

THEME 9 : Enoncés des exercices

Création : mars 2006

Dernière modification :

OBJECTIFS :

Application des rayons X : taille des monocristaux

Utilisation du Programme ORIENTEXPRESS

Matrice d'orientation.

COMPLEMENTS

01 : Machine de coupe des matériaux monocristallins

02 : Matrice d'orientation

03 : Programme ORIENTEXPRESS

04 : Diffractomètre pour Monocristaux

LISTE DES EXERCICES :

T9_01 : Sphère d'EWALD .

T9_02 : Plans en Zone

T9_03 : Taille d'un barreau monocristallin de Silicium.

T9_04 : Taille d'un cristal de Quartz.

T9_05 : Taille d'un cristal de MgF_2 .

T9_06 : Matrice d'orientation.

T9_07 : Matrice d'ortho normalisation réciproque, type " Büsing _ Levy "

T9_08 : Matrice d'ortho normalisation réciproque, type " Hamilton "

T9_09 : Programme OrientExpress : entrée par les fichiers d'exemple

T9_10 : Programme OrientExpress : entrée par création de fichiers

T9_11 : Programme OrientExpress : entrée par la matrice d'orientation

T9_12 : Recherche d'une réflexion h k l

1 - : Complément_01 : machine de coupe des matériaux monocristallins

Les barreaux monocristallins " poussent " lorsqu'un germe monocristallin pré-orienté est étiré très soigneusement dans le matériau en fusion. L'orientation du germe par rapport à l'axe d'étirage est déterminante pour celle du barreau.

Ainsi, les barreaux provenant des machines d'étirage sont déjà orientés, leur axe principal est parallèle à une direction cristallographique, en général $\{1,1,1\}$ pour le silicium, d'autres sont possibles comme l'orientation $\{2,2,0\}$.

On façonne ces barreaux pour en faire des objets monocristallins dont les faces sont parallèles à des plans cristallographiques particuliers. On a besoin de connaître au départ 2 directions cristallographiques.

La taille suivant une famille de plans cristallins se fait en 2 étapes au moins. On commence par une première découpe contrôlée par rayons X (méthode Laue) et on termine par un polissage toujours contrôlé par rayons X (diffractomètre simple ou double).

Le défaut de parallélisme entre les faces et les plans monocristallins est de quelques 1/100 de degré

Quelques exemples de découpes :

- tranches très minces de silicium obtenues par découpe d'un barreau orienté $\{1,1,1\}$ (c'est le matériau de base des composants électroniques)
- coupes parallèles à l'axe du barreau,
- découpes en biais

Une machine de coupe standard est équipée d'une scie diamantée (en rouge Fig.T 9_01_Comp), refroidie par un jet d'eau, et d'un ensemble de rotations et de translations respectivement autour et dans la direction de 3 axes orthogonaux.

Le système d'axes orthogonaux liés à la machine de coupe est le suivant :

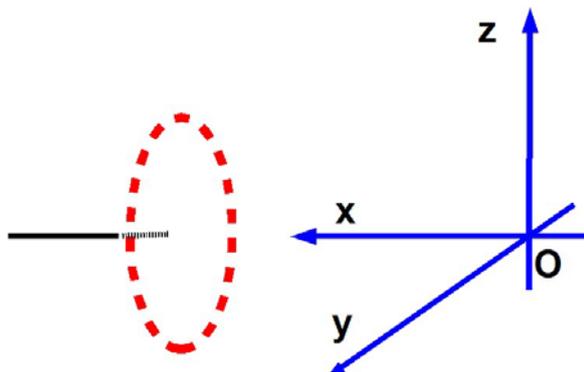


Figure T9_01_Comp :

Système d'axes orthogonaux attachés à la machine de découpe

- le plan $x O y$ est le plan horizontal parallèle à la table, avec :
 - $O y$ parallèle à la direction de translation de la table, et confondu avec l'axe de rotation du berceau sur lequel repose le cristal .
 - $O x$ parallèle à l'axe de rotation de la scie

- $O z$ est parallèle à l'axe de rotation vertical de la table

Pour découper une face du cristal parallèlement à une famille $(h k l)$, il faut placer la rangée réciproque $[h k l]^*$ parallèlement à l'axe $O x$ de rotation de la scie

2 - : Complément_02 : Matrice d'orientation

La maille du cristal est supposée connue.

Un cristal est orienté lorsqu'il est possible de repérer toute rangée directe ou réciproque de ce cristal dans un système d'axes orthonormé lié au dispositif expérimental utilisé .

