



HAL
open science

L'enseignement de la cristallographie en sciences des matériaux

Antoine Barnabé, Patrick Rozier

► **To cite this version:**

Antoine Barnabé, Patrick Rozier. L'enseignement de la cristallographie en sciences des matériaux. L'Actualité Chimique, 2014, n° 387, pp. 57-62. hal-01176906

HAL Id: hal-01176906

<https://hal.science/hal-01176906>

Submitted on 16 Jul 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Open Archive TOULOUSE Archive Ouverte (OATAO)

OATAO is an open access repository that collects the work of Toulouse researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in : <http://oatao.univ-toulouse.fr/>
Eprints ID : 13963

To link to this article :

URL : <http://www.lactualitechimique.org/L-enseignement-de-la-cristallographie-en-sciences-des>

To cite this version : Barnabé, Antoine and Rozier, Patrick
L'enseignement de la cristallographie en sciences des matériaux.
(2014) Actualité Chimique (L') (n° 387). pp. 57-62. ISSN 0151-9093

Any correspondance concerning this service should be sent to the repository administrator: staff-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr

L'enseignement de la cristallographie en sciences des matériaux

Antoine Barnabé et Patrick Rozier

Résumé	La cristallographie est une discipline scientifique clé à l'interface de nombreuses spécialités enseignées dans l'enseignement supérieur. Dans le cadre des formations « Matériaux » de l'Université Paul Sabatier Toulouse III, l'enseignement de cette discipline vise principalement à donner aux étudiants les moyens d'appréhender les problèmes liés aux aspects structuraux et microstructuraux de la matière. Leur mise en pratique <i>via</i> des méthodes actuelles d'analyse est au centre de ces enseignements et fait l'objet de quelques illustrations de cet article.
Mots-clés	Cristallographie, sciences des matériaux, diffraction, rayons X, enseignement, travaux pratiques.
Abstract	Crystallography teaching in material sciences Crystallography is a key scientific discipline at the interface of many specialties taught in higher education. In the frame of the training in material sciences at the University Paul Sabatier Toulouse III, the teaching of this discipline is primarily intended to provide students with the means to understand the problems related to structural and microstructural aspects of the material. Their implementation <i>via</i> current methods of analysis is at the heart of this teaching and is the subject of this article through few illustrations.
Keywords	Crystallography, material sciences, diffraction, X-ray, teaching, lab works.

La connaissance de la structure atomique de tout composé possédant une quelconque organisation est essentielle à la compréhension des phénomènes physiques, chimiques et/ou biologiques qui s'y produisent, et par conséquent à l'optimisation des propriétés d'usages nécessaires aux diverses applications technologiques [1]. La cristallographie, la science qui s'intéresse aux cristaux, à leurs formations et à leurs propriétés, est donc une discipline clé pour toutes les spécialités telles que la physique, la chimie, la biologie, les géosciences ou les matériaux.

Pour les étudiants en sciences des matériaux dépendant du Département de chimie de l'Université Toulouse III Paul Sabatier (UPS), cet enseignement est essentiel et historique. Les différents aspects de la cristallographie tels que la cristallographie géométrique (réseau direct et symétries), la cristallographie chimie (descriptions structurales, relations synthèses/structure/microstructure/propriétés) ou la radiocristallographie (rayonnements, techniques fondamentales) y ont toujours été abordés dans les diverses formations [2]. Après une approche très géométrique tournée vers le monde minéral, ces enseignements ont évolué ces dernières années avec le développement et la généralisation de nouveaux moyens d'enregistrement et de traitement des données liés aux progrès de l'informatique et de l'automatique. Aujourd'hui, ils font l'objet de parties ou d'unités d'enseignements complètes dans des formations de fin de premier cycle (licence 3) ou de début de second cycle (master 1) scientifique du supérieur.

Cet article présente succinctement les grandes orientations de ces enseignements qui s'attachent à fournir des méthodes d'acquisition et de traitement des données

permettant de comprendre, et donc d'optimiser, les propriétés d'un matériau au travers de la caractérisation de l'organisation spatiale de ses éléments constitutifs.

Après un rappel des éléments de base nécessaires pour décrire la structure de la matière solide organisée, la connaissance des instruments d'études, les caractérisations structurales, microstructurales et leurs relations avec les propriétés physiques seront abordées au travers d'exemples spécifiques tels que la détermination des contributions expérimentales, la proportion de phases dans un mélange binaire, les tailles apparentes de cristallites et les propriétés diélectriques de matériaux polycristallins.

