Séances 16 et 17 :

1) Une poudre de Barytine est utilisée pour réaliser un spectre de diffraction à l'aide de la caméra de Debey-Sherrer. Les paramètres de la maille orthorhombique sont a=7.15Å ; b= 8.88Å ; c=5.45Å.

   Quelle longueur d'onde devra être utilisée pour pouvoir observer l'anneau d'indice de Laue 422 comme dernier anneau en retour.

   On utilise $n\lambda = 2d\sin\theta$.

   Le dernier anneau en retour a un angle θ=90° et donc sinθ=1

   L'équation devient donc $\lambda = 2\dfrac{d}{n}$

   A partir de la formule de l'équidistance (voir cour). On peut recalculer l'équidistance pour un système orthorhombique :

   $\dfrac{1}{d^2} = \dfrac{h^2}{a^2} + \dfrac{k^2}{b^2} + \dfrac{l^2}{c^2}$ et donc $\dfrac{1}{d^2} = \dfrac{4^2}{7.15^2} + \dfrac{2^2}{8.88^2} + \dfrac{2^2}{5.45^2} = 1.41$

   $\lambda = 2 \times 1.41 = 2.83\text{A}$

   Combien de plans différents contribuent à l'intensité de l'anneau d'indice de Laue 422.

   d est invariant avec le signe (voir formule de l'équidistance).

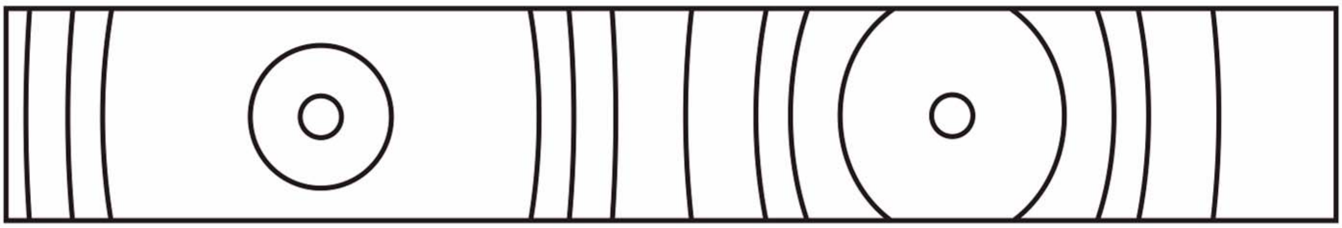
   8 plans possibles sans variation et donc 8 plans contribuent à l'intensité :

   (211), $(\bar{2}11)$, $(\bar{2}\bar{1}1)$, $(\bar{2}1\bar{1})$, $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})$, $(21\bar{1})$, $(2\bar{1}\bar{1})$, $(2\bar{1}1)$

2) On a réalisé un spectre de diffraction à l'aide de la caméra de Debey-Sherrer sur une poudre de sphalérite (cubique face centrée) de paramètre du réseau a=5.41Å en utilisant la raie kα du cuivre (λ=1.5418Å). Le périmètre de la chambre vaut 180mm.

   Recherchez les indices de Laue des anneaux de diffraction.

   Certains de ces anneaux ont été effacés, lesquels ?



mm	O	d/n	a2/d2	laue
32	16	2.796791	3.741748	200
46	23	1.972968	7.518903	220
56	28	1.642059	10.85468	311
76	38	1.252149	18.66734	331
84	48	1.037348	27.19853	333
72	54	0.952885	32.23396	440
62	59	0.899358	36.18509	442
20	80	0.782792	47.76407	444

Nous avons une structure cubique face centrée donc en appliquant :

$F_{hkl} = \sum_{i}^{1-n} f_n \times e^{2\pi i(x_i h + y_i k + z_i l))}$ nous en déduisons que h, k, l doivent être de même parité et donc il manque toutes les diffraction d'indices de laue de même parité qui ne sont pas représentés :

laue	a2/d2	d/n	O
111	3	3.123465	14.28878
222	12	1.561732	29.57869
400	16	1.3525	34.74894
420	20	1.209713	39.58771
422	24	1.104312	44.27332
531	35	0.914457	57.45978
533	43	0.825017	69.13218
620	40	0.855396	64.31888
622	44	0.815588	70.94532

3) Pour les 4 raies directes représentées, donnez tous les indices de Miller de tous les plans représentés par ces raies. Reportez ces plans sur une projection stéréographique et en déduisez-en les éléments de symétrie.

Famille (100), (110), (311) et (331)

4) On réalise une expérience de diffraction de R.X. selon la méthode de Debey et Scherrer sur une poudre de cristaux de Fe. Le Fe cristallise selon un réseau cubique centré de paramètre a=2,86Å.

   a. Déterminez la longueur d'onde λ à utiliser de manière telle que le diagramme ne comporte que trois anneaux.

Réseau cubique centré donc par $F_{hkl} = \sum_{i}^{1-n} f_n \times e^{2\pi i(x_i h + y_i k + z_i l))}$ on a h+k+l doit être pair et donc les 3 premières raies sont (110), (200), (211) et on doit avoir θ=90° pour le dernier. Par la formule de l'équidistance, on a $d^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2}$ donc d=1.1675.

