

LABORATOIRE DE PHYSIQUE DES MATERIAUX

Module 30 - Physique des Matériaux

Travaux Pratiques

Introduction

TP 1 : Mesures et incertitudes

TP 2 : Les réseaux de Bravais – Réseau direct et réseau réciproque

TP 3 : Les structures usuelles

TP 4 : Détermination des structures par diffraction des rayons X

TP 5 : Mesure de la conductivité électrique des matériaux

Session Automne 2014 – 2015

La Physique des Matériaux

Le monde qui nous entoure contient de la **matière condensée** sous de nombreuses formes. On trouve les **matières biologiques**, de l'ADN aux **enzymes**, et les **matériaux géologiques**, du **granit** au **mica**. Il y a des milliers **d'alliages métalliques** et des millions de composés en **chimie organique**. Tous ces corps sont formés des atomes d'une centaine d'éléments chimiques. Les **différences** observées entre les **diverses formes de la matière condensée** sont dues aux différences dans la **distribution des électrons** et des **noyaux** et particulièrement des **propriétés des électrons externes** et des **atomes ionisés**. La **physique des matériaux** s'intéresse à l'étude de ces matériaux soit dans l'**état naturel** dans lequel ils existent, soit **en suivant le processus depuis leur fabrication jusqu'à leur utilisation finale**.

Dans cette série de travaux pratiques on s'intéressera d'abord à l'étude des **édifices cristallins**. Nous verrons qu'un cristal idéal peut être construit par une répétition régulière, dans tout l'espace d'unités structurales identiques. Dans les **cristaux** les plus simples comme le **cuivre**, l'**argent**, l'**or** et les **alcalins**, l'**unité structurale** contient **un seul atome**. Plus généralement l'unité structurale contient plusieurs atomes ou molécules, jusqu'à environ **100** dans des **cristaux minéraux** et **10⁴** dans les **cristaux de protéines**. Dans le cas des matériaux cristallins un langage symbolique a été élaboré pour décrire les **structures cristallines**. Quelqu'un connaissant le **langage** de la **cristallographie** peut **reconstruire** une **structure cristalline** à partir de la **lecture** de quelques **symboles**.

Dans certaines circonstances, il est possible d'obtenir au microscope une **image directe** de la **structure d'un cristal**. Un microscope électronique avec un **pouvoir de résolution** de l'ordre de **2 Angströms** peut **distinguer** les **plans** de **cristaux laminaires** comme le **graphite**, mais la résolution du microscope électronique ne permet pas pour l'instant la détermination directe et exacte de structures cristallines inconnues. Cependant à l'aide du **microscope à force atomique** on peut maintenant effectuer des **relevés topographiques** au **niveau atomique**. La **résolution latérale** est donc de l'ordre de la **dizaine de nanomètres**, mais la **résolution verticale** est par contre de l'ordre de l'**Angström** : on peut aisément visualiser des marches atomiques sur une surface propre. Les **microscopes électroniques à transmission** TEM permettent d'observer l'arrangement des atomes dans un matériau ou la morphologie d'une nanostructure avec une résolution de l'ordre **du dixième du nanomètre**, voir d'étudier ses caractéristiques électriques ou sa composition chimique.

Pour explorer les **structures** des **cristaux** on étudie les **figures** de **diffraction** d'ondes qui interfèrent avec les atomes et dont la longueur d'onde est comparable à la distance inter atomique. **L'étude de la diffraction** des ondes par le cristal permet de **déterminer** la **taille** de la **maille**, la **position** des **atomes** et la **distribution** des **électrons** dans la maille. Dans le cas des **systèmes bidimensionnels**, on utilise la **diffraction des électrons RHEED** (Réflexion High Energy Electron Diffraction) par les atomes du réseau.

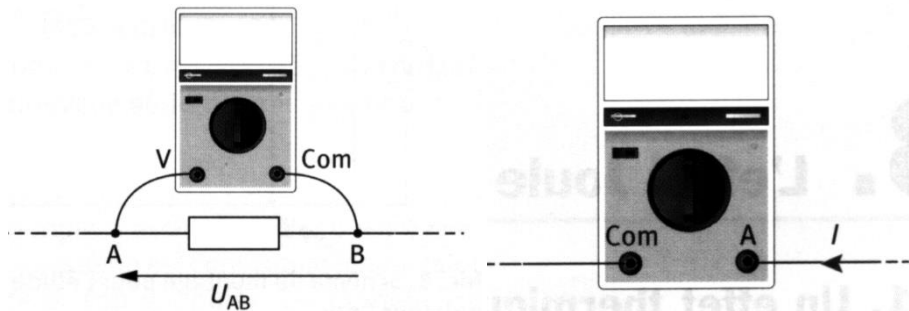
Mesures et incertitudes

1. Utilisation d'un multimètre

Les modèles de multimètres sont très variés, néanmoins leurs principes d'utilisation sont assez semblables. Nous avons choisi l'un d'eux pour illustrer la manière de les utiliser en voltmètre, ampèremètre ou ohmmètre. Pour les mesures en courant continu mettre le sélecteur sur la position **DC**, alors que pour les mesures en courant alternatif le mettre sur la position **AC**.

1.1 Mesure d'une tension continue

Placer l'index du sélecteur sur le plus grand calibre (1 000 V) de la **plage V**. Pour mesurer une tension U_{AB} entre les deux bornes A et B d'un circuit, connecter respectivement A et B aux bornes **V Ω** et **COM** du multimètre. Le multimètre est alors branché en dérivation. Placer ensuite l'index du sélecteur sur le calibre juste supérieur à la valeur absolue de la tension à mesurer: on obtient ainsi une meilleure précision. La valeur de la tension mesurée est algébrique. Un calibre trop petit est signalé à l'écran par un clignotement ou (et) l'affichage de **1** ou **-1**.



1.2 Mesure d'une intensité de courant continu

- Placer l'index du sélecteur sur le plus grand calibre (**20 A**). Pour mesurer l'intensité I du courant circulant dans la branche AB orientée de A vers B, connecter le multimètre en série dans la branche AB. Le fil relié à A est inséré dans la borne **10 A**, et le fil relié à B dans la borne **COM**.

- Si la valeur absolue de l'intensité est inférieure à **200 mA**, déconnecter le fil de la borne **10 A**, placer le commutateur sur le calibre **200 mA** et rebrancher le fil à la borne **mA**. Ajuster éventuellement à un calibre inférieur à **200 mA**.

L'appareil signale également tout dépassement de calibre.

Attention : Il faut respecter cet ordre, débrancher avant de modifier le calibre. L'intensité a une valeur algébrique. Si $I > 0$, le sens du courant va de A vers B, si $I < 0$, le sens du courant va de B vers A.

1.3 Mesure d'une résistance

- Placer l'index du sélecteur sur le calibre le plus élevé (**2000 M Ω**) de la plage **Ω** .

- Connecter l'une des bornes de la résistance à la borne **COM** du multimètre, et l'autre à la borne **V Ω** . Ajuster ensuite le calibre à la valeur mesurée.

- Si la résistance est insérée dans un circuit, on ne peut mesurer sa valeur sans avoir préalablement déconnecté au moins l'une de ses bornes.

- Lorsqu'il fonctionne en ohmmètre, l'appareil se comporte en générateur. La mesure de l'intensité I du courant dans la résistance et de la tension U à ses bornes permet d'en déduire la valeur R de la résistance par le calcul du rapport :

$$R = \frac{U}{I}$$

Attention : Il ne faut pas laisser l'appareil fonctionner longtemps en ohmmètre cela **épuise ses piles**.

1.4 Arrêt de l'appareil

En fin d'utilisation, débrancher l'appareil du circuit et replacer l'index du sélecteur sur la position **OFF**.

2. Incertitudes de mesure

2.1 Mesure physique et erreur

Il est impossible de mesurer exactement la valeur d'une grandeur physique. La mesure est toujours entachée d'erreurs, due à l'instrument de mesure utilisé et à son protocole d'utilisation. Les caractéristiques d'un instrument de mesure sont :

- La fidélité: un instrument de mesure est fidèle si ses indications sont les mêmes quand il mesure plusieurs fois une grandeur de même valeur.
- La justesse: l'appareil doit avoir été étalonné rigoureusement, sinon les mesures effectuées seront fausses.
- La sensibilité: c'est la plus petite variation de la grandeur mesurée que l'appareil peut détecter. Par exemple, une règle graduée en millimètres est plus sensible qu'une règle graduée en centimètres.
- Une expérience comporte souvent des mesures qui se traduisent par un résultat. Ce résultat n'est jamais rigoureusement exact. L'utilisation d'appareils de mesure entraîne des erreurs d'incertitude qui peuvent être divisées en deux catégories : les erreurs systématiques et les erreurs aléatoires.
- Les erreurs systématiques sont dues au défaut de justesse de l'appareil, à la dérive du zéro, à l'erreur de parallaxe (**appareils à aiguilles**). Elle tient compte de l'erreur due à la méthode de mesure, du fait de l'introduction des appareils dans le montage «choix du montage convenable en courte dérivation (aval) ou longue dérivation (amont) pour les mesures avec voltmètre et ampèremètre». On peut toujours dans ce cas effectuer une correction si l'on connaît les caractéristiques spécifiques des appareils.
- Les erreurs aléatoires et fortuites sont imprévisibles et non répétitives, elles sont dues au défaut de fidélité de l'appareil (vétusté, frottements mécaniques, température, humidité...). Par exemple l'incertitude commise sur la mesure d'une grandeur g à l'aide d'un appareil électrique gradué se détermine à l'aide de la classe de la précision donnée par le constructeur:

$$\Delta g = \frac{\text{classe} \times \text{calibre}}{100}$$

Lorsqu'on utilise un appareil numérique la précision de lecture sur une grandeur g est donnée par:

$$\Delta g = p\% \times \text{lecture} + 1 \text{ UL}$$

$p\%$ est un pourcentage donné par le constructeur, si rien n'est indiqué on prendra 0,5%, 1 UL est une unité de lecture qui dépend du calibre choisi. Par exemple pour $U = 2,127 \text{ V}$, 1 UL = 1 mV.

2.2 Incertitude type sur une grandeur

2.2.1 Type d'évaluation

L'incertitude type sur une grandeur mesurée x est la différence entre la valeur exacte x_e (inconnue) de la grandeur et la valeur x donnée par une mesure. Elle est notée Δx (ou parfois $U(x)$ de l'anglais **Uncertainty**). L'évaluation de l'incertitude sur la mesure peut être de deux types.

- **Type A** : évaluation de l'incertitude en effectuant un grand nombre de mesure suivi d'un traitement statistique. La valeur mesurée est la moyenne des mesures, et l'écart type renseigne sur la dispersion des résultats, donc sur l'erreur commise.
- **Type B** : évaluation non statistique, par exemple lors d'une mesure unique. Il faut évaluer l'incertitude à l'aide de la précision des appareils, des erreurs de lecture, de pointé etc.

2.2.2 Loi de distribution des erreurs

Des mesures indépendantes x d'une grandeur physique se répartissent selon une loi de distribution gaussienne du type :

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left(-\frac{(x - x_m)^2}{2\sigma^2}\right)$$

x_m : est la moyenne des mesures et σ l'écart type.

2.2.3 Intervalle de confiance

La probabilité qu'une mesure soit dans l'intervalle $[x_m - p\sigma; x_m + p\sigma]$, avec p réel positif est donnée par :

$$\int_{x_m - p\sigma}^{x_m + p\sigma} f(x) dx$$

L'intervalle $[x_m - p\sigma; x_m + p\sigma]$ est l'intervalle de confiance, pour le niveau de confiance choisi.

- Si $p = 1$, on trouve une probabilité de 68% .
- Si $p = 2$, on trouve une probabilité de 95% .
- Si $p = 3$, on trouve une probabilité de 97,4% .

En général on travaille plutôt à $\pm 2\sigma$, soit une probabilité de 95%.

2.3 Précision

Elle est représentée par l'incertitude relative $\frac{\Delta x}{x}$ égale au quotient de l'incertitude type par la valeur fournie par la mesure. Elle est exprimée en pourcentage. Plus l'incertitude relative est petite plus la précision est grande.

2.4 Estimation pratique de l'incertitude type

2.4.1 Evaluation des incertitudes sur une série de mesures (type A)

Soit $g_1, \dots, g_n$, les valeurs mesurées. La **valeur moyenne** est notée g_m et la confiance à accorder à ce résultat est évaluée à l'aide d'un nombre appelé **l'écart type σ_{n-1}** .

$$g_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} g_i$$

$$\sigma_{n-1} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{i=n} (g_i - g_m)^2}$$

L'écart type permet de fixer un intervalle centré sur la moyenne dans lequel on a une certaine chance de trouver la valeur cherchée. C'est l'intervalle de confiance à un taux de confiance choisi. Les bornes de l'intervalle de confiance dépendent du nombre de mesures n et du choix de taux de confiance et sont égales à :

$$g = g_m \pm t \frac{\sigma_{n-1}}{\sqrt{n}}$$

t est un coefficient issu de la **loi de Student**, t dépend de n et du taux de confiance choisi (généralement 95%). Le tableau suivant donne les valeurs du coefficient t pour deux taux de confiance **95%** et **99%**.

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10
t ₉₅	12.7	4.30	3.18	2.78	2.57	2.45	2.37	2.31	2.26
t ₉₉	63.7	9.93	5.84	4.60	4.03	3.71	3.50	3.36	3.25
n	12	14	16	18	20	30	50	100	∞
t ₉₅	2.20	2.16	2.13	2.11	2.09	2.04	2.01	1.98	1.96
t ₉₉	3.11	3.01	2.95	2.90	2.86	2.76	2.68	2.63	2.57

2.4.2 Evaluation des incertitudes sur une de mesure unique (type B)

- Pour une grandeur mesurée à l'aide d'un instrument gradué par lecture sur une échelle ou un cadran, pour un intervalle de confiance de 95%, l'incertitude de mesure est liée à la lecture par :

$$U_{lecture} = \frac{2 \text{ graduation}}{\sqrt{12}}$$

Par exemple on mesure le diamètre $\mathcal{D}$ d'un CD à l'aide d'une règle, le résultat est 12,1 cm, la précision sur la mesure est :

$$\frac{\Delta \mathcal{D}}{\mathcal{D}} = \frac{2}{121 \times \sqrt{12}}$$

$$\frac{\Delta \mathcal{D}}{\mathcal{D}} = 0,50\%$$

- Lorsque la mesure nécessite une double lecture, les incertitudes liées à la lecture peuvent se cumuler ou se compenser, totalement ou partiellement. Pour un niveau de confiance de 95%, l'incertitude liée à la lecture est estimée à :

$$U_{double \text{ lecture}} = \sqrt{2 \left(\frac{2 \text{ graduations}}{\sqrt{12}} \right)^2} = \sqrt{2} U_{lecture}$$

La mesure de la période T d'un signal périodique affiché sur l'écran d'un oscilloscope nécessite de repérer deux points de la courbe. On a :

$$U_{double \text{ lecture}} = \sqrt{2} \times \frac{2 \times 0,02}{\sqrt{12}} \times \text{base temps}$$

- Lorsque la mesure est obtenue avec un appareil pour lequel le constructeur indique la tolérance t (notée $\pm t$), l'incertitude liée à la tolérance de cet appareil est estimée à :

$$U_{tolérance} = \frac{2t}{\sqrt{3}}$$

On mesure un volume $\mathcal{V} = 10,0 \text{ mL}$ à l'aide d'une pipette jaugée ($t = \pm 0,02 \text{ mL}$). L'incertitude sur la mesure du volume liée à la tolérance de la pipette est :

$$U_{tolérance} = \frac{2 \times 0,02}{\sqrt{3}}$$

$$U_{tolérance} = 2,3 \times 10^{-2} \text{ mL}$$

La précision est alors :

$$\frac{\Delta \mathcal{V}}{\mathcal{V}} = 0,2 \%$$

Remarque : L'incertitude totale lors d'une lecture sur un instrument avec tolérance est donnée par :

$$U(\mathcal{V}) = \sqrt{(U_{lecture})^2 + (U_{tolérance})^2}$$

- Lorsque la valeur x mesurée se situe dans un intervalle (mise au point optique appareil photo, lentille, microscope, etc.) on prendra comme incertitude :

$$U_{intervalle}(x) = \frac{x_{max} - x_{min}}{\sqrt{12}}$$

Par exemple la mesure de la position OA' de l'image A' d'un point objet A à travers une lentille convergente se fait en observant la netteté de l'image sur un écran, l'image reste nette pour une distance $23,1 < OA' < 23,6$ cm.

- La valeur moyenne est : 23,35 cm.
- L'incertitude type est : 0,14 cm.
- La précision sur cette mesure est :

$$\frac{\Delta(OA')}{OA'} = \frac{0,14}{23,35} = 0,6 \%$$

Remarque importante : L'incertitude s'exprime au plus avec deux chiffres significatifs.

2.4.3 Incertitudes sur une mesure indirecte

C'est le cas quand la grandeur g est déterminée par la connaissance de deux autres grandeurs x et y tel que $g = f(x, y)$. Pour calculer l'erreur dans une mesure indirecte on dispose de deux méthodes.