A - : Définitions :

Au vecteur \overline{X} , on associe la matrice uni colonne $\begin{pmatrix} x_n \\ y_n \\ z_n \end{pmatrix}$ formée par ses coordonnées dans la base $\overline{I}_n, \overline{J}_n, \overline{K}_n$

Dans ce qui suit, l'indice :

o "**n = 0**" désigne le repère oblique du réseau direct ayant pour base les vecteurs $\overline{a}, \overline{b}, \overline{c}$ de la maille.

o "**n = 1**" désigne le **repère oblique du réseau réciproque** ayant pour base les vecteurs $\overline{a}^* = \overline{I}_1, \overline{b}^* = \overline{J}_1, \overline{c}^* = \overline{K}_1$ de la maille réciproque : $(\overline{X}_1) = (\overline{I}_1, \overline{J}_1, \overline{K}_1) \begin{pmatrix} x_1 \\ y_1 \\ z_1 \end{pmatrix}$

o "**n = 2**" désigne le **repère orthonormé du réseau réciproque** ayant pour base les vecteurs $\overline{I}_2, \overline{J}_2, \overline{K}_2$: $(\overline{X}_2) = (\overline{I}_2, \overline{J}_2, \overline{K}_2) \begin{pmatrix} x_2 \\ y_2 \\ z_2 \end{pmatrix}$

o "**n = 3**" désigne le **repère orthonormé lié à l'expérience** ayant pour base les vecteurs $\overline{I}_3, \overline{J}_3, \overline{K}_3$: $(\overline{X}_3) = (\overline{I}_3, \overline{J}_3, \overline{K}_3) \begin{pmatrix} x_3 \\ y_3 \\ z_3 \end{pmatrix}$.

B- : Signification des matrices (R_{ij}) :

La signification des matrices (R_{ij}) est déterminée par les indices correspondant aux différents repères .

--- Matrices (R_{01}) et (R_{10})

Ce sont les matrices (ou tenseurs) métriques G et G^* associés respectivement aux mailles directes et réciproques . cf Chapitre 5

--- Matrices (R_{21}) et (R_{12})

(R_{21}) est une matrice de transformation de la maille réciproque (1) (oblique) en une maille orthogonale (2) (mais non – cristallographique).

Elle permet d'exprimer, dans le repère cartésien (2) du cristal, les coordonnées de tout vecteur dont les composantes sont connues dans le repère (1)

--- Matrices (R_{32}) et (R_{23})

(R_{32}) est une matrice de rotation ; elle est le produit de 3 matrices unitaires de rotation autour des axes φ , χ , et ω d'un diffractomètre.

Soit un vecteur réciproque de coordonnées (x_2, y_2, z_2) dans le repère 2, la matrice (R_{32}) permet le calcul de ses coordonnées (x_3, y_3, z_3) dans le repère (3), après des rotations d'angle φ_0 , χ_0 , et ω_0 .

--- Matrices (R_{31}) et (R_{13})

(R_{31}) est appelée **matrice d'orientation** ; elle permet de calculer les projections de tout vecteur \vec{X}^* du réseau réciproque oblique dans le repère (3) orthonormé lié à l'expérience.

Soit $(O, \vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*)$ le repère attaché au réseau réciproque : si $x_1 = h, y_1 = k, z_1 = l$ sont les coordonnées (réduites) d'un vecteur \vec{r}_{hkl}^* du réseau réciproque (oblique), ses coordonnées x_3, y_3, z_3 dans le repère (3) orthonormé lié à l'expérience sont données par :

$$\begin{pmatrix} x_3 \\ y_3 \\ z_3 \end{pmatrix} = (R_{31}) \begin{pmatrix} x_1 \\ y_1 \\ z_1 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad (R_{31}) = \begin{pmatrix} a_x^* & b_x^* & c_x^* \\ a_y^* & b_y^* & c_y^* \\ a_z^* & b_z^* & c_z^* \end{pmatrix}$$

On admettra que les éléments des **colonnes** 1 2 3 de la matrice sont respectivement les composantes des vecteurs $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$ sur les axes OX_3, OY_3, OZ_3 . On trouvera, Réf. 1, un traitement complet de ces questions.

La matrice inverse (R_{13}) permet la détermination des indices $x_1 = h, y_1 = k, z_1 = l$ d'un vecteur réciproque connaissant ses composantes x_3, y_3, z_3 dans (3) :

$$\begin{pmatrix} x_1 \\ y_1 \\ z_1 \end{pmatrix} = (R_{13}) \begin{pmatrix} x_3 \\ y_3 \\ z_3 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad (R_{13}) = \begin{pmatrix} a_x & a_y & a_z \\ b_x & b_y & b_z \\ c_x & c_y & c_z \end{pmatrix}$$

On admettra aussi que les éléments des **lignes** 1 2 3 sont maintenant les composantes de $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ sur les axes OX_3, OY_3, OZ_3 **Ref. 1**

--- : **Propriétés des matrices** (R_{ij}) :

$$(R_{ij}) = (R_{ik})(R_{kj}) \quad (R_{ij}) = (R_{ji})^{-1}$$

D - : Notation de Busing et Levy :

De nombreux cristallographes utilisent la notation de Busing et Levy , **Ref . 1**:

$$(B) = (R_{21}) \quad (B)^{-1} = (R_{12})$$

$$(U) = (R_{32}) \quad (U)^{-1} = (R_{23})$$

$$(UB) = (R_{31}) \quad (B)^{-1}(U)^{-1} = (R_{13})$$

$$(R_{31}) = (R_{32})(R_{21}) \quad (R_{13}) = (R_{12})(R_{23})$$

La **matrice d'orientation** est appelée **matrice** (UB) pour indiquer qu'elle est le produit de deux matrices comme l'est aussi (R_{31}) .

