

THEME 7 : Corrigés des exercices

Création : décembre 2004 / janvier 2005

Dernière modification : sept 2005

EXERCICE T 7_01 : TRANSFORMATION DE LA MAILLE CUBIQUE EN UNE MAILLE QUADRATIQUE

1 - : Développement de l'inverse du carré de la distance inter réticulaire :

Soit $\left(\frac{1}{D^2}\right)_q = \frac{h^2 + k^2}{A^2} + \frac{l^2}{C^2}$ la relation donnant la distance entre plans d'une famille $h k l$

pour un réseau quadratique de maille $A = B \neq C$

Si les paramètres A et C sont presque égaux : $C = A(1 + \varepsilon)$ avec $\varepsilon \ll 1$; il est possible

de développer cette relation autour de la valeur que prend $\left(\frac{1}{D^2}\right)_q$ pour $A = B = C = a$,

soit au premier ordre :

$$\left(\frac{1}{D^2}\right)_q = \left(\frac{1}{D^2}\right)_{A=B=C} + \frac{\partial}{\partial C} \left(\frac{1}{D^2}\right)_{C=a} \delta C$$

En remplaçant δC par εa , il vient :

$$\left(\frac{1}{D^2}\right)_q = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} - \frac{2l^2}{a^2} \varepsilon \quad (1)$$

Les distances réticulaires du réseau quadratique "déformé" sont proches de celles du réseau cubique ayant le paramètre a "non déformé."

h et k peuvent permuter entre eux tout en donnant les mêmes distances réticulaires, mais la permutation avec l n'est pas possible.

Remarque :

Lorsque C est voisin de la valeur a de A et de B , on peut écrire que, $\varepsilon \ll 1$:

$$\frac{1}{C^2} = \frac{1}{a^2(1+\varepsilon)^2} \simeq \frac{1}{a^2}(1-2\varepsilon) \text{ au premier ordre}$$

2 - : Configuration des raies de Bragg du matériau "déformé"

Certaines raies $h k l$ du diagramme de diffraction se résolvent en plusieurs composantes, lorsque la dégénérescence des raies "cubiques" est levée sous l'effet d'un paramètre extérieur comme la température, la pression, etc....

La **séparation** des composantes ne dépend que du signe de ε :

si $\varepsilon > 0$, le paramètre C augmente ; pour les différents plans $(h k l)$ de la forme $\{h k l\}$

donnée, $\frac{1}{D^2}$ décroît et donc les composantes apparaissent du côté des angles 2θ "petits" .

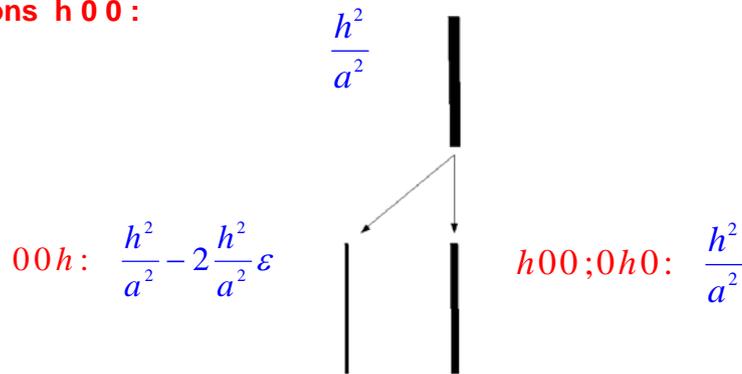
Et inversement.

L'intensité relative des composantes dépend de leur multiplicité.

Les croquis suivants représentent les composantes des différentes réflexions $h\ k\ l$ pour $\varepsilon > 0$, 2θ étant croissant vers la droite.

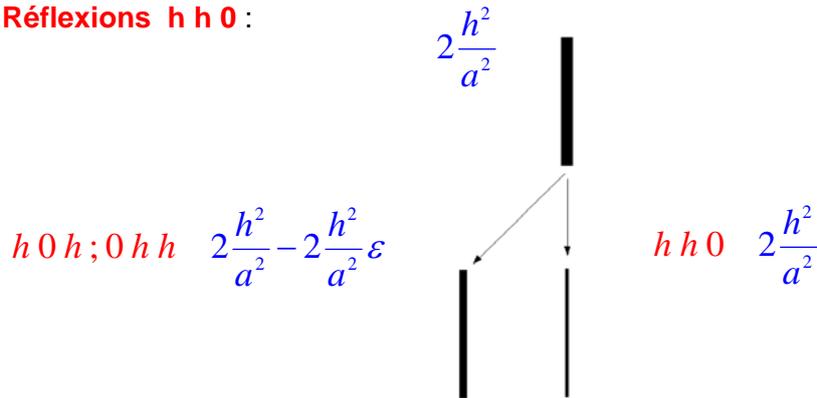
Les indices $h\ k\ l$ positifs sont seulement indiqués, $1/D^2$ est écrit en bleu

Réflexions $h\ 0\ 0$:



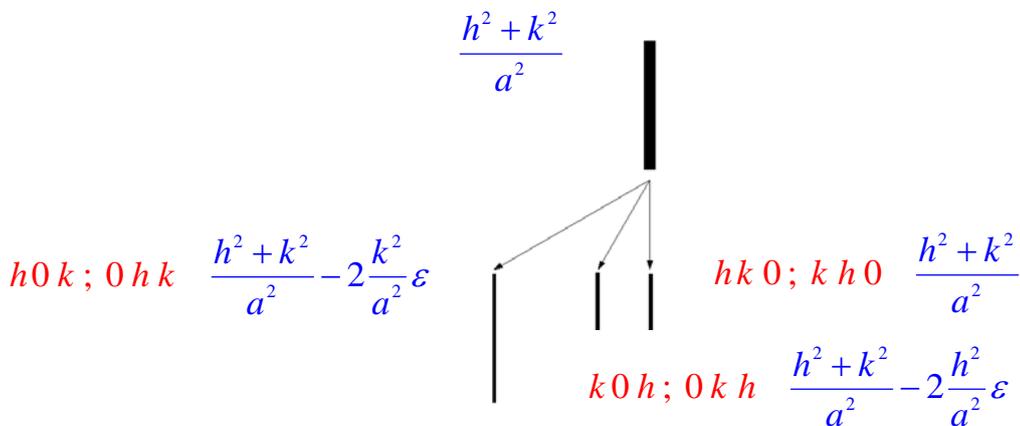
La composante d'intensité **double** se trouve à la position de la raie cubique

Réflexions $h\ h\ 0$:



La composante d'intensité **moitié** se trouve à la position de la raie "cubique"