♦ Méthode classique

On applique les règles de calcul différentiel à la fonction $g = f(x, y)$, en prenant, suivant le cas, des **différentielles ordinaires** ou **logarithmiques**. On regroupe les termes relatifs à une même différentielle, on remplace les coefficients par leurs valeurs absolues et les différentielles par les valeurs absolues des incertitudes.

Exemple : $g = f(x, y) = x^\alpha y^\beta$, alors :

$$\frac{\Delta g}{g} = |\alpha| \frac{\Delta x}{x} + |\beta| \frac{\Delta y}{y}$$

♦ Méthode avec conservation de l'intervalle de confiance

La méthode précédente augmente la confiance (vérifiable sur des cas simples). On peut montrer que pour conserver le même intervalle de confiance, il faut combiner les incertitudes de manière quadratique. Dans le cas de l'exemple précédent :

$$\frac{\Delta g}{g} = \sqrt{\left(\alpha \frac{\Delta x}{x}\right)^2 + \left(\beta \frac{\Delta y}{y}\right)^2}$$

3. Résultat d'une mesure et chiffres significatifs

Les applications numériques que nous sommes conduits à faire en physique font intervenir des données qui résultent le plus souvent de mesures. Ces mesures étant entachées d'erreurs, la valeur calculée est donc une valeur approchée. Avec combien de chiffres, alors appelés **chiffres significatifs**, convient-il d'exprimer un résultat ?

3.1 Nombre de chiffres significatifs

Dans un nombre, les chiffres autres que zéro sont toujours significatifs. Les zéros sont significatifs lorsqu'ils se trouvent entre d'autres chiffres ou à leur droite; ils ne le sont pas lorsqu'ils se trouvent à leur gauche.

- **317,0** : tous les chiffres sont significatifs et la valeur exacte est comprise entre 316,9 et 317,1.
- **0,00326** : seuls les trois derniers chiffres sont significatifs et la valeur exacte est comprise entre 0,00325 et 0,00327. Ce nombre peut aussi s'écrire, tout aussi précisément en **notation scientifique** **$3,26 \cdot 10^{-3}$** .

3.2 Chiffres significatifs et opérations

Le résultat d'un calcul ne doit pas être exprimé avec une précision supérieure à celle de la donnée utilisée **la moins précise**.

- Ainsi, après une addition, soustraction, multiplication ou division le résultat ne doit pas avoir plus de décimales que le nombre qui en comporte le moins:

$$\begin{aligned} 220,2 + 968,114 - 12,51 &= 1175,804 \\ 36,54 \times 58,4 &= 2133,936 \\ 235,45 : 42,3 &= 5,56619 \end{aligned}$$

le premier résultat doit être arrondi à **1176** puisque le premier nombre et le dernier ne possède que 4 chiffres significatifs ; le deuxième résultat doit être arrondi à **$2,13 \cdot 10^3$** ; et le troisième résultat doit être arrondi à **5,57**.

- Un nombre **entier naturel** est considéré comme possédant un nombre illimité de chiffres significatifs; il en est de même de son inverse.

$$2 \times 126,9 = 253,8$$

2 étant ici un entier naturel, la valeur trouvée est correcte puisqu'elle a le même nombre de chiffres significatifs que l'autre nombre.

- Lorsqu'un calcul nécessite une suite d'opérations, celles-ci sont faites en utilisant les données avec tous leurs chiffres significatifs. La détermination du nombre de chiffres significatifs du résultat final s'effectue à

la fin de toutes les opérations, en respectant les règles ci-dessus. Si la valeur ainsi trouvée est réutilisée dans un calcul, elle ne doit pas être arrondie.

4. Traitement et exploitation de données expérimentales

L'exploitation des résultats de mesure d'une grandeur g en fonction d'un paramètre x peut se faire en utilisant, soit une méthode numérique soit une méthode graphique. La méthode numérique consiste à trouver une relation mathématique $g = g(x)$ entre la grandeur g et le paramètre x . Dans la méthode graphique on représente graphiquement la variation de la grandeur physique g en fonction du paramètre x . Si la variation $g(x)$ est linéaire on utilise l'une des méthodes suivantes pour trouver l'équation de la droite représentant $g(x)$.

4.1 Droite des moindres carrés

Considérons un ensemble de points $M_i(x_i, y_i)$ avec $1 \leq i \leq N$. Si la variation $y_i = f(x_i)$ est modélisée par une fonction affine :

$$y = ax + b$$

les coefficients a et b peuvent être déterminés à l'aide d'une simple calculatrice scientifique, une calculatrice graphique ou un tableur (Excel....) :

$$a = \frac{(N \sum_{i=1}^N y_i x_i) - (\sum_{i=1}^N x_i) \cdot (\sum_{i=1}^N y_i)}{(N \sum_{i=1}^N x_i^2) - (\sum_{i=1}^N x_i)^2} ; b = \frac{(\sum_{i=1}^N y_i) \cdot (\sum_{i=1}^N x_i^2) - (\sum_{i=1}^N x_i) \cdot (\sum_{i=1}^N y_i x_i)}{(N \sum_{i=1}^N x_i^2) - (\sum_{i=1}^N x_i)^2}$$

4.2 Méthodes numériques

Si la variation de la grandeur $g = g(x)$ n'est pas linéaire, ou complexe on fait appel à :

- des logiciels informatiques permettant de traiter les données à l'aide de tableurs (**Excel**, ...) ;
- des logiciels de calcul formel (**Mathematica**, **Maple**, **Matlab**,...).

5. Analyse dimensionnelle

L'équation aux dimensions est la formule qui permet de déterminer l'unité dans laquelle doit être exprimé le résultat d'une mesure physique. C'est une équation de grandeurs dans laquelle on représente les phénomènes mesurés par un symbole. Une grandeur est un paramètre mesurable qui sert à définir un état. La mesure d'une grandeur fait appel à la métrologie qui définit les références ou étalon (**Annexe 1**). Une unité se définit à partir d'unités existantes appelées étalons. Dans le système international de mesure on dispose de sept étalons :

Grandeur dimensionnée	abréviation	Nom de l'unité	symbole
Longueur	L	mètre	m
Masse	M	kilogramme	kg
Temps	T	seconde	s
Intensité de courant électrique	I	ampère	A
Température thermodynamique	Θ	kelvin	K
Quantité de matière	n	mole	mol
Intensité lumineuse	J	candela	cd

Le choix de ces sept grandeurs est une construction historique, les grandeurs ont été choisies depuis le 18^e siècle en fonction des besoins et des étalons que l'on pouvait fabriquer de manière précise et simple. La dimension d'une grandeur est la manière dont se compose son étalon à partir des sept étalons de base. Par exemple la dimension d'une vitesse est une « longueur divisée par une durée » qu'on note :

$$[v] = \frac{[d]}{[\Delta t]} = \frac{L}{T} = LT^{-1}$$

L'unité utilisée pour la vitesse représente cette équation aux dimensions, c'est le m.s⁻¹. L'analyse dimensionnelle permet de trouver la solution de certains problèmes sans avoir à résoudre d'équations grâce au théorème de **Buckingham** appelé théorème des π . Deux exemples célèbres sont le calcul de la puissance de la première bombe atomique et le modèle de **Kolmogorov** de la **turbulence homogène isotrope**.

Annexe 1. Système international de mesure

Grandeur	Nom	Symbole	Définition
Longueur	mètre	m	C'est la longueur du trajet parcouru dans le vide par la lumière pendant une durée de $\frac{1}{299\,792\,458}$ s.
Masse	kilogramme	kg	C'est la masse du prototype en platine iridié conservé au Bureau international des Poids et Mesures à Sèvres (Hauts-de-Seine France).
Temps	seconde	s	C'est la durée de 9192631770 périodes de la radiation correspondant à la transition entre deux niveaux hyperfins de l'état fondamental de l'atome de césium 133.
Intensité du courant électrique	ampère	A	C'est l'intensité d'un courant électrique constant, qui maintenu dans deux conducteurs parallèles rectilignes, de longueur infinie, de section circulaire négligeable, et placés dans le vide produirait entre ces conducteur une force de $2 \cdot 10^{-7}$ Newton par mètre de longueur.
Température	kelvin	K	C'est la fraction $\frac{1}{273,16}$ de la température du point triple de l'eau.
Quantité de matière	mole	mol	C'est la quantité de matière d'un système contenant autant d'entités élémentaires qu'il y a d'atomes dans 0,012 kg de carbone 12.
Intensité lumineuse	candela	cd	C'est l'intensité lumineuse dans une direction donnée, d'une source qui émet un rayonnement monochromatique de fréquence 5401012 Hz et dont l'intensité énergétique dans cette direction est $\frac{1}{683}$ Watt par stéradian.

Annexe 2. Constantes usuelles

Constante	Valeur	Constante	Valeur
L'électron volt : 1 eV	$1,60 \cdot 10^{-19}$ J	Célérité de la lumière: c	$2,99793 \cdot 10^8$ m.s ⁻¹
Masse de l'électron: m_e	$9,10908 \cdot 10^{-31}$ kg	Charge élémentaire: e	$1,60210 \cdot 10^{-19}$ C
Masse du proton m_p	$1,67261 \cdot 10^{-27}$ kg	Permittivité du vide: ϵ_0	$8,85418 \cdot 10^{-12}$ F.m ⁻¹
Perméabilité du vide: μ_0	$4\pi \cdot 10^{-7}$ H.m ⁻¹	Constante de Boltzmann : k_B	$1,38054 \cdot 10^{-23}$ J.K ⁻¹
Constante de Planck: h	$6,62559 \cdot 10^{-34}$ J.s	Magnéton de Bohr: μ_B	$9,27410 \cdot 10^{-24}$ J.T ⁻¹
Constante d'Avogadro: N_A	$6,02252 \cdot 10^{23}$ mol ⁻¹	Constante des gaz parfaits : R	$8,314$ J.K ⁻¹ .mol ⁻¹

6. Manipulation

6.1 Chiffres significatifs

Le paramètre d'un réseau cubique peut être calculé à l'aide de la formule suivante :

$$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + \ell^2}}{2 \sin \theta}$$

θ l'angle de diffraction des rayons X par le plan d'indices de Miller h, k et ℓ . Calculer a et donner sa valeur en notation scientifique pour les valeurs suivantes :

$\lambda = 1,541 \text{ \AA}$, $h = k = \ell = 1$ et $\theta = 29,1^\circ$.

6.2 Intervalle de confiance sur une mesure

Une série de mesures sur une grandeur physique g donne les résultats suivants :

g	1,20	1,31	1,10	1,22	1,35	1,25	1,40	1,15	1,30	1,40
-----	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

1. Calculer la valeur moyenne de g .
2. Calculer l'écart type.
3. En déduire l'intervalle de confiance sur la grandeur g pour les deux taux de confiance 95% et 99%.

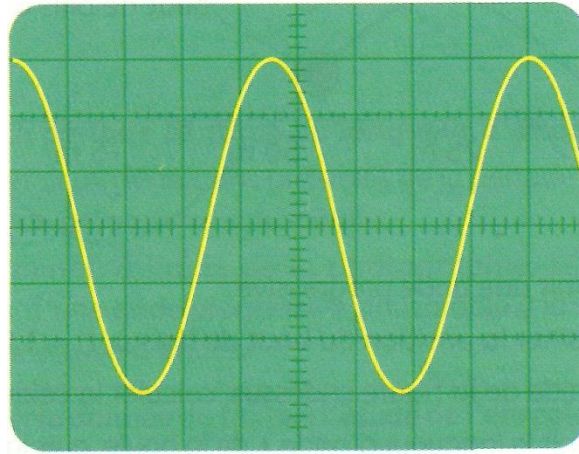
6.3 Calcul d'incertitude type

1. On mesure le diamètre d d'un cylindre à l'aide d'un pied à coulisse on obtient :

$$2,576 \leq d \leq 2,578 \text{ cm}$$

Déterminer la précision sur cette mesure. $t = \pm 0,02 \text{ mm}$.

2. On mesure la période T d'un signal à l'aide d'un oscilloscope, déterminer la valeur de T et donner sa précision.



Durée de balayage : $500 \mu\text{s}.\text{div}^{-1}$.

6.4 Analyse dimensionnelle

Effectuer l'analyse dimensionnelle et donner l'unité de la grandeur C définie par :

$$C = 2N \ln 2 \frac{(n-1)e^2}{4\pi\epsilon_0 r_0^3}$$

N et n étant des entiers naturels, e la charge élémentaire en coulomb (C), ϵ_0 la permittivité du vide et r_0 une longueur s'exprimant en mètre (m).

6.5 Calcul d'incertitude indirecte

La pulsation ω d'un dipôle LC s'écrit :

$$\omega = \frac{1}{\sqrt{LC}}$$

On donne $L = 1,00 \pm 0,01 \text{ H}$ et $C = 12,10 \pm 0,05 \text{ nF}$. Les incertitudes sont déterminées avec un intervalle de confiance de 95%. A l'aide des résultats du paragraphe §2.3.3, calculer de deux manières la précision sur la pulsation ω . Commenter les résultats obtenus.

Les réseaux de Bravais

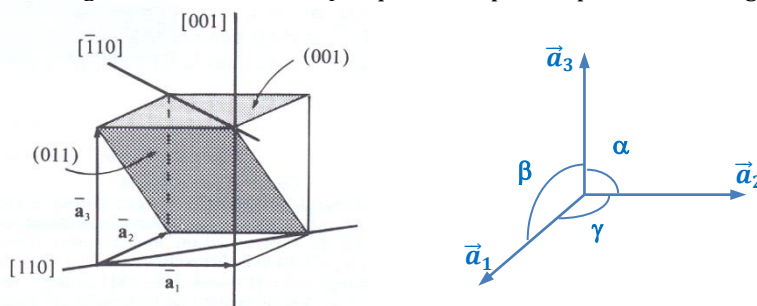
1. Réseaux de Bravais

1.1 Définitions

- ① Un **réseau** est une abstraction mathématique. Un réseau est formé de nœuds de sorte que pour remonter à la structure, on associe à chaque nœud une base (motif).
- ② Un **motif** (ou **base**) est l'atome ou groupement d'atomes constituant l'unité structurale affectée à un nœud du réseau. Cette base doit être identique en composition, orientation et position des atomes de sorte qu'une structure peut être décomposée en un réseau plus le motif.
- ③ La **maille conventionnelle** est une maille qui appartient à l'un des 14 réseaux de Bravais.
- ④ La **maille élémentaire** est la plus petite maille que l'on peut obtenir. Une maille élémentaire contient un seul nœud. Le nombre d'atomes d'une maille élémentaire est donné par le **nombre d'atomes** dans la base. Si la maille conventionnelle contient le nombre N de nœuds :
- à N nœuds correspond le **volume V** de la maille conventionnelle ;
 - à 1 nœud correspond le **volume V_e** de la maille élémentaire.
- Le volume de la maille élémentaire est donné par :

$$V_e = \frac{V}{N}$$

- ⑤ Un **plan réticulaire** est déterminé par trois entiers h, k, ℓ appelés **indices de Miller**. On détermine les indices de Miller d'un plan de la manière suivante:
- On exprime les coordonnées des intersections du plan avec les trois axes (que ces axes soient fondamentaux ou non).
 - On prend l'inverse des nombres trouvés et on prend un triplet de nombres entiers (habituellement les plus petits) dans le même rapport entre eux que ces inverses. Le résultat est placé entre parenthèses (**hkl**). Si l'une des **intersections est rejetée à l'infini**, l'indice de Miller correspondant est **nul**.
- ⑥ Une **rangée $[hkl]$** est toute droite contenant au moins 2 nœuds tel qu'un réseau peut être groupé en une série de rangées parallèles notée $[hkl]$. La rangée $[hkl]$ a la coordonnée h suivant Ox ; k suivant Oy et ℓ suivant Oz . Les indices d'une direction dans un cristal sont exprimés par l'ensemble des plus petits entiers ayant le même rapport entre eux que les composantes d'un vecteur colinéaire à la direction considérée. Dans un cristal cubique l'axe x est la direction $[100]$; l'axe y est la direction $[010]$. On parle souvent de la direction $[hkl]$ et de ses équivalences ou tout simplement des directions $[hkl]$. Dans les **cristaux cubiques**, la **direction $[hkl]$** est toujours **perpendiculaire** au **plan (hkl)** possédant les mêmes indices, il n'en est, en général, pas de même pour un autre système cristallin. La figure suivante donne quelques exemples de plans et de rangées dans un réseau cubique.



