

EPREUVE

Chimie Analytique et Structurale

Durée : 1 h 00 - (Documents non autorisés)

La Fluorescence X (8 points)

1. Décrire de **manière précise** le principe et l'intérêt de la fluorescence X.
2. Quels sont les modes d'excitation des éléments en fluorescence X ?
3. Préciser le type de spectromètre représenté sur la figure 1 et annoter le schéma de cette figure.

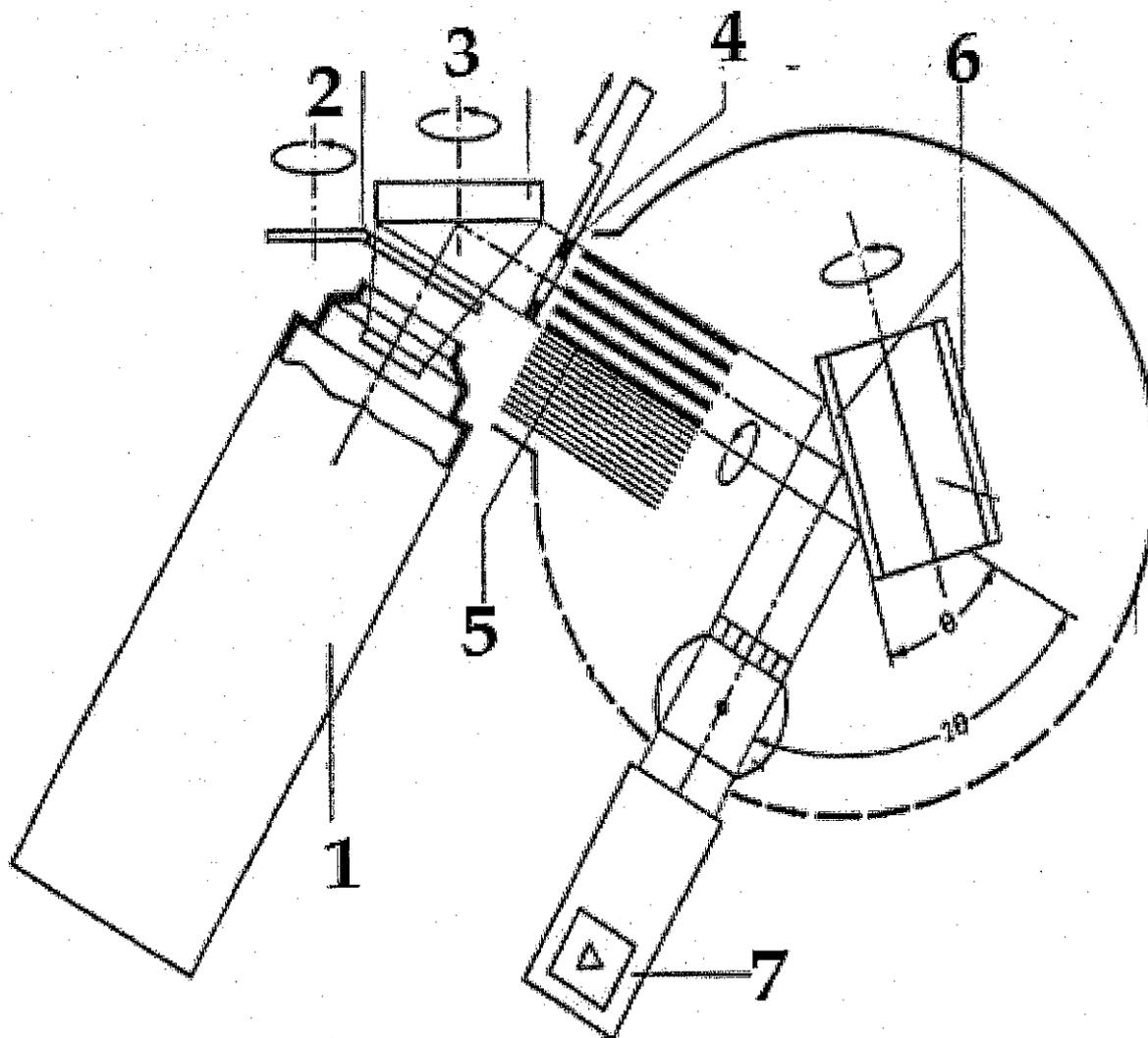


Figure 1 : Schéma d'un spectromètre de fluorescence X.

