

LC6 : Caractérisations de solide

Element imposé

Solides cristallins

Introduction pédagogique

Niveau DUT 2ième année (ou L3) (ou BUT en 3 ans l'année prochaine)

Prérequis :

- Notions de cristallographie de base : mailles et noeuds, type de maille (DUT1)
- Optique : diffraction (lycée) et interférences (DUT2)
- Géométrie dans l'espace (lycée)

Difficultés :

- Géométrie dans l'espace
- Se représenter les plans réticulaires

Biblio :

- Smart Moor
- Kittel
- Atkins
- Actualité chimique (388, 389, 390)

Activités liées

- TP : Préparation de pérovskite et DRX
 - TD : Extraire des informations, sur les plans réticulaires à partir de diffractogramme / utiliser différentes techniques pour caractériser un solide cristallin
- Evaluation diagnostique

Objectif Apprendre et comprendre la loi de Bragg

Introduction

Différentes notions cristallines vues avant : exploitation ici pour diffraction aux rayons X

1 Diffraction aux rayons X (DRX)

1.1 Indices de Miller

Plans réticulaires caractérisés par des indices de Miller (h,k,l)

Repère les intersections : plan rouge, violet Normale au plan d_{hkl} (général et maille cubique)

1.2 Loi de Bragg

Historique : Von Laue : Bragg Demo loi de Bragg (Voir Scans Annabelle)

1.3 Analyse de K₂Cr₂O₇

Diffractogramme affiché Tableau : 2θ d m_n/m_{n+1} m (h,k,l)

2 D'autres types de mailles

2.1 Extinctions systématiques

Facteur de structure Facteur de diffusion (nombre d'électrons) Coordonnées fractionnaires F=0 : apparaît pas sur le diffractogramme : extinction systématique Voir scans Annabelle

3 D'autre type de caractérisation

Microscopie à balayage et à transmission

4 Conclusion

5 Question

- Autres techniques de caractérisation solide ? Gravimétrie, RMN, BET
- Définition rayonnement X ? 0,1 à 100 Å
- Comment on les génère ?
- DRX que pour structure cristalline ? Non, silice mésoporeuse
- Différence diffusion/diffraction des rayons X ? diffusion liée à la taille des particules / Diffraction liée aux Plans réticulaires
- Sources ? synchrotron
- XANES, EXAF (à voir)
- Paramètres qui jouent sur la largeur des pics ? Taille des cristaux, effets de bords
- Domaine cristallin : monocristallin ou non : largeur pics
- Discontinuité : macles (cristallographie)
- Différence spectre/diffractogramme ? énergies / balayage des θ
- Comment on peut savoir de quelle phase cristalline on a à partir du diffractogramme ?
- Intensité liée à quoi sur MET ? Densité électronique mais surtout numéro atomique (noyau)
- RMN du solide différence avec liquide ? Anisotropie (angle magique)
- Type d'information obtenue ? Environnement chimique
- UV-vis déclinable sur les solides ? oui
- Comment on formalise l'évolution de l'intensité en spectro ? UV-vis : Beer Lambert, IR : Beer Lambert pour 1 λ donnée
- RAMAN ?
- Avantage RMN : pas dépendant de ϵ
- Technique d'analyse de la surface ? Absorption BET (NO₂)

- Quelle donnée extraite de BET ? Diamètre des pores, surface spécifique
- Et en spectro ? XPS

6 Retour

Faire moins de diffraction et plus du reste Renommer I= principe diffraction RX II= extraction d'info
intro ou début I : observation expérimentale de diffractogramme Faire construire les élèves le plan réticulaire (1,1,1) Dessiner au moins 1 structure dans la leçon. (Au plus 1) Niveau DUT : parler rayon X, comment ils sont générés ou dire que sera fait en TP.