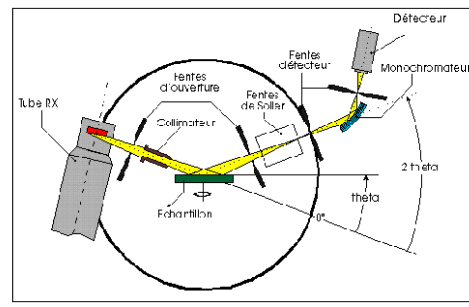


Exercice 1.4 :
Indexation de diagrammes de diffraction par les poudres

Echantillon :Poudre de corundum Al_2O_3 traité à 1300°C :corundum : Al_2O_3 **Appareil d'acquisition :**

L'analyse radiocristallographique de l'échantillon à température ambiante a été réalisée à l'aide du diffractomètre D500-SIEMENS (BRUKER) opérant en géométrie focalisant de type Bragg- Brentano. La source de rayons X produit par une anticathode de cuivre et alimenté par un générateur fonctionnant sous 1800 W (45 kV , 40 mA).

**Diffractogramme :**Mesure par pas de $0,02^\circ$ en 2θ , avec un temps de comptage de 30s par pas.Balayage de 5.00 à $148^\circ 2\theta$.Fichier Al_2O_3 .dat**Fichier contenant les paramètres de départ**

Open Labs/Corundum

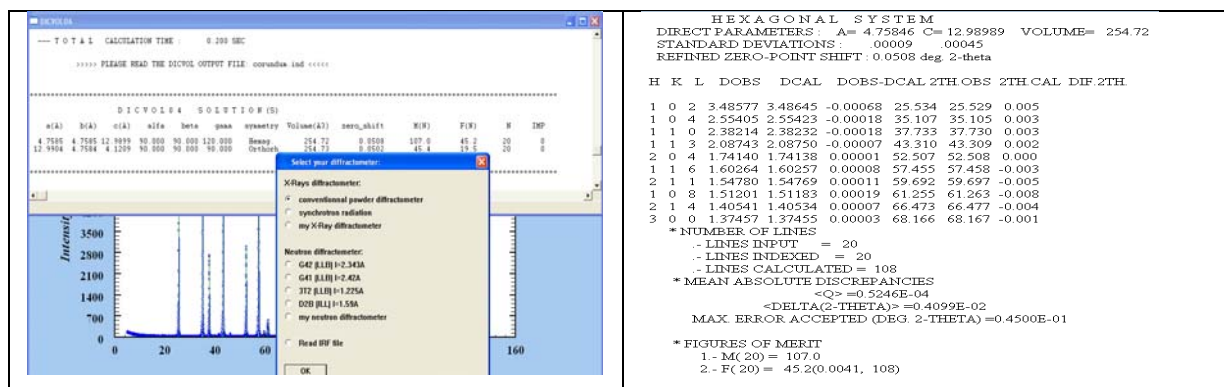
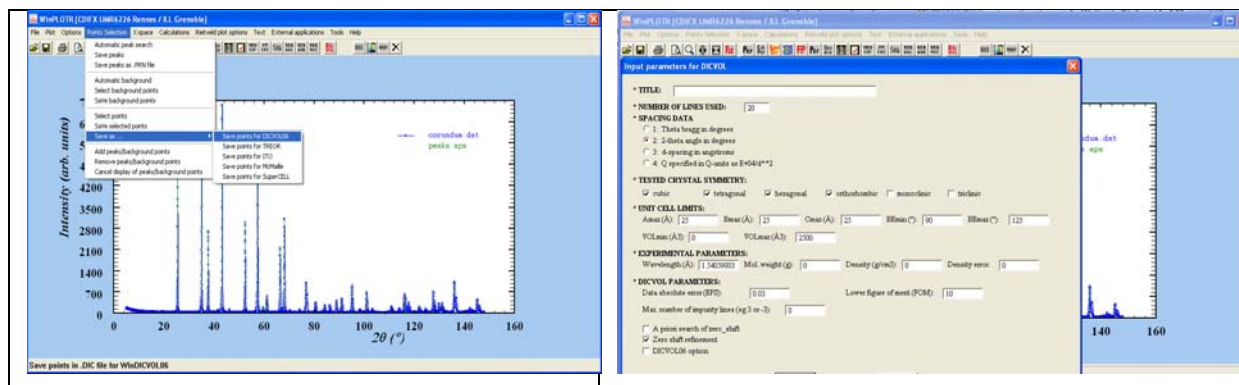
Programme utilisé

FULLPROF. Il existe beaucoup d'autres programmes similaires comme DBWS ou GSAS.