- o Les matrices (R_{12}) et (R_{21}) peuvent être calculées à partir des paramètres de maille,
- o Les matrices (R_{32}) et (R_{23}) sont des matrices de rotation.
- o Les matrices $(R_{31}) = (UB)$ et $(R_{13}) = (UB)^{-1}$ dépendent de l'orientation du cristal et doivent être déterminées expérimentalement.

Références

1 : Busing W.R. , Levy H.A. (1967) Acta. Cryst. 22 457 - 464

2 : Rafin Institut Laue - Langevin .

3 : Hamilton W.C. Tables Internationales de Cristallographie. Vol 4 273 - 280

4 : C Giacovazzo et al. Fundamentals of Crystallography 68 - 69

Oxford Science Publications

3 - : Complément_03 : Programme OrientExpress

OrientExpress est un logiciel appliqué à la méthode de **Laue**. Il a besoin de connaître les paramètres de maille du cristal et de la distance film _ échantillon. Une fois les coordonnées des taches d'indices faibles repérées sur le film et introduites dans un fichier, l'algorithme est capable de déterminer la matrice d'orientation et d'indexer toutes les taches du film. (rubrique Indexation Search) . On peut aussi entrer directement la matrice d'orientation.

OrientExpress permet le calcul des 3 paires d'angles (φ_x, φ_y) (φ_x, φ_z) (φ_y, φ_z) qui peuvent mettre une direction directe ou réciproque parallèle au faisceau X ou à l'axe de la chambre. **Figure : T9_02_Comp**

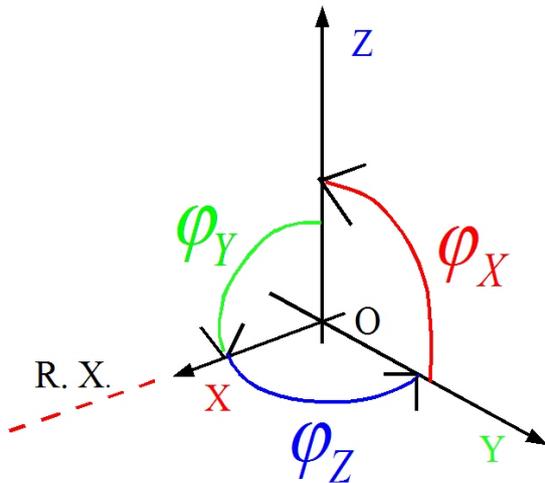


Figure : T9_02_Comp :

Systeme d'axes (O, X, Y, Z)
orthonormé et rotations

Le programme lit les données nécessaires à son fonctionnement dans 2 fichiers , créés interactivement par le clavier et pouvant être rappelés à volonté.

Pour plus de détails, se reporter aux différentes rubriques " **HELP** " du programme.

OrientExpress se prête bien au calcul des angles de rotation qu'il faut effectuer pour tailler des monocristaux à l'aide d'une machine de coupe .cf **Complément_01** :

4 - : **Complément_04 : Diffractomètre pour monocristaux**

Un diffractomètre pour monocristaux comporte 4 rotations (on dit aussi un "4 cercles") permettant de mettre toute famille de plans (h k l) en position de réflexion.

Le repère (O, X₃, Y₃, Z₃) orthonormé, attaché au diffractomètre, a pour axe principal O Z₃ ; il est en général vertical pour les rayons X d'anticathode (horizontal pour les pour les rayons X synchrotron) . Le plan de diffusion (ou plan équatorial) contient les rayons incident et diffracté : O Y₃ est parallèle au faisceau X incident, le troisième axe O X₃ complète le trièdre. **Fig.T9_03_Comp**

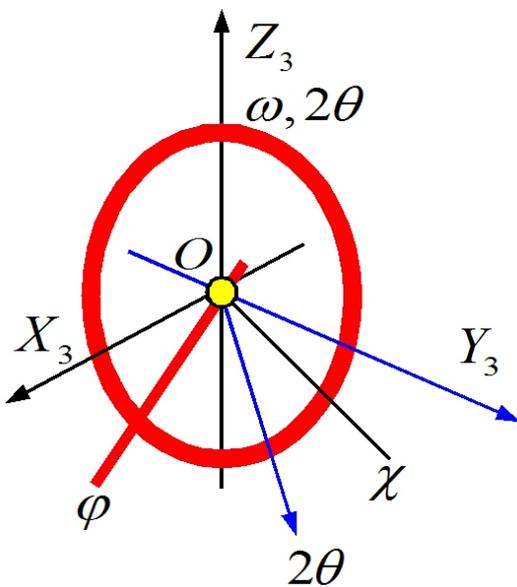


Figure T9_03_Comp :

Schéma d'un diffractomètre pour monocristaux

Y_3 est parallèle au faisceau incident

Z_3 est parallèle à l'axe de rotation (ici vertical) du diffractomètre

plan OX_3, Y_3 est parallèle au plan de diffusion (ici horizontal)

en bleu : trajet des Rayons X ou des Neutrons

faisceau diffracté faisant un angle 2θ avec le faisceau incident

en rouge : cercle χ (ki)

axe du cercle balayant le plan de diffusion et faisant un angle ω avec OY_3

axe de rotation φ dans le plan du cercle χ

--- **rotations 2θ et ω** : elles s'effectuent autour de l'axe principal OZ_3 , le plateau 2θ entraîne le détecteur, le plateau ω le cercle Eulérien.

