

**TP N°4 :**  
**ETUDE DES CRISTAUX PAR LES RAYONS X**

Le TP de cette semaine a pour but de vous familiariser à la détermination d'un minéral à partir de son diffractogramme obtenu par la méthode de diffraction des rayons X.

Les propriétés physiques et chimiques des minéraux dépendent de la structure cristalline et du type de liaison chimique entre les atomes. Développée il y'a plus de 100 ans, **la diffraction des rayons X** est un outil rapide et fiable utilisé pour l'identification des minéraux (elle possède également beaucoup d'autres applications).

**La diffraction des rayons X** se base sur le fait que chaque structure minérale est unique. Si un faisceau de rayons X est dirigé vers un cristal, les rayons X interagissent avec chaque atome dans le cristal, excitant un électron. Quand cet électron retourne à son état initial, il re-émet des rayons X. Ces rayons X secondaires peuvent former des franges d'interférence. L'interférence peut être constructive ou destructive (ou entre les deux). Cela dépendra de la distance entre deux atomes, et de l'angle d'incidence des rayons X. Soit de la structure du cristal. Puisque chaque cristal est unique, les angles correspondants aux interférences constructives seront uniques.

### **Application**

La figure suivante représente le diffratogramme expérimental de trois minéraux inconnus. Le but de cet exercice est de déterminer la nature de chaque minéral en comparant les valeurs théoriques des distances  $d$  entre les plans réticulaires des minéraux (tableau 1) et le  $d$  calculé à partir des diffractogrammes.

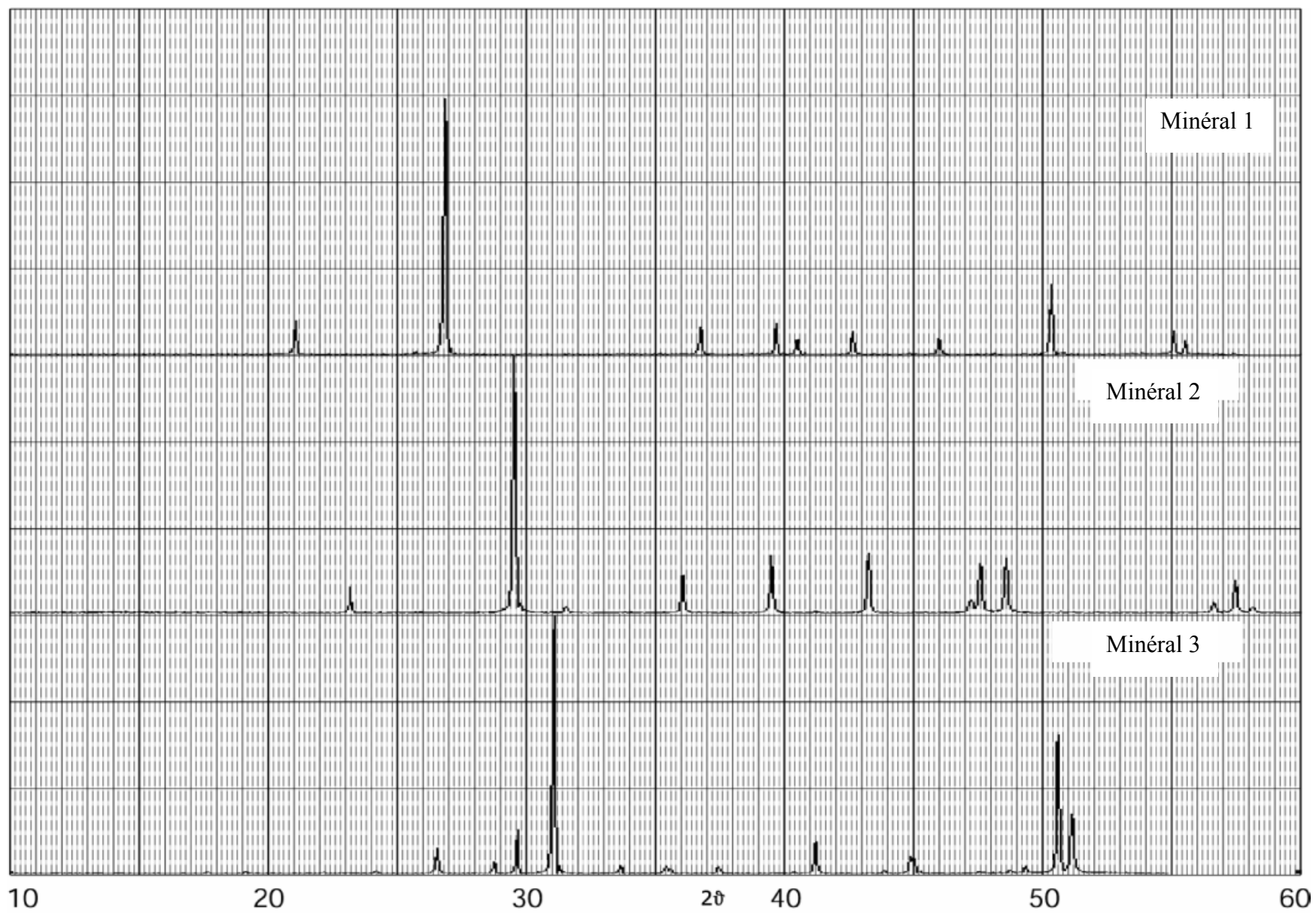
1. Pour chaque minéral, déterminer l'angle  $2\theta$  des huit premiers pics des diffractogrammes. Reporter sur le tableau 2 ces angles dans l'ordre **décroissant d'intensité**.
2. Calculer la valeur du  $d$  correspondant en utilisant l'équation de Bragg (on a utilisé la raie du cuivre  $K\alpha$ ,  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ).
3. Comparer les valeurs obtenus avec ceux du tableau 1 et déterminer les minéraux 1, 2 et 3.