1.2 Réseaux de Bravais bidimensionnels

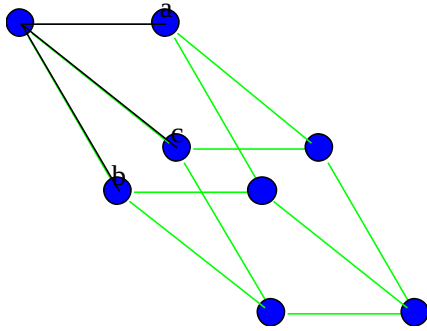
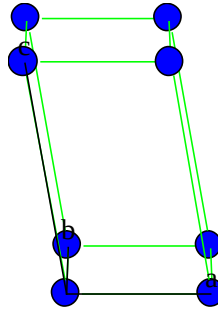
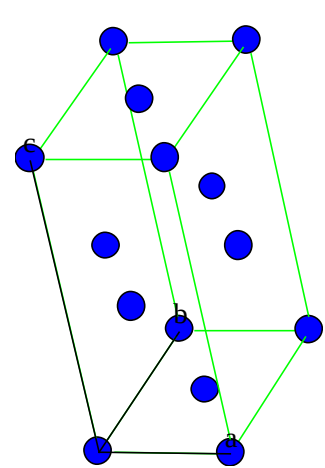
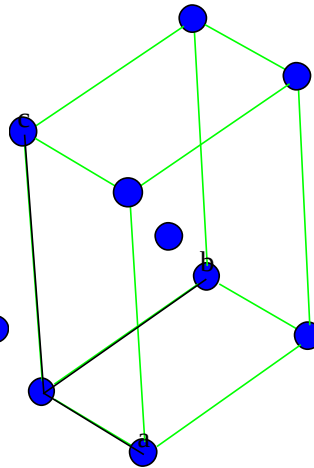
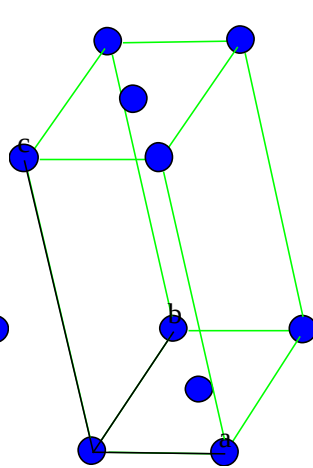
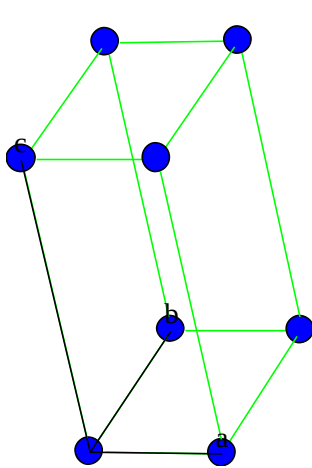
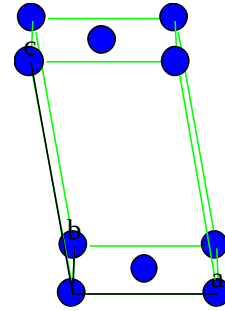
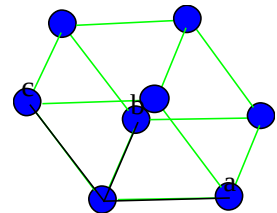
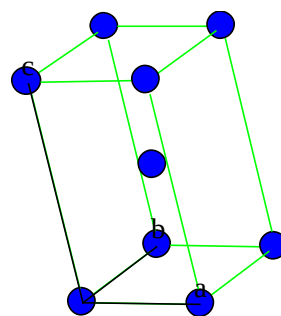
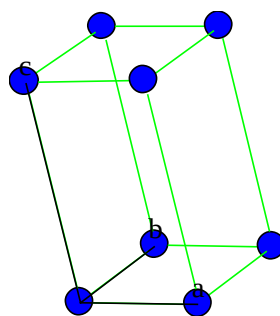
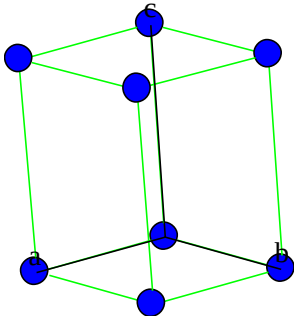
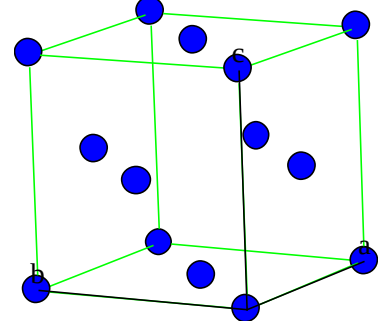
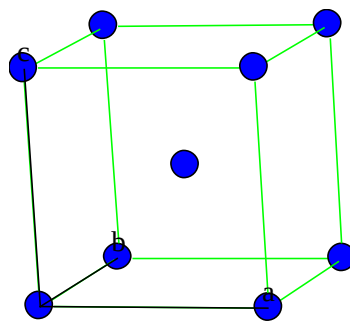
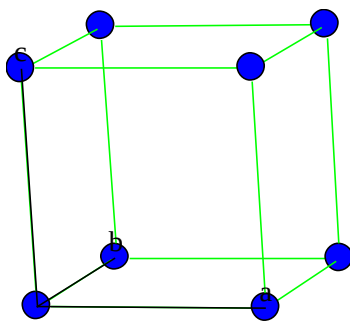
Réseau	Maille conventionnelle
Carré	Carré
Rectangulaire simple	Rectangle
Rectangulaire centré	Rectangle
Oblique	Parallélogramme
Hexagonal ou triangulaire	Losange à 60°

1.3 Réseaux de Bravais tridimensionnels

A trois dimensions, il existe 14 réseaux de Bravais. Un réseau est défini par les vecteurs $\vec{a}_1, \vec{a}_2$ et $\vec{a}_3$, notés parfois aussi, $\vec{a}, \vec{b}$ et $\vec{c}$, et les angles α, β, γ tels que :

$$\alpha = (\vec{a}_2, \vec{a}_3), \beta = (\vec{a}_3, \vec{a}_1), \gamma = (\vec{a}_1, \vec{a}_2)$$

Les quatorze types de réseaux de Bravais peuvent être groupés en **sept systèmes** d'après les sept types conventionnels de mailles : **triclinique, monoclinique, orthorhombique, tétragonal, cubique, trigonal** et **hexagonal**.

Triclinique : $a \neq b \neq c$; $\alpha \neq \beta \neq \gamma$ Monoclinique P, C : $a \neq b \neq c$; $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$ Orthorhombique P, C, I, F : $a \neq b \neq c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ Hexagonal : $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = 90^\circ \gamma = 120^\circ$ – Tétragonal P, I : $a = b \neq c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ – Trigonal $a = b = c$; $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ Cubique P, I, F : $a = b = c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

Sur la figure ci-dessus sont représentés les **14 réseaux de Bravais**, les mailles figurées sont les mailles conventionnelles qui ne sont pas toujours primitives ou élémentaires.

La distinction entre les différents systèmes se fait en **donnant les relations qui lient les vecteurs**. Les mailles représentées dans le tableau ci-dessous sont des mailles conventionnelles. Les notations sont P : **primitif**, I : **corps centré** (I de l'allemand Innenzentrierte), F : **faces centrées** et C : **bases centrées**.

Système	Nombre de réseaux	Nature de la maille
Cubique	3 : P - I - F	$a_1 = a_2 = a_3; \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Quadratique - Tétragonal	2 : P - I	$a_1 = a_2 \neq a_3; \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Orthorhombique	4 : P - C - I - F	$a_1 \neq a_2 \neq a_3; \alpha = \beta = \gamma = 92^\circ$
Monoclinique	2 : P - C	$a_1 \neq a_2 \neq a_3; \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
Triclinique	1 : P	$a_1 \neq a_2 \neq a_3; \alpha \neq \beta \neq \gamma$
Rhomboédrique ou Trigonal	1 : P	$a_1 = a_2 = a_3; \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ; < 120^\circ$
Hexagonal ou triangulaire	1 : P	$a_1 = a_2 \neq a_3; \alpha = \beta = 90^\circ; \gamma = 120^\circ$

❶ Dans le système **Cubique**, on trouve trois réseaux : le réseau cubique simple (P) dont la maille est élémentaire, le réseau cubique centré (I) et le réseau cubique à faces centrées (F).

❷ Dans le système **Tétragonal ou Quadratique**, la maille la plus simple est un prisme à base carrée ; cette maille est élémentaire. Un autre type existe avec une maille centrée (I).

❸ Dans le système **Orthorhombique**, il y a quatre types réticulaires : un réseau dont la maille est élémentaire (P), un réseau à base centrée (C), un réseau centré ; et un à faces centrées (F).

❹ Dans le système **Monoclinique**, on trouve deux types réticulaires, l'un dont la maille est élémentaire (P) et un autre dont la maille est conventionnelle, elle peut être à bases centrées (C) ayant alors des nœuds au centre des rectangles du plan.

❺ Dans le système **Triclinique**, on trouve un seul type réticulaire avec une maille élémentaire (P) dont les 3 vecteurs et les 3 angles ont des mesures différentes.

❻ Dans le système **Trigonal ou Rhomboédrique**, on choisit généralement un rhomboèdre comme maille. C'est une maille élémentaire.

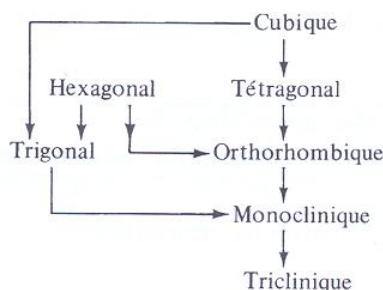
❼ Dans le système **Hexagonal ou triangulaires empilés**, la maille conventionnelle est un prisme droit dont la base est un losange d'angle 60° . Ce réseau est simple et la maille est élémentaire.

2. Groupe de symétrie

2.1 Définition

Le **groupe ponctuel de symétrie** d'un système cristallin est le **groupe** (au sens mathématique) regroupant l'ensemble des opérations de **symétrie** qui laissent un nœud du réseau invariant. Ce nœud est donc situé à l'intersection de toutes les opérations de symétrie, dont la **translation** ne fait pas partie. Il existe 32 groupes ponctuels de symétrie distincts.

Le **groupe d'espace** d'un système cristallin regroupe l'ensemble des opérations de symétrie du groupe ponctuel, auxquelles s'ajoutent les opérations de translation. Vers 1890, **Fedorov** et **Schönflies** indépendamment l'un de l'autre démontrèrent l'existence de 230 groupes, qui représentent toutes les combinaisons possibles de réseaux et d'opérations de symétrie. La figure suivante donne la hiérarchie des symétries entre les sept systèmes cristallins. Chaque groupe ponctuel d'un réseau de Bravais contient tous ceux qui peuvent être atteint à partir de lui en suivant la flèche.

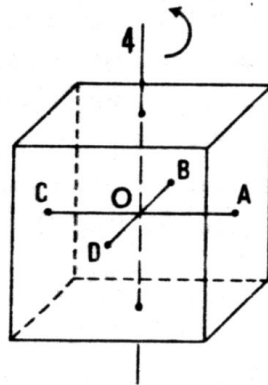


2.2 Centre de symétrie

Pour un parallélépipède, le centre de gravité est le centre de symétrie (pour toute figure finie, s'il y a un centre de symétrie c'est obligatoirement le centre de masse). Pour un réseau construit par juxtaposition de parallélépipèdes, les centres de symétries sont les nœuds du réseau, les centres des faces, les milieux des arêtes et les centres des parallélépipèdes. La propriété "**tout nœud du réseau est centre de symétrie**" est valable pour tout réseau quel que soit les vecteurs $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$ et $\vec{a}_3$ et les angles α , β , γ .

2.3 Axe de symétrie

On appelle axe **direct d'ordre n** un axe tel que si on applique une rotation du réseau de $\frac{2\pi}{n}$ autour de cet axe, le réseau reste invariant, il est noté $\bar{n}$. Une rotation inverse est notée $\bar{n}$.



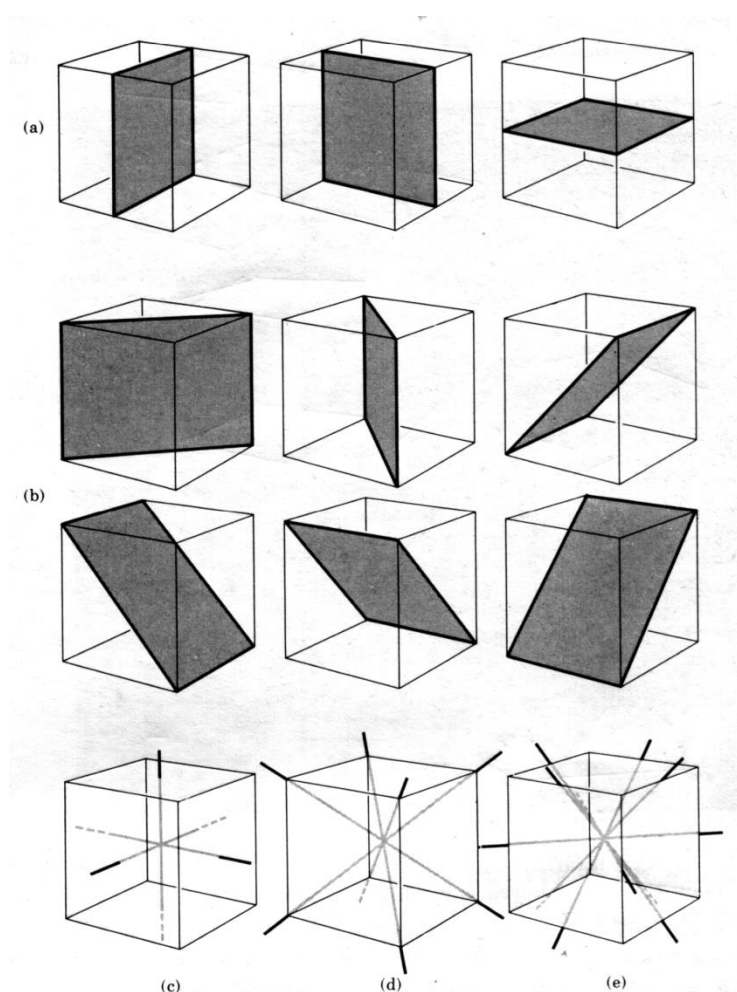
Axe direct d'ordre 4 dans le cube ($A \rightarrow B, B \rightarrow C, C \rightarrow D, D \rightarrow A$)

2.4 Plan de symétrie

Une symétrie par rapport à un plan passant par un nœud est notée $\bar{m}$. La symétrie inverse, cas de particulier d'une rotation inverse, est formée du produit d'une rotation d'angle π et d'une symétrie par rapport à un plan perpendiculaire à l'axe de rotation.

2.5 Cas du système cubique

La figure ci-dessous donne différents plans et axes de symétrie du réseau cubique : la première rangée (a) montre les plans parallèles aux faces du cube, la deuxième et troisième rangée (b) donnent les plans diagonaux, (c) les axes quaternaire, (d) les axes ternaires, (e) les axes binaires.



3. Quelques Caractéristiques des réseaux de Bravais

3.1 Taux de remplissage d'un réseau

On appelle taux de remplissage le rapport du volume occupé par les sphères au volume total.

$$\tau = n \frac{V_s}{V}$$

n étant le nombre de sphères dans la maille, V_s le volume d'une sphère égal à $\frac{4}{3}\pi r^3$; r étant le rayon de la sphère et V le volume de la maille.

3.2 Existence des sites

Dans le réseau il reste de l'espace inoccupé entre les atomes en contact. Dans ce volume on peut définir des cavités ou sites, lieux où on pourra éventuellement placer d'autres atomes. On appelle site tétraédrique une cavité située au centre d'un tétraèdre régulier défini par 4 atomes en contact. On appelle site octaédrique une cavité située au centre d'un octaèdre régulier défini par 6 atomes en contact.

3.3 Densité réticulaire

On appelle densité réticulaire d'un plan (hkl) la grandeur notée d_r et définie par :

$$d_r = \frac{N}{S}$$

N étant le nombre de nœuds contenus dans la surface S .

4. Manipulation

4.1 Réseaux de Bravais bidimensionnels

1. Donner les caractéristiques des différents réseaux de Bravais bidimensionnels.
2. Dessiner les différents réseaux de Bravais bidimensionnels en faisant apparaître les vecteurs fondamentaux de translations et l'angle entre ces vecteurs.
3. Dessiner la maille élémentaire ou maille de Wigner-Seitz d'un réseau bidimensionnel oblique.

4.2 Réseaux de Bravais tridimensionnels

A l'aide des modèles disponibles au laboratoire, identifier et caractériser les différents réseaux de Bravais tridimensionnels. On présentera les résultats sous forme d'un tableau.

4.3 Caractéristiques d'un réseau cubique

Pour chacun des réseaux de Bravais **cubique simple**, **centré** et à **faces centrées** de paramètre a , donner :

1. Le volume de la maille conventionnelle V .
2. Le nombre de nœuds par maille N et le nombre de nœuds par unité de volume.
3. Les mailles élémentaires et leurs volumes V_e .
4. Le nombre des premiers et seconds proches voisins (PPV, SPV).
5. Les distances entre les premiers proches voisins.
6. Les distances entre les seconds proches voisins.
7. Le taux de remplissage τ .
8. Les densités réticulaires des plans (100), (110) et (111).
9. Pour le réseau cubique centré donner :

- la position ;
- le nombre ;
- la taille ;

des sites tétraédriques et octaédriques.