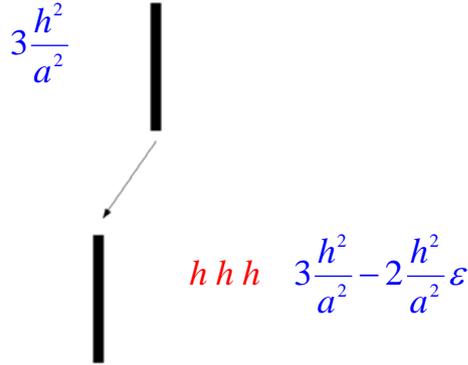
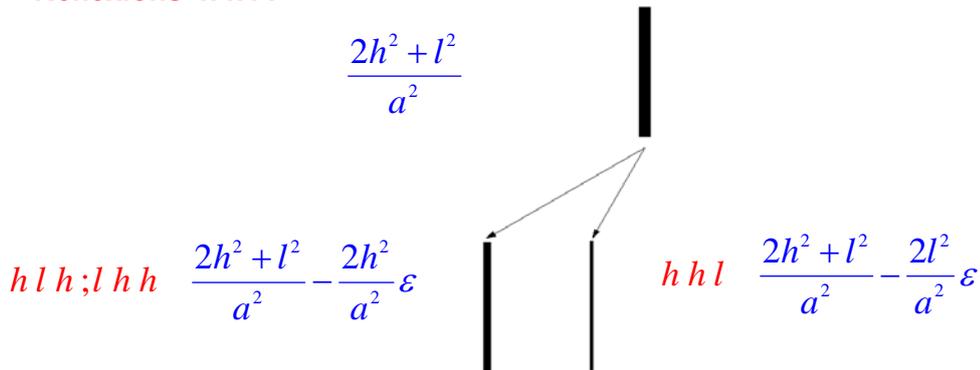
Réflexions $h\ k\ 0$ ($k > h$) :



Trois composantes de même intensité : celle correspondant à $l = 0$ se trouve à la position de la raie "cubique", les 2 autres sont décalées

Réflexions h h h :

Il y a une **seule** composante, mais décalée

**Réflexions h k l :**

Il y a une **deux** composantes décalées , l'une étant 2 fois plus intense que l'autre

Réflexions h k l :

Il y a **3** composantes d'intensité égale qui sont :

$$(h k l, k h l); (k l h, l k h); (l h k, h l k)$$

En conclusion, la déformation "quadratique" se reconnaît par le fait que les réflexions **h h h** ne sont pas dédoublées.

3 - : Déformation exprimée en fonction de l'écart angulaire entre composantes

$\Delta(2\theta)$ étant l'écart entre les **composantes** d'une forme **{ h k l }** dont la dégénérescence a été levée, $\bar{\theta}$ l'angle "moyen" entre les N composantes est défini par : $\bar{\theta} = \frac{1}{N} \sum_j \theta_j$

Si $\delta\theta$ l'écart entre l'angle d'une des composantes d'un doublet et l'angle "moyen" :

$$\Delta(2\theta) = 4\delta\theta \quad \text{avec } \delta\theta \ll \bar{\theta}$$

$$\frac{1}{D_i^2} - \frac{1}{D_j^2} = \frac{4}{\lambda^2} \left[\sin^2(\bar{\theta} + \delta\theta) - \sin^2(\bar{\theta} - \delta\theta) \right]$$

en développant cette expression au premier ordre en $\delta\theta$, il vient :

$$\frac{1}{D_i^2} - \frac{1}{D_j^2} \approx \frac{4}{\lambda^2} \left[(\sin^2 \bar{\theta} + 2 \sin \bar{\theta} \cos \bar{\theta} \delta\theta) - (\sin^2 \bar{\theta} - 2 \sin \bar{\theta} \cos \bar{\theta} \delta\theta) \right]$$

$$\frac{1}{D_i^2} - \frac{1}{D_j^2} \approx \frac{4}{\lambda^2} \left[4 \sin^2 \bar{\theta} \cot g \bar{\theta} \delta\theta \right]$$

d'après (1) : $\frac{1}{D_i^2} - \frac{1}{D_j^2} \approx -\frac{2\varepsilon}{a^2} (l_i^2 - l_j^2)$

l_j et l_i sont les valeurs de l prises au cours de la permutation des indices h k l

En remplaçant $\frac{4 \sin^2 \bar{\theta}}{\lambda^2}$ par $\frac{h^2 + k^2 + l^2}{\bar{a}^2}$, il vient :

$$\varepsilon \approx -\frac{1}{2} \frac{h^2 + k^2 + l^2}{l_i^2 - l_j^2} \cot g \bar{\theta} \Delta 2\theta \quad \text{avec } l_i^2 \neq l_j^2$$

EXERCICE T 7_02 : TRANSFORMATION DE LA MAILLE CUBIQUE EN UNE MAILLE ORTHORHOMBIQUE

1 - : Développement de l'inverse du carré de la distance inter réticulaire :

Soit $\left(\frac{1}{D^2}\right)_o = \frac{h^2}{A^2} + \frac{k^2}{B^2} + \frac{l^2}{C^2}$ la relation donnant la distance entre plans d'une famille

$h k l$ pour un réseau orthorhombique de maille $A \neq B \neq C$

Si les paramètres A , B et C sont presque égaux :

$$A = a(1 + \varepsilon_1) \quad B = a(1 + \varepsilon_2) \quad C = a(1 + \varepsilon_3) \quad \text{avec } \varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3 \ll 1$$

Il est possible de développer cette relation autour de la valeur que prend $\left(\frac{1}{D^2}\right)_q$ pour

$A = B = C = a$, soit au premier ordre :

$$\left(\frac{1}{D^2}\right)_o = \left(\frac{1}{D^2}\right)_{A=B=C=a} + \frac{\partial}{\partial A} \left(\frac{1}{D^2}\right)_{A=a} \delta A + \frac{\partial}{\partial B} \left(\frac{1}{D^2}\right)_{B=a} \delta B + \frac{\partial}{\partial C} \left(\frac{1}{D^2}\right)_{C=a} \delta C$$

En remplaçant δA par $\varepsilon_1 a$, etc ...il vient :

$$\left(\frac{1}{D^2}\right)_o = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} - \frac{2}{a^2} (h^2 \varepsilon_1 + k^2 \varepsilon_2 + l^2 \varepsilon_3)$$

Cette relation caractérise la déformation orthorhombique (au premier ordre) d'une maille cubique .

La levée de la dégénérescence des plans de la forme { h k l } se traduit par l'apparition de composantes très proches des raies cubiques (non dégénérées) .

2 - : Déformation à volume constant :

La maille orthorhombique (déformée) a pour volume , au premier ordre :

$$V = ABC \approx a^3 [1 + (\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3)]$$

La déformation est à volume constant si : $\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 = 0$

Exemple : $\varepsilon_1 = -0,008$; $\varepsilon_2 = -0,012$; $\varepsilon_3 = 0,020$

3 - : Configuration des raies de Bragg du matériau "déformé"

On remarque que le signe des indices h k l n'intervient pas dans la levée de dégénérescence .

