

EPREUVE
Chimie Analytique et Structurale
Durée : 1 h 00 - (Documents non autorisés)

EXERCICE 1

Un mélange hétérogène de deux poudres A et B est analysé par diffraction des rayons X. Les distances interréticulaires déterminées sur le diagramme sont reportées dans le tableau 1. Pour les deux phases, vous indiquerez les plans (hkl).

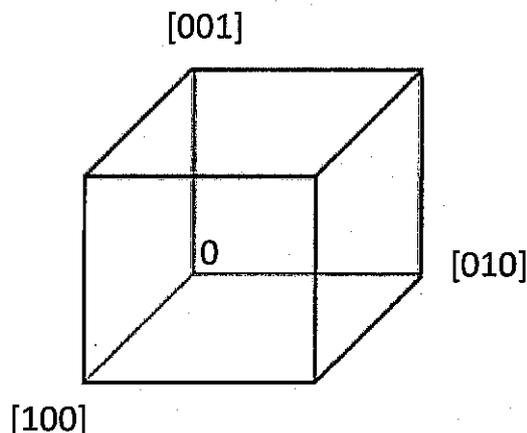
1. Rappeler quelles sont les informations qui peuvent être déduites d'un pic de diffraction. Quelles sont alors les grandeurs associées que vous pouvez déterminer lors de l'analyse d'un pic de diffraction.
2. Indiquer dans le tableau 1 les distances appartenant à la phase A, puis celles correspondant à la phase B à partir des informations suivantes :

- ** La phase A cristallise suivant un réseau cubique centré et possède un paramètre de maille $a = 4,30\text{Å}$,
- ** Les raies non identifiées appartiennent par conséquent à la phase B. Déterminer alors le réseau de cette phase cubique, son paramètre cristallin ainsi que sa masse volumique ($M_B = 40\text{g/mol}$).

d_{hkl} (Å)	Nature de la phase	Plans (hkl)
3,04		
2,223		
2,15		
1,925		
1,755		
1,52		
1,361		
1,36		
1,161		

3. Lorsque l'on place ce mélange au sein d'un four à 800°C , il se forme un composé intermétallique de formule chimique AB. Sachant que ce dernier cristallise dans un réseau orthorhombique primitif :

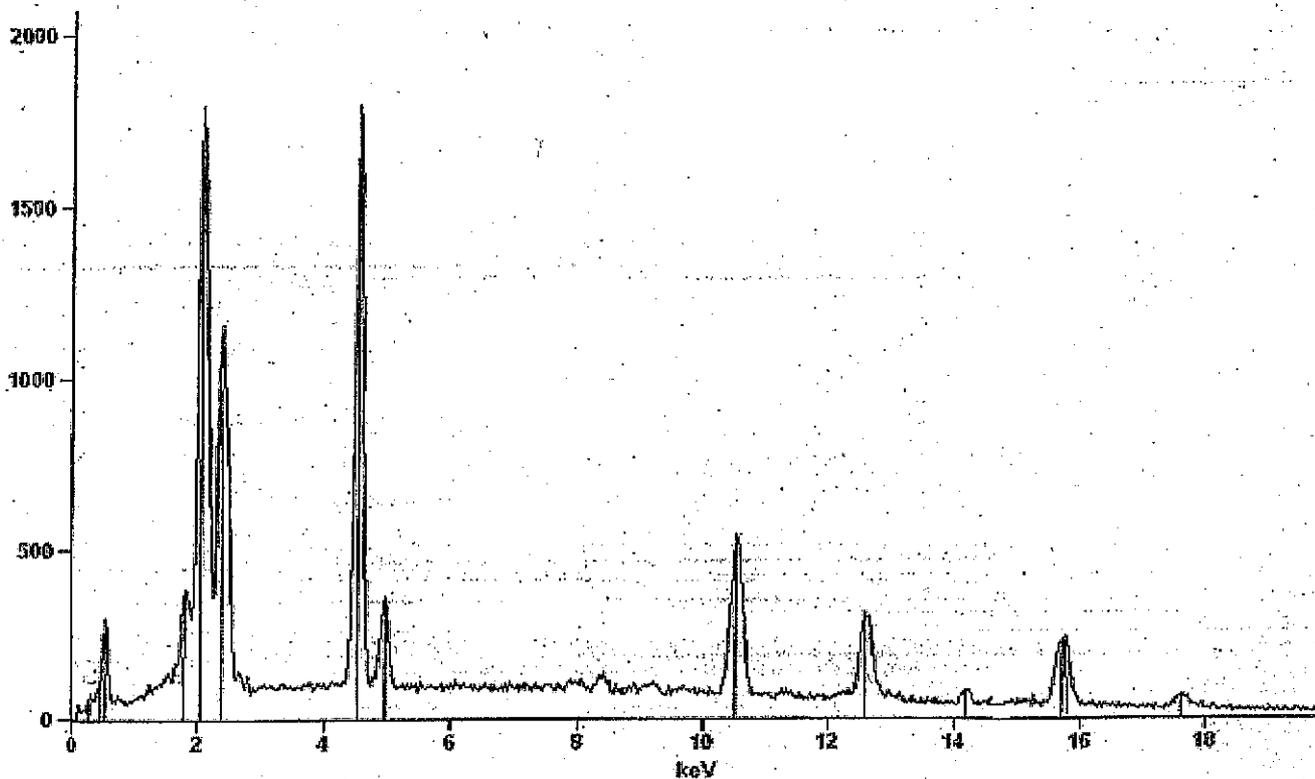
- ** Rappeler la définition du système orthorhombique et les réseaux de bravais associés,
- ** Dessiner la ou les maille(s) envisageable (s),
- ** Repérer le plan (110) et donner l'expression littérale de la densité surfacique de ce plan pour l'une des configurations choisie précédemment.