$2\theta = 0$ lorsque le détecteur est dans la direction du faisceau incident.

$\omega = 0$ lorsque l'axe χ est confondu avec OY_3

Nota : un plateau est une pièce circulaire sur laquelle sont fixés des accessoires.

--- **rotation χ** : l'axe de la rotation χ est toujours dans le plan de diffusion OX_3, Y_3 , le plan du cercle χ pivote autour de l'axe ω .

$\chi = 0$ lorsque l'axe φ est confondu avec l'axe OZ_3

--- **rotation φ** : au cours de ses déplacements l'axe φ demeure dans le plan du cercle χ , il est confondu avec l'axe de la tête qui supporte l'échantillon. Il permet donc de faire tourner l'échantillon sur lui même.

Ces quatre axes de rotation sont par construction "concourants", plus exactement ils se trouvent, quelles que soient les rotations effectuées à l'intérieur d'une sphère dite de confusion dont le diamètre ne dépasse pas quelques $10 \mu\text{m}$ sur la totalité du domaine angulaire exploré. Le diffractomètre doit être aligné de façon que le faisceau incident traverse la sphère de confusion et qu'il soit aussi perpendiculaire au plan du cercle χ .

En général les rotations χ et φ sont suffisantes pour placer un nœud sur la sphère d'Ewald

Au départ tous les angles soient égaux à 0 : une rotation de φ autour de l'axe φ place la rangée $[h k l]^*$ dans le plan du cercle χ . Ensuite une rotation de χ autour de l'axe χ la place dans le plan équatorial. Enfin, une rotation autour de l'axe $O Z_3$ d'un angle ω égal à l'angle de Bragg met les plans $h k l$ en position de réflexion.

Le détecteur est en position de recevoir le faisceau diffracté après une rotation de 2θ autour de l'axe OZ_3 .

Supposons qu'une réflexion ait été détectée à des angles $2\theta, \omega, \chi, \varphi$. Le vecteur réciproque associé à cette réflexion a pour coordonnées, dans le repère orthonormé (3) lié au diffractomètre :

$$\begin{aligned} x_3 &= H (\cos(\omega - \theta) \cos \chi \cos \varphi - \sin(\omega - \theta) \sin \varphi) \\ y_3 &= H (\cos(\omega - \theta) \cos \chi \sin \varphi + \sin(\omega - \theta) \cos \varphi) \\ z_3 &= H (\cos(\omega - \theta) \sin \chi) \end{aligned} \quad H = \frac{2 \sin \theta}{\lambda} \quad (1)$$

H est le module du vecteur diffusion de la réflexion et λ la longueur du rayonnement

La position **bissectrice** obtenue pour $\omega = \theta$ correspond à une position particulière où le plan du cercle χ contient la rangée $[h k l]^*$ normale à la famille des plans réticulaires mis en position de réflexion. C'est une position souvent utilisée qui a l'avantage de simplifier l'expression (1).

$$\begin{aligned} x_3 &= H \cos \chi \cos \varphi \\ y_3 &= H \cos \chi \sin \varphi \\ z_3 &= H \sin \chi \end{aligned} \quad (2)$$

Supposons les matrices (UB) ou R_{31} et $(UB)^{-1}$ ou R_{13} connues, 2 cas se présentent

1 : détermination des indices (h k l) d'une réflexion détectée à des angles $2\theta; \omega; \chi; \varphi$:

Le vecteur \vec{r}^* du réseau réciproque associé à cette réflexion a pour coordonnées dans le référentiel du laboratoire : x_3, y_3, z_3 d'après (2). On obtient les indices (h k l) de la réflexion, c'est-à-dire les composantes du vecteur \vec{r}^* dans le repère lié au cristal :

$$\begin{pmatrix} x_1 = h \\ y_1 = k \\ z_1 = l \end{pmatrix} = (R_{13}) \begin{pmatrix} x_3 \\ y_3 \\ z_3 \end{pmatrix}$$

2 : détermination des angles $2\theta; \omega; \chi; \varphi$ où une réflexion (h k l) sera détectée

Le vecteur \vec{r}^* du réseau réciproque associé à cette réflexion a pour coordonnées dans le

référentiel du laboratoire : x_3, y_3, z_3 : avec
$$\begin{pmatrix} x_3 \\ y_3 \\ z_3 \end{pmatrix} = (R_{31}) \begin{pmatrix} x_1 \\ y_1 \\ z_1 \end{pmatrix}$$

Connaissant x_3, y_3, z_3 , on en déduit la valeur des angles φ, χ, θ en supposant qu'ils étaient initialement égaux à 0 :

$$\omega = \theta = \text{Arc sin}\left(\frac{\lambda}{2} \sqrt{x_3^2 + y_3^2 + z_3^2}\right)$$

$$\varphi = \text{Arctg} \frac{y_3}{x_3} \quad (3)$$

$$\chi = \text{Arctg} \frac{z_3}{\sqrt{x_3^2 + y_3^2}}$$

En prenant le signe positif de la racine carrée, on est conduit à prendre $\chi \in [-90, 90]$

EXERCICE T9 - 01 : SPHERE d'EWALD

Vérifier analytiquement que placer un nœud hkl du réseau réciproque sur la sphère d'Ewald revient à mettre la famille de plans (hkl) en position de réflexion.