Le but de ces exercices est d'indexer des diagrammes de diffraction par les poudres et de déterminer les paramètres de maille et le groupe d'espace compatible avec le diagramme, en suivant les différentes étapes suivantes :

Démarrage du programme**FullProf suite****WinPLOTR****Détermination du système cristallin et des paramètres de maille par DICVOL****Lancer WinPLOTR**

- Sauvergarde des positions pour les programmes d'indexation DICVOL



Détermination du système cristallin et des paramètres de maille par TREOR

- Recherche à nouveau les positions des réflexions de Bragg
- Sauvergarde des positions pour les programmes d'indexation TREOR

Création d'un fichier .pcr pour FullProf

- Affinement du diagramme complet avec FullProf en mode "profile matching"

La méthode "profile matching" ou Méthode Le Bail

Créer un fichier .pcr approprié pour une résolution structurale avec FullProf.

Analyser et corriger le fichier .pcr créé par dicvol ou treor.

La construction du fichier .pcr passe par les étapes suivantes :

- Vérification des différents paramètres instrumentaux :

histograms : Job : X-ray Data , 2θ min/max , pas (Thmin, Step, Thmax), Wavelength 1 , Wavelength 2 , Ratio , Base Width, Cthm, AsyLim, Polarization, Jbt, Irf

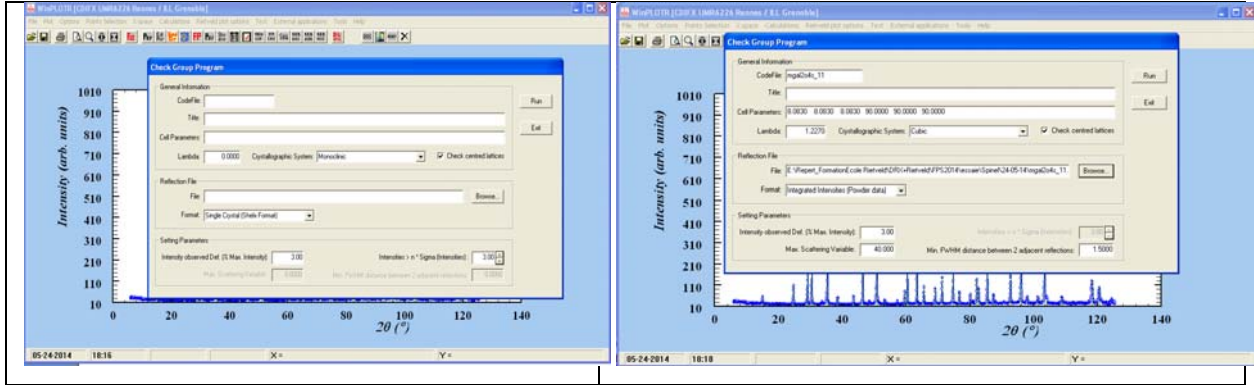
Lorsque tout cela est fait, l'affinement peut commencer en effectuant dans l'ordre :

- 1) Le zéro
- 2) Les facteurs a, b, c et α , β , γ (attention, ne pas affiner les angles : 90, 120, ...)
- 3) Le W
- 4) U et V

1) Les termes de la polynomiale représentant le background
 Consulter les fichiers de sortie : .out, .sum