Ces illustrations feront largement appel aux enseignements pratiques mis en place au sein du groupement de travaux pratiques « Matériaux » du Département de chimie de l'UPS avec l'acquisition en 2008 d'un diffractomètre parafocalisant de type Bragg-Brentano en configuration θ - 2θ (figure 1). Ils concernent plus particulièrement les étudiants de licence 3 professionnelle « Traitement et contrôle des matériaux » [3] et master 1 « Sciences des matériaux » [4]. À ce titre, ces enseignements sont orientés vers différents domaines de compétences allant de l'utilisateur au cristallographe averti.

Le solide cristallin et l'interaction rayonnement/matière

L'enseignement de la cristallographie nécessite de définir le solide cristallin et d'établir les conventions concernant sa description. Généralement vues au cours des premières

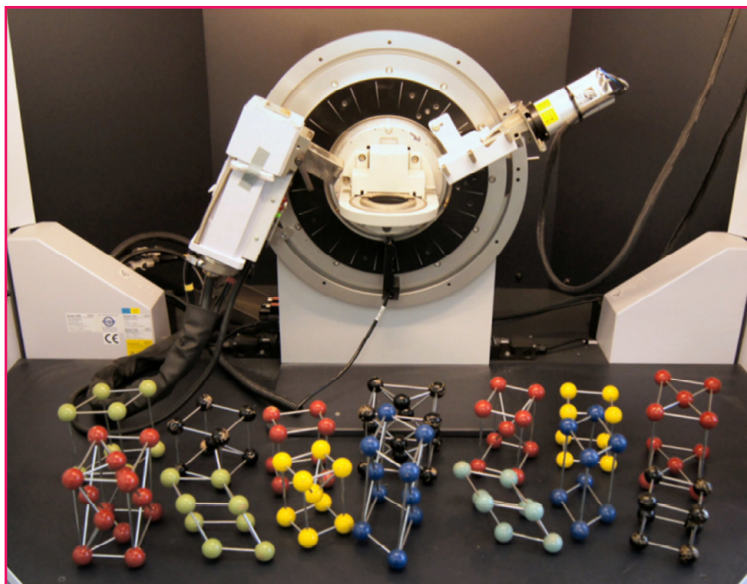


Figure 1 - Diffractomètre Bragg-Brentano θ - 2θ et modèles de Bravais.
Service de TP « Matériaux », Département de chimie, Université Toulouse III Paul Sabatier.

années du premier cycle du supérieur, les notions de périodicité tridimensionnelle, la définition de la maille puis du motif sont succinctement reprises et complétées par un rappel sur la nomenclature des indices de Miller. Les différents réseaux de Bravais décrits, une attention particulière est portée sur la description des éléments de symétrie et leur combinaison. Volontairement, l'aspect mathématique (développement matriciel) est occulté pour se focaliser sur un aspect plus descriptif des différents éléments de symétries avec ou sans translation, pour aboutir à la définition de l'unité asymétrique du groupe ponctuel puis du groupe d'espace.

En parallèle de cet enseignement, les interactions entre les rayonnements (ionisants) et la matière sont abordées d'une manière générale, puis en distinguant la nature du centre diffuseur en fonction du rayonnement sélectionné (neutrons, rayons X, électrons) afin d'identifier les différents types d'informations accessibles. La combinaison des

interactions rayonnements/matière cristallisée permet d'introduire le phénomène de diffraction puis, par les équations de Laue, la définition du réseau réciproque dont les relations avec le réseau direct sont mises en évidence, notamment par la relation de Bragg. L'intensité de la diffraction est introduite à partir du calcul du facteur de structure corrigé de l'agitation thermique et pondéré par les corrections de Lorentz, polarisation et absorption (figure 2).

Étant la technique de cristallographie la plus utilisée, tant dans le monde académique qu'industriel, la diffraction des rayons X sur poudre sert d'illustration à toutes les parties de cet enseignement. Combinant cours magistraux (CM) visant à rappeler ou donner les fondements théoriques de la cristallographie et travaux dirigés (TD) illustrant les différentes notions abordées, une grande part est dédiée aux travaux pratiques (TP). Dans un souci d'appliquer la cristallographie à la science des matériaux, même si une approche concernant la détermination structurale sur monocristaux est abordée, l'essentiel de l'enseignement se focalise rapidement sur les techniques de diffraction sur poudre avec étude du diffractomètre et des paramètres instrumentaux, identification de phases et de leur proportion dans un échantillon inconnu, détermination des paramètres microstructuraux et affinement d'un modèle structural par la méthode de Rietveld.