EXERCICE T9_02 : PLANS en ZONE

Vérifier que les faisceaux diffractés par une famille de plans (hkl) en zone avec une rangée $[uvw]$, s'appuient sur un cône de révolution ayant pour axe cette rangée, pour demie ouverture, l'angle que fait cette rangée avec le faisceau incident.

EXERCICE T9_03 : TAILLE d'un MONOCRISTAL de SILICIUM

Le réseau de Bravais du Silicium est **cubique à faces centrées** de paramètre $a = 0,357 \text{ nm}$. On dispose d'un barreau monocristallin cylindrique dont les extrémités sont parallèles aux plans $\{022\}$. La direction d'un axe ternaire est repérée sur la surface du barreau par un méplat.

Le barreau est placé sur la table xOy de façon que :

- l'axe ternaire soit parallèle à l'axe Ox .
- la normale aux plans $\{022\}$ soit parallèle à l'axe Oy

Rappels :

- o La notation $\{022\}$ désigne n'importe quelle famille de plans équivalents : 022 ; -202 ; 220 etc .
- o Dans le système cubique, les rangées directe et réciproque ayant les mêmes indices sont confondues.
- o Dans un système non cubique , cette propriété est réservée aux rangées parallèles aux éléments de symétrie.

1 - : Indiquer les indices des rangées réciproques parallèles aux axes Ox , Oy , Oz de la machine. On supposera que, parmi les familles de plans de la forme $\{022\}$, ceux de la famille (220) sont perpendiculaires à l'axe Oy . Noter que ce choix est arbitraire.

2 - : On a besoin de découper une lame ayant des faces parallèles aux plans $\{113\}$. Indiquer la valeur de l'angle de rotation, le sens et l'axe autour duquel il faut tourner le barreau pour réaliser cette opération. Indiquer les indices de la rangée réciproque qui est maintenant parallèle à l'axe Oz .

3 - : Après cette découpe, on a besoin d'une lame taillée suivant les plans $\{406\}$. Indiquer les opérations à effectuer.

Remarque : la réflexion est éteinte d'après le facteur de structure : $h + k + l = 4n+2$

Cf **Exercice T5-08** .

EXERCICE T9_04 : TAILLE d'un MONOCRISTAL de QUARTZ

Le quartz α est une variété de silice SiO_2 , stable dans les conditions normales de température et de pression, cristallisant dans le système trigonal, (groupe d'espace $P3_12$)

La base de réseau est hexagonale, de paramètres :

$$a = b = 0,4913 \text{ nm} \quad c = 0,5405 \text{ nm} \quad \alpha = \beta = 90^\circ \quad \gamma = 120^\circ$$

Le cristal est posé sur la table x O y de la machine de coupe : **Fig.T09-Comp01**

la rangée **directe** $[001]$ (ou réciproque) est parallèle à l'axe Oy

la rangée **directe** $[100]$ est parallèle à l'axe Ox

1 - : Indiquer les indices des rangées **directes** respectivement parallèles à Ox ,Oy et Oz.

2 - : Indiquer les indices des rangées **réciproques** respectivement parallèles à Ox ,Oy et Oz.

3 - : On a besoin d'effectuer une découpe suivant les plans (101) . Indiquer les rotations qu'il faut effectuer pour mettre la rangée $[101]^*$ parallèle à l'axe Ox de la machine.

EXERCICE T9_05 : TAILLE d'un MONOCRISTAL de FLUORURE de MAGNESIUM

Le réseau de Bravais du Fluorure de Magnésium MgF_2 est **quadratique simple** de paramètres :

$$a = b = 0,4623 \text{ nm} \quad c = 0,3052 \text{ nm}.$$

On dispose d'un pavé droit monocristallin ,comportant 3 faces, 2 à 2 parallèles aux plans (001) , (100) , (010) et donc perpendiculaires aux rangées réciproques $[001]^*$, $[100]^*$, $[010]^*$.

Ce pavé est placée sur la table x O y de la machine de coupe de la façon suivante :

$[010]^*$ est parallèle à l'axe Ox , $[001]^*$ à l'axe Oy et $[100]^*$ à l'axe Oz

1 - : On commence par faire une découpe parallèle aux plans (110) . Donner l'angle φ_0

(axe de rotation, valeur et sens) dont il faut tourner pour réaliser cette opération.

Indiquer les indices des rangées réciproques qui sont maintenant parallèles aux axes Ox, Oy et Oz de la machine.

On a besoin de réaliser un prisme droit ayant des faces parallèles aux plans (112) et $(11-2)$

2 - : Indiquer la rotation φ_1 (axe de rotation , valeur et sens) qu'il faut effectuer pour réaliser une première découpe parallèle aux plans (112) .

3 - : En partant de la position précédente, indiquer la rotation φ_2 , (axe de rotation, valeur et sens) qu'il faut pour réaliser la seconde découpe parallèle aux plans $(11-2)$.

EXERCICE T9_06 : MATRICE d' ORIENTATION

1 - : Vérifier le produit des matrices (R_{13}) et (R_{31})

2 - : Vérifier que le produit $(UB)^t (UB)$ est égal au tenseur métrique (G^*) associé à la maille réciproque.