Réflexion initiale h 0 0 : formation d'un **triplet décalé** par rapport à la raie initiale ; les 3 composantes ont la **même** intensité :

$$\begin{aligned} h 0 0 ; \bar{h} 0 0 & \quad \frac{1}{D^2} = \frac{h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} \varepsilon_1 \\ 0 h 0 ; 0 \bar{h} 0 & \quad \frac{1}{D^2} = \frac{h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} \varepsilon_2 \\ 0 0 h ; 0 0 \bar{h} & \quad \frac{1}{D^2} = \frac{h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} \varepsilon_3 \end{aligned}$$

Réflexion initiale h h 0 : formation d'un **triplet décalé** par rapport à la raie initiale ; les 3 composantes ont la **même** intensité :

$$\begin{aligned} h h 0 ; \bar{h} h 0 ; h \bar{h} 0 ; \bar{h} \bar{h} 0 ; & \quad \frac{1}{D^2} = \frac{2h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} (\varepsilon_1 + \varepsilon_2) \\ h 0 h ; \bar{h} 0 h ; h 0 \bar{h} ; \bar{h} 0 \bar{h} ; & \quad \frac{1}{D^2} = \frac{2h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} (\varepsilon_1 + \varepsilon_3) \\ 0 h h ; 0 \bar{h} h ; 0 h \bar{h} ; 0 \bar{h} \bar{h} ; & \quad \frac{1}{D^2} = \frac{2h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) \end{aligned}$$

Réflexion initiale h h h : raie **unique sans décalage** si la déformation s'est effectuée à volume constant :

$$\begin{aligned} h h h ; \bar{h} h h ; h \bar{h} h ; \bar{h} \bar{h} h ; & \quad \frac{1}{D^2} = \frac{3h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} (\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3) \\ \bar{h} \bar{h} \bar{h} ; h \bar{h} \bar{h} ; etc... & \end{aligned}$$

Remarque : Noter la conservation de la multiplicité

EXERCICE T 7_03 : TRANSFORMATION DE LA MAILLE CUBIQUE EN UNE MAILLE RHOMBOEDRIQUE

1 - : Diagonale principale du rhomboèdre de paramètre a :

La longueur de la diagonale principale est égale à : $D = \|\overline{111}\| = a\sqrt{3}\sqrt{1+2\cos\alpha}$

Soit Δ l'allongement relatif de cette diagonale lorsque l'angle α varie de $\delta\alpha$ autour de la valeur α_0 :

$$\Delta = \frac{D(\alpha_0 + \delta\alpha) - D(\alpha_0)}{D(\alpha_0)} = \frac{1}{D(\alpha_0)} \left(\frac{dD}{d\alpha} \right)_{\alpha=\alpha_0} \delta\alpha$$

$$\text{Soit : } \Delta = -\frac{\sin\alpha_0}{1+2\cos\alpha_0} \delta\alpha \text{ (rad)}$$

Si α diminue ($\delta\alpha < 0$), alors D augmente et inversement.

$$\alpha_0 = 90^\circ \quad \delta\alpha = -\Delta \quad \Delta = 2\% \quad \delta\alpha = -1,14^\circ$$

$$\alpha_0 = 60^\circ \quad \delta\alpha = -\frac{4}{\sqrt{3}}\Delta \quad \Delta = 2\% \quad \delta\alpha = -2,63^\circ$$

2 - : Linéarisation de $1/D_{hkl}^2$

Soit D_{hkl} la distance entre plans de la famille $(h k l)$ dans un réseau trigonal rapporté à une maille rhomboédrique de paramètre a et d'angle α , **Ex : T 2_14** :

$$\frac{1}{D_{hkl}^2} = \frac{(1 + \cos\alpha)S_{hkl} - 2\cos\alpha R_{hkl}}{a^2(1 - \cos\alpha)(1 + 2\cos\alpha)}$$

$$S_{hkl} = h^2 + k^2 + l^2 \quad R_{hkl} = hk + hl + kl$$

On suppose que la maille rhomboédrique résulte de la déformation d'une maille cubique de paramètre a, le long d'une de ses diagonales. Cette déformation étant par hypothèse très faible, l'angle α reste proche de 90° , il s'écrit :

$$\alpha_0 + \delta\alpha \text{ avec } \alpha_0 = 90^\circ ; \delta\alpha/\alpha_0 \ll 1$$

La forme linéarisée de $1/D_{hkl}^2$ s'obtient en effectuant son développement limité au **premier ordre** autour de $\alpha = \alpha_0$;

$$\left(\frac{1}{D_{hkl}^2} \right)_{\alpha_0 + \delta\alpha} = \left(\frac{1}{D_{hkl}^2} \right)_{\alpha_0} + \frac{d}{d\alpha} \left(\frac{1}{D_{hkl}^2} \right)_{\alpha_0} \delta\alpha$$

Le calcul est plus simple en prenant la dérivée logarithmique :

$$\frac{d}{d\alpha} \left(\frac{1}{D_{hkl}^2} \right) = \frac{\sin \alpha (-S_{hkl} + 2R_{hkl})}{(1 + \cos \alpha) S_{hkl} - 2 \cos \alpha R_{hkl}} - \frac{-\sin \alpha (1 - 4 \cos \alpha)}{1 + \cos \alpha - 2 \cos^2 \alpha}$$

Sachant que $\frac{1}{D_{hkl}^2}$ vaut $\frac{S_{hkl}}{a^2}$ pour $\alpha = 90^\circ$, il vient : $\frac{d}{d\alpha} \left(\frac{1}{D_{hkl}^2} \right)_{\alpha=90^\circ} = \frac{2R_{hkl}}{a^2}$

Finalement, autour de $\alpha_0 = 90^\circ$

$$\left(\frac{1}{D_{hkl}^2} \right)_{\alpha_0 + \delta\alpha} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} + \frac{2R_{hkl}}{a^2} \delta\alpha \quad (1)$$

La réflexion "cubique" n'est pas dégénérée si R_{hkl} reste égal à zéro dans la permutation des indices h k l.

3 - : Composantes (h k l) dues à la déformation : $R_{hkl} = hk + hl + kl$:

Réflexions h h h : doublet de multiplicité totale égale à 8 :

$$\pm(h h h)_{\nearrow} \quad \frac{3h^2}{a^2} + \frac{6h^2}{a^2} \delta\alpha \quad (2)$$

$$\pm(-h h h)_{\nearrow} \quad \frac{3h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} \delta\alpha \quad (6)$$

Exemple de levée de dégénérescence pour les réflexions **h h h**

	hk	hl	kl	R_{hkl}	M
h h h	h^2	h^2	h^2	$3h^2$	
-h -h -h	h^2	h^2	h^2	$3h^2$	2
-h h h	$-h^2$	$-h^2$	h^2	$-h^2$	
h h -h	h^2	$-h^2$	$-h^2$	$-h^2$	
h -h h	$-h^2$	h^2	$-h^2$	$-h^2$	
h -h -h	$-h^2$	$-h^2$	h^2	$-h^2$	
-h -h h	h^2	$-h^2$	$-h^2$	$-h^2$	
-h h -h	$-h^2$	h^2	$-h^2$	$-h^2$	6

Réflexions h 0 0 : pas de dégénérescence $R_{hkl} = 0$

Pas de dégénérescence : $R_{hkl} = 0$. L'invariance des réflexions **h 0 0** est une caractéristique de ce type de déformation.

Réflexions h h 0 : multiplicité égale à 12

$$\pm(h h 0)_{\nearrow} \quad \frac{2h^2}{a^2} + \frac{2h^2}{a^2} \delta\alpha \quad (6)$$

$$\pm(-h h 0)_{\nearrow} \quad \frac{3h^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} \delta\alpha \quad (6)$$

Les composantes du doublet ont la même intensité

Réflexions h h l : multiplicité égale à 24

$$\pm(h h l)_{\nearrow} \quad \frac{2h^2 + l^2}{a^2} + \frac{h^2 + 2hl}{a^2} \delta\alpha \quad (6)$$

$$\pm(-h h l)_{\nearrow} \quad \frac{2h^2 + l^2}{a^2} - \frac{2h^2}{a^2} \delta\alpha \quad (12)$$

$$\pm(-h - h l)_{\nearrow} \quad \frac{2h^2 + l^2}{a^2} - \frac{h^2 - 2hl}{a^2} \delta\alpha \quad (6)$$

Triplet décalé par rapport à la raie cubique, la composante centrale est 2 fois plus intense que les composantes latérales .