4 Analyser le spectre de fluorescence X de la figure 2 réalisé sur une poudre de composition chimique inconnue. Utiliser le tableau 1 pour identifier les éléments chimiques présents. La nature des transitions devra également être explicitée.

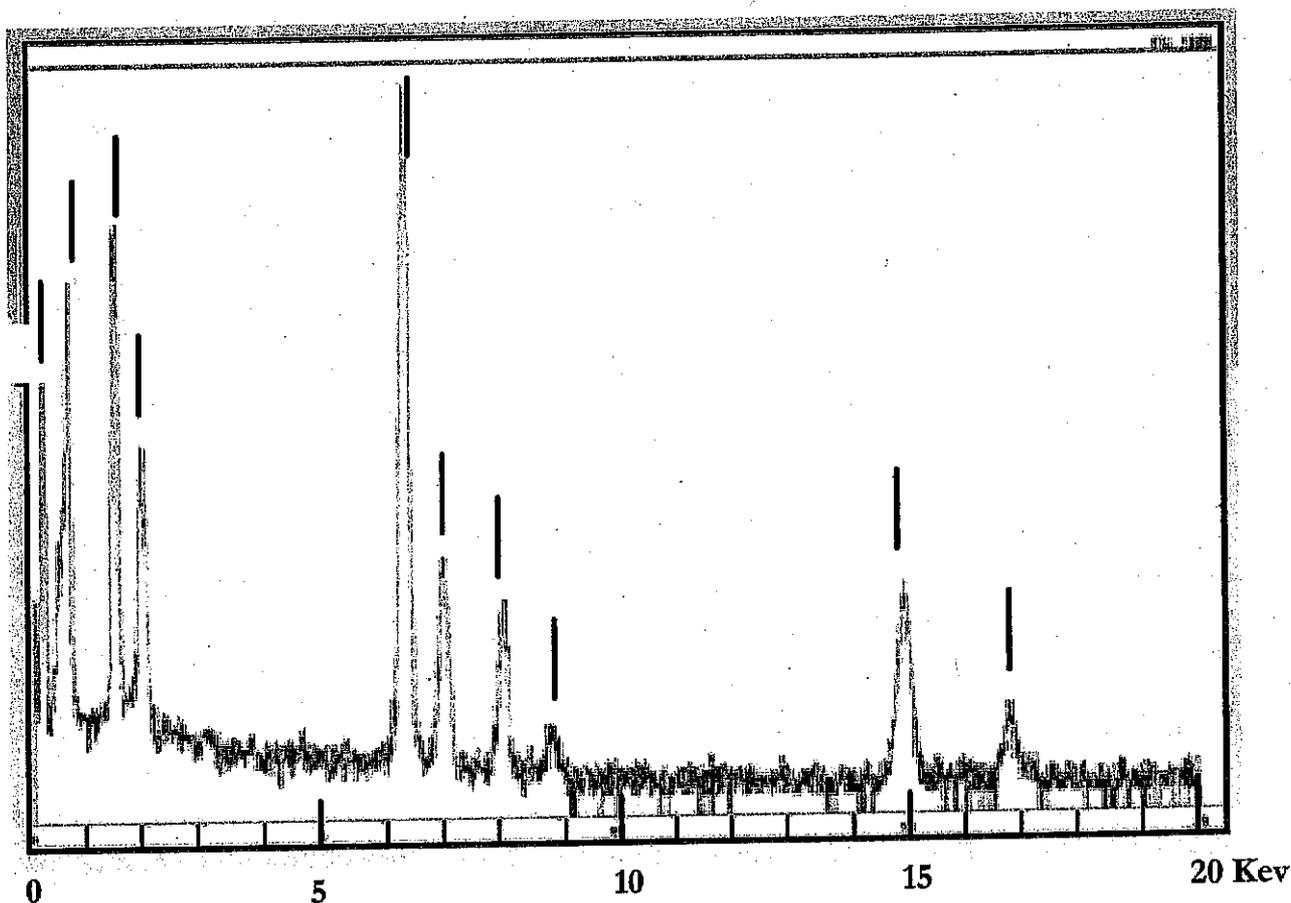


Figure 2 : Analyse chimique réalisée par fluorescence X sur une poudre de composition inconnue.