Recherche du Groupe d'espace

Lancer Check Group Program



- Déterminer un groupe d'espace le plus probable, compatible avec le diagramme observé avec le programme Check Group

```

PROGRAM CHECK_GROUP: attempt to select the possible space groups from
an experimental Powder Diffraction Pattern
or a single crystal list of structure factors
Author: J.Rodriguez-Carvajal (version 0.01, based on CrysFML)

Conditions
Input hkl file: E:\Report_FormationEcole Rietveld\DXR\Rietveld\FFS2014\essai\A2O3\21-05-14\corandem_11.hkl
Crystal System: Trigonal
Check centred cells?: Y
Maximum angle: 40.0000
Number of FWHMs: 1.5000
Threshold in %: 3.00

=> Title of the hkl file: Pattern# 1 Phase No: 1 A2O3 Lambda: 1.540600 CELL: 4.75
=> List of read reflections:
h k l Intensity Sigma 2theta FWHM Good?
0 0 3 5.7050 0.4680 20.4981 0.1615 1
1 0 0 6.4470 0.4910 21.5501 0.1619 1
1 0 1 4.5660 0.4310 22.6222 0.1623 1
1 0 2 6.817220 3.4540 25.5836 0.1635 1
0 0 4 1.9660 0.2060 27.4470 0.1643 1
1 0 3 21.9130 1.2090 29.9154 0.1653 1
0 0 5 1.7260 0.1910 34.5004 0.1673 1
1 0 4 1059.9210 4.9220 35.1613 0.1676 1
1 1 0 436.3960 3.5910 37.7874 0.1688 1
=> Number of good reflections: 9
Maximum intensity: 1059.9210

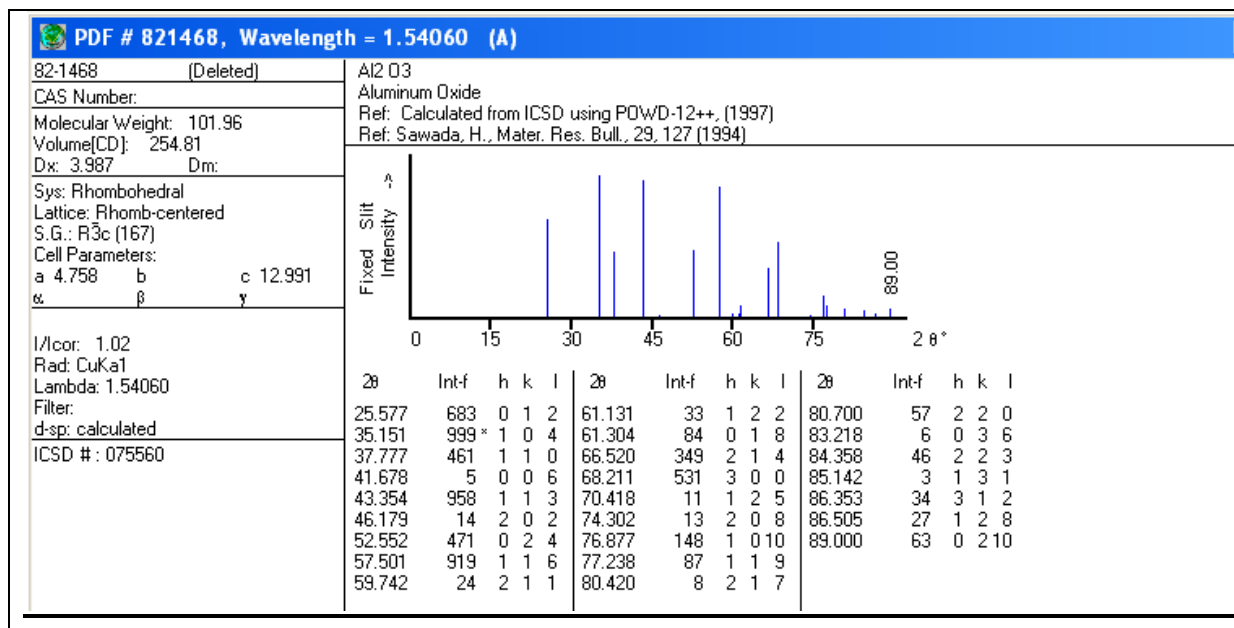
Minimum (for observed) : 31.7976
Number of Space Group tested: 32
=> LIST OF POSSIBLE SPACE GROUPS, a total of 25 groups are possible
Number(H) Hermann-Mauguin Symbol Hall Symbol Merit
153 P 32 1 2 P 32 2c (0 0 -1) 12.00
167 R -3 cr -P 3* 2n 1.71
161 R 3 cr P 3* -2n 1.71
158 P 3 c 1 P 3 -2'c 1.71
165 P -3 c 1 -P 3 2'c 1.71
152 P 31 2 1 P 31 2' 1.50
154 P 32 2 1 P 32 2'' 1.50
144 P 31 P 31 1.50
159 P 3 1 c P 3 -2c 1.50
151 P 31 1 2 P 31 2c (0 0 1) 1.50
163 P -3 1 c -P 3 2c 1.50
145 P 32 P 32 1.50
164 P -3 m 1 -P 3 2'' 1.00
166 R -3 mr -P 3* 2 1.00
160 R 3 mr P 3* -2 1.00
162 P -3 1 m -P 3 2 1.00
    
```