3 - : Soit (M) la matrice de passage des vecteurs de base du repère (2) $(O, \vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$ au repère (1) $(O, \vec{I}_1, \vec{J}_1, \vec{K}_1)$:

$$\begin{pmatrix} \vec{I}_1 \\ \vec{J}_1 \\ \vec{K}_1 \end{pmatrix} = (M) \begin{pmatrix} \vec{I}_2 \\ \vec{J}_2 \\ \vec{K}_2 \end{pmatrix}$$

Montrer que $(M)^t = (R_{21})$

Soit V_1 le volume de la maille réciproque construite sur les vecteurs de base du repère

(1), montrer que : $V_1 = \det(R_{21})$ et que $V_1^2 = \det(G^*)$.

EXERCICE T9_07 : MATRICE d' Ortho normalisation réciproque,

Type " Büsing_Levy " Réf. 1

Les vecteurs de base du repère (1) $(O, \vec{I}_1, \vec{J}_1, \vec{K}_1)$ sont aussi les vecteurs de base du réseau réciproque : $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$

Les vecteurs de base du repère (2) orthonormé $(O, \vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$ sont choisis de la manière suivante :

--- \vec{I}_2 a la direction de \vec{a}^*

--- \vec{J}_2 se trouve dans le plan \vec{a}^*, \vec{b}^* perpendiculaire au vecteur \vec{a}^* .

--- \vec{K}_2 est normal au plan \vec{a}^*, \vec{b}^* , orienté de façon que le trièdre $(\vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$ soit direct, il est donc parallèle au vecteur direct \vec{c} .

Remarque : il existe une infinité d'autres façons de définir un repère cristallographiques

1 - : Déterminer la matrice de transformation (R_{21})

Exprimer les vecteurs de base du repère (1) $(O, \vec{I}_1, \vec{J}_1, \vec{K}_1)$ en fonction des vecteurs de base du repère (2) $(O, \vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$:

Notons $a^* = \|\vec{a}^*\|$ etc

$$\frac{\vec{a}^*}{a^*} = \cos \alpha_i \vec{I}_2 + \cos \alpha_j \vec{J}_2 + \cos \alpha_k \vec{K}_2 \quad \text{avec} \quad \cos \alpha_i = \left(\frac{\vec{a}^*}{a^*} \cdot \vec{I}_2 \right) \quad \text{etc}$$

$$\frac{\vec{b}^*}{b^*} = \cos \beta_i \vec{I}_2 + \cos \beta_j \vec{J}_2 + \cos \beta_k \vec{K}_2$$

$$\frac{\vec{c}^*}{c^*} = \cos \gamma_i \vec{I}_2 + \cos \gamma_j \vec{J}_2 + \cos \gamma_k \vec{K}_2$$

Pour déterminer $\cos \gamma_j$ calculer le produit scalaire $\left(\begin{array}{c} \vec{b}^* \\ b^* \end{array} \middle| \begin{array}{c} \vec{c}^* \\ c^* \end{array} \right)$

et utiliser ensuite la relation entre angles directs et réciproques ,cf. Thème 2, **Exercice T2-15**

$$\cos \alpha = (\cos \beta^* \cos \gamma^* - \cos \alpha^*) / \sin \beta^* \sin \gamma^*$$

2 – : Application : orthonormalisation de la base de réseau **monoclinique**

Expression de la matrice d'ortho-normalisation (R_{21})

A : Vérifier que le produit $(R_{21})^t (R_{21})$ est égal au tenseur métrique réciproque G^*

B : Vérifier que le volume de la maille réciproque est égale au déterminant de la matrice d'ortho-normalisation (R_{21}).

3 – : Application : ortho normalisation de la base de réseau **hexagonal**

- **A** : Expression de la matrice d'ortho-normalisation (R_{21})

- **B** : Exprimer les indices 1 1 1 dans la base ortho normée et calculer la distance inter réticulaire $\frac{1}{D_{111}^2}$.

EXERCICE T9_08 : MATRICE d' Ortho normalisation réciproque,

Type " Hamilton " **Réf . 2**

Les vecteurs de base du repère (2) orthonormé $(O, \vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$ sont établis comme suit :

--- \vec{I}_2 se trouve dans le plan \vec{a}^*, \vec{b}^* perpendiculaire au vecteur \vec{b}^* .

--- \vec{J}_2 a la direction de \vec{b}^*

--- \vec{K}_2 est normal au plan \vec{a}^*, \vec{b}^* , orienté de façon que le trièdre $(\vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$ soit direct, il est donc parallèle au vecteur direct \vec{c} .

1 - : Déterminer la matrice de transformation " **réciproque** " (R_{21})

Exprimer les vecteurs de base $(\vec{I}_1, \vec{J}_1, \vec{K}_1)$ en fonction des vecteurs de base $(\vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$ du repère (2).

2 - : Déterminer la matrice (R_{21}) d'ortho normalisation d'une maille triclinique " **directe** "

--- \vec{I}_2 se trouve dans le plan \vec{a}, \vec{b} perpendiculaire au vecteur \vec{b} .