Réflexions h k 0 : multiplicité égale à 12

$$\pm(h k 0)_{\nearrow} \quad \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{2hk}{a^2} \delta\alpha \quad (6)$$

$$\pm(-h k 0)_{\nearrow} \quad \frac{h^2 + k^2}{a^2} - \frac{2hk}{a^2} \delta\alpha \quad (6)$$

4 - : Expression de la déformation en fonction de l'écart angulaire entre composantes d'un **doublet** :

Soit $2\bar{\theta}$ la position angulaire moyenne des composantes du doublet , et $\delta\theta$ l'écart par rapport à cette **position moyenne** .

Si $\Delta(2\theta)$ est l'écart entre composantes : $\Delta(2\theta) = 4\delta\theta$ avec $\delta\theta \ll \bar{\theta}$

$$\frac{1}{D_2^2} - \frac{1}{D_1^2} = \frac{4}{\lambda^2} \left[\sin^2(\bar{\theta} + \delta\theta) - \sin^2(\bar{\theta} - \delta\theta) \right]$$

Après un développement au premier ordre en $\delta\theta$, $:\frac{1}{D_2^2} - \frac{1}{D_1^2} \approx \frac{4}{\lambda^2} \left[4 \sin \bar{\theta} \cos \bar{\theta} \delta\theta \right]$

D'après (1) , et en remplaçant $\frac{4 \sin^2 \bar{\theta}}{\lambda^2}$ par $\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$, on arrive finalement à :

$$\delta\alpha(\text{rad}) \approx \frac{1}{2} \frac{h^2 + k^2 + l^2}{R_2 - R_1} \cot g \bar{\theta} \Delta 2\theta \quad \text{avec} \quad R_2 \neq R_1 \quad (2)$$

R_2 et R_1 sont les valeurs que prend R_{hkl} au cours de la permutation circulaire des indices

EXERCICE T 7_04 : Spinelle $\text{Li Mn}_2\text{O}_4$

1- : Type de distorsion :

La réflexion **2 2 2** n'étant pas dédoublée, et la **4 0 0** par ailleurs étant dégénérée, ce n'est pas une distorsion rhomboédrique.

La séparation évidente de la réflexion **4 0 0** en 3 composantes, n'est pas compatible avec une distorsion quadratique, qui comporterait 2 composantes seulement.

En conclusion, la distorsion est **orthorhombique**. De plus, la réflexion **2 2 2** n'ayant pas changé de position angulaire au cours de la transition, c'est l'indication que celle-ci s'est effectuée à **volume constant**.

2 - : Caractérisation de la déformation par le triplet (**30,05 ; 30,18 ; 30,40**)

La raie "initiale" se sépare en trois composantes, **Ex. T 7_02**. Les axes a,b,c étant équivalents, on peut leur attribuer (arbitrairement) les indices dans l'ordre suivant :

(**4 0 0 ; $\bar{4}$ 0 0**) (**0 4 0 ; 0 $\bar{4}$ 0**) (**0 0 4 ; 0 0 $\bar{4}$**)

En considérant la position angulaire des composantes du triplet par rapport à la position moyenne $2\bar{\theta}$ égale à $30,21^\circ$, par ailleurs égale à la position de la raie "initiale" ($30,20^\circ$) aux erreurs expérimentales près, on peut voir que la déformation de la maille se manifeste :

- o Pour la composante (**4 0 0 ; $\bar{4}$ 0 0**) à $2\theta < 2\bar{\theta}$, par une augmentation du paramètre **a**.
- o Pour la composante (**0 4 0 ; 0 $\bar{4}$ 0**) à $2\theta < 2\bar{\theta}$, par une très légère augmentation du paramètre **b**.
- o Pour la composante (**0 0 4 ; 0 0 $\bar{4}$**) à $2\theta > 2\bar{\theta}$, par une diminution du paramètre **c**.

Quantitativement : cf. **Ex. T 7-01**

$$2\bar{\theta} = (30,21 \pm 0,02^\circ) \quad \bar{a} = (0,821 \pm 0,001) \text{ nm}$$

Soit $\Delta 2\theta$ l'écart par rapport **l'angle moyen $2\bar{\theta}$** :

- o Composante : (**4 0 0 ; $\bar{4}$ 0 0**) ; $2\theta = 30,05^\circ$; $\Delta 2\theta = -0,16^\circ$:

après développement au premier ordre et en remplaçant $\frac{4\sin^2\bar{\theta}}{\lambda^2}$ par $\frac{16}{\bar{a}^2}$, il vient :

$$\left(\frac{16}{\bar{a}^2} - \frac{32}{\bar{a}^2} \varepsilon_1\right) - \frac{16}{\bar{a}^2} = \frac{4}{\lambda^2} [\sin^2(\bar{\theta} + \Delta\theta) - \sin^2\bar{\theta}] = \frac{4}{\lambda^2} [2\sin\bar{\theta} \cos\bar{\theta} \Delta\theta]$$

il vient : $\varepsilon_1 = -\frac{1}{2} \cot g\bar{\theta} \Delta 2\theta$ soit : $\varepsilon_1 \approx + 52,010^{-4}$

- o Composante $(0\ 4\ 0 ; 0\ \bar{4}\ 0)$: $2\theta = 30,18^\circ$; $\Delta 2\theta = -0,03^\circ$ $\varepsilon_2 \approx +9,710^{-4}$
- o Composante $(0\ 0\ 4 ; 0\ 0\ \bar{4})$: $2\theta = 30,40^\circ$; $\Delta 2\theta = +0,19^\circ$ $\varepsilon_3 \approx -61,710^{-4}$

En conclusion :

- o La déformation s'est effectuée à **volume constant**, aux erreurs expérimentales près
- o Les axes a,b,c étant équivalents, on choisit :

$$a = (0,825 \pm 0,001) \text{ nm} \quad b = (0,822 \pm 0,001) \text{ nm} \quad c = (0,816 \pm 0,001) \text{ nm}$$

EXERCICE T 7_05 : INDEXATION du diagramme de diffraction de l'oxyde d'URANIUM UO₂ cubique

Le système cristallin de l'oxyde **U O₂** est cubique , la maille est à faces centrées

1- : Indexation des réflexions et détermination du paramètre **a**

Détermination graphique de l'indexation (prendre une feuille de papier millimétré ou utiliser Excel par exemple)

- o en abscisses : $h^2 + k^2 + l^2 = 0,1,2,3,4,\dots$

- o en ordonnées : les valeurs de $\frac{1}{D^2}$

n°	1	2	3	4	5	6	7	8
2θ	28,50	33,00	47,00	55,75	58,50	68,70	75,85	78,15
h k l	1 1 1	2 0 0	2 2 0	3 1 1	2 2 2	4 0 0	3 3 1	4 2 0
a (nm)							0,546 ₇	0,546 ₉

Tableau **T 7_05** : indexation des réflexions et détermination du paramètre de maille -

Les indices sont tous de même parité, la maille de Bravais est à faces centrées

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta \theta}{\text{tg}\theta} \quad \text{attention !! } \Delta \theta \text{ exprimé en radian}$$

Paramètre $a = (0,5470 \pm 0,0006) \text{ nm}$

Remarque : La mesure est effectuée aux angles de Bragg les grands possibles afin de minimiser les erreurs expérimentales .