Considérations instrumentales

La découverte par les étudiants des méthodes expérimentales se fait essentiellement en séance de TP sur le diffractomètre de type Bragg-Brentano (figure 1) à disposition.

Après une présentation du processus de production des rayons X qui résulte du bombardement par des électrons d'une cible métallique (radiation blanche et radiations caractéristiques), les différents éléments constituant l'appareil sont présentés : enceinte de protection, générateur haute tension, goniomètre, source (figure 3), éléments d'optique, détecteur et poste de contrôle... Une attention toute particulière est portée sur la nature des matériaux utilisés dans les différents

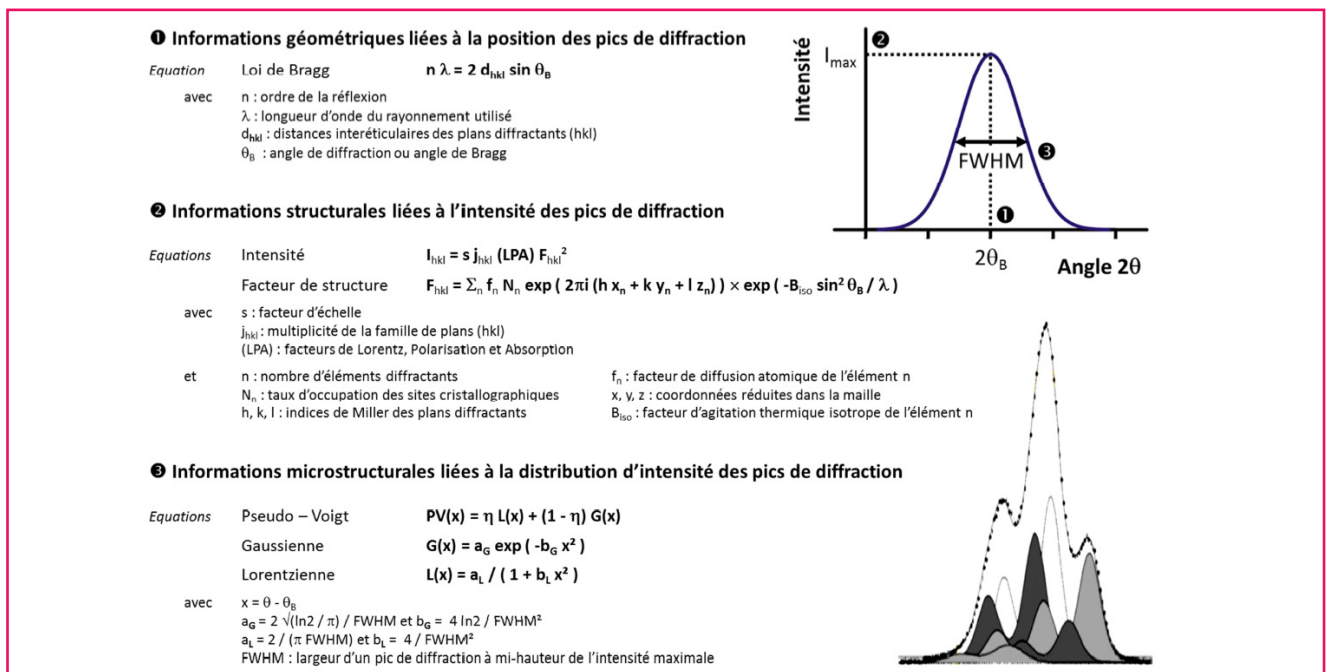


Figure 2 - Paramètres régissant la position, l'intensité et la distribution d'intensité des pics de diffraction.



Figure 3 - Tubes scellés utilisés pour la production de rayons X et pictogramme « danger radiation ionisante ».

parties du diffractomètre (tube, gaine, enceinte de protection...). Il est demandé ici aux étudiants de faire un lien entre les propriétés d'usage des matériaux et les interactions rayons X/matière préalablement vues en CM et TD. Par exemple, le faible travail d'extraction du tungstène ($\phi_W = 4,5 \text{ eV}$) ainsi que son caractère réfractaire ($T_W^{\text{fus}} = 3383 \text{ °