Sur le fichier .pcr, changer le groupe d'espace P6/mmm en R-3c et lancer le programme

La méthode "Rietveld" ou Résolution structurale

```

COL  ICSD Collection Code 75479
DATE Recorded Apr 22, 1996
NAME Aluminium oxide
FORM Al2 O3
  = Al2 O3
TITL Neutron diffraction measurements of the residual stresses in Al2
      O3 - Zr O2 (Ce O2) ceramic composites
REF  Journal of the American Ceramic Society
      JACIA 77 (1994) 1569-1575 Issue 6
AUT  Wang X - L, Hubbard C R, Alexander K B, Becher P F
CELL a=4.755(0) b=4.755(0) c=12.991(1) ̑=90.0 ̒=90.0 ̓=120.0
      U=254.4 Z=6
SGR  R -3 c H (167) - trigonal
CLAS -3m (Hermann-Mauguin) - D3d (Schoenflies)
PRS  hR30
ANX  A2X3
PARM Atom No OxStat Wyck -----X-----Y-----Z-----SOF-
      Al 1 3.000 12c 0. 0. 0.3520(3)
      O 1 -2.000 18e 0.3063(4) 0. 1/4
WYCK e c
ITF  Al 1 B=0.17(7)
ITF  O 1 B=0.17(5)
REM  NDP (neutron diffraction from a powder)
REM  RUP
RUAL 0.070
TEST At least one temperature factor is implausible or meaningless but
      agrees with the value given in the paper. (Code 52)
    
```



Reprendre le même procédure pour affiner la phase PbSO₄

Echantillon :

pbsox.dat PbSO₄ 1.54060 1.54440 0.50 0

```

COL ICSO Collection Code 75955
DATE Recorded Apr 22, 1996
NAME Lead sulfate
FORM Pb (S O4)
= O4 Pb S
TITL The use of the serial-correlations concept in the figure-of-merit
function for powder diffraction profile fitting
REF Journal of Applied Crystallography
JACGA 27 (1994) 288-297
AUT Andreev Yu G
CELL a=8.479(0) b=5.398(0) c=6.959(0) ̑=90.0 ̒=90.0 ̓=90.0
U=318.5 Z=4
SGR P n m a (62) - orthorhombic
CLAS mmm (Hermann-Mauguin) - D2h (Schoenflies)
PRS oP24
ANX ABX4
PARM Atom No OxStat Wyck X Y Z -SOF-
Pb 1 2.000 4c 0.1880(7) 1/4 0.1667(11)
S 1 6.000 4c 0.0651(23) 1/4 0.6832(28)
O 1 -2.000 4c 0.9072(13) 1/4 0.5943(14)
O 2 -2.000 4c 0.1924(14) 1/4 0.5443(16)
O 3 -2.000 8d 0.0813(8) 0.0279(12) 0.8092(10)
WYCK d c4
ITF Pb 1 B=1.43(15)
    
```