T 7_06 : Oxydes d'URANIUM pseudo - cubique U O_{2+x}

1 - : Indexation des réflexions.

On procède :

- o soit par analogie avec le diagramme de l'oxyde UO₂ cubique ou plus généralement avec le diagramme caractéristique d'un cubique à faces centrées .
- o soit en indexant graphiquement la pseudo maille cubique , **Ex T 7_05**.

N°	1	2	3	4	5
$2\theta^\circ$	28,50	32,50 ; 33,50	47,25 ; 48,00	55,50 ; 56,80	59,12
$2\bar{\theta}^\circ$	28,50°	33,00°	47,625°	56,15°	59,12°
$\frac{1}{D^2} nm^{-2}$	10,19	13,57	27,42	37,26	40,94
h k l	{1 1 1}	{2 0 0}	{2 2 0}	{1 1 3}	{2 2 2}

Tableau **T 7_06A** : Tableau pour l'indexation graphique ; l'angle des composantes les plus intenses est surligné en jaune : $\lambda = 0,1542 nm$

2 - : Déformation de la maille cubique :

Les réflexions **h h h** n'étant pas dédoublées, la maille cubique a subi une déformation **quadratique** . Pour l'indexation des composantes , voir l'exercice **T 7_01**

N°	1	2	3	4	5
2θ	28,50	32,50 ; 33,50	47,25 ; 48,00	55,50 ; 56,80	59,12
h k l	1 1 1	0 0 2 ; 2 0 0 0 2 0	2 0 2 0 2 2 ; 2 2 0	1 1 3 ; 1 3 1 3 1 1	2 2 2
indice		1 2	2 1	1 2	

Tableau **T 7_06B** : Indexation des composantes des doublets : la composante la plus intense est sur lignée en **jaune** . Les indices 1 et 2 sont affectés respectivement à la composante la moins et la plus intense.

$\Delta 2\theta$ est l' écart angulaire étant les composantes 1 et 2 , compté positivement dans le sens des 2θ croissants :

$$\varepsilon \approx -\frac{1}{2} \frac{h^2 + k^2 + l^2}{l_2^2 - l_1^2} \cot g \bar{\theta} \Delta 2\theta \quad \text{avec } l_2^2 \neq l_1^2$$

Attention !! : $\Delta 2\theta$ est exprimé en radian

o Détermination des paramètres avec les plans de la forme **{2 0 0}** :

$$\text{Composante 2 : } \mathbf{200} ; \mathbf{020} \quad \text{à } 2\theta = 33,50^\circ : \frac{\lambda}{\sin \theta} = a \quad a = 0,535_0 nm$$

La composante 1 se trouvant à un angle plus petit que l'angle de la composante 2 , ε est positif

$$\Delta 2\theta = +1^\circ \quad 2\bar{\theta} = 33,0^\circ \quad l_1 = 2 \quad l_2 = 0 \quad \varepsilon = 2,96 10^{-2}$$

o Détermination des paramètres avec les plans de la forme **{2 2 0}** :

$$\text{Composante 1 (} \mathbf{2 2 0} \text{) à } 2\theta = 48,00^\circ \quad \frac{\lambda}{\sin \theta} = \frac{a}{\sqrt{2}} \quad a = 0,536_1 nm$$

$$\Delta 2\theta = -0,75^\circ \quad 2\bar{\theta} = 47,625^\circ \quad l_1 = 0 \quad l_2 = 2 \quad \varepsilon = 2,98 \cdot 10^{-2}$$

o Détermination des paramètres avec les plans de la forme $\{1\ 1\ 3\}$:

$$\Delta 2\theta = 1,30^\circ \quad 2\bar{\theta} = 56,35^\circ \quad l_1 = 3 \quad l_2 = 1 \quad \varepsilon = 2,94 \cdot 10^{-2}$$

En **conclusion** : (incertitudes estimées) :

$$a = (0,536 \pm 0,005) \text{ nm} \quad \varepsilon = (3,0 \pm 0,1) \cdot 10^{-2} \quad c = (0,552 \pm 0,005) \text{ nm}$$

2 - : Changement de maille :

Le réseau de Bravais "initial" étant cubique à faces centrées, la maille déformée est quadratique à faces centrées. On peut la réduire en une maille quadratique corps centré $(\vec{A}, \vec{B}, \vec{C})$, par la matrice :

$$(\vec{A}, \vec{B}, \vec{C}) = (\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}) \begin{pmatrix} 1/2 & 1/2 & 0 \\ -1/2 & 1/2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

	h k l	H K L	2θ (deg)
1	1 1 1	0 1 1	28,50
2	0 0 2	0 0 2	32,50
3	2 0 0	1 1 0	33,50
4	2 0 2	1 1 2	47,25
5	2 2 0	0 2 0	48,00
6	1 1 3	0 1 3	55,50
7	3 1 1	1 2 1	56,80
8	2 2 2	0 2 2	59,12

Nouvelle maille : $A = B = a\sqrt{2} \approx 0,379 \text{ nm}$ $C = c \approx 0,552 \text{ nm}$

3 - : Programme **C E L R E F** :

Paramètres initiaux : $A = B = 3,79 \text{ A}^\circ$ $C = 5,52 \text{ A}^\circ$ $\lambda = 1,542 \text{ A}^\circ$

Groupe d'espace : $I\bar{4}$

Tolérance angulaire entre les valeurs calculées et mesurées : $\Delta 2\theta = 0,1^\circ$

Paramètres finaux :

$$A = B = 3,7921 \text{ A}^\circ \quad \sigma(A, B) = 0,0021 \text{ A}^\circ \quad C = 5,5201 \text{ A}^\circ \quad \sigma(C) = 0,0013 \text{ A}^\circ$$

Remarque : noter que le nombre de réflexions (8) est minimal pour un affinement de 3 paramètres.

T 7_07 : APPLICATION : Oxyde de Nickel NiO pseudo - cubique

1- : Indexation des réflexions et détermination du paramètre moyen A de la maille pseudo-cubique

Exemple de détermination graphique de l'indexation : cf . **Ex T 7_05**

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta \theta}{\operatorname{tg} \theta} \quad \text{attention !!} \quad \Delta \theta \text{ exprimé en radian} \quad \Delta \theta = 0,05^\circ$$

$2\theta^\circ$	37,25 ==,==	43,29	62,85 62,91	==,== 75,41 ==,==	79,37 79,50	95,05	106,91 107,01 107,10	111,06 111,19	==,== 129,17 129,44
$2\bar{\theta}^\circ$	37,25	43,29	62,88	75,41	79,43	95,05	107,00	111,12	129,30
$\frac{1}{D^2} (nm^{-2})$	17,19	22,93	45,85	63,04	68,81	91,68	108,90	114,63	137,64
$h^2 + k^2 + l^2$	3	4	8	11	12	16	19	20	24
$\{hkl\}$	1 1 1	2 0 0	2 2 0	1 1 3	2 2 2	4 0 0	3 3 1	4 2 0	2 2 4

Tableau **T 7_07**: Indexation des réflexions et détermination du paramètre de la maille pseudo – cubique.