10. Pour le réseau cubique à faces centrées donner :

- la position ;
- le nombre ;
- la taille ;

des sites tétraédriques et octaédriques.

4.4 Eléments de symétrie

Définir le groupe ponctuel d'un réseau en précisant les différents éléments de symétrie qui le composent. Donner en le justifiant le groupe de symétrie de chacun des quatorze réseaux de Bravais.

Les structures

1. Structure cristalline

Un cristal physique peut être décrit en donnant son réseau de Bravais sous-jacent, ainsi qu'une description de l'arrangement des atomes, molécules, ions, etc., à l'intérieur d'une maille primitive particulière. Lorsqu'on met l'accent sur la différence entre l'ensemble des points constituant le réseau de Bravais et un **cristal réel** (idéalisé⁽¹⁾ en considérant qu'il est infini) incarnant ce réseau, on utilise le terme technique « **Structure cristalline ou réseau à motif** ».

Une structure cristalline est constituée de copies identiques de la même unité physique appelée **motif** ou **base**, située sur tous les points du réseau de Bravais (ou de manière équivalente translatée par tous les vecteurs du réseau de Bravais).

On peut aussi décrire un réseau de Bravais comme un réseau à motif en choisissant une maille conventionnelle non primitive afin de mettre l'accent sur des éléments de symétrie du réseau.

⁽¹⁾Un cristal idéal peut être construit par une répétition régulière, dans tout l'espace, d'unités structurales identiques. Dans les cristaux les plus simples comme le cuivre, l'argent, l'or et les alcalins, l'unité structurale contient un seul atome. Dans d'autres structures elle peut contenir jusqu'à plusieurs milliers d'atomes ou de molécules.

2. Exemple de structure cristalline : le dioxyde de carbone

2.1 Dioxyde de carbone

Le dioxyde de carbone sous forme solide ou glace carbonique appelée aussi Carboglace ou glace sèche est issue du CO₂ liquide sous forme de neige carbonique qui est ensuite compactée pour devenir glace carbonique. Cette glace carbonique se sublime en ne laissant aucun résidu et produit très rapidement une grande quantité de froid. Il peut être utilisé :

- sous forme de pellets (de la taille d'un grain de riz de 3 mm de diamètre) : essentiellement pour le nettoyage et le décapage **cryogénique** ;
- en sticks (bâtonnet de 16 mm) : pour la **conservation**, le transport des produits sous température dirigée (produits pharmaceutique, transport de surgelés, transport d'échantillons, etc.) pour la recherche fondamentale ou appliquée.
- pour la **vinification** : ralentit la **fermentation** et évite l'**oxydation**.
- en plaquettes ou en blocs : pour le ravitaillement aérien (**catering**), les traiteurs, les pompes funèbres, etc.

Le dioxyde de carbone CO₂ cristallise sous la forme présentée ci-dessous. Le groupement formulaire est une molécule formée d'un atome de carbone et deux atomes d'oxygène. Les molécules de CO₂ se positionnent aux sommets de la maille et aux centres des faces. Le réseau correspondant est cubique à faces centrées. C'est un cristal moléculaire.

3. Structures non cristallines

3.1 Les cristaux liquides

Il existe des liquides, au sens ordinaire de ce mot (substances de faible viscosité, épousant dans un temps court en regard de temps d'observation la forme du récipient qui les contient) qui présentent un certain degré d'ordre. Ce sont les "cristaux liquides". Sans entrer dans les détails des multiples possibilités d'organisation, nous nous contenterons d'en nommer les principales (voir figure 1). Dans tous les cas ci-dessous, ces substances sont constituées de molécules allongées, quasi-rectilignes.

Celles-ci peuvent se disposer parallèlement (ou presque) les unes aux autres, les centres des molécules ayant une position quelconque : ce sont les cristaux **nématiques**. Elles peuvent se grouper par couches d'égales épaisseurs, les molécules étant normales aux couches (cristaux **smectiques A**) ou inclinées par rapport à celle-ci (cristaux **smectiques C**). Elles peuvent s'assembler en sorte qu'il existe un plan P auquel elles demeurent parallèles, leur direction locale Δ tournant régulièrement autour d'une direction perpendiculaire à P : ce sont les cristaux **cholestériques**. Il est manifeste que les propriétés physiques (élastiques, optiques, mobilité des molécules ...) sont, dans tous les cas précédents, fortement anisotropes.

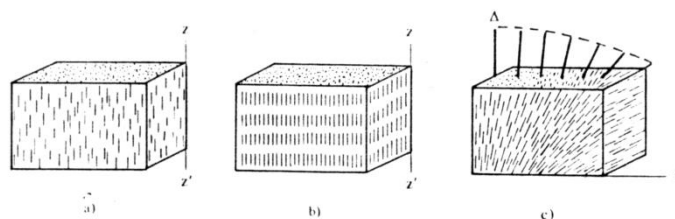


Figure 1: Trois structures de cristaux liquide

(a)- Structure nématique. Les molécules sont seulement parallèles à une direction zz' donnée.

(b)- Structure smectique A. Les molécules parallèles à une direction zz' , sont en plus rassemblées en feuillets - ou plans équidistants.

(c)- Structure cholestérique. Les molécules sont parallèles à une direction Δ dans un plan $x = x_0$, la direction Δ tournant régulièrement lorsque x_0 varie.

Le cas le plus fréquent est cependant celui où l'organisation, atomique ou moléculaire, ne présente pas d'ordre à grande distance. Seul existe un ordre à courte distance imposé notamment par l'impossibilité de superposer deux atomes (ou deux molécules). Ainsi, pour un liquide supposé monoatomique, un nombre (proche de 12) d'atomes s'agglomèrent autour d'un atome donné à une distance voisine de la distance interatomique de l'état solide.

Plus généralement, si l'on prend l'origine des coordonnées sur un atome donné, le nombre d'atomes situés dans l'élément de volume $d^3\vec{r}$ autour du point $\vec{r}$, soit $n_0 g(\vec{r}) d^3\vec{r}$ (n_0 = densité atomique moyenne) permet de définir la fonction de distribution de paires $g(\vec{r})$ qui traduit les corrélations de positions entre atomes.

Si le liquide est isotrope, on a $g(\vec{r}) = g(r)$. La connaissance complète de la structure atomique implique la connaissance des fonctions de corrélation à 2, mais aussi à 3... p ... atomes. Ainsi $n_0^p g_p(\vec{r}_1 \dots \vec{r}_p) d^3\vec{r}_1 \dots d^3\vec{r}_p$ est le nombre d'atomes situés dans les volumes élémentaires $d^3\vec{r}_1 \dots d^3\vec{r}_p$ situés en $\vec{r}_1 \dots \vec{r}_p$. **On sait déterminer expérimentalement les fonctions de corrélation, en étudiant la diffusion d'une onde monochromatique (par exemple rayons X) sur le liquide (prochain T.P).**

3.2 Amorphes

Dans certains cas enfin, on peut observer des substances solides (viscosité très grande) où les atomes (ou les molécules) ne présentent aucun ordre à grande distance mais seulement un ordre à courte distance décrit, comme dans le cas des liquides, par une fonction de distribution. Ce sont les **verres** ou encore les **amorphes**. C'est le cas, bien sûr, de nombreux silicates. C'est le cas aussi de certains alliages (souvent métal-métalloïde) obtenus par "trempe" très rapide, par évaporation sur substrat froid, ou par irradiation.

Le cas des trempes est le mieux connu : on fait couler l'alliage liquide (par exemple Fe-B ou Fe-B-Si) sur un rouleau tournant à grande vitesse. L'alliage se refroidit brutalement en forme de ruban mince qui peut être amorphe. Ces alliages amorphes, dénués de joints de grains, présentent dans certains cas des **propriétés magnétiques intéressantes** et une **bonne tenue à la corrosion**.

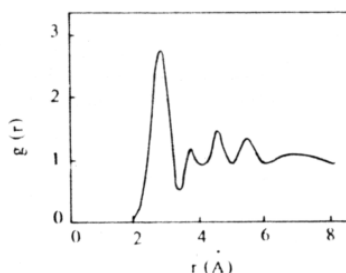


Figure 2: Fonction de distribution de paires $g(r)$ dans un solide amorphe. Ici atomes de palladium dans un alliage $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ obtenu par refroidissement rapide ($10^6 \text{ degrés.s}^{-1}$) depuis la phase liquide

Un exemple de fonction de distribution de paires, mesurée par diffusion des rayons X, pour les atomes de Pd dans un alliage amorphe $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ est donné sur la figure 2. On voit clairement l'absence d'atome de 0 à $\approx 2 \text{ Å}$ puis une série de maxima qui s'estompent peu à peu, correspondant à la 1^{ère}, puis la 2^{ème} ... "couche" d'atomes de palladium.

3.3 Cristaux quasi-périodiques

Si on regarde la figure 3, il est clair que les parallélogrammes emplissent le plan en vérifiant les deux propriétés ci-dessous :

- ils constituent un pavage complet en ce sens que leur juxtaposition couvre le plan sans vide ni superposition;
- le pavage ainsi réalisé est périodique au sens de l'équation (symétrie de translation).

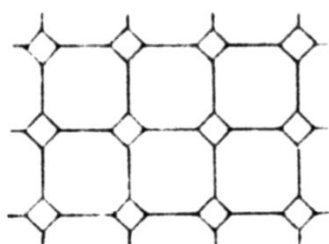


Figure 3 : Pavage périodique plan.

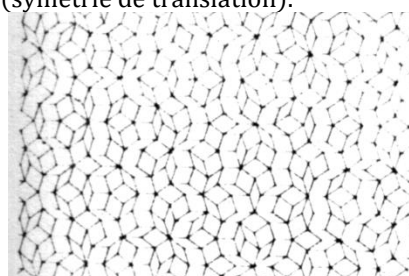


Figure 4 : Pavage de Penrose construit sur deux losanges d'angles $\frac{\pi}{5}$ et $\frac{2\pi}{5}$.

A trois dimensions, le pavage périodique le plus simple est obtenu avec des pavés cubiques. On connaît cependant des pavages complets qui ne sont pas périodiques. En 1979, le mathématicien Penrose a proposé un pavage du plan construit à l'aide de deux quadrilatères comprenant des angles multiples de $\frac{\pi}{5}$. De tels angles interdisent que le pavage soit périodique. Une propriété importante d'un pavage de Penrose est que tout morceau fini de ce pavage est reproduit, en d'autres endroits du plan pavé, une infinité de fois ce qui permet de parler ici de **quasi-périodicité**. Ce concept a été précisé par Duneau et Katz qui ont généralisé à toutes les dimensions le pavage plan de Penrose en montrant qu'un pavage quasi-périodique est une projection d'un pavage périodique réalisé dans un espace de dimension supérieure.

De la même manière, on peut obtenir un pavage non périodique de l'espace R^3 en projetant convenablement un réseau cubique dans R^6 . Une caractéristique remarquable de ces réseaux quasi-périodiques est que leur transformée de Fourier est constituée d'un réseau de points - lui-même non périodique - dans l'espace réciproque. Si un pavage périodique est muni d'atomes, une expérience de diffraction (par exemples d'électrons) donne lieu à des faisceaux diffractés bien définis. Le diagramme de diffraction correspondant manifeste une symétrie d'ordre 5, impossible à justifier pour des cristaux. C'est ainsi qu'ont été découverts les "cristaux quasi-périodiques", ou **quasi-cristaux**, dans des alliages métalliques Al-Mn. **On le voit, contrairement à ce qu'on a cru longtemps, la périodicité de l'arrangement atomique est une condition certes suffisante pour observer la diffraction, mais non nécessaire.**

4. Les nanostructures

Elles décrivent la structure des **nanomatériaux** constitués de grains contenant au plus quelques dizaines de milliers d'atomes et dont les **dimensions** ne dépassent pas **100 nanomètres**. En raison de leurs **propriétés spécifiques**, les nanomatériaux trouvent des applications dans de nombreuses branches de l'industrie. La production d'un nanomatériau peut être décomposée en deux grandes étapes : la synthèse des agrégats nanométriques, puis leur agglomération.

Les propriétés des **nanomatériaux** justifient leur développement, aux dépens des matériaux normaux constitués des mêmes éléments chimiques. Grâce aux différentes techniques de synthèse utilisées, on peut en effet obtenir des **matériaux plus durs, plus malléables** ou encore **plus transparents**.

Outre ces trois propriétés caractéristiques (dureté, malléabilité, transparence), les nanomatériaux offrent d'autres avantages d'applications plus restreintes : fonction catalytique, possibilité de présenter plusieurs couleurs, absorption des ultraviolets, propriétés électromagnétiques, etc.

Les **nanotubes** sont formés d'un assemblage d'atomes ayant une taille de l'ordre du nanomètre et une forme cylindrique. Les nanotubes ont été observés la première fois en 1991 par S. Tijima. Comme les autres objets de taille comparable mais sphériques (**fullerènes, oignons de carbone**), ils appartiennent à la famille des **nanoparticules**.

Actuellement les nanotubes les plus étudiés sont constitués d'atomes de carbone, mais il existe des nanotubes en nitrure de bore (azote et bore) ou en nitrure de carbone (azote et carbone). Ils sont constitués de plusieurs couches d'atomes (des feuillets) enroulés sous forme de cylindres. Ces cylindres sont coaxiaux et le plus souvent fermés à leur extrémité. Leur diamètre est compris entre 4 et 30 nm et leur longueur est égale ou supérieure au micromètre (millionième de mètre).

L'une des méthodes de fabrications des nanotubes de carbone est le dépôt chimique catalytique en phase vapeur. Il consiste à envoyer dans un réacteur une solution contenant du carbone et un catalyseur métallique. Après évaporation et décomposition, cette solution libère des nanoparticules qui se déposent sur les parois des réacteurs. Celles-ci vont ensuite catalyser, à partir du carbone de la solution, la formation des nanotubes de carbone comme le montre le schéma suivant :

- ① injection de la solution ; ② décomposition chimique de la solution ;
- ③ formation des nanotubes de carbone ; ④ croissance des nanotubes de carbone ;
- ⑤ récupération des nanotubes de carbone.

L'intérêt porté à ces nanomatériaux provient notamment de leurs exceptionnelles propriétés mécaniques potentielles : des calculs prévoient qu'un nanotube de carbone serait beaucoup plus résistant qu'un fil d'acier de même section. Malgré une rigidité 10 fois supérieure à celle de l'acier, il est possible de plier en deux un nanotube sans qu'il se rompe.

Les propriétés électriques des nanotubes sont, elles aussi, prometteuses : selon leur forme géométrique, ceux-ci peuvent être isolants, conducteurs ou même semi-conducteurs. Il serait ainsi possible de réaliser des circuits électriques extrêmement petits en utilisant ces objets comme des « nano-fils » électriques, voire même des transistors fonctionnant avec un seul électron. L'utilisation des nanotubes comme mini-canaux à électrons permettrait de réaliser des écrans plats ayant des performances et une longévité hors du commun.

Il est possible d'emprisonner des atomes d'autres éléments (notamment métalliques) à l'intérieur de telles structures, pour les protéger d'agressions chimiques par exemple.

Les applications des propriétés des nanomatériaux sont nombreuses et se sont rapidement développées. Ainsi, ce qui n'était qu'un objet de recherche scientifique il y a une vingtaine d'années fait aujourd'hui partie de la vie courante, utilisé par **l'électronique, l'industrie automobile, l'ingénierie biomédicale** ou **encore les cosmétiques**.

5. Manipulation

5.1 Structures cristallines usuelles

A l'aide des modèles disponibles au laboratoire on se propose de décrire quelques structures cristallines usuelles.

5.1.1 Chlorure de césium CsCl

1. Quel est le réseau de Bravais du chlorure de césium ?
2. Donner la Base associée à cette structure.
3. Quelle est la coordinence de cette structure ?
4. On pose :

$$x = \frac{r_{Cs^+}}{r_{Cl^-}}$$

Sachant $r_{Cs^+} = 169$ pm et $r_{Cl^-} = 181$ pm, en supposant le contact cation-anion déterminer le paramètre de la maille et montrer que :

$$\sqrt{3} - 1 \leq x < 1$$

5. Donner l'expression de la compacité C fonction de r_{Cl^-} , a , et x . Calculer sa valeur.

5.1.2 Structure du Cuivre métallique

1. Quel est le réseau de Bravais du cuivre ?
2. Donner la Base associée à cette structure.
3. Quel est l'empilement permettant de décrire la structure du cuivre.
4. Calculer la compacité de la structure.
5. Calculer l'arête a de la maille cubique dont la densité vaut $d = 8,96$. En déduire le rayon atomique du cuivre.

5.1.3 Chlorure de sodium NaCl

1. Quel est le réseau de Bravais du chlorure de sodium ?
2. Donner la Base associée à cette structure.
3. Quelle est la coordinence de cette structure ?
4. On pose :

$$x = \frac{r_{Na^+}}{r_{Cl^-}}$$

Donner la condition de stabilité de la structure.

5. Sachant que $r_{Cl^-} = 181$ pm et $r_{Na^+} = 95$ pm, calculer le paramètre de la maille et la compacité de cette structure. Commenter le résultat.