<b>Mineral</b>	<b>d-values</b>							
Anhydrite	3.50(x)	2.85(4)	2.33(2)	2.21(2)	1.87(2)	1.65(1)	1.75(1)	2.09(1)
Apatite	2.81(x)	2.78(6)	2.72(6)	3.44(4)	1.84(4)	1.94(3)	2.63(3)	2.26(2)
Aragonite	3.40(x)	1.98(7)	3.27(5)	2.70(5)	2.37(4)	2.48(3)	1.88(3)	2.34(3)
Barite	3.45(x)	3.10(x)	2.12(8)	2.11(8)	3.32(7)	3.90(5)	2.84(5)	2.73(5)
Calcite	3.04(x)	2.29(2)	2.10(2)	1.91(2)	1.88(2)	2.50(1)	3.86(1)	1.60(1)
Corundum	2.09(x)	2.55(x)	1.60(8)	3.48(7)	1.37(4)	1.74(4)	2.38(4)	1.40(3)
Dolomite	2.89(x)	1.79(3)	2.19(3)	1.78(3)	1.80(2)	2.02(2)	1.39(2)	2.67(1)
Fluorite	1.93(x)	3.15(9)	1.65(4)	1.12(2)	1.37(1)	1.25(1)	0.86(1)	1.05(1)
Gypsum	7.56(x)	3.06(6)	4.27(5)	2.68(3)	2.87(3)	3.79(2)	1.90(2)	2.08(1)
Halite	2.82(x)	1.99(6)	1.63(2)	3.26(1)	1.26(1)	1.15(1)	1.41(1)	0.89(1)
Muscovite	10.1(x)	3.36(x)	4.49(9)	2.57(9)	3.66(6)	3.07(5)	2.58(5)	5.04(4)
Quartz	3.34(x)	4.26(4)	1.82(2)	1.54(2)	2.46(1)	2.28(1)	1.38(1)	2.13(1)
Talc	9.35(x)	1.53(6)	4.59(5)	3.12(4)	2.48(3)	4.56(3)	2.60(2)	2.50(2)
Topaz	2.94(x)	3.20(7)	3.69(6)	2.36(5)	2.11(4)	3.04(4)	1.67(3)	2.38(3)
Wollastonite	2.97(x)	3.83(8)	3.52(8)	3.31(8)	2.47(6)	2.18(6)	1.83(6)	1.72(6)

**Tableau 1.** Les valeurs de d de quelques minéraux (les noms des minéraux sont en anglais). Les chiffres entre parenthèses indiquent l'intensité idéale des pics relative au pic le plus intense du minéral. x = 100 % (plus intense) ; 9 = 90 %, 8 = 80 %, etc..

<b>Minéral 1</b>		<b>Minéral 2</b>		<b>Minéral 3</b>	
2θ	Valeur de d	2θ	Valeur de d	2θ	Valeur de d

**Tableau 2**



## Exercice 1

On donne les angles de diffraction et les intensités des raies pour le spectre de poudre de trois minéraux inconnus A, B et C réalisé avec une anticathode de cuivre (longueur d'onde  $\lambda_{\text{Cu}} = 1.5406 \text{ \AA}$ ).

Minéral 1		Minéral 2		Minéral 3		Minéral 4	
D (Å)	I	D (Å)	I	D (Å)	I	D (Å)	I
3,55	100	4,12	45	2,06	100	3,633	1
2,513	20	2,917	100	1,261	25	3,146	100
2,051	40	2,380	13	1,0754	16	2,2251	37
1,776	18	2,062	17	0,8916	8	1,8972	1
1,590	12	1,844	14	0,8182	16	1,8169	10
1,451	6	1,683	25			1,5730	5
1,343	14	1,457	6			1,4071	9
1,1852	6	1,374	5			1,2839	5
1,1236	4	1,304	8			1,1121	1

- 1- Tracer sur un papier millimètre les diagrammes de poudre correspondants (diffractogrammes)  $I = f(2\theta)$ .
- 2- Indexer les spectres (trouver les différents hkl correspondants aux d du tableau précédents)
- 3- Les composés appartiennent au système cubique. En déduire le paramètre des mailles et le type du réseau.
- 4- Déterminer la nature des minéraux (utiliser les fiches ASTM données dans les livres de minéralogie).

## Exercice 2

La figure suivante représente le diffractogramme expérimental d'une roche contenant plusieurs minéraux. Le but de cet exercice est de déterminer la nature de ces minéraux en comparant les valeurs théoriques des distances d entre les plans réticulaires des minéraux (tableau 1 application) et le d calculé à partir des diffractogrammes. Les rayons X sont produits par une anticathode de cuivre (longueur d'onde  $\lambda_{\text{Cu}} = 1.5406 \text{ \AA}$ ).

- Pour cela déterminer les différents d et leurs intensités. En comparant les résultats obtenus avec les d du tableau 1, essayer de trouver le nombre et le nom des minéraux qui composent la roche.
- Reprendre le diffractogramme en représentant par des couleurs différentes les raies qui appartiennent à chaque minéral. Chaque couleur représentera un minéral.