- o les indices étant tous de même parité, la maille pseudo-cubique est à faces centrées
- o la réflexion " 2 2 2 " a 2 composantes tandis que les réflexions " 2 0 0 " et " 4 0 0 " sont uniques. La déformation de la maille cubique est bien rhomboédrique.

Réflexion 2 2 4 : paramètre $a = (0,4177 \pm 0,0002) nm$

2- : Paramètre de déformation

Les composantes les plus intenses sont surlignées en jaune , tableau **T 7_07**:

Réflexions 222 : elle est résolue en deux composantes

On observe, **Tab. T 7_07** , que la raie la plus intense se trouve à l'angle de Bragg le plus petit , donc la valeur $1/D^2$ correspondante est la plus petite , et donc $\delta\alpha$ est **positif**, cf Ex. **T 7_03**

Réflexions 4 2 0 : elle est résolue en deux composantes de même intensité :

$$2\bar{\theta} = 111,12^\circ \quad \Delta 2\theta = +0,13^\circ \quad R_2 = 8 \quad R_1 = -8$$

D'après la relation (2) , **Ex T 7_03**, on obtient : $\delta\alpha = 0,06^\circ$ aux incertitudes près.

3- : Programme I N D X :

La liste obtenue avec les paramètres suivants de la maille pseudo- cubique :

$$a = 4,177A^\circ \quad \alpha = 90,06^\circ \quad \text{groupe d'espace } R-3m$$

permet de repérer les composantes **manquantes** :

- o doublet **1 1 1** : 37,25 ; **37,29°**
- o triplet **1 1 3** : **75,37°** ; 75,41° ; **75,47°**
- o triplet **2 2 4** : **129,10°** ; 129,18° ; 129,44°

4 - : Programme C E L R E F :

Paramètres initiaux de la représentation hexagonale : $a_H = 2,953A^\circ$; $c_H = 7,227A^\circ$

Paramètres affinés : $a_H = 2,9534A^\circ$ $\sigma(a_H) = 0,0006A^\circ$

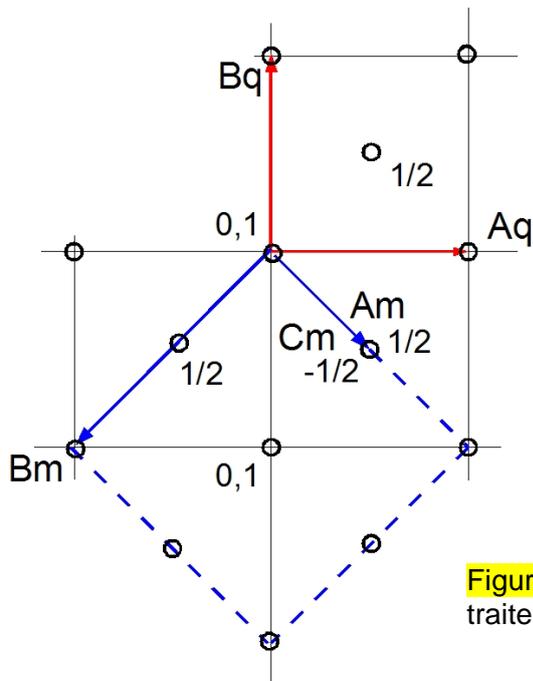
$c_H = 7,2270A^\circ$ $\sigma(c_H) = 0,0001A^\circ$

EXERCICE T 7_08 : CHANGEMENT DE MAILLE suite à un TRAITEMENT THERMIQUE (OXY PHOSPHATE DE FER)

1 - : Maille monoclinique avant traitement thermique :

$\det(P) = 1$: 2 nœuds dans la maille monoclinique comme dans la maille quadratique centrée.

Remarque : la maille monoclinique ayant un nœud en $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ n'est pas conventionnelle



Maille centrée : $h + k + l = 2n$

Figure T 7_08A : maille monoclinique (en bleu) après traitement thermique .

Tenseur métrique : $(G_m) = (P^t)(G_q)(P)$

$$(G_m) = \begin{pmatrix} \frac{1}{4}(2A_q^2 + C_q^2) & 0 & \frac{1}{4}(2A_q^2 - C_q^2) \\ 0 & A_q^2 + B_q^2 & 0 \\ \frac{1}{4}(2A_q^2 - C_q^2) & 0 & \frac{1}{4}(2A_q^2 + C_q^2) \end{pmatrix}$$

C'est le tenseur métrique d'une maille monoclinique de paramètres :

$$A_m = C_m = \frac{1}{2}\sqrt{2A_q^2 + C_q^2} \quad B_m = A_q\sqrt{2}$$

$$A_m = C_m = 0,728_2 nm ; B_m = 0,754_6 nm ; \beta_m = 117,58_6^\circ$$

2 - : Indexation des réflexions "quadratiques" rapportées à la maille monoclinique

La maille monoclinique $(\vec{A}_m, \vec{B}_m, \vec{C}_m)$ étant déduite de la maille initiale quadratique centrée

par la matrice (P) , les **indices "monocliniques"** sont donnés par

$$(hkl)_m = (hkl)_q(P)$$

Réflexions de la forme $\{004\}_q$:

$\{004\}_q$	00-4	004
$\{hkl\}_m$	-202	20-2

Réflexions de la forme $\{112\}_q$:

	1	2	3	4	5	6	7	8
$\{112\}_q$	112	-112	1-12	-1-12	11-2	-11-2	1-1-2	-1-1-2
$\{hkl\}_m$	2-1-1	00-2	200	12-1	-1-21	-200	002	-121

Réflexions de la forme $\{103\}_q$:

	1	2	3	4	5	6	7	8
$\{103\}_q$	103	-103	10-3	-10-3	013	0-13	01-3	0-1-3
$\{hkl\}_m$	2-1-1	11-2	-1-12	-211	1-1-2	21-1	-2-11	-112

3 - : Indexation rapportée à une maille monoclinique "vraie" :

$$\frac{1}{D^2} = \frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{2hl \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$$

Réflexions de la forme $\{103\}_q$:

les 8 valeurs sont réparties dans **2** groupes selon les valeurs que prennent h et l :

$$\pm(-2\ 11; 2\ 1-1) \quad \frac{1}{D^2} = \frac{4}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{1}{b^2} + \frac{1}{c^2 \sin^2 \beta} + \frac{4 \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$$

$$\pm(-112; 1\ 1-2) \quad \frac{1}{D^2} = \frac{1}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{1}{b^2} + \frac{4}{c^2 \sin^2 \beta} + \frac{4 \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$$

Si $a = A_m$; $b = B_m$; $c = C_m$; $\beta = \beta_m$, ces réflexions ne sont pas résolues. Par contre, s'il se produit une faible variation des paramètres (a, b, c, β) autour de ces valeurs, alors la levée de dégénérescence se produit . La réflexion $\{103\}_q$ se dédouble alors en **2** composantes d'égale intensité.

