

Série N°3 - S5 : SMC  
Module Cristallographie Géométrique et Cristallochimie II

**Exercice I**

- 1) Quelle différence de potentielle (*d.d.p*) minimale doit-on appliquer à un tube de rayons X, à anticathode de fer, si l'on veut provoquer l'émission des : raies K ou les raies L<sub>III</sub>.

**Données :**

Charge élémentaire :  $e = 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$   
Célérité de la lumière :  $c = 3 \cdot 10^8 \text{ m/s}$

Constante de Planck  $h = 6,62 \cdot 10^{-34} \text{ J/s}$   
 $\lambda_K = 1,74 \text{ \AA}$      $\lambda_{L_{III}} = 17,43 \text{ \AA}$

- 2) On veut réaliser un diagramme de poudre d'un produit X avec une anticathode au fer. Quelle est la nature du filtre à utiliser pour éliminer le rayonnement  $K\beta$  émis par l'anticathode de fer ?

**Données :**

Rayonnement K du fer :  $K\alpha_1 = 1,936 \text{ \AA}$ ,  $K\alpha_2 = 1,940 \text{ \AA}$  et  $K\beta = 1,756 \text{ \AA}$ .

Nature du filtre	Numéro atomique	Discontinuité d'absorption ( $\text{\AA}$ )
Vanadium	23	2,269
Chrome	24	2,070
Manganèse	25	1,896
Cobalt	27	1,608
Nickel	28	1,48

- 3) Le fluorure de lithium LiF cristallise dans le groupe d'espace cubique  $Fm\bar{3}m$  avec un paramètre de maille  $a = 4,026 \text{ \AA}$ . La réflexion d'intensité maximum est (2 0 0). On veut sélectionner la raie  $K\alpha_1$  du fer. Comment doit-on positionner un monochromateur de LiF taillé parallèlement au plan (2 0 0) par rapport au faisceau incident ?

**Exercice II**

Retrouver les conditions de diffraction des plans (hkl) pour :

- Modes F et C.
- Plan de glissement « a » perpendiculaire à l'axe b.
- Un plan de glissement « n » perpendiculaire à l'axe c.
- Un axe hélicoïdal  $2_1$ .

**Exercice III**

Le fluorure double de manganèse et de potassium  $KMnF_3$  possède une structure de type pérovskite dont les coordonnées réduites de K, Mn et F sont :

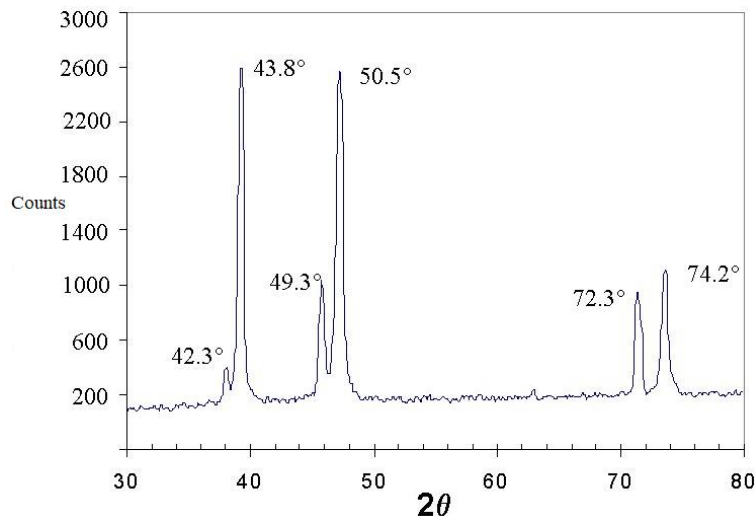
$$K : 0, 0, 0 \quad ; \quad Mn : \frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2} \quad ; \quad F : (0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}) ; (\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}) ; (\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$$

- On pose  $h^2 + k^2 + l^2 = n$ , calculer  $|F|^2$  pour  $n = 1, 2, 3, 4$  et 5. Comparer les intensités des raies correspondantes à  $n = 1$  et  $n = 5$ .
- On admet que les facteurs de diffusion sont proportionnels aux nombres d'électrons des atomes mis en jeu. On donne les numéros atomiques des éléments : F=9, K=19, Rb =37,

Mn=25. On enregistre les diagrammes de poudre du fluorure double de manganèse et de potassium et de fluorure double de manganèse et de rubidium. Ces deux fluorures sont isotopes. On considère que l'intensité de certaines raies varie de façon considérable par rapport aux intensités des autres raies. Déterminer les indices h, k et l de ces raies.

#### Exercice IV

Un mélange de deux matériaux métalliques est caractérisé diffraction des rayons X. Ils ont même système cristallin cubique. Pour la réalisation du spectre, un rayonnement monochromatique  $\text{CuK}_\alpha$  de longueur d'onde  $\lambda = 1,541 \text{ \AA}$  a été utilisé. Le spectre expérimental est donné par la figure suivante :



- 1) Décrire brièvement la procédure pour indexer un diffractogramme du système cubique.
- 2) Calculer les distances réticulaires correspondant à chaque métal.
- 3) Déterminer le type de réseau cubique.
- 4) Calculer le paramètre de maille de chaque métal.

#### Exercice V

La diffraction des rayons X est utilisée pour déterminer quel type de pigment blanc a été utilisé comme colorant dans un polymère thermoplastique. Pour cela, un échantillon en poudre est examiné par diffraction des rayons X (utilisant la radiation  $\text{CuK}_\alpha$  :  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ). Le spectre obtenu présente trois pics correspondants aux angles ( $2\theta$ ) suivants : Premier pic :  $31,72^\circ$  ; deuxième pic :  $57,73^\circ$  ; troisième pic :  $39,12^\circ$ .

Le tableau suivant regroupe les données provenant des fiches JCPDS (ASTM) pour les différents pigments considérés comme possibles, à partir desquelles les distances réticulaires, pour les pics les plus intenses, sont extraites,

Pigment	$d_1$ (Å)	$d_2$ (Å)	$d_3$ (Å)
$\text{TiO}_2$ Rutile	3,24	1,68	1,36
$\text{TiO}_2$ Anatase	3,47	1,88	1,69
$\text{PbO} \cdot \text{TiO}_2$	2,82	1,60	2,30
$\text{Pb}_2\text{O}_3$	3,18	1,95	1,66

- 1) Quelle est la signification de la notation  $\text{CuK}_\alpha$  ?
- 2) Quelle est la signification de l'abréviation JCPDS (ASTM) ?
- 3) Pratiquement, comment peut-on procéder afin d'avoir un tel tableau.
- 4) Déterminer le type de pigment utilisé ?
- 5) Serait-il possible de déterminer le type de pigment par analyse chimique (Fluorescence des rayons X) ?