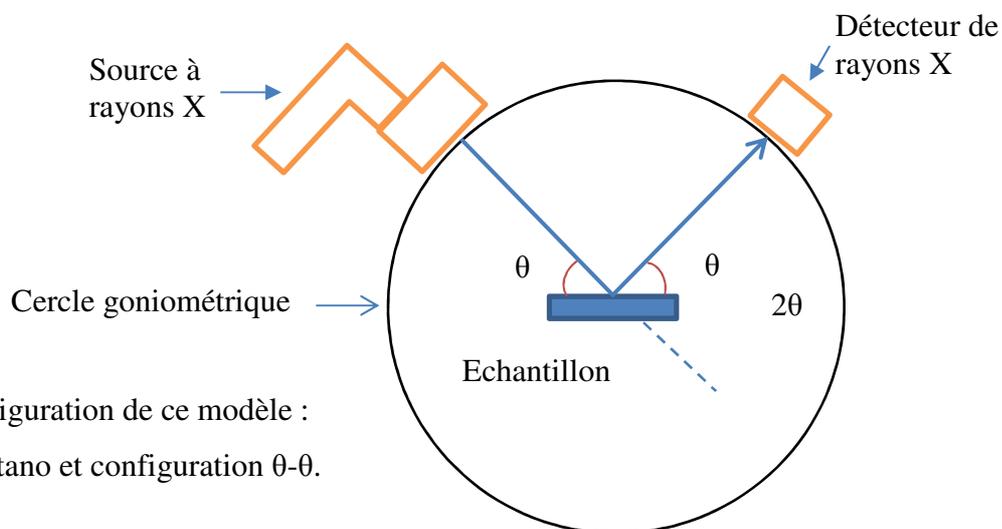


Corrigé type EXAMEN

Exercice 01 (07 pts)

1. Schéma de principe d'un diffractomètre automatique de poudre de modèle Bruker D8

Advance :



2. La géométrie et la configuration de ce modèle :

Géométrie Bragg-Brentano et configuration θ - θ .

3. De la position des raies de diffraction, on peut déduire :

- La symétrie cristalline (groupe d'espace).
- Les paramètres du réseau cristallin.

4. De l'intensité des raies de diffraction, on peut déduire :

- Le contenu de la maille cristalline (nature et positions atomiques).
- L'orientation préférentielle des cristallites (grains).
- Dans le cas d'un mélange de phases, on peut remonter au pourcentage de chaque phase.

5. Du profil (forme et largeur) de raie de diffraction, on peut déduire :

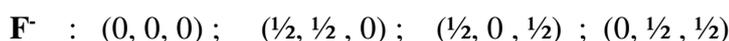
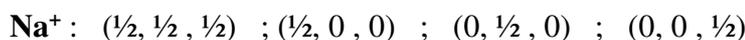
- La taille des cristallites.
- Les microcontraintes ou microdéformations (Solutions solides, impuretés, etc.).

6. La signification des abréviations (*, R, C, D) dans une fiche PDF de la base des données ICDD :

abréviation	Qualité de la fiche PDF
*	Excellent
R	Rietveld
C	Calculated
D	Deleted
I	Indexed

Exercice 02 (06 pts)

Le fluorure de sodium (NaF) cristallise dans un système cubique, tel que :



1. Le mode de réseau de Bravais : à faces centrées F puisque chaque position (x, y, z) possède trois autres positions équivalentes (x+1/2, y+1/2, z); (x+1/2, y, z+1/2) et (x, y+1/2, z+1/2).

2. Le facteur de structure F_{hkl} :

$$F_{hkl} = \sum_j f_j e^{2\pi i(h x_j + k y_j + l z_j)}$$

$$F_{hkl} = f_{\text{Na}} e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{l}{2})} + f_{\text{Na}} e^{2\pi i(\frac{h}{2})} + f_{\text{Na}} e^{2\pi i(\frac{k}{2})} + f_{\text{Na}} e^{2\pi i(\frac{l}{2})} +$$

$$+ f_{\text{F}} + f_{\text{F}} e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2})} + f_{\text{F}} e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{l}{2})} + f_{\text{F}} e^{2\pi i(\frac{k}{2} + \frac{l}{2})}$$

$$F_{hkl} = f_{\text{Na}} (e^{\pi i(h+k+l)} + e^{\pi i(h)} + e^{\pi i(k)} + e^{\pi i(l)}) + f_{\text{F}} (1 + e^{\pi i(h+k)} + e^{\pi i(h+l)} + e^{\pi i(k+l)})$$

3. Les conditions de diffraction :

On distingue les cas suivants :

- h, k et l sont tous pairs : $F_{hkl} = 4 (f_{\text{F}} + f_{\text{Na}}) \Rightarrow$ Diffraction avec intensité forte.
- h, k et l sont tous impairs : $F_{hkl} = 4 (f_{\text{F}} - f_{\text{Na}}) \Rightarrow$ Diffraction avec intensité très faible.
- h, k et l sont mixtes : $F_{hkl} = 0 \Rightarrow$ Extinction systématique; intensité nulle.

Exercice 03 : (07 pts)

Le Fluorure de sodium NaF cristallise avec une structure cubique (type NaCl).

1- L'indexation du diagramme de diffraction de RX sur poudre.

