitiers.fr
MIRINIOUI Fatima-Ezzahra	Université Hassan 1er, FST de Settat Maroc - Khouribga - Maroc f.mirinioui@gmail.com
MOLLICA Giulia	Aix-Marseille Université-CNRS - Marseille – France giulia.mollica@univ-amu.fr
MONNIER Laurine	Laboratoire CRISMAT - Caen - France laurine.monnier@ensicaen.fr
MORERA Solange	I2BC CNRS - Bures sur Yvette - France solange.morera@i2bc.paris-saclay.fr
MOTTET Christine	CINaM - Marseille - France mottet@cinam.univ-mrs.fr
MOUREY Lionel	IPBS - Pins Justaret - France lionel.mourey@ipbs.fr
MULLER Pierre	Aix Marseille Université - Marseille - France muller@cinam.univ-mrs.fr
NENERT Gwilherm	PANalytical B. V. - Almelo - Netherlands gwilherm.nenert@panalytical.com
NGASSA TANKEU Yvan Georges	Unité Matériaux Et Transformations (UMET) - Villeneuve d'Ascq - France yg.ngassa-tankeu@ed.univ-lille1.fr
NGUYEN The Quyen	CNRS - Institut de Biologie Intégrative de la Cellule - Orsay - France nguyen.quyen@i2bc.paris-saclay.fr
NGUYEN THI Henri	IM2NP - Marseille – France henri.nguyen-thi@im2np.fr
NOZIERES Philippe	ILL - Grenoble - France nozieres@ill.fr
NURIZZO Didier	ESRF-The European Synchrotron - Grenoble (France) - nurizzo@esrf.fr
ODIN Christophe	IPR UMR6251 CNRS-UR1 - Rennes Cedex - France christophe.odin@univ-rennes1.fr
PAILLAUD Jean-Louis	Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M), UMR C - Mulhouse - jean-louis.paillaud@uha.fr
PAITEL Cathy	IM2NP UMR CNRS 7334 - Marseille - France cathy.paitel@im2np.fr
PELLEN Marion	ICMMO - SP2M - Orsay - France marion.pellen@u-psud.fr

PELLOQUIN Denis	CNRS - Caen - France denis.pelloquin@ensicaen.fr
PEREZ Olivier	CRISMAT / ENSICAEN - Caen - France olivier.perez@ensicaen.fr
PEREZ PONCE Hector	imXPAD - la ciotat - France hector.perez@imxpad.fr
PETIT Pierre-Emmanuel	IMN / UMR CNRS 6502 - Sainte-Pazanne - France pierre-emmanuel.petit@cnrs-imn.fr
PHILOUZE Christian	Département de Chimie Moléculaire - Grenoble - France christian.philouze@univ-grenoble-alpes.fr
PIERROT Marcel	CINaM - Marseille - France
PINAULT Lucile	URMITE - LA TIMONE - Marseille - FRANCE lucile.pinault@gmail.com
PIQUARD Juliette	CEA - Le Ripault - Tours - France juliettepiquard@gmail.com
PLAIS Lucie	Synchrotron SOLEIL - Saint-Aubin - France lucie.plais@synchrotron-soleil.fr
POPOVA Elena	CNRS - Versailles - France olena.popova@uvsq.fr
PORCHER Florence	Laboratoire Léon Brillouin - CEA Saclay - Gif sur Yvette Cedex - France florence.porcher@cea.fr
POUPON Morgane	Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux France morgane.md.poupon@gmail.com
PRESTIPINO Carmelo	CNRS UMR6226 ISCR - Betton - France carmelo.prestipino@univ-rennes1.fr
PUTERO Magali	IM2NP - CNRS - Aix-Marseille Université - Marseille - France magali.putero@im2np.fr
RADJEHI Lamia	Université de technologie de troyes. antenne de Nogent . - Chaumont - France amelch6@gmail.com
RAIA Pierre	Institut Pasteur - Le kremlin bicêtre - France pierre.raia@pasteur.fr