Réflexions de la forme $\{112\}_q$:

les 8 valeurs sont réparties dans **3** groupes selon les valeurs que prennent h, k et l

$$\pm(2\ 0\ 0) \quad \frac{1}{D^2} = \frac{4}{a^2 \sin^2 \beta}$$

$$\pm(12-1; -12\ 1) \quad \frac{1}{D^2} = \frac{1}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{4}{b^2} + \frac{1}{c^2 \sin^2 \beta} + \frac{2 \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$$

$$\pm(0\ 0\ 2) \quad \frac{1}{D^2} = \frac{4}{c^2 \sin^2 \beta}$$

S'il se produit une faible variation des paramètres (a, b, c, β) respectivement autour de $A_m ; B_m ; C_m ; \beta_m$, alors la réflexion $\{112\}_q$ présente 3 composantes , la centrale étant 2 fois plus intense que les latérales.

Réflexions de la forme $\{004\}_q$:

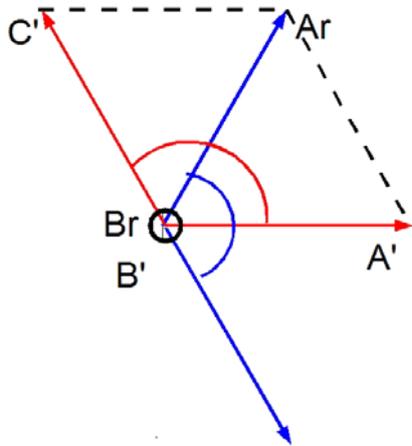
Les **2** valeurs se répartissent dans un seul groupe

$$\pm(-2\ 0\ 2) \quad \frac{1}{D^2} = \frac{4}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{4}{c^2 \sin^2 \beta} + \frac{8 \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$$

La réflexion $\{-202\}_q$ ne présente qu'une seule composante.

Conclusion : ces résultats sont compatibles avec le diagramme de diffraction

4 - : Retour à la maille monoclinique conventionnelle :



$$(\vec{A}', \vec{B}', \vec{C}') = (\vec{A}_r, \vec{B}_r, \vec{C}_r)(P')$$

$$(P') = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & -1 \end{pmatrix} \quad \det(P') = 1$$

Figure T 7_08B : maille monoclinique conventionnelle (en rouge)

Tenseur métrique de la maille transformée : $(G') = (P')^{-1}(G)(P')$

Par identification, on trouve une maille monoclinique conventionnelle de paramètres:

$$A'^2 = A_r^2 + C_r^2 + 2A_r C_r \cos \beta_r \quad B' = B_r \quad C' = C_r$$

$$A' C' \cos \beta' = -(C_r^2 + A_r C_r \cos \beta_r)$$

$$A' = 0,756(07)nm ; B' = 0,756(05)nm ; C' = 0,725(12) nm ; \beta' = 121,0(3)^\circ$$

Indexation rapportée à la nouvelle maille : Fig. T 7_08A

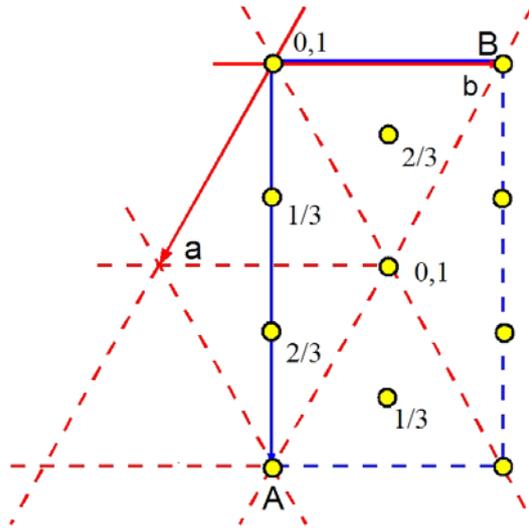
$h + k + l = 2n$	-2 1 1	-1 1 2	2 0 0	-1 2 1	0 0 2	-2 0 2
$h + k = 2n$	1 1 1	1 -1 -2	2 0 0	0 2 1	2 0 -2	0 0 2

La maille transformée par (P') est C centrée

EXERCICE T 7_09 : Etude structurale de la transition du FLUOSILICATE de MAGNESIUM entre la "haute" et la "basse" température.

1 - : Maille ortho hexagonale : $(\vec{A}, \vec{B}, \vec{C})$

$(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$: maille hexagonale triple (phase "haute" température)



$$(\vec{A}, \vec{B}, \vec{C}) = (\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})(P) \quad (P) = \begin{pmatrix} 2 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$A = B\sqrt{3}$$

$$\det(P) = 2$$

maille C centrée ; $2 \times 3 = 6$ Noeuds

$$(H, K, L,) = (hkl)(P)$$

Figure T 7_09A :. Projection cotée sur le plan (A, B) de la maille ortho hexagonale

2 - : Indexation des réflexions éclatées (phase " basse" température)

On va vérifier que la déformation du plan de base (A, B) de la maille ortho hexagonale peut expliquer l'éclatement des réflexions $hk0$ observées à " basse" température :

Au cours de la transition, le rapport A/B varie au premier ordre comme

$$A = B\sqrt{3}(1 + \varepsilon) \quad \varepsilon \ll 1$$

La forme linéarisée est obtenue en développant $\frac{1}{D^2}$ autour de $A = B\sqrt{3}$:

$$\left(\frac{1}{D^2} \right)_{BT} = \left(\frac{h^2}{3B^2} + \frac{k^2}{B^2} \right)_{HT} - \frac{2\varepsilon}{3B^2} h^2$$

Observation	Hexagonal.	1 1 . 0	1-2 . 0	-2 1 . 1	(1)
expérimentale	Orthorhombique	3 1 0	0 -2 0	-3 1 0	(2)
Doublet	$\frac{1}{D^2}$	$\frac{4}{B^2} - \frac{6\varepsilon}{B^2}$	$\frac{4}{B^2}$	$\frac{4}{B^2} - \frac{6\varepsilon}{B^2}$	Doublet (3)

(1) voir la notation à 4 indices, (2) changement de maille matrice (P)

(3) 1 composante 2 fois plus intense

Observation	Hexagonal.	4 1 . 0	1 -5 . 0	-5 4 . 0	(1)
expérimentale	Orthorhombique	9 1 0	3 5 0	-6 4 0	(2)
Triplet	$\frac{1}{D^2}$	$\frac{28}{B^2} - \frac{54\varepsilon}{B^2}$	$\frac{28}{B^2} - \frac{6\varepsilon}{B^2}$	$\frac{28}{B^2} - \frac{24\varepsilon}{B^2}$	Triplet (3)

(3) 3 composantes d'égale intensité

Observation	Hexagonal.	3 3 . 0	3 -6 0	-6 3 . 0	(1)
expérimentale	Orthorhombique	9 3 0	0 -6 0	-9 3 0	(2)
Doublet	$\frac{1}{D^2}$	$\frac{36}{B^2} - \frac{54\varepsilon}{B^2}$	$\frac{36}{B^2}$	$\frac{36}{B^2} - \frac{54\varepsilon}{B^2}$	Doublet (3)

(3) 1 composante 2 fois plus intense, la plus faible se trouve à la position de la réflexion "hexagonale".