5.1.4 Structures diamant et blende

1. Quel est le réseau de Bravais associé aux structures diamant et blende ?
2. Donner la Base associée à chacune de ces deux structures.
3. Quelle est la coordinence de cette structure ?
4. Décrire la structure avec deux atomes identiques (cas du diamant. Calculer la compacité de cette structure.
5. Décrire la structure avec deux atomes différents (cas de la blende ZnS).
6. Quelle est la différence fondamentale entre les deux structures ?

5.1.5 Magnésium

1. Quel est le réseau de Bravais du magnésium ?
2. Donner la Base associée à cette structure.
3. Quel est l'empilement permettant de décrire la structure du magnésium. Comparer cet empilement avec celui du cuivre.
4. Quelle est la coordinence de cette structure ?
5. Montrer que le rapport des paramètres de la maille est telle que :

$$\frac{c}{a} = 2\sqrt{\frac{2}{3}}$$

6. Calculer la compacité de cette structure.

5.1.6 Graphite

Le graphite est la forme hexagonale du carbone (structure diamant).

1. Quel est le réseau de Bravais du graphite ?

2. Donner la Base associée à cette structure.
3. Quelle est la coordinence de chaque atome ?
4. Sachant que $a = 246$ pm et $c = 670$ pm, calculer la compacité de la maille.
5. Pourquoi le carbone diamant est transparent alors que le graphite est noir ?

5.1.7 Structure hexagonale du sulfure de zinc « wurtzite »

La structure wurtzite est la forme hexagonale de la structure blende cubique.

1. Quel est le réseau de Bravais de la structure wurtzite ?
2. Donner la Base associée à cette structure.
3. Donner les caractéristiques de la structure hexagonale du sulfure de zinc.

5.2 Les structures désordonnées

1. Structure microscopique
 - a. Qu'est-ce qu'un corps amorphe ?
 - b. Quel paramètre est à prendre en compte lorsqu'on étudie les matériaux à l'échelle microscopique ?
 - c. Comment le désordre a-t-il été progressivement introduit pour passer d'un matériau cristallin à un matériau amorphe ?
 - d. Donner quelques exemples de corps amorphes.
 - f. Dans quelle zone du matériau plastique l'ordre est-il maintenu ? Dans quelles zones le désordre est-il installé ?
 - g. Expliquer pourquoi les différents défauts sont source de désordre dans un solide cristallin.
2. Propriétés physiques macroscopiques
 - a. Décrire les propriétés mécaniques et chimiques au niveau d'un défaut dans un solide cristallin.
 - b. Quelles propriétés distinguent les alliages amorphes métal-métalloïde ?
 - c. L'organisation au niveau microscopique a-t-elle une influence sur les propriétés physiques des matériaux. Justifier en citant un exemple.
3. Propriétés physiques
 - a. Quelle propriété physique du benzoate de cholestérol avait surpris Reinitzer et Lehmann ?
 - b. Définir ce que sont les cristaux liquides.
 - c. Quelles sont les trois structures des cristaux liquides ?
 - d. Que peut-on dire des propriétés des cristaux liquides ?
 - e. Comment peut-on déterminer les fonctions de corrélation des cristaux liquides ?
4. Structure microscopique
 - a. Les phases nématiques et smectiques sont-elles bien ordonnées ? Justifier.
 - b. Pourquoi peut-on dire que les molécules sont doublement organisées dans un cristal liquide cholestique ?
 - c. Quelle grandeur caractérise l'ordre dans un cristal liquide cholestique ? Quel nom pourrait-on lui donner ?
 - d. L'organisation des molécules a-t-elle une influence sur les propriétés physiques de ces matériaux ?
 - e. Un solide cristallin est très ordonné, contrairement à un liquide. La dénomination de « cristal liquide » convient-elle à ces matériaux ?
5. Rechercher quelques applications des cristaux liquides basées sur leurs propriétés optiques.
6. Quelles sont les variétés de carbone rencontrées dans la nature ?
7. Qu'est-ce que les nanostructures ? Comment est produit un nanomatériau ?
8. Citer trois propriétés qui distinguent les nanomatériaux.
9. Qu'est-ce que les nanotubes ? Citer une technique de fabrication des nanotubes.
5. Quel est l'intérêt des propriétés mécaniques et électriques des nanotubes.
6. Justifier pourquoi les nanoparticules de dioxyde de titane principalement de structure rutile sont utilisés dans les cosmétiques de protection solaire.

Détermination des structures cristallines par diffraction des rayons X

Le principe de base de l'étude de la **diffraction** est l'interaction **rayonnement-matière**. Dans ce T.P nous allons mettre en évidence comment la distribution des rayons X diffractés par un réseau rigide et périodique d'atomes révèle les positions de ces atomes à l'intérieur de cette structure.

Les distances interatomiques typiques d'un solide sont de l'ordre de l'angström (symbole Å, $1 \text{ Å} = 10^{-8} \text{ cm}$). Pour sonder la structure microscopique d'un solide à l'aide d'une onde électromagnétique, il faut que sa longueur d'onde soit au moins aussi petite, ce qui correspond à une énergie de l'ordre de **12,3 keV**. De telles énergies sont caractéristiques des rayons X.

1. Diffraction des rayonnements par les édifices cristallins

Trois types de rayonnement peuvent être utilisés pour la détermination des structures cristallines: **les neutrons, les électrons et les rayons X**.

① Les **neutrons interagissent** avec les **noyaux**. Ce type d'interaction est pratiquement indépendant de l'élément diffuseur. La longueur d'onde λ d'un rayonnement à neutrons est liée à leur énergie ε par :

$$\lambda_{\text{neutrons}}(\text{Å}) = \frac{0,28}{\sqrt{\varepsilon(\text{eV})}} \quad (1)$$

Les neutrons, à cause de leurs moments magnétiques, interagissent avec les moments magnétiques permanents des atomes du solide et les méthodes neutroniques sont extrêmement valables pour les études de structures des cristaux magnétiques.

② La longueur d'onde λ d'un **rayonnement à électrons** est liée à leur énergie ε par :

$$\lambda_{\text{électrons}}(\text{Å}) = \frac{12}{\sqrt{\varepsilon(\text{eV})}} \quad (2)$$

Les électrons sont chargés électriquement et interagissent fortement avec la matière. Ils pénètrent relativement peu dans le cristal. À faible énergie ε , leur profondeur de pénétration est très faible $\sim 500 \text{ pm}$, ce qui favorise les électrons pour l'étude des surfaces, les couches minces, les cristaux très fins et les gaz.

③ Les **rayons X** interagissent principalement avec les électrons liés aux atomes. Ce type d'interaction est donc plus important chez les éléments diffuseurs lourds que les éléments légers. Les informations obtenues par les trois types de rayonnement sont complémentaires. Nous nous limiterons à l'étude du dernier type de diffraction.

2. Loi de diffraction de Bragg

Il existe deux manières équivalentes de voir la diffraction des rayons X par une structure parfaitement périodique, dues à **Bragg** et à **von Laue**. Les deux points de vue sont encore largement utilisés. L'approche de von Laue qui exploite le réseau réciproque, est plus proche de l'esprit de la théorie moderne de l'état solide, mais celle de Bragg est toujours d'un usage courant chez les cristallographes spécialistes des rayons X.

2.1 Condition de diffraction de Bragg

Dans des matériaux cristallins, pour certaines longueurs d'onde et certaines directions incidentes définies avec précision, W. L. Bragg observa des pics intenses de rayonnements diffractés appelés pics de Bragg. Il les expliqua en considérant un cristal comme étant composé de plans d'ions parallèles, séparés d'une distance d (c'est-à-dire, les plans réticulaires décrits au premier T.P). Les conditions d'obtention d'un pic aigu de rayonnement diffracté étaient :

- ① Les rayons X devraient être réfléchis comme dans un miroir par les ions de chaque plan.
- ② Les rayons réfléchis par des plans successifs doivent interférer de manière constructive.

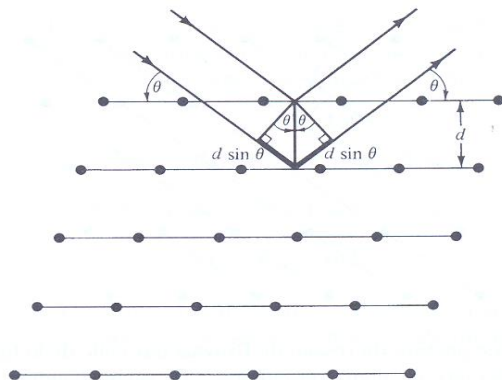


Figure 1

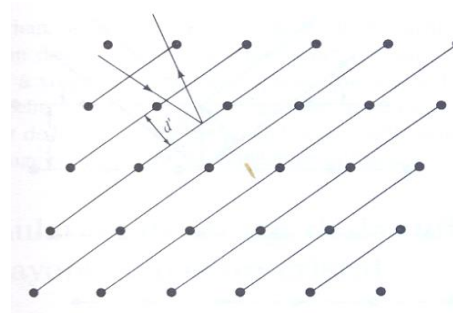


Figure 2

Si on appelle δ la différence de marche entre deux rayons diffractés par deux plans réticulaires séparés par une distance d , on aura une interférence constructive pour δ un multiple de la longueur d'onde λ . A l'aide de la figure 1 ci-dessus on montre que la relation de diffraction de Bragg s'écrit :

$$2. d(h, k, \ell). \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

L'entier n est appelé ordre de la réflexion correspondante. On peut non seulement avoir des réflexions d'ordre élevé à partir d'un ensemble donné de plans réticulaires, mais il faut aussi savoir qu'il existe de nombreuses façons de décomposer le cristal en plans, chacune d'elle produisant de nouvelles réflexions. La figure 2 ci-dessus représente la même portion du réseau de bravais que celle de la figure 1 avec une décomposition différente en plans réticulaires. Sur la figure 2 le rayon incident est le même que celui de la figure 1 précédente mais la direction (indiquée dans la figure) ainsi que la longueur d'onde (déterminée par la loi de Bragg avec d remplacé par d') du rayon réfléchi sont différentes dans les deux figures. Des réflexions sont possibles, en général, quelle que soit la manière de décomposer le réseau en plans. Pour chaque type de réseau il existe une équation reliant la distance $d(h, k, \ell)$ aux paramètres du réseau a, b, c ainsi qu'aux indices de Miller (hkl) d'une famille de plan.

Chaque ensemble de valeur de (hkl) peut donner lieu ou non à une raie lorsqu'on varie l'angle θ d'incidence des rayons X. L'existence et l'intensité de chaque raie dépend entre autres d'un paramètre important appelé **facteur de structure**. Il arrive que pour certains plans réticulaires (hkl) le facteur de structure soit nul et l'amplitude de diffraction aussi. Par exemple, **des raies de diffractions correspondantes à certains plans (hkl) seront présentes dans le diagramme d'un réseau cubique simple mais seront absentes sur le diagramme d'un réseau cubique faces centrées comme nous allons le démontrer au paragraphe suivant.**

2.2 Facteur de structure et amplitude de l'onde diffusée

2.2.1 Calcul des facteurs de structure pour le système cubique

Par définition pour un plan d'indices de Miller (hkl) le facteur de structure s'écrit:

$$F(h, k, \ell) = \sum_{j=1}^{j=N} f_j \exp[-2i\pi(x_j h + y_j k + z_j \ell)] \quad (4)$$

La sommation est faite sur les N atomes de la base, f_j étant **le facteur de forme atomique du $j^{\text{ème}}$ atome de la base** (coefficient de diffusion de l'atome j dont les valeurs se trouvent dans les tables internationales de diffraction des rayons X). Le facteur de structure F n'est pas nécessairement réel. Les valeurs de h, k, ℓ qui annulent le facteur de structure **donnent lieu à des réflexions non permises. Dans l'expression du facteur de structure nous n'avons pas tenu compte des extinctions systématiques.**

On peut calculer les facteurs de structure pour les solides cristallisant dans le système cubique ne contenant qu'un seul type d'atome :

- Cubique simple (P) :

$$F(h, k, \ell) = f$$

Pour le réseau cubique simple (P) **toutes les familles de plans diffractent le rayonnement, il n'y a aucune extinction.**

- Cubique centré (I) :

$$F(h, k, \ell) = f[1 + \exp(-i\pi(h + k + \ell))]$$

Pour le cubique centré (I) seuls les plans pour lesquels la somme des indices h, k, ℓ est paire diffractent l'onde :

$$h + k + \ell = 2n$$

- Cubique à faces centrées (F) :

$$F(h, k, \ell) = f[1 + \exp(-i\pi(h + k)) + \exp(-i\pi(k + \ell)) + \exp(-i\pi(h + \ell))]$$

Pour le réseau cubique à faces centrées seuls les plans **dont les indices sont de même parité** donnent une intensité diffusée non nulle.

A partir des résultats précédents on peut établir un tableau donnant les plans diffractant (h, k, ℓ) ainsi que la somme $h^2 + k^2 + \ell^2$ des indices de Miller du plan pour le système cubique. **On remarque que le premier plan diffractant pour le C.S est (100), (110) pour le CC et (111) pour le C.F.C.**

Indices	$h^2 + k^2 + \ell^2$	C.S.	C.C.	C.F.C.
100	1	1		
110	2	2	2	
111	3	3		3
200	4	4	4	4
210	5	5		
211	6	6	6	
220	8	8	8	8
221-300	9	9		

310	10	10	10	
311	11	11		11
222	12	12	12	12
320	13	13		
321	14	14	14	
400	16	16	16	16
322-410	17	17		
411	18	18	18	
331	19	19		19
420	20	20	20	

Tableau 2 : Valeurs de $h^2 + k^2 + \ell^2$ pour les trois types de réseaux cubiques.
Les cases vides représentent les extinctions systématiques (réflexions non permises).

2.2.2 Amplitude de l'onde diffusée

L'amplitude d'une onde diffusée dépend du facteur de structure de l'édifice cristallin considéré. L'intensité du rayonnement diffusé est proportionnelle à $F \times F^*$ (F^* étant le conjugué de F). L'expression de l'intensité $I(h, k, \ell)$ de l'onde diffusée par un plan (h, k, ℓ) s'écrit :

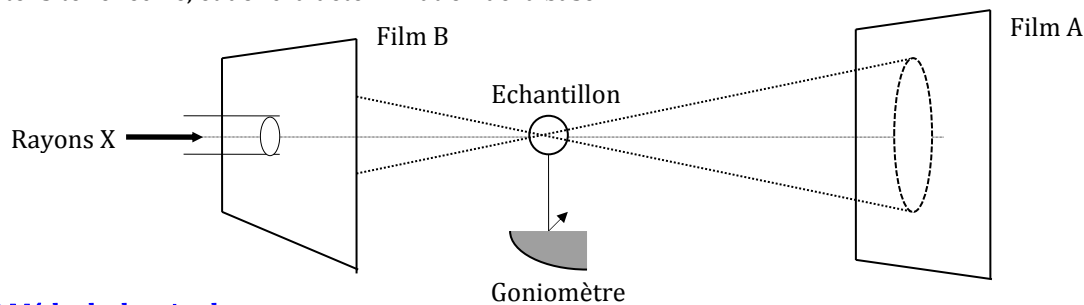
$$A = C. m. L(\theta). P(\theta). A \frac{\Omega}{V_{\text{maille}}^2} \|F(h, k, \ell)\|^2 \quad (5)$$

C : Constante incluant le rayonnement primaire ; m : la multiplicité égale au nombre de feuilles de plans donnant lieu à la même diffraction ; $L(\theta)$: facteur de Lorentz ; $P(\theta)$: facteur de polarisation ; A : Constante d'absorption par l'échantillon ; Ω : Volume de l'échantillon ; $F(h, k, \ell)$: facteur de structure.

3. Dispositifs expérimentaux de diffraction des rayons X

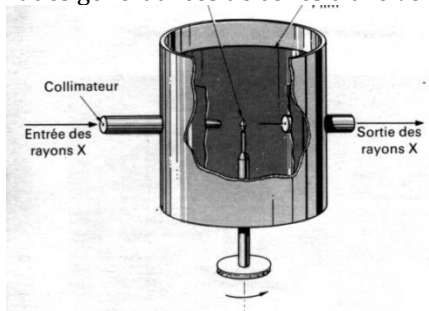
3.1 Méthode de Laue

Un monocristal est maintenu immobile dans un faisceau polychromatique de rayons X. Le cristal diffracte seulement les ondes pour lesquelles la loi de Bragg est vérifiée. Cette méthode permet une détermination rapide de l'orientation et de la symétrie du cristal. On place le film en position B, pour des diagrammes en retour. Cette méthode n'est jamais utilisée pour déterminer la structure cristalline puisqu'un plan peut trouver plusieurs longueurs d'onde qui subiront chacune une réflexion d'ordre déterminé, ainsi une seule tache peut être la superposition d'un certain nombre de réflexions d'ordres différents. Ceci rend difficile la détermination de l'intensité réfléchie, et donc la détermination de la base.