2θ (°)	33,50	38,88	56,15	67	70,40	83,44	92,98	96,18
θ (°)	16,75	19,44	28,075	33,5	35,20	41,72	46,49	48,09
sin² θ	0,083057	0,11077	0,2215	0,3046	0,3323	0,4429	0,526	0,5538
Δ (sin² θ)	0,0277 0,1107 0,0831 0,0276 0,1106 0,0831 0,0278							
$\frac{\sin^2 \theta}{0,0276}$	3	4	8	11	12	16	19	20
hkl	111	200	220	311	222	400	331	420
a (Å)	4,6330	4,6325	4,6330	4,6324	4,6328	4,6336	4,6332	4,6326
a_{moy} (Å)	$\frac{37,0631}{8} = 4,6329$							

2- Le mode de réseau de Bravais :

En utilisant la méthode dite **sin² θ** (voir tableau ci-dessus), on peut conclure que le réseau de Bravais est **F** (à faces centrées). Les indices (hkl) ont même parité, c.-à-d. tous pairs ou tous impairs.

3- Interprétation de l'intensité des pics sur le diffractogramme :

En se basant sur les résultats de l'exercice 2, on peut constater la faible intensité des pics dont les indices h, k et l sont tous impairs. En fait, les ions Na⁺ et F⁻ ont même nombre d'électrons (iso-électroniques), donc $f_{Na} \sim f_F$.

- h, k et l sont tous pairs : $F_{hkl} = 4 (f_F + f_{Na}) \Rightarrow$ Diffraction avec intensité forte.
- h, k et l sont tous impairs : $F_{hkl} = 4 (f_F - f_{Na}) \Rightarrow$ Diffraction avec intensité très faible.
- h, k et l sont mixtes : $F_{hkl} = 0 \Rightarrow$ Extinction systématique; intensité nulle.

4- Calcul du paramètre de la maille cubique :

En utilisant la loi de Bragg et l'expression de l'équidistance d_{hkl} des plans réticulaires pour les systèmes cristallins cubiques.

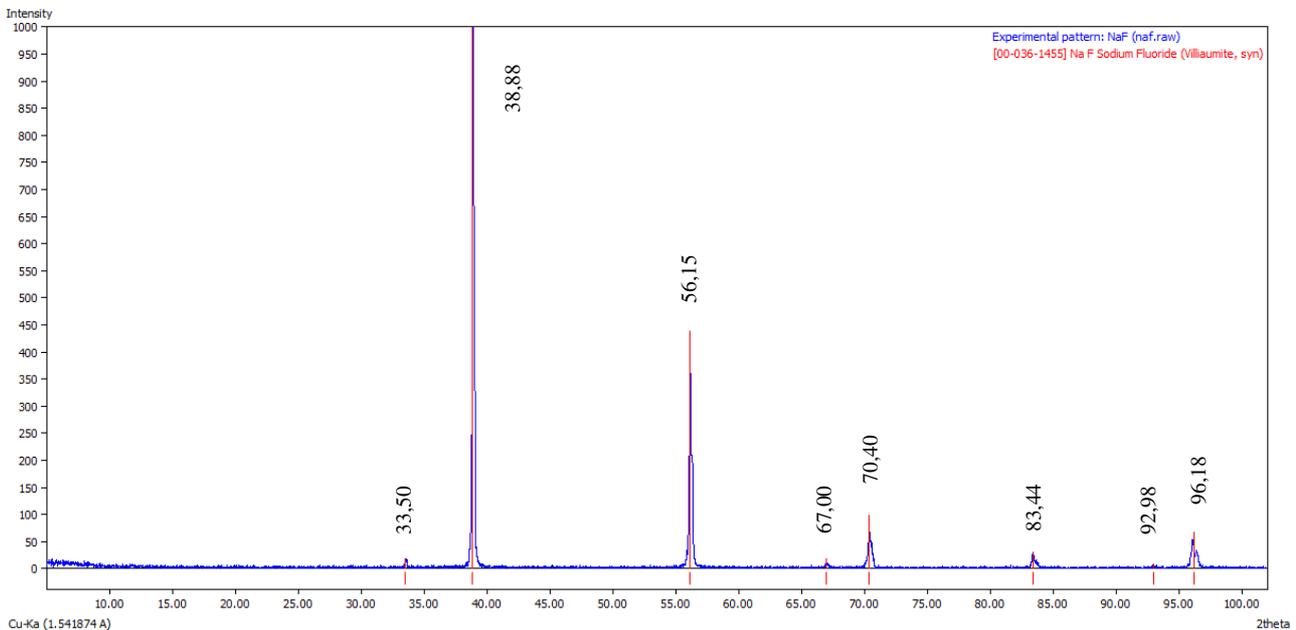
$$\left. \begin{aligned} d_{hkl} &= \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \\ d_{hkl} &= \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \end{aligned} \right\} \implies a = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

On calcule la valeur du paramètre de maille « a » pour chaque valeur de θ puis on fait la moyenne.

$$a_{\text{moy}} = \frac{\sum_i a_i}{8} = \frac{37,0631}{8} = 4,6329 \text{ \AA}$$

5- Calcul de la masse volumique "ρ" de NaF :

$$\rho = \frac{Z M}{N V_{\text{maille}}} = \frac{Z M}{N a^3} = \frac{4 \times 41,988}{6,023 \cdot 10^{23} \times (4,633 \cdot 10^{-8})^3} = 2,804 \text{ g.cm}^{-3}$$



Fin