--- \vec{J}_2 a la direction de \vec{b}

--- \vec{K}_2 est normal au plan \vec{a}, \vec{b} , orienté de façon que le trièdre $(\vec{I}_2, \vec{J}_2, \vec{K}_2)$ soit direct, il est donc parallèle au vecteur direct \vec{c}^* .

3 - : Application : calculer le volume de la maille en fonction des paramètres " **directs** "

Références :

1 - : Busing W.R. Levy H. A. (1967) Acta Cryst. 22 457,464

2 - : Hamilton Walther C. Tables Internationales de Cristallographie Vol. 4 275,284

EXERCICE T9_09 : Programme OrientExpress : entrée par les fichiers d'exemple

Le fichier **exemp3.dat** stocke les données relatives à un diagramme en **retour** pris sur un monocristal **cubique**.

Les coordonnées de 5 taches de diffraction sont conservées dans le fichier **exemp3.coo**

1 - : Indexer le diagramme : cliquer sur **< Indexation Search >**

Par défaut : les taches fondamentales 1 et 2 ont été sélectionnées ,leurs indices se trouvent dans le domaine (H K L) min = -2 , (H K L) max = +2

En cliquant sur **< OK >** la simulation du cliché apparaît sur l'écran .

Un cercle rouge est centré sur la position des coordonnées mesurées des 5 taches. Plus les taches sont bien centrées par rapport aux cercles, meilleure est la qualité de la simulation.

Cliquer sur **< Orientation Matrix >** puis sur **< Refinement >** la distance détecteur-échantillon, généralement assez mal mesurée, est affinée et introduite automatiquement dans le fichier des données.

Remarque : les taches dites fondamentales sont à l'intersection de plusieurs courbes zonales et sont en général au centre d' un domaine vide de taches . Elles ont des indices petits.

Remarque : en cas d'échec élargir le domaine des indices h k l et sélectionner une nouvelle paire de taches fondamentales. Voir la rubrique **Using the programm** du **HELP**

2 - : Déterminer les indices de la courbe zonale contenant les taches 1 et 2

Cliquer sur **< Simulation** puis sur **Laue >** pour obtenir le diagramme simulé à l'écran. Cliquer ensuite sur les taches 1 et 2 pour obtenir leur indexation .

Déterminer les indices [u v w] de la courbe zonale contenant les taches 1 et 2

3 - : Réorientation du cristal : Chap. 12.3

Cliquer sur **< Réorientation** puis sur **Options >**. Choisir les rotations qu'il faut pour placer l'axe de zone $[u\ v\ w]$ parallèlement à l'axe Oz de la chambre.

4 - : Simulation : tourner le cristal autour de l'axe Oz jusqu'à ce que la figure de diffraction présente de la symétrie autour de la direction du faisceau incident .

Identifier les opérations de symétrie compatibles avec la maille **cubique** .

Indiquer les valeurs des angles que font ces axes entre eux.

EXERCICE T9_10 : Programme OrientExpress : entrée par création de fichiers

Le **quartz α** est une variété de silice SiO_2 , stable dans les conditions normales de température et de pression, cristallisant dans le système trigonal (groupe d'espace $P3_12$)

Une lame de quartz α à faces parallèles est plaquée sur un support dont le plan d'appui contient l'axe Oz de la chambre , **Fig. T9_02A_complement**. L'angle φ_z est égal à zéro lorsque ce plan d'appui est perpendiculaire au faisceau X.

Données pour le fichier**.dat**

- o *réseau hexagonal*
- o $a = b = 4,913 \text{ \AA}$ $c = 5,405 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$,
- o *Distance film - échantillon : 3,35 cm*
- o *Groupe d'espace : **P3₂1** (N° 154)*
- o *Angles : 180,00° (**cliché en retour**)*
- o $\lambda_1 = 0,8 \text{ \AA}$ $\lambda_2 = 2,0 \text{ \AA}$
- o *Hauteur = 13 cm Largeur = 18 cm (dimension du détecteur)*

On a retenu 6 taches pour le fichier**.coo** :

N°	x	y	N°	x	y
1	-0.55	3.25	4	3.20	0.15
2	-1.85	-0.05	5	2.75	2.10
3	-0.35	-3.20	6	-3.50	2.20

1 - : Indexer le diagramme : cliquer sur **< Indexation Search >** par défaut 2 taches fondamentales sont sélectionnées : en cliquant sur **< OK >** la simulation du cliché apparaît sur l'écran .

Cliquer sur **< Orientation Matrix >** puis sur **< Refinement >**

2 - : Déterminer les indices de la courbe zonale contenant les taches 1 et 2

Cliquer sur **< Simulation** puis sur **Laue >** pour obtenir le diagramme simulé à l'écran.
 Cliquer ensuite sur les taches 1 et 2 pour obtenir leur indexation .

Déterminer les indices [u v w] de la courbe zonale contenant les taches 1 et 2

3 - : Réorientation du cristal : **Chap. 12.3**

Cliquer sur **< Réorientation** puis sur **Options >**. Choisir les rotations qu'il faut pour placer l'axe de zone [u v w] parallèlement à l'axe Oz de la chambre.

4 - : Simulation : tourner le cristal autour de l'axe Oz jusqu'à ce que la figure de diffraction présente de la symétrie autour de la direction du faisceau incident .

Identifier les opérations de symétrie compatibles avec la maille **hexagonale** .