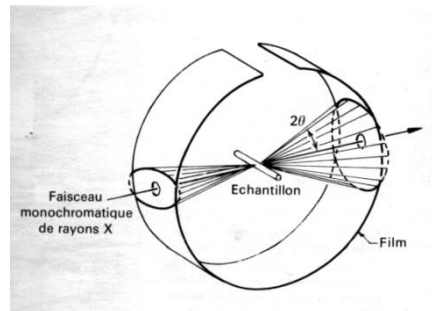


3.2 Méthode du cristal tournant

On fait tourner un monocristal autour d'un axe situé sur le trajet d'un faisceau monochromatique de rayons X ou de neutrons. La rotation amène des plans atomiques différents en position de réflexion tel que la loi de diffraction de Bragg est vérifiée. Le pinceau de rayons X est diffracté par un plan donné quand, au cours de la rotation, l'angle θ satisfait l'équation de Bragg. Les rayons issus de tous les plans parallèles à l'axe vertical de rotation seront situés dans le plan horizontal. Les rayons réfléchis par les plans ayant d'autres orientations seront des génératrices de cônes d'axe vertical.



Chambre de cristal tournant



Chambre de Debye-Scherrer de diffraction de rayons X

3.3 Méthode des poudres

Le rayonnement utilisé est un faisceau monochromatique des rayons X. L'échantillon est constitué de grains fins déposés sur une lame de verre ou dans un tube capillaire. La méthode des poudres comprend deux variantes.

3.3.1 Chambre de Debye-Scherrer

Un faisceau monochromatique incident frappe soit un polycristal à grains très fins, soit un échantillon finement broyé contenu dans un film capillaire. Les rayons sont diffractés par les cristaux formant avec le faisceau un angle θ qui satisfait la loi de Bragg. Les rayons diffractés sont des génératrices d'un cône axé sur le rayon incident. L'angle au sommet de ce cône est 2θ , où θ est l'angle de Bragg.

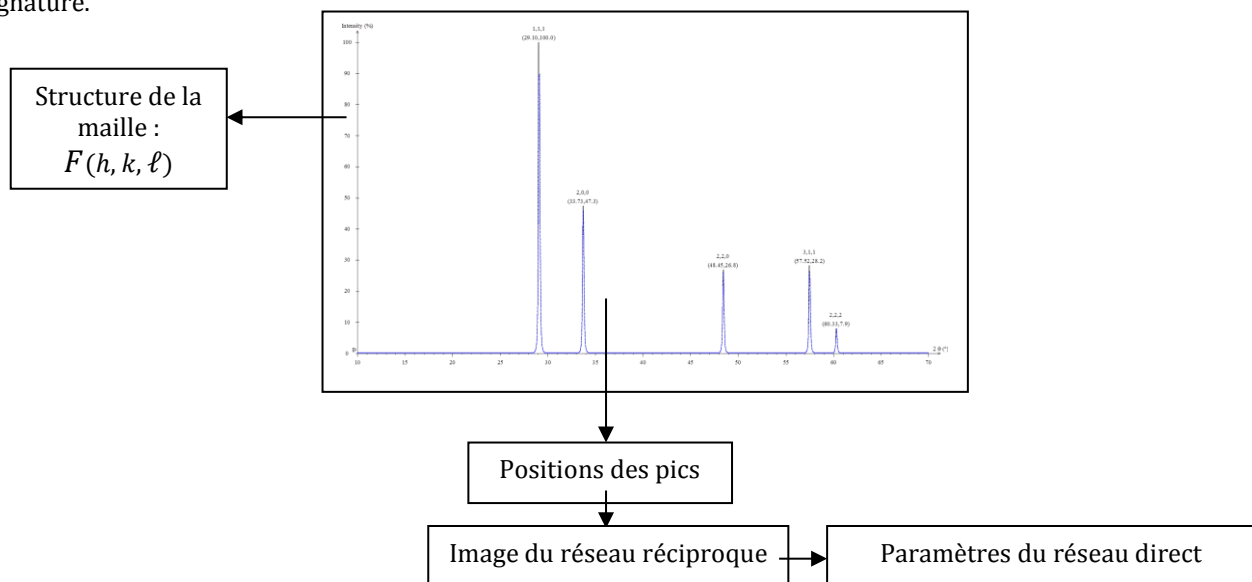
3.3.2 Diffractomètre à poudre

Le diffractomètre est équipé d'une anticathode et d'un détecteur à scintillations (D) asservi au déplacement d'un goniomètre sur lequel est placé l'échantillon. Après intégration et amplification, le signal reçu commande la déviation Y d'un enregistreur à défilement continu et de vitesse réglable. On obtient ainsi un diagramme $I(2\theta)$ formé de pics correspondant aux réflexions de Bragg sur les plans (hkl) . Il existe deux types de montages : le montage $\theta-\theta$ et le montage $\theta-2\theta$.

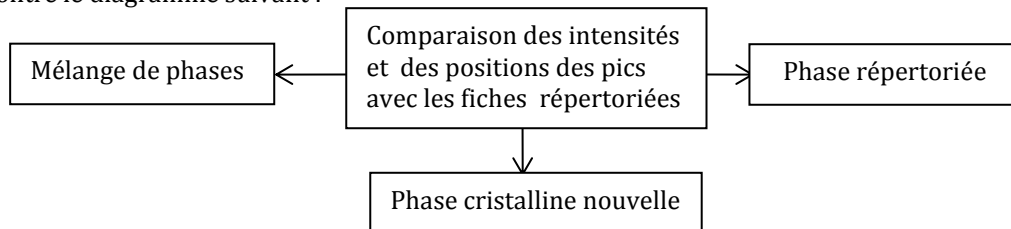
4. Application de la diffraction des rayons X à la détermination des phases

4.1 Méthodologie

Le diagramme $I = f(2\theta)$ de diffraction des rayons X d'un échantillon est caractéristique de sa phase, c'est sa signature.



La détermination d'une phase se fait par utilisation de la base de données informatisée **J.C.P.D.S.** (Joint Committee for Powder Diffraction Standards) environ 250 000 phases pures répertoriées $\approx 250\,000$ fiches (avec PDF-4), comme le montre le diagramme suivant :



4.2 Détermination des paramètres de la maille

La position des pics est liée uniquement aux paramètres du réseau a, b, c, α, β et γ ou à ceux du réseau réciproque $a', b', c', \alpha', \beta'$ et γ' . À partir du diffractogramme on relève les positions θ des différentes raies et on calcule les distances $d(h, k, \ell)$ à partir de la loi de diffraction de Bragg :

$$d(h, k, \ell) = \frac{n\lambda}{2\sin\theta}$$

D'autre part $d(h, k, \ell)$ est liée aux paramètres du réseau réciproque $a', b', c', \alpha', \beta'$ et γ' par la relation suivante :

$$d(h, k, \ell) = \frac{1}{\sqrt{(ha')^2 + (kb')^2 + (\ell c')^2 + 2hka'b' \cos\gamma' + 2k\ell b'c' \cos\alpha' + 2h\ell a'c' \cos\beta'}}$$

Le tableau suivant donne le nombre de paramètres à déterminer selon la nature du réseau :

Système	Nombre de paramètres
triclinique	6 : $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$
monoclinique	4 : a, b, c, β
orthorhombique	3 : a, b, c
Rhomboédrique ou Trigonal	2 : a, α
Quadratique-Tétragonal	2 : a, c
hexagonal	2 : a, c
cubique	1 : a

4.2.1 Système à un seul paramètre

C'est le cas du système cubique :

$$d(h, k, \ell) = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + \ell^2}}$$

Considérons un diffractogramme contenant N raies de diffraction caractérisée chacune par son angle θ_i . Soit d_1 la distance inter-réticulaire de la première raie observée sur ce diffractogramme. Connaissant les réflexions permises pour chacun des systèmes P, I et F, à l'aide du tableau 2 du paragraphe § 2.2, on peut calculer les rapports :

$$\left(\frac{d_1}{d_i}\right)^2$$

pour chacun des systèmes, ce qui permet d'établir le tableau suivant :

Système	$\left(\frac{d_1}{d_i}\right)^2$						
P	1	2	3	4	5	6	8
I	1	2	3	4	5	6	7
F	1	4/3	8/3	11/3	12/3	16/3	19/3

La détermination du type P, I ou F se fait en calculant les rapports $\left(\frac{d_1}{d_i}\right)^2$ en comparant les résultats avec le tableau précédent. **On remarque qu'il faut au moins 7 raies pour différencier les systèmes P et I.**

4.2.2 Système à deux paramètres

C'est le cas des systèmes hexagonal, quadratique et rhomboédrique : la résolution se fait à l'aide d'abaques tel que **l'abaque de HULL**. Dans le cas du système hexagonal :

$$\frac{d(h, k, \ell)}{a} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + hk) + \ell^2 \frac{a^2}{c^2}}}$$

A l'aide de l'abaque on détermine $\frac{c}{a}$ et on indexe les raies ; on détermine ensuite les paramètres a et c .

4.2.3 Système à plus de deux paramètres

Ce sont les systèmes orthorhombique, monoclinique et triclinique : on utilise des logiciels informatiques tel que le logiciel **TREOR** et **AFPAR** etc.

5. Description d'un diffractomètre standard de rayons X

5.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est composé d'un générateur de rayons X, de systèmes optiques, d'un goniomètre, d'un détecteur, d'une baie de commande et d'un système d'acquisition.

Le générateur de rayons X est un générateur classique branché sur secteur produisant une tension variant entre 25 kV et 40 kV. L'ampérage est faible de l'ordre de quelques dizaines de mA. Les rayons X sont produits en bombardant une anticathode métallique à l'aide d'un faisceau d'électrons d'énergie de l'ordre de quelques dizaines de keV.

Un filament de tungstène est chauffé par la haute tension et il y a alors émission d'électrons qui sont accélérés en direction de la cible grâce à une différence de potentiel très forte. L'enceinte est sous vide. La cible est une plaque de cuivre qui va restituer l'énergie reçue par les électrons sous forme de rayons X et de chaleur. Le phénomène est très thermique il faut donc nécessairement refroidir la cible avec de l'eau.

Le rayonnement obtenu est composé d'un spectre continu dû au freinage des électrons dans l'anticathode sur lequel s'inscrivent des raies très intenses. Ces raies correspondent à l'émission de photons X créés lors des transitions électroniques comblant dans les atomes les lacunes électroniques résultant du bombardement initial.

On rend le rayonnement monochromatique grâce à un monochromateur à cristal (Nickel, graphite,...). A la sortie du tube le faisceau présente une légère divergence, on utilise alors un collimateur pour améliorer la précision sur la mesure de l'angle. La rotation du goniomètre permet de déplacer le cristal de telle façon que le faisceau de rayons X vienne le bombarder. On donne ainsi à l'échantillon toutes les positions possibles et on peut ainsi relever les intensités diffractées grâce au détecteur. Le détecteur doit répondre à certaines caractéristiques, il doit avoir un :

- **taux maximal de comptage** ;
- **rendement important** : efficacité du détecteur ou rapport du nombre de photons détectés par rapport au nombre de photons arrivés sur le détecteur ;
- **bruit très faible** : phénomène parasite ;
- **temps mort très faible** : temps mis par le détecteur lorsqu'il détecte un photon et le temps mis pour en détecter un autre.

Il existe dans le commerce de nombreux détecteurs utilisés en diffraction des rayons X. On peut citer les détecteurs avec écran fluorescent (pas de quantification possible), les films photographiques (très bonne résolution mais méthode peu rapide). Ensuite il y a les détecteurs ponctuels d'impulsion avec les détecteurs à ionisation de gaz, les détecteurs à scintillation et les détecteurs à semi-conducteurs. Enfin il y a les détecteurs sensibles à la position (=détecteur à localisation spatiale) unidimensionnels et les détecteurs bidimensionnels (dispositif à couplage de charge).

Dans la plupart des diffractomètres on utilise un détecteur proportionnel à gaz. Les rayons X pénètrent dans le détecteur par une fenêtre de béryllium et viennent ioniser le gaz de l'enceinte qui est de l'argon. Les électrons vont être ainsi recueillis par un photomultiplicateur qui va amplifier le signal grâce à des dynodes.

5.2. Protocole expérimental et réglages d'un diffractomètre standard

5.2.1 Réglages sur le goniomètre

- On place l'échantillon sur le support en maintenant la fixation avec le ressort.
- On place le filtre de Nickel ou autre (selon les disponibilités) devant l'ouverture du tube de rayons X.
- Sur le générateur du tube, on applique la tension accélératrice U (selon l'expérience cette tension accélératrice peut varier entre 25 et 40 kV) et on impose le courant I du filament (I peut varier de 10 à 30 mA)
- Juste après le tube, on positionne les fentes de divergence d'ouverture.
- Au niveau du compteur on positionne les fentes d'analyse d'ouverture choisie (standard 0.2 mm).

5.2.2. Réglages sur la baie de commande

- Il faut positionner la valeur des angles initial et final souhaités avec les roues dentées (valeurs en $1/100^{\text{ème}}$) et se mettre sur la position "Peak" pour le positionnement du montage à la position initiale (en appuyant sur Start). Se mettre sur la position "Iner" (appuyer alors sur Start). Sélectionner le temps par pas grâce au bouton « preset ». Sélectionner le mode « step » et « auto ». Choisir la variation angulaire désirée par pas (en « $2^\circ/\text{step}$ ») balayage rapide. Indiquer « exti » et « count », puis « start ».
- Pour le détecteur, sélectionner la discrimination Lower-Level 20%

5.2.3. Acquisition des données

- Pour l'enregistreur papier sélectionner la vitesse de déroulement du papier égal à 1 cm/mn pour un spectre classique.
- Le fichier créé pendant les mesures peut être récupéré directement sur le PC d'acquisition ou envoyé sur un autre PC de dépouillement.

6. Utilisation de la diffraction des rayons X

6.1 Règles de sécurité

Le rayonnement X ne fait pas parti des rayonnements les plus destructeurs, mais il reste tout de même un rayonnement ionisant (faible) mais **dangereux** surtout dans l'axe du faisceau. Il est ainsi impératif de toujours manipuler l'appareillage de diffraction des rayons X en assurant la sécurité des personnes susceptibles d'avoir un contact avec ce rayonnement. L'appareillage (**disponible au laboratoire**) est ainsi entouré de vitres plombées et la fenêtre du faisceau se coupe automatiquement lorsque l'on essaye d'ouvrir les fenêtres de sécurité alors que le dispositif est en marche.

6.2 Applications pratiques

En pratique il existe de nombreuses utilisations de la diffraction des rayons X :

- ① En **physique et chimie de l'état solide**,
- ② En **minéralogie** :
- ③ En **médecine** : Radioscopie des différentes parties du corps humain.
- ④ En **criminologie** : la diffraction des rayons X permet de caractériser les pigments, qui sont essentiellement des composés minéraux entrant dans la fabrication des peintures ou d'autres types d'instruments.

⑤ Dans le **domaine des beaux-arts** : les tableaux observés aux rayons X révèlent la constitution de la matière, support ou matière picturale.

⑥ En plus des cristaux simples le centre d'intérêt actuel de l'analyse des structures par diffraction des rayons X est la détermination de la configuration de molécules tels que les **enzymes** dont les **masses molaires moléculaires** sont comprises entre **10 000 et 100 000** g.mol⁻¹, dans certains cas il faut **localiser** plusieurs **milliers d'atomes** dans la maille, donc un nombre au **moins égal de raies de diffraction** des rayons X est nécessaire, ce qui nécessite l'utilisation d'ordinateurs pour résoudre le problème.

7. Manipulation

Exploitations de diffractogrammes des systèmes cubiques

Tous les diagrammes étudiés ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre de longueur d'onde :

$$\lambda = 1,541 \text{ \AA} \pm 0,001 \text{ \AA}$$

Pour tous les diffractogrammes on procédera de la manière suivante :

- ① Repérer les différentes raies en les numérotant.
- ② Déterminer l'échelle du spectre.
- ③ Déterminer l'angle θ_i pour chaque raie.