Observation	Hexagonal.	6 0 . 0	0 -6 . 0	-6 6 . 0	(1)
expérimentale	Orthorhombique	12 0 0	-6 -6 0	-6 6 0	(2)
Doublet	$\frac{1}{D^2}$	$\frac{48}{B^2} - \frac{96\varepsilon}{B^2}$	$\frac{48}{B^2} - \frac{24\varepsilon}{B^2}$	$\frac{48}{B^2} - \frac{24\varepsilon}{B^2}$	Doublet (3)

(3) 1 composante 2 fois plus intense

Observation	Hexagonal.	5 2 . 0	2 -7 . 0	-7 5 . 0	(1)
expérimentale	Orthorhombique	12 2 0	3 7 0	-9 5 0	(2)
Triplet	$\frac{1}{D^2}$	$\frac{52}{B^2} - \frac{96\varepsilon}{B^2}$	$\frac{52}{B^2} - \frac{6\varepsilon}{B^2}$	$\frac{52}{B^2} - \frac{54\varepsilon}{B^2}$	Triplet (3)

(3) 3 composantes d'égale intensité

Observation	Hexagonal.	4 4 . 0	4 -8 . 0	-8 4 . 0	(1)
expérimentale	Orthorhombique	12 4 0	0 -8 0	-12 4 0	(2)
Doublet	$\frac{1}{D^2}$	$\frac{64}{B^2} - \frac{96\varepsilon}{B^2}$	$\frac{64}{B^2}$	$\frac{64}{B^2} - \frac{96\varepsilon}{B^2}$	Doublet (3)

(3) 1 composante 2 fois plus intense, la plus faible n'est pas déplacée

N°	hkl	2θ
1	3 1 0	27,50°
2	0 2 0	27,75°
3	9 1 0	77,80°
4	6 4 0	78,35°
5	3 5 0	78,70°
6	9 3 0	91,10°
7	0 6 0	92,05°
8	12 0 0	110,55°
9	6 6 0	111,95°
10	12 2 0	117,80°
11	9 5 0	118,65°
12	3 7 0	119,60°
13	12 4 0	144,25°
14	0 8 0	147,30°

Tableau T 7_09 : Liste des réflexions "éclatées" maille orthorhombique

Conclusion : compatibilité entre l'hypothèse de la déformation du plan (A, B) et les observations expérimentales

3 - : Paramètre de déformation ε

On considère le dernier doublet d'indices (12 4 0) et (0 8 0) .

La composante la plus intense se trouvant à l'angle de Bragg le plus petit :

$$\frac{64}{B^2} - \frac{96\varepsilon}{B^2} < \frac{64}{B^2} \text{ et donc } \varepsilon > 0$$

Soit $2\bar{\theta}$ la position angulaire moyenne des composantes du doublet , et $\delta\theta$ l'écart par rapport à cette position moyenne : $\delta\theta \ll \bar{\theta}$

$$\left(\frac{64}{B^2} - \frac{96}{B^2}\varepsilon\right) - \frac{64}{B^2} = \frac{4}{\lambda^2} \left[\sin^2(\bar{\theta} + \delta\theta) - \sin^2(\bar{\theta} - \delta\theta) \right]$$

Après un développement au premier ordre en $\delta\theta$, on obtient :

$$-\frac{96}{B^2}\varepsilon = \left(\frac{4\sin^2\bar{\theta}}{\lambda^2}\right) \cot g\bar{\theta} \Delta 2\theta$$

$\Delta 2\theta = 4\delta\theta$ est l'écart entre composantes du doublet

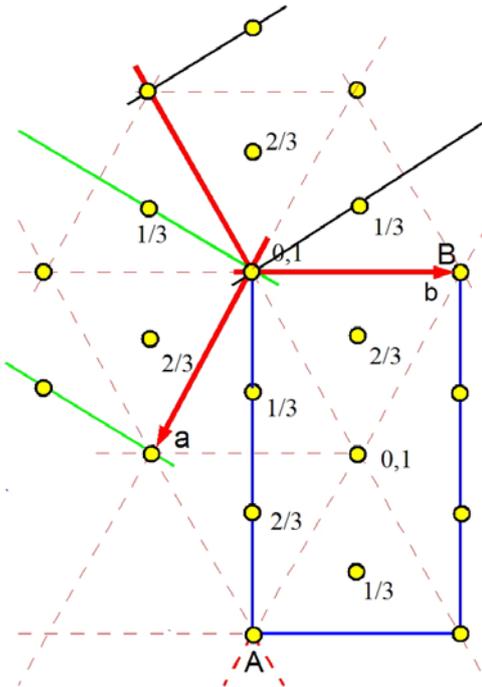
En remplaçant $\frac{4 \sin^2 \bar{\theta}}{\lambda^2}$ par sa valeur $\frac{h^2 + 3k^2}{3B^2} = \frac{64}{B^2}$ pour le doublet considéré, il vient :

$$\varepsilon = -\frac{4}{3} \cot g \bar{\theta} \Delta 2\theta \text{ soit pour } \bar{\theta} = 72,89^\circ \quad \Delta 2\theta = -3,05^\circ \quad \varepsilon = 1,09_8 \cdot 10^{-2}$$

Paramètres de la maille orthorhombique déformée :

$$A = 1,6722 \text{ nm} \quad B = 0,9550 \text{ nm} \quad C = 0,972 \text{ nm}$$

4 - : Maille monoclinique :



Il y a en fait trois mailles orthohexagonales possibles et également probables .

Ce sont , Fig T 7_09B :

$$(\vec{A}, \vec{B}, \vec{C}) = (\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})(P_j) \quad j = 1, 2, 3$$

$$(P_1) = \begin{pmatrix} 2 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$(P_2) = \begin{pmatrix} -1 & -1 & 0 \\ 1 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$(P_3) = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ -2 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Figure T 7_9B : Mailles ortho hexagonales

1 : en bleu ; 2 : en noir ; 3 : en vert

A chacune de ces mailles ortho hexagonales correspond une maille monoclinique

$(\vec{a}_m, \vec{b}_m, \vec{c}_m)$ obtenue par la transformation :

$$(\vec{a}_m, \vec{b}_m, \vec{c}_m) = (\vec{A}, \vec{B}, \vec{C})(P) \quad (P) = \begin{pmatrix} -1/3 & 0 & 1/3 \\ 0 & -1 & 0 \\ 2/3 & 0 & 1/3 \end{pmatrix} \quad \det(P) = \frac{1}{3}$$

$$6/3 = 2$$

2 noeuds par maille

maille monoclinique C centrée

Du tenseur métrique : $(G_{mono}) = (P^t)(G_{ortho})(P)$, on obtient :

$$c_m = \frac{A}{3} \sqrt{1 + \frac{C^2}{A^2}} \quad ; \quad b_m = B \quad ; \quad a_m = \frac{A}{3} \sqrt{1 + 4 \frac{C^2}{A^2}} \quad ; \quad \cos \beta = \frac{-1 + 2 \frac{C^2}{A^2}}{\sqrt{1 + \frac{C^2}{A^2}} \sqrt{1 + 4 \frac{C^2}{A^2}}}$$

soit : $c_m = 0,644_{72} \text{ nm}$ $b_m = 0,955_0 \text{ nm}$ $a_m = 0,854_{75} \text{ nm}$; $\beta = 100,5_3^\circ$

5 - : CELREF :

Entrer les angles de Bragg des réflexions initiales (fichier **.dif**) et les paramètres initiaux (fichier **.cry**)

$$\lambda = 2,291 \text{ \AA} \text{ (CrK}\alpha\text{)}$$

Groupe d'espace : **C2/m**

Sélection éventuelle des réflexions mesurées

Affinement des paramètres.