Eléments	$K\alpha$ (Kev)	$K\beta$ (Kev)	$L\alpha$ (Kev)	$L\beta$ (Kev)	$M\alpha$ (Kev)
C	0,25				
O	0,53				
Al	1,5				
Si	1,7				
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	
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
Pb			10,6	12,6	2,3

Tableau n°1 : Transitions  $K\alpha$ ,  $K\beta$ ,  $L\alpha$ ,  $L\beta$  et  $M\alpha$  de quelques éléments

## Etude de la diffraction des rayons X (12 points)

1. Décrire de manière précise le principe de la diffraction des rayons X.
2. Donner la définition de la loi de Bragg.
3. Une analyse par diffraction des rayons X ( $\lambda_{K\alpha_{Cu}} = 1,54056 \text{ \AA}$ ) a été menée sur une poudre de  $UO_2$ . A partir des données du tableau 2, que vous complétez, sachant que cet oxyde est cubique, déterminer son réseau, son paramètre de maille et sa masse volumique ( $M_U = 238,34 \text{ g/mol}$ ,  $M_O = 16 \text{ g/mol}$ )

Raies	2 $\theta$	d(hkl)	(hkl)
1	28,281		
2	32,741		
3	46,968		
4	55,754		
5	58,428		
6	68,594		
7	75,775		

Tableau 2 : Relevé des positions angulaires des raies de diffraction des rayons X.

4. Rappeler quelles sont les informations que l'on peut extraire, de la position angulaire, de l'intensité mais aussi de la largeur d'une raie de diffraction des rayons X.
5. A partir de la méthode de Williamson et Hall, il est possible de remonter à des informations relatives à la microstructure du matériau étudié. Quelles sont-elles ? Donner les valeurs numériques des grandeurs qui peuvent être obtenues de ce diagramme de Williamson et Hall.

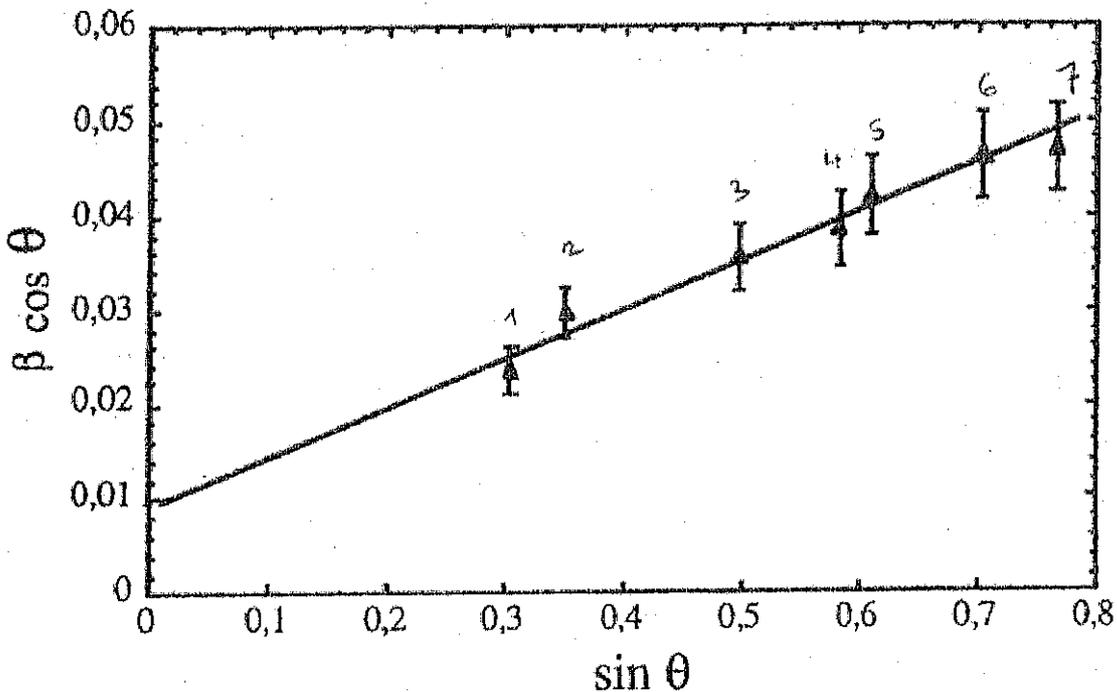


Figure 3 : Diagramme de Williamson et Hall tracé à partir d'une analyse des 7 raies indiquées dans le tableau 2.