Par la loi de Bragg, on obtient λ=2.335Å

b. Supposez que l'on refasse l'expérience sur un autre échantillon de Fe qui contiendrait du Cr en solution solide (un faible pourcentage des sites occupés par le Fe sont occupés par du Cr). Combien d'anneaux de diffraction comporteraient ce nouveau diagramme avec la même longueur d'onde que l'exercice a et quelles seraient leurs intensités.

On gardera les mêmes anneaux car la distance ne changera pas.

5) Soient deux spectres de diffraction obtenus à partir de poudres monominérales réalisées sur un microdiffractomètre. Ces spectres portent l'intensité des RX diffractés en fonction de 2θ, de telle sorte que chaque pic équivaut à un anneau. Tous les pics présents ont été identifiés par leurs indices de Laue et λ correspond à la raie Kα du cuivre (1.544Å). Sachant déjà que α=β=γ=90°, on demande pour les minéraux A et B :

a. Le mode de réseau des minéraux.

Pour le premier, comme a=b=c car on n'a pas plusieurs raies pour un même indice de laue, on a une structure cubique. Par l'utilisation du facteur de structure, on peut trouver que c'est une structure cubique face centrée.

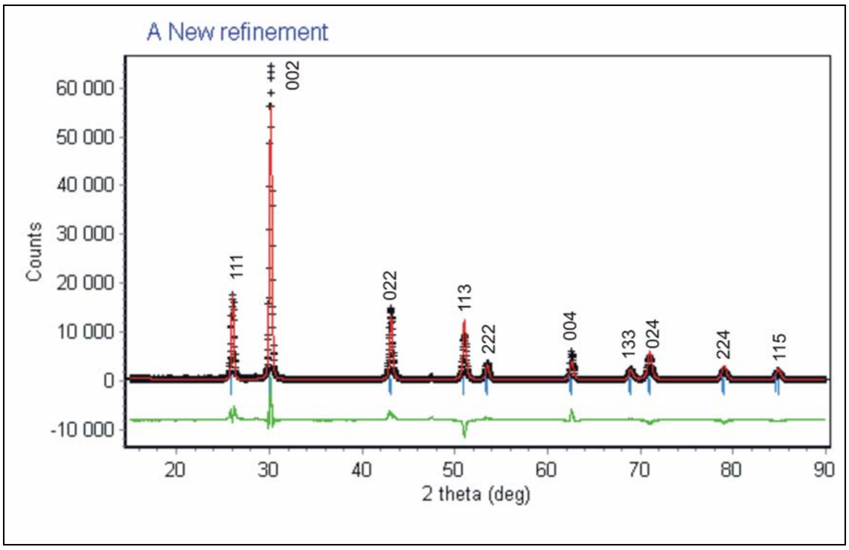
Pour le deuxième, les familles de plans de mêmes indices de Millers sont répétées 2 fois ce qui signifie que l'on a a=b≠c et donc une structure quadratique. Tous les plans sont présents, on a donc une structure quadratique simple.

b. Le nombre de plans hkl contribuant à la réflexion 200.

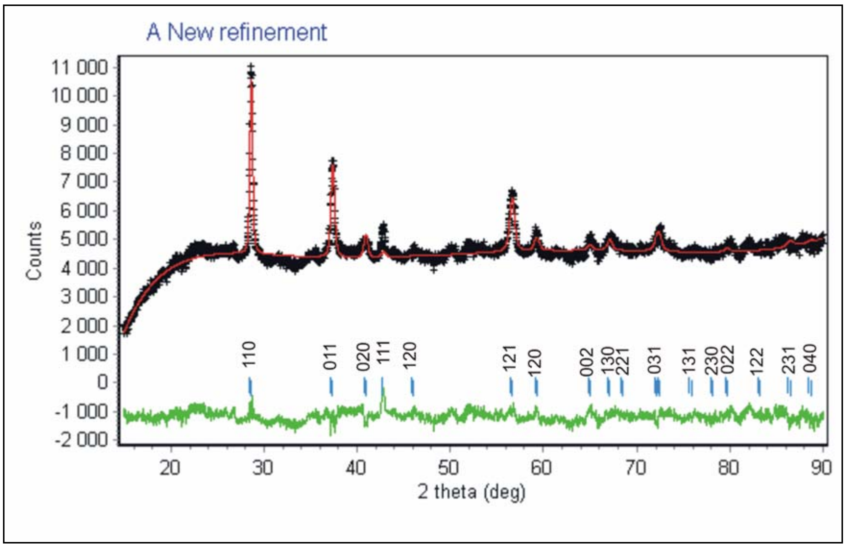
6 plans pour le premier de la famille (200)

4 plan pour le deuxième (200), (020), $(\bar{2}00)$ et $(0\bar{2}0)$. Les deux autres plans n'ont pas la même distance car le paramètre c est différent de a et b

c. Les valeurs des paramètres a,b,c et le système cristallin de chaque minéral.



111	25.85
002	30.00
022	43.09
113	50.90
222	53.46
004	62.55
133	68.94
024	70.85
224	78.99
115	84.73



110	28.61
011	37.31
020	40.79
111	42.85
120	46.01
121	56.61
220	59.15
002	65.00
130	67.06
221	68.48
031	72.28
131	75.76
230	78.13
022	79.56
122	83.20
231	86.52
040	88.73