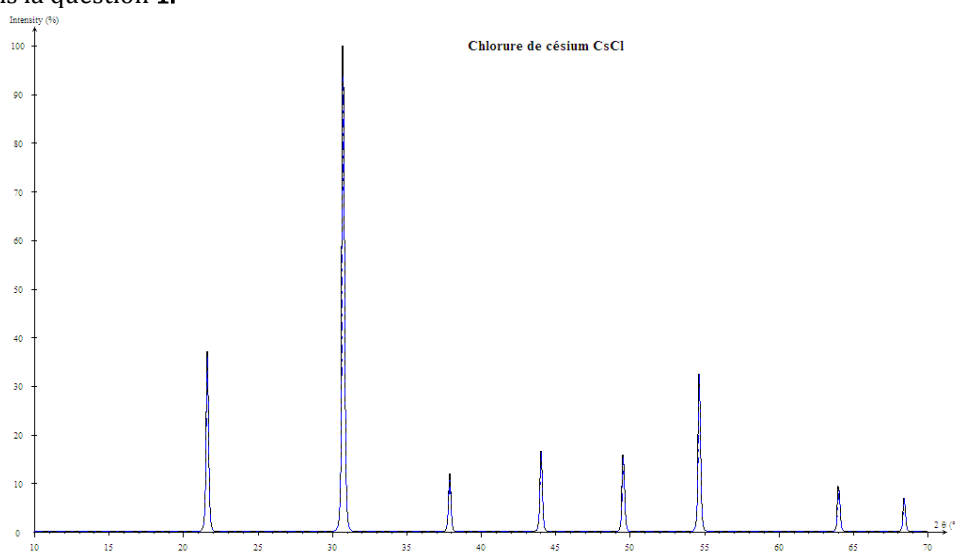
Les résultats doivent être présentés sous formes du tableau suivant :

Raies N°	$2\theta_i^\circ$	θ_i°	$d_i(h, k, \ell)$ (Å)	$\left(\frac{d_1}{d_i}\right)^2$	(hkl)	a (Å)

- ④ Calculer les $d_i(h, k, \ell)$ à l'aide de la loi de diffraction de Bragg.
- ⑤ En déduire pour chaque raie de numéro i le rapport $\left(\frac{d_1}{d_i}\right)^2$.
- ⑥ A l'aide du tableau 4 identifier le réseau P, I ou F.
- ⑦ A l'aide du tableau 2 indexer les plans h, k, ℓ .
- ⑧ Déduire les valeurs du paramètre du réseau a .
- ⑨ Calculer la valeur moyenne a_m et l'écart type σ_{n-1} .
- ⑩ Donner le paramètre du réseau sous la forme $a \pm \Delta a$ avec un intervalle de confiance de 95%.

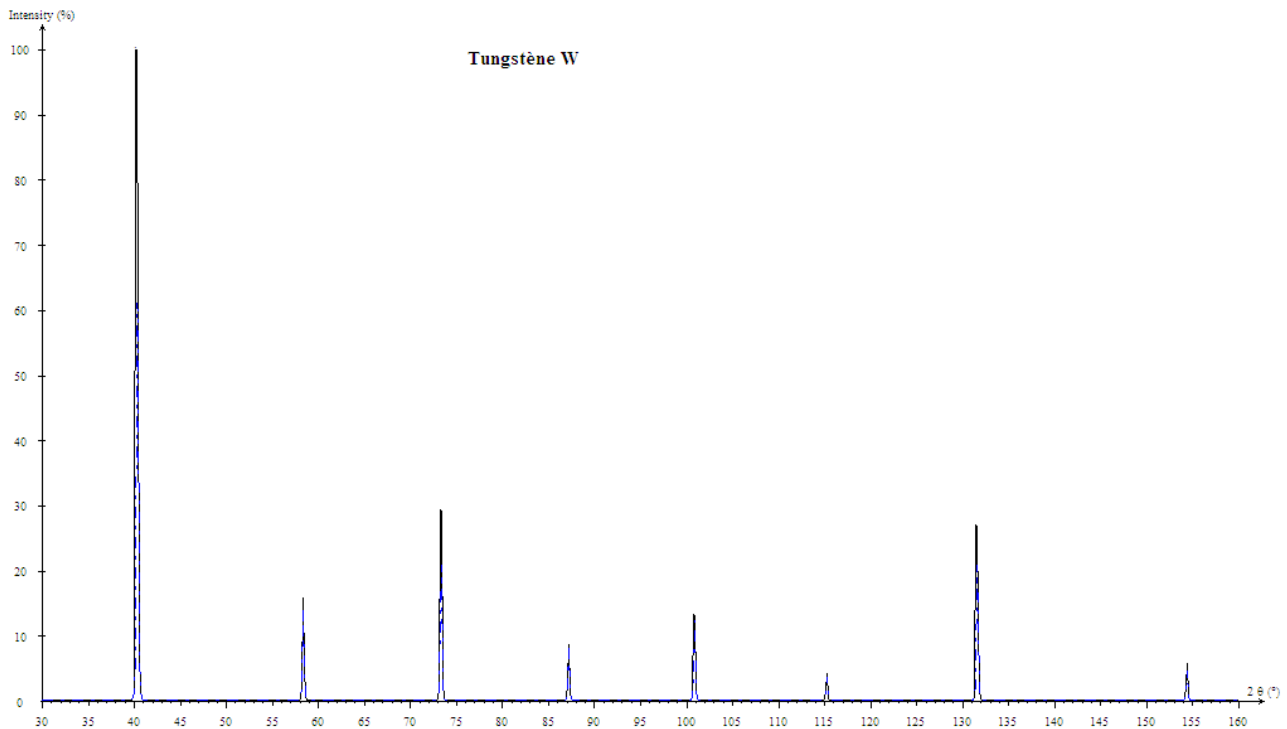
7.1 Chlorure de césium CsCl

1. Quel est le réseau de Bravais du chlorure de césium ?
2. Déterminer son paramètre.
3. Calculer le facteur de structure d'un cristal cubique simple formé de deux types d'atomes.
4. En déduire les réflexions permises pour ce réseau. Comparer les résultats avec ceux obtenus pour le chlorure de césium dans la question 1.



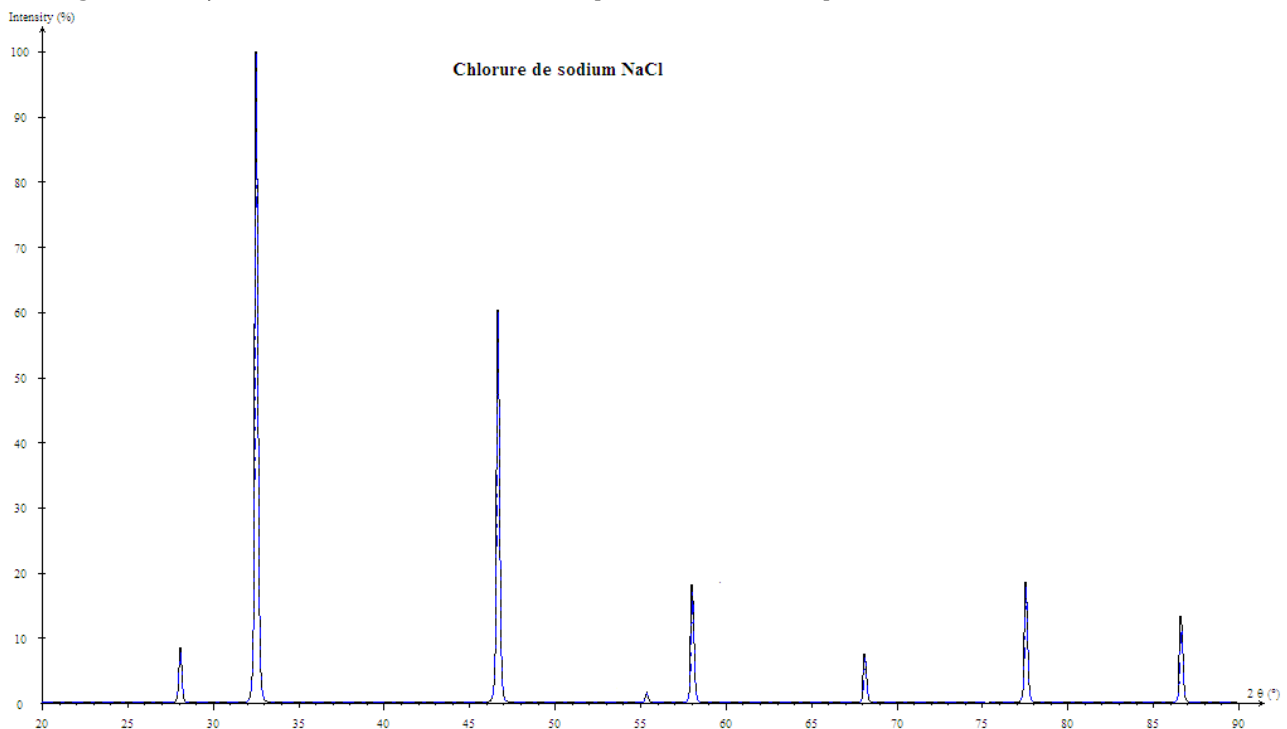
7.2 Tungstène W

1. Quel est le réseau de Bravais du tungstène métallique ? Déterminer son paramètre.
2. Calculer le facteur de structure d'un réseau cubique centré formé d'un seul type d'atomes.
3. En déduire les réflexions permises pour ce réseau. Comparer les résultats avec ceux obtenus pour le tungstène dans la question 1. Conclure.



7.3 Chlorure de sodium NaCl

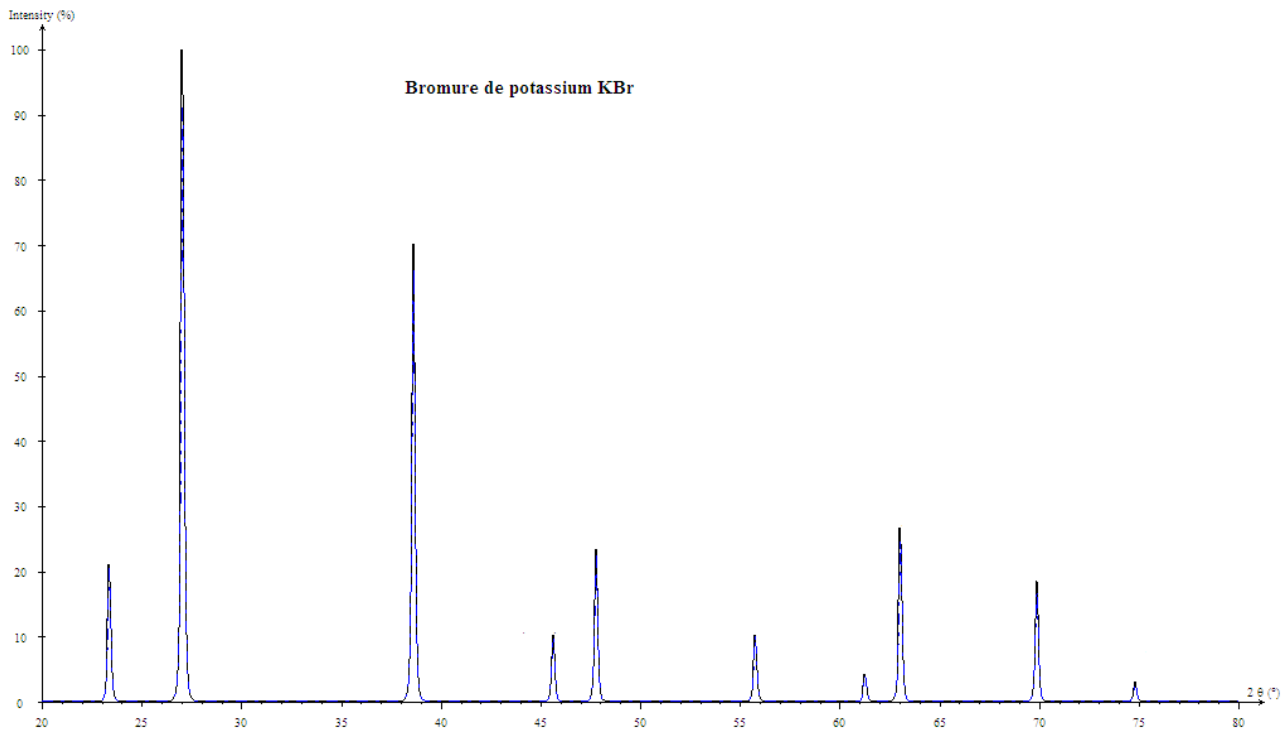
1. Quel est le réseau de Bravais du chlorure de sodium ?
2. Déterminer son paramètre
3. Quels sont les ions situés sur les plans (111) et (200) ?
4. Comment peut-on expliquer qualitativement la différence d'intensité des raies de diffraction de ces plans ?
5. On appelle f_{Na} et f_{Cl} les facteurs de forme atomique des atomes de sodium et de chlore. Comparer alors (pour des angles voisins) les intensités des raies d'indices pairs et d'indices impairs.



7.2. Influence du facteur de forme atomique

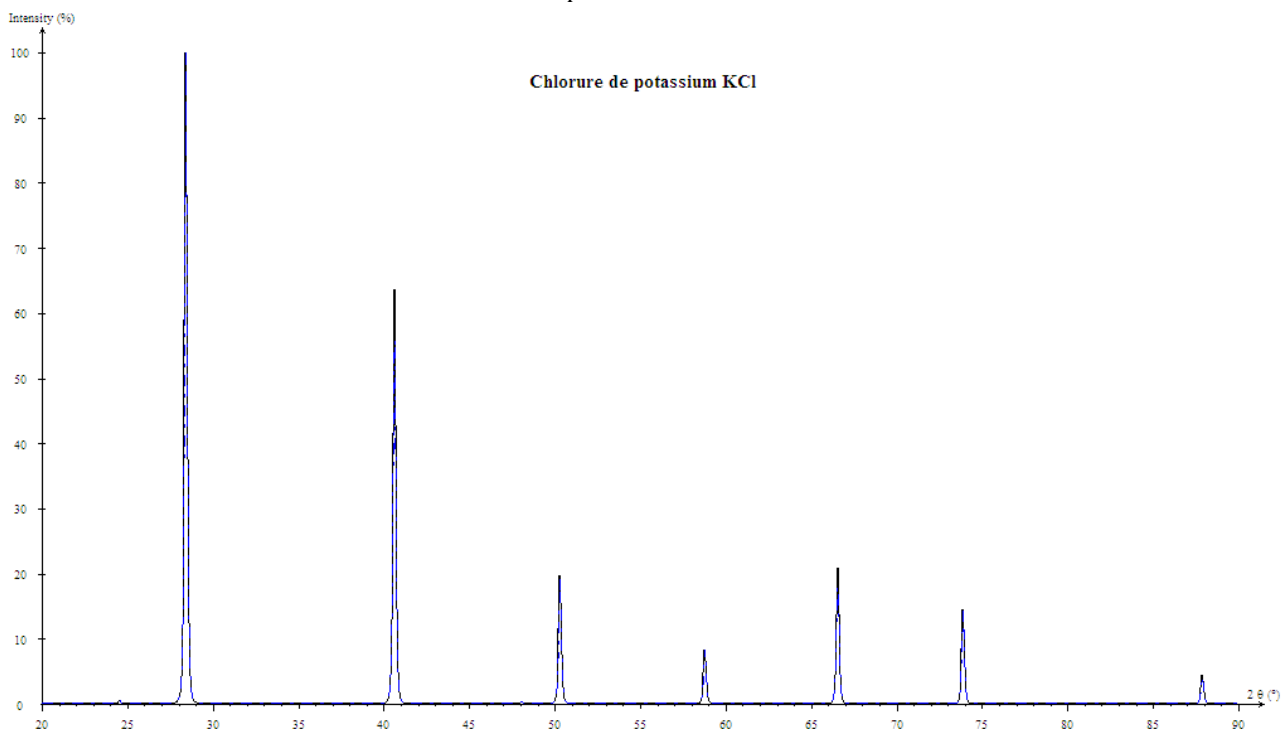
7.2.1 Cas du bromure de potassium KBr

1. Déterminer le réseau de Bravais du bromure de potassium ? Quel est le paramètre du réseau ?
2. Comparer les résultats avec ceux obtenus pour NaCl.



7.2.2 Cas du chlorure de potassium KCl

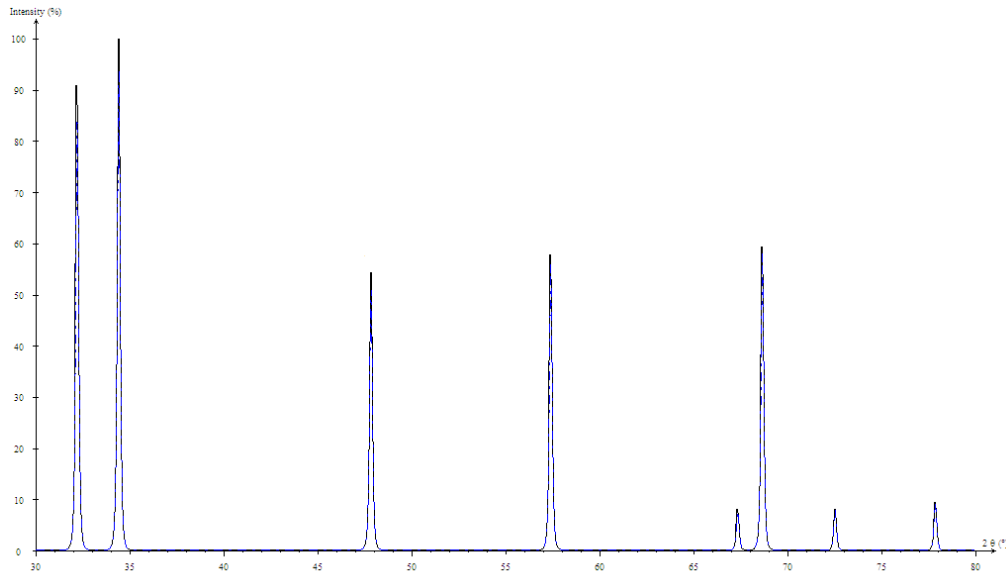
1. On remplace l'atome de brome Br par un autre atome halogène le chlore Cl. A partir du diagramme de diffraction des rayons X déterminer le réseau de Bravais du chlorure de potassium KCl et calculer son paramètre. Comparer le résultat avec celui de KBr.
2. En calculant le facteur de structure de KCl interpréter la différence observée entre les résultats de KBr et KCl.