RAMOS Ana Sofia	AFMB UMR 7257 CNRS-AMU - Marseille - France Ana-Sofia.Ferreira-Ramos@afmb.univ-mrs.fr
RAVY Sylvain	Laboratoire de Physique des Solides, CNRS - Paris - France sylvain.ravy@u-psud.fr
RECEVEUR-BRECHOT Véronique	Centre de Recherche en Cancérologie de Marseille - Marseille Cedex 9 - France veronique.brechot@inserm.fr
RENEVIER Hubert	Grenoble INP - Grenoble - France hubert.renevier@grenoble-inp.fr



RESTA Andrea	SOLEIL - GIF-sur-YVETTE - FRANCE andrea.resta@synchrotron-soleil.fr
RIBEIRO PASSOS Aline	Synchrotron SOLEIL - Gif-sur-Yvette - France aline.ribeiro-passos@synchrotron-soleil.fr
RIBERI-BERIDOT Thècle	IM2NP - Marseille - France thecleriberi-beridot@im2np.fr
RICHARD Marie-Ingrid	IM2NP, Université Aix-Marseille, ESRF - Saint Martin Le Vinoux - France marie-ingrid.richard@im2np.fr
ROCHEL Natacha	IGBMC - Illkirch - France rochel@igbmc.fr
ROGUES Pierrick	NatX-ray - Saint Martin d'Hères - France pierrick.rogues@natx-ray.com
RORET Thomas	UMR Interactions Arbres-Microorganismes - nancy - France thomas.roret@univ-lorraine.fr
ROUSSE Gwénhaelle	UPMC - Paris - France gwenaelle.rousse@upmc.fr
ROUSSEL Alain	AFMB - Marseille - France alain.rousseau@afmb.univ-mrs.fr
ROUSSEL Pascal	Unité de Catalyse et Chimie du Solide - Villeneuve d'Ascq - France pascal.rousseau@ensc-lille.fr
RUFF Marc	IGBMC - Illkirch - France ruff@igbmc.fr
SAMTLEBEN TILL	STOE & CIE - Darmstadt - Deutschland samtleben@stoe.com
SANTILLI Celso V.	Instituto de Química, UNESP - Araraquara, SP, - Brazil santilli@iq.unesp.br
SAUGUET Ludovic	Institut Pasteur - Le kremlin bicêtre - France lsauguet@pasteur.fr
SCHAMM-CHARDON Sylvie	CEMES/CNRS - Toulouse cedex4 - France sylvie.schammchardon@cemes.fr
SCHANDA Paul	Institut de Biologie Structurale - Grenoble - France paul.schanda@ibs.fr
SCHULLI Tobias	ESRF - 38360 - France schulli@esrf.fr
SEN Gourav	SIMaP - Grenoble - France gourav.sen@simap.grenoble-inp.fr
SENEQUIER Franck	ELEXIENCE - Montbonnot - France franck.senequier@milexia.fr
SHEPARD William	Synchrotron SOLEIL - PARIS - FRANCE william.shepard@synchrotron-soleil.fr

SLEATOR Olivia	Rigaku Europe - Sevenoaks - UK olivia.sleator@rigaku.com
SPINELLI Silvia	AFMB - marseille - france silvia.spinelli@afmb.univ-mrs.fr
STAMELOU Vasiliki	IM2NP - Marseille - France vstame@gmail.com
STECIUK Gwladys	Laboratoire CRISMAT UMR6508 - CAEN cedex 4 - FRANCE gwladys.steciuk@ensicaen.fr
STEIER Valérie	sanofi - Vitry sur Seine Cedex - FRANCE valerie.steier@sanofi.com
STEPHAN Odile	LPS Université Paris Sud - Paris - France odile.stephan@u-psud.fr
SULZENBACHER Gerlind	Architecture et Fonction des Macromolécules Biologiques UMR - Marseille Gerlind.Sulzenbacher@afmb.univ-mrs.fr
TABTI Charef	Université de mostaganem - Mostaganem - Algérie tabti_ltps@yahoo.fr
TAILLEUR Elodie	Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux - Talence - France tailleur.elo@gmail.com
TAKOUACHET Radhwane	Laboratoire des Structures, Propriétés et Interactions Int - Constantine - Algérie takouachet1@hotmail.fr
TAULELLE Francis	Tectospin - Versailles - France francis.taulelle@uvsq.fr
TERRADOT Laurent	CNRS-UCBM Institut de Biologie et Chimie des Protéines - Lyon cedex 07 - France laurent.terradot@ibcp.fr
THIAUDIERE Dominique	Synchrotron SOLEIL - Gif Sur Yvette - FRANCE thiaudiere@synchrotron-soleil.fr
THIBAUD Jean-Marc	Institut Charles Gerhardt - Saint-Gilles - France thibaud.jeanmarc@orange.fr
THOMAS Olivier	Im2np UMR CNRS 7334 - Aix-Marseille Université - Marseille Cedex 20 - France olivier.thomas@im2np.fr
THUNE Elsa	SPCTS-ENSCI - Limoges - France elsa.thune@unilim.fr
TIMMINS Joanna	Institut de Biologie Structurale UMR5075 - Noyarey - France joanna.timmins@ibs.fr
TOUDIC Bertrand	CNRS - Rennes - France bertrand.toudic@univ-rennes1.fr
TRAPANI Stefano	Centre de Biochimie Structurale, Université de Montpellier - Montpellier - France trapani@cbs.cnrs.fr
TRESSET Guillaume	Laboratoire de Physique des Solides - Gif-sur-Yvette - France guillaume_tresset@yahoo.fr



TRZOP Elzbieta	Université Rennes 1, Institut de Physique de Rennes - Cesson-Sevigne - FRANCE elzbieta.trzop@univ-rennes1.fr
VALLET Jean-Marc	CICRP - Marseille - France jean-marc.vallet@cicrp.fr
VAN DER LEE Arie	CNRS - Montpellier - France vdlee@iemm.univ-montp2.fr
VAXELAIRE Nicolas	CEA-Leti - Claix - France vaxelaire.nicolas@gmail.com
VENDIER Laure	Laboratoire de Chimie de Coordination - TOULOUSE - FRANCE laure.vendier@lcc-toulouse.fr
VINCENT Florence	Laboratoire AFMB, CNRS - Marseille cedex 09 - France florence.vincent@afmb.univ-mrs.fr
VIOLOT Sébastien	MMSB UMR 5086 CNRS6UCB LYON1 - MEYZIEU - FRANCE sebastien.violot@ibcp.fr
VOUFACK Ariste Bolivard	Université de Lorraine - Nancy - FRANCE ariste-bolivard.voufack@univ-lorraine.fr
WAGNER Tristan	Max Planck Institute for terrestrial microbiology - Marburg - Allemagne tristan.wagner@mpi-marburg.mpg.de
WALLEZ Gilles	IRCP Chimie ParisTech & UPMC - Issy les Moulineaux - France gilles.wallez@upmc.fr
WEIK Martin	Institut de Biologie Structurale - Saint Egreve - France weik@ibs.fr
YAHIAOUI Salem	ECOLE NORMALE SUPERIEURE MOSTAGANEM ALGERIE - yahsale67@yahoo.fr
YAN Zeyin	Laboratoire Structures, Propriétés et Modélisation des Solides CHATENAY MALABRY CEDEX - France zeyin.yan@centralesupelec.fr
YEKWA Elsie Laban	Laboratoire d'Architecture et Fonction des Macromolécules B - Marseille - France Elsie.Yekwa@afmb.univ-mrs.fr
ZAIDAT Kader	Laboratoire SIMAP - Saint martin d'heres - France kader.zaidat@simap.grenoble-inp.fr
ZAMBOTI Véronique	AFMB - Marseille - France Veronique.Zamboni@afmb.univ-mrs.fr
ZHIOU Seifeddine	CEA-Leti - Grenoble (France) - seifeddine.zhiou@cea.fr
ZHOU Tao	ESRF - Grenoble - France tao.zhou@esrf.fr
ZINN-JUSTIN Sophie	CEA - Gif-sur-Yvette - France sophie.zinn@cea.fr