EXERCICE 2

1. Indiquez quelles sont les sources d'excitation qui peuvent être utilisées pour conduire une analyse chimique élémentaire par fluorescence X.

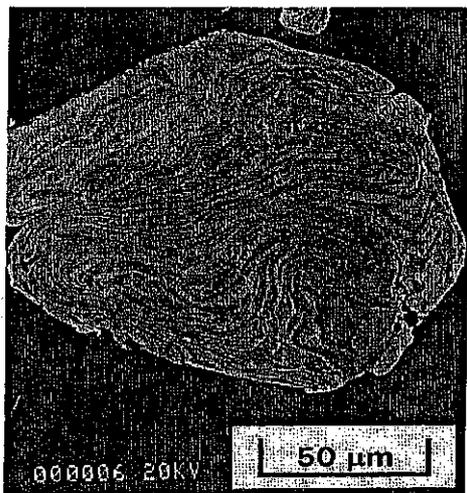
2. Il s'agit maintenant via une analyse par fluorescence X de déterminer la composition chimique élémentaire d'un matériau inconnu. Ainsi à partir du tableau ci-dessous, identifier les éléments chimiques en indiquant pour chaque raie la nature des transitions. Expliquez votre démarche et vos choix.



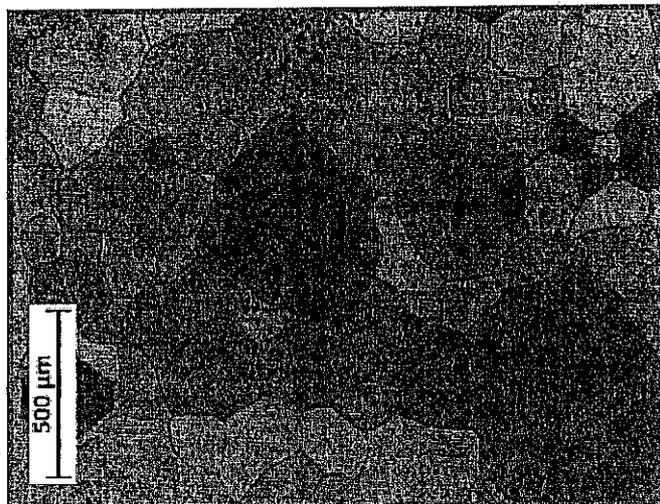
Eléments	K_{α} (Kev)	K_{β} (Kev)	L_{α} (Kev)	L_{β} (Kev)	M_{α} (Kev)
O	0,53				
Al	1,5				
Si	1,7				
Ca	3,7				
Ti	4,5	4,9			
Cr	5,4	6,0			
Mn	5,9	6,5			
Fe	6,4	7,1			
Co	6,9	7,7			
Ni	7,5	8,3			
Cu	8,0	8,9	1		
Sr	14,1	15,8	1,8		
Y	14,9	16,7	2,0		
Zr	15,8	17,7	2,1		
Nb	16,6	18,6	2,2		
Mo	17,5	19,6	2,3		
Pd	21,2	23,8	2,9		
Ag	22,2	24,9	3,0	3,2	
Cd	23,1	26,1	3,1	3,3	
Sn	25,2	28,5	3,4	3,7	
Ba	32,1		4,5	4,8	
La	33,4		4,7	5,0	
Ta			8,2	9,3	1,7
W			8,4	9,7	1,8
Pt			9,4	11,10	2
Au			9,7	11,4	2,1
Hg			10,0	11,8	2,2
Pb			10,6	12,6	2,3

Tableau n°1 : Transitions K_{α} , K_{β} , L_{α} , L_{β} et M_{α} de quelques éléments

2. Avec quels appareils les photographies présentées ci-dessous (a et b) ont-elles été obtenues ? Les commenter ? Indiquez pour ces deux clichés les conditions de préparation et d'observation associées.



a)



b)