7.3. Système non cubique

1. Montrer que le diffractogramme du magnésium ne correspond pas à un système cubique.

2. Le magnésium cristallise dans une structure hexagonale compacte. Calculer le facteur de structure du magnésium.
3. En déduire les 4 premières réflexions permises pour cette structure.
4. Calculer les paramètres a et c du réseau.



7.4 Répondre aux questions suivantes

1. Démontrer la loi de diffraction de Bragg.
2. Quels sont les différents dispositifs expérimentaux utilisés dans la diffraction des rayons X.
3. Quelles sont les différentes composantes d'un diffractogramme de rayons.
4. Comment sont produits les rayons X ?
5. Quelles sont les qualités requises pour un détecteur de rayons X.
6. Expliquer le fonctionnement d'un détecteur proportionnel à gaz.
7. Citer quelques domaines d'applications des rayons X.
8. Faire le schéma synoptique d'un diffractomètre à poudre.
9. Faire un schéma explicatif pour chacune des géométries θ - θ et θ - 2θ .
10. Quels sont les 4 principaux réglages d'un diffractomètre de rayons X standard.

Mesure de la conductivité électrique des matériaux

1. Introduction

La matière dans l'état solide est formée d'atomes liés entre eux dans une phase condensée. Dans la plupart des solides, les atomes ou les groupes d'atomes les constituants sont arrangés avec différents degrés de symétrie dans des réseaux tridimensionnels. De tels solides sont appelés cristaux. Les solides dont les atomes ne possèdent pas d'arrangement régulier sont appelés des amorphes ou non-cristaux.

Une façon de classer les types de cristaux solides est de considérer la force de liaison liant les atomes entre eux (cours chapitre 4 : la liaison cristalline). Les principaux types de liaisons sont :

- les liaisons métalliques ;
- les liaisons ioniques ;
- les liaisons covalentes.

Il faut remarquer que la distinction entre ces différents types de liaisons, pour certains solides, n'est pas toujours facile. Les matériaux possédant une liaison ionique, covalente ou mixte (covalente + ionique) sont des isolants ou des semi-conducteurs intrinsèques. En général, les isolants tendent à avoir une prédominance des liaisons ioniques, alors que les semi-conducteurs tendent à avoir une prédominance en liaisons covalentes. Le terme "isolant" est appliqué à certains matériaux pour les distinguer des métaux et des semi-conducteurs. Leur fonction principale est d'isoler un système électrique de son environnement. Le terme "diélectrique" est appliqué à des matériaux isolants dont les caractéristiques entrent comme paramètres dans la description d'un système électrique. Du point de vue pratique, les matériaux sont classés en fonction de leur conductivité électrique.

Matériaux	Conductivité $S.m^{-1}$
Isolants	$10^{-20} - 10^{-8}$
Semi-conducteurs	$10^{-7} - 10^5$
Conducteurs	$10^6 - 10^8$

Si la classification des matériaux a été établie par leur conductivité, il est nécessaire de donner une explication physique des différences de conductivité entre les différents types de matériaux. Ceci n'est réalisable qu'à l'aide de la théorie des bandes dans les solides. Une importante distinction entre les conducteurs, les isolants et les semi-conducteurs est que la conductivité des conducteurs décroît en fonction de la température, alors que celle des deux autres croît en fonction de la température.

2. Conductivité électrique

2.1 Conductivité électrique des métaux

A l'intérieur d'un conducteur en équilibre électrostatique le champ électrique est nul. Les porteurs de charge dans la plupart des conducteurs sont les électrons de conduction. Dans un métal, en présence d'un champ électrique $\vec{E}$, la loi d'Ohm s'écrit :

$$\vec{j} = \sigma \vec{E}$$

$\vec{j}$ étant la densité de courant électrique dans le métal et σ la conductivité électrique du métal, qui est donnée par :

$$\sigma = \frac{n_0 e^2 \ell}{m \bar{v}}$$

- n_0 : nombre d'électrons par cm^3 ;
- e : charge élémentaire ;
- ℓ : libre parcours moyen ;
- m : la masse de l'électron ;
- $\bar{v}$: vitesse moyenne due à l'agitation thermique des électrons à une température donnée.

La résistivité ρ du métal est l'inverse de sa conductivité σ , elle est de l'ordre de $10^{-8} \Omega.m$ pour les bons métaux.

On appelle électrons libres des électrons considérés sans interaction. L'existence d'électrons libres dans les métaux peut être mise en évidence par **l'expérience de Tolman**. Un fil métallique est monté sur une bobine pouvant tourner à grande vitesse autour de son axe. Ses deux extrémités sont reliées par des contacts tournant (T) à un galvanomètre G (cours modèle de Drude). Si la bobine, initialement en rotation à grande vitesse, est brusquement arrêtée, le galvanomètre enregistre, au moment de l'arrêt, un passage momentané de courant électrique. Tout se passe comme si le fil électrique constituait une boîte à l'intérieur de laquelle les électrons libres sont entraînés dans le mouvement de rotation. Lors de l'arrêt brutal de la rotation, les électrons libres continuent leur mouvement **par inertie**. C'est ce déplacement transitoire qu'on observe dans le galvanomètre.

Dans le modèle de Drude on montre que la conductivité électrique d'un métal simple est donnée par :

$$\sigma = \frac{ne^2\tau}{m}$$

- n est la concentration en électrons libres ;

- e la charge élémentaire ;
 - m masse de l'électron ;
 - τ le temps de relaxation qui représente le temps entre deux collisions des porteurs de charges.
- On peut estimer des valeurs typiques des concentrations en électrons n :

$$n = \frac{v N_A \rho_{\text{métal}}}{M_{\text{métal}}}$$

v étant la valence du métal (Ag :1, Cu: 1.....). Par définition la mobilité μ est définie par:

$$\mu = \frac{1}{ne} \sigma$$

$$\mu = \frac{e\tau}{m}$$

2.2 Conductivité électrique des semi-conducteurs

Si le cristal de semi-conducteur est parfaitement pur, on dit qu'il est intrinsèque. Il se comporte alors (en l'absence d'agitation thermique) comme un isolant. Compte tenu de la configuration de l'édifice cristallin, il est possible de remplacer un certain nombre d'atomes du semiconducteur intrinsèque par des atomes ayant sensiblement les mêmes dimensions géométriques, mais de valence légèrement différente. De tels corps sont désignés par impuretés du type N, ou encore donneurs, quand ils fournissent des charges négatives. Si au contraire, on introduit dans le semi-conducteur, pur à l'origine, des éléments dans les liaisons, et il apparaît une liaison non satisfaite, qui se comporte comme une lacune ou un trou, de tels corps sont désignés par impuretés de type P, ou encore accepteurs. Les tableaux suivants donnent les principales caractéristiques du semiconducteur intrinsèque et extrinsèque.

$n, p = n_i^2$ $n_i^2 = N_c N_v e^{-\frac{E_g}{2kT}}$ $N_c = 2 \frac{(2\pi m_n kT)^{\frac{3}{2}}}{h^3}$ $N_v = 2 \frac{(2\pi m_p kT)^{\frac{3}{2}}}{h^3}$	n_i : concentration intrinsèque E_g : largeur de bande interdite k : constante de Boltzmann T : Température en kelvin m_n : masse apparente de l'électron m_p : masse apparente du trou h : constante de Planck		Ge	Si
		n_i	10^{19}	10^{16}
		m_n	$0.55m_e$	$1.1m_e$
		m_p	$0.35m_e$	$0.55m_e$

Formules relatives au semi-conducteur intrinsèque

N_A	Densité d'accepteurs
N_D	Densité de donneurs
p_A	Densité d'accepteurs non ionisés (accepteurs neutres électriquement)
n_D	Densité de donneurs non ionisés (donneurs neutres électriquement)
$p + N_D - n_D = n + N_A - p_A$	Semi-conducteur neutre électriquement
$n, p = n_i^2 = N_c N_v e^{-\frac{E_g}{2kT}}$	Semi-conducteur à l'équilibre
$p + N_D = n + N_A$	Température suffisante pour que tous les donneurs et accepteurs soient ionisés
$p = n_i^2 / (N_D - N_A)$	$p \ll n$, semi-conducteur fortement dopé N
$n = n_i^2 / (N_A - N_D)$	$n \ll p$, semi-conducteur fortement dopé P

Concentrations des porteurs dans un semi-conducteur extrinsèque

Sous l'action de forces électriques, dues à l'application d'un champ électrique $\vec{E}$, les électrons et les trous se déplacent avec des vitesses apparentes respectives et. En fait, les porteurs de charge sont animés d'un mouvement désordonné, accompagné de multiples collisions. L'intervalle de temps moyen, séparant deux collisions successives, s'appelle temps de relaxation τ_n ou τ_p , selon que les porteurs de charge sont des électrons ou des trous. Le tableau ci-dessous présente les formules essentielles concernant la conductivité.

Symboles et formules	Définitions
$v_n = \mu_n E$	v_n : vitesse de l'électron ; μ_n : mobilité de l'électron
$v_p = \mu_p E$	v_p : vitesse du trou ; μ_p : mobilité du trou
$\mu_n = \frac{e \cdot \tau_n}{m_n}$	τ_n : temps de relaxation de l'électron
$\mu_p = \frac{e \cdot \tau_p}{m_p}$	τ_p : temps de relaxation du trou
$j = e(p \cdot \mu_p + n \cdot \mu_n) E$	j : densité du courant de conduction p : densité de trous n : densité d'électrons
$\sigma = e(p \cdot \mu_p + n \cdot \mu_n)$	σ : conductivité du semi-conducteur

Conductivité et mobilité d'un semi-conducteur

3. Manipulation

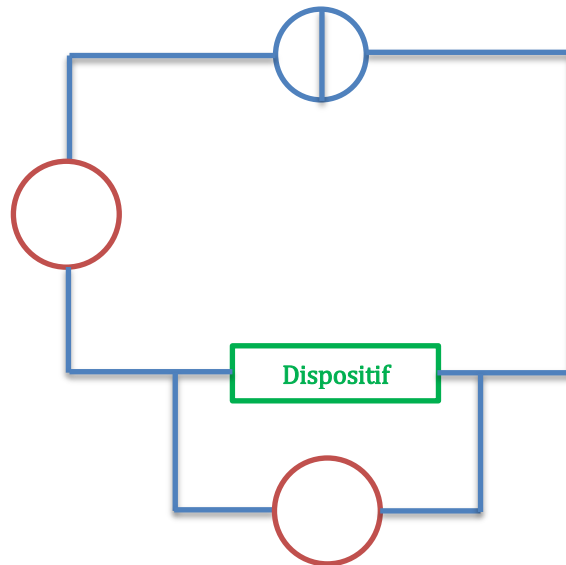
3.1 Principe

On utilise la loi d'ohm pour déterminer la résistance du dispositif. La conductivité σ du dispositif est liée à sa conductance par la relation :

$$\sigma = \frac{G \cdot L}{S}$$

Pour déterminer la conductance G on dispose :

- d'un appareil Keithly 2000 multimeter ;
- de montages permettant de déterminer la caractéristique $U = f(I)$ de dipôles électriques.



Montage 1

Légender et expliquer le fonctionnement du montage 1.

3.2 Conductivité du dispositif D1- Alliage cuivre-nickel

1. Compléter le tableau suivant :

Grandeur	Résistance	Longueur (cm)	Diamètre (cm)
Valeur		5,4	$0,050 \leq d \leq 0,055$
Instrument	Multimètre digital	Règle	Pieds à coulisse
Tolérance			0,05 mm
Incertitude type			

2. En déduire la valeur de la conductance G .

3. Calculer la valeur de la conductivité σ .
4. En déduire l'incertitude type sur σ avec un intervalle de confiance de 95%.

3.3 Conductivité du dispositif D2 - Résistance agglomérée au carbone

1. Compléter le tableau suivant :

Grandeur	Résistance (Ω)	Longueur (cm)	Diamètre (mm)
Valeur constructeur		1,0	2,0
Incertitude type		0,02	0,1
Précision			
Valeur mesurée			
Instrument	Multimètre digital		
Incertitude type			

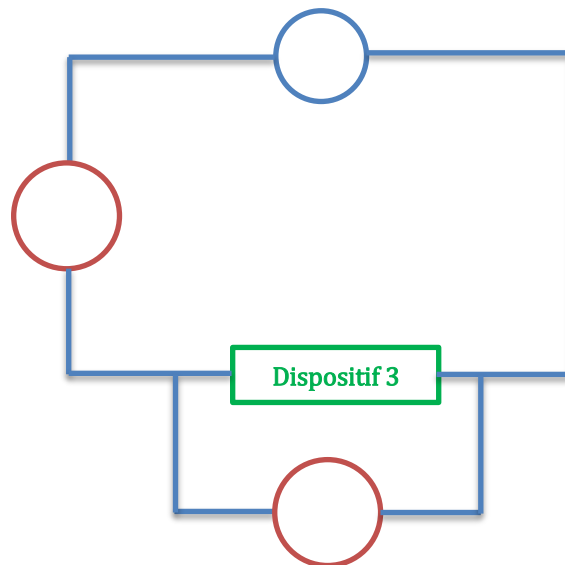
2. En déduire la valeur de la conductance G .
3. Calculer la valeur de la conductivité σ .
4. En déduire l'incertitude type sur σ avec un intervalle de confiance de 95%.

3.4 Conductivité du dispositif D3 - Résistance au carbure de silicium

1. Compléter le tableau ci-dessous.

Grandeur	Longueur (cm)	Diamètre (mm)
Valeur constructeur	1,5	0,25
Incertitude type	0,05	0,005
Précision		

2. Compléter et légender le schéma du montage ci-dessous.



Montage 2

3. Réaliser le montage ci-dessus. Expliquer la différence avec le montage 1.
4. Compléter le tableau ci-dessous, en prenant comme **tension maximale 15 V**.

I (A)						
U (V)						

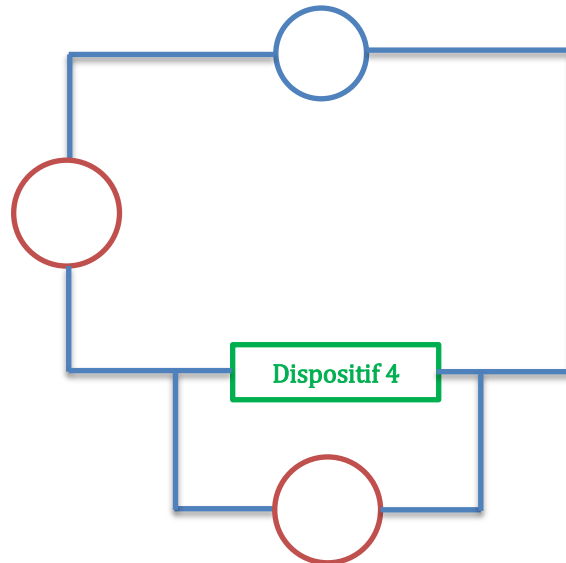
5. La loi d'Ohm est-elle vérifiée ?
6. Déterminer la conductance G du dispositif.

R (Ω)						
G (S)						

7. Calculer la valeur de la conductance σ de SiC.
8. En déduire l'incertitude type sur σ avec un intervalle de confiance de 95%.

3.5 Conductivité du dispositif D4

1. Réaliser le montage 3 ci-dessous avec le dispositif D4.



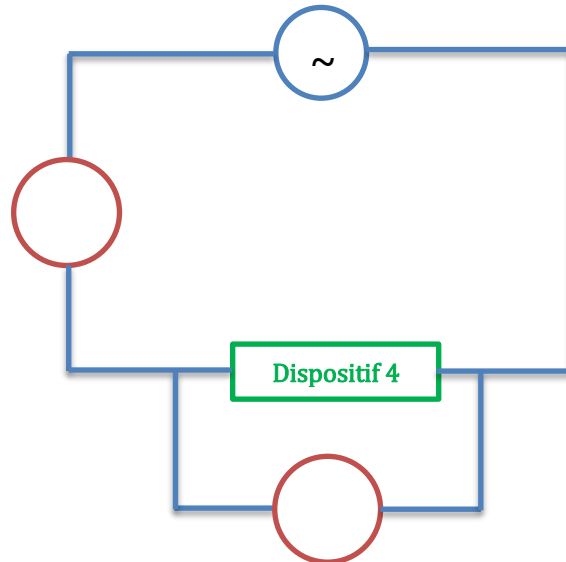
Montage 3

2. Compléter le tableau ci-dessous, en prenant comme **tension maximale 15 V**.

U (V)						
I (A)						

3. Peut-on déterminer la conductivité σ du dispositif D4 ?

4. Réaliser le montage 4 ci-dessous avec le dispositif D4 et relever la valeur du courant pour une tension efficace de l'ordre de 6 V.



Montage 4

5. Que peut-on dire alors sur le dispositif D4 ?

6. De quel type de matériau est-il constitué ?