

---

# 3D-ED pour la localisation des cations dans les zéolithes synthétiques et naturelles

DIRECTEUR DE THESE : JEAN-LOUIS PAILLAUD  
CO-DIRECTEUR : TAYLAN ÖRS, IRENA DEROCHE  
IS2M, 15, RUE JEAN STARCKY - BP 2488, 68057 MULHOUSE CEDEX  
TEL : 03 89 33 68 84 ; E-MAIL : [JEAN-LOUIS.PAILLAUD@UHA.FR](mailto:JEAN-LOUIS.PAILLAUD@UHA.FR)

Les zéolithes sont des aluminosilicates cristallins microporeux utilisés pour un environnement meilleur dans diverses applications telles que l'adsorption sélective de composés organiques volatils. En raison de la charge négative globale de la charpente, elles contiennent des cations de compensation de charge. La nature et la position de ces cations au sein de la porosité influencent les propriétés physico-chimiques des zéolithes. Par conséquent, la localisation des cations est d'un intérêt majeur. Étant donné la taille trop réduite des cristaux pour une utilisation de la diffraction des rayons-X (DRX) sur monocristaux, la localisation des cations est généralement effectuée par DRX sur poudre ou par diffraction des neutrons via la méthode de Rietveld. Pour les structures complexes, cette analyse peut être problématique en raison du chevauchement important des raies de diffraction. La diffraction électronique conventionnelle est bien adaptée pour effectuer une diffraction sur des monocristaux de tailles nanométriques mais la présence des effets dynamiques rend l'interprétation des intensités diffractées difficile pour l'affinement de la structure. La diffraction électronique 3D (3D-ED) avec précession sur TEM est une technique émergente pour réduire la contribution des effets dynamiques. Ainsi, les intensités de Bragg extraites deviennent traitables par des méthodes standards de la cristallographie. Un autre avantage de la technique 3D-ED est que des structures peuvent être résolues dans un échantillon multiphasique comme c'est le cas pour les zéolithes naturelles. Ainsi, récemment la structure du zéolithosilicate microporeux MZS-1 a été élucidée [1].

L'objectif du présent projet est d'analyser la localisation des cations à l'aide de la méthode 3D-ED dans des zéolithes naturelles et synthétiques avec des rapports Si/Al variables et sous différents taux d'échange de cations de valences variables ainsi qu'avec des degrés d'hydratation variables. Les structures élucidées par diffraction électronique seront confrontées aux modèles théoriques. Pour ce faire, des simulations de type Monte Carlo (MC), basées sur des champs de force classiques, décrivant les interactions entre les atomes de charpente, les cations de compensation de charge et les molécules d'eau par les potentiels additifs par paires sous formes des potentiels Coulombiens et de Lennard-Jones seront effectuées [2].

- [1] Steciuk, G.; Schäfer, O.; Tortet, L.; Pizzala, H.; Palatinus, L.; Hornfeck, W.; Paillaud, J. A New Lithium-Rich Zeolitic 10-MR Zéolithosilicate MZS-1 Hydrothermally Synthesized under High Pressure and Characterized by 3D Electron Diffraction. *Eur. J. Inorg. Chem.* 2021, 2021 (7), 628–638.
- [2] Ammouli, T.; Paillaud, J. L.; Nouali, H.; Stephan, R.; Hanf, M. C.; Sonnet, P.; Deroche, I. Insights into Water Adsorption in Potassium-Exchanged X-Type Faujasite Zeolite: Molecular Simulation and Experiment. *J. Phys. Chem. C* 2021, 125 (35), 19405–19416.