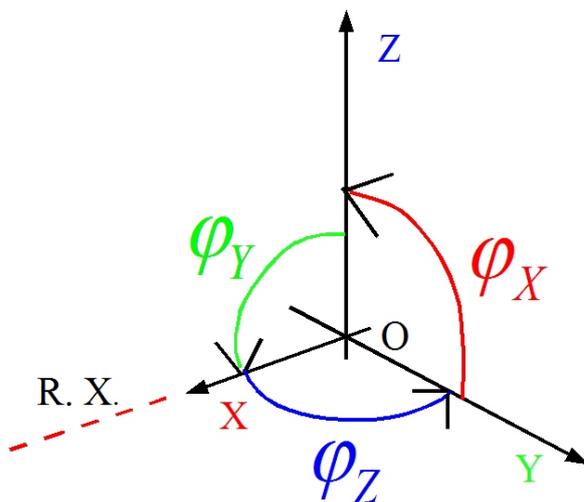
Indiquer les valeurs des angles que font ces axes entre eux.

EXERCICE T9_11 : Programme OrientExpress : entrée par la matrice d'orientation

On dispose d'un support d'échantillon équipé des rotations φ_X ; φ_Y ; φ_Z respectivement autour des axes orthogonaux Ox , Oy ,Oz .

Ox est parallèle au faisceau direct , Oz est parallèle à l'axe de la chambre . Oy, orthogonal aux 2 autres axes est orienté de façon le trièdre soit direct , comme indiqué

Fig.T9_02A_complément



On dispose d'un cristal de **Rutile** de formule chimique **Ti O₂**. On suppose que les faces parallèles aux plans 0 0 1 et 1 0 0 ont été repérées sur le cristal.

Les rangées réciproques [0 0 1]* et [1 0 0]* sont donc perpendiculaire à ces faces .

On suppose qu'on a réussi à orienter ces rangées de la manière suivante :

[0 0 1]* parallèle à l'axe Oz , [1 0 0]* parallèle à l'axe Oy

Données pour le fichier**.dat**

- o *réseau quadratique*
- o $a = b = 4,594 \text{ \AA}$ $c = 2,958 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$,
- o *Distance film - échantillon : 3,35 cm*
- o *Groupe d'espace : $P4_2/mnm$ (N° 136)*
- o *Angles : 180,00° (**cliché en retour**)*
- o $\lambda_1 = 0,8 \text{ \AA}$ $\lambda_2 = 2,0 \text{ \AA}$
- o *Hauteur : 13 cm Largeur : 18 cm (dimension du détecteur)*

Preliminaires : remplir le fichier (.....**.dat**) des données relatives au Rutile

1 - : Matrice d'orientation : Cliquer sur les boutons (**Matrix** puis **Acquisition**) puis entrer les indices des rangées réciproques parallèles à Oy , et à Oz (le programme détermine les indices de la troisième rangée). Indiquer la symétrie que présente la figure de diffraction simulée.

2 - : Placer la rangée $[1\ 1\ 0]^*$ parallèlement au faisceau X en allant dans la rubrique **Réorientation**. Noter la valeur de l'angle de rotation qu'il faut effectuer. Commenter la symétrie que présente alors la figure de diffraction simulée.

3 - : Déterminer la rotation φ qu'il faut effectuer pour mettre la rangée $[0\ 0\ 1]^*$ parallèlement à la direction du faisceau incident.

Commenter le résultat obtenu.

EXERCICE T9_12 : Recherche d'une réflexion h k l

Soit (O, X_3, Y_3, Z_3) le repère attaché au diffractomètre : O est le point d'impact du faisceau supposé ponctuel, OY_3 est l'axe confondu avec ce faisceau horizontal, OZ_3 est l'axe vertical, OX_3 est perpendiculaire aux 2 autres axes. Le trièdre formé par les vecteurs unitaires est direct.

Le corindon est un oxyde d'aluminium de formule chimique Al_2O_3 , il est le minéral le plus dur après le diamant. Certaines variétés comme le rubis (rouge) ou le saphir (bleu) sont des pierres précieuses.

On dispose d'un substrat monocristallin de corindon (groupe $R-3c$ (167)), système trigonal, représentation hexagonale par une maille de paramètres :

$$a = b = 0,4759 \text{ nm} \quad c = 1,2993 \text{ nm}$$

L'axe c est normal au plan du substrat.

La longueur d'onde utilisée est de 0,154 nm

Ce substrat est placé sur le diffractomètre de façon que l'axe c soit parallèle à OZ_3 , l'axe a confondu avec OX_3 .

1 - : Etablir les matrices d'orientation (UB) ou R_{31} et $(UB)^{-1}$ ou R_{13}

2 - : Indiquer autour de quel(s) axe(s) il faut tourner et de combien (à partir de la position initiale) pour mettre en position de diffraction les plans : $(0\ 0\ 6)$, $(1\ 1\ 0)$, $(1\ 0\ 4)$

3 - : On a obtenu par centrage d'une réflexion en position bissectrice, les valeurs suivantes des angles d'Euler :

$$\omega = \theta = 33.26^\circ \quad \chi = 25.62^\circ \quad \varphi = 49.11^\circ$$

Indiquer les indices de Miller de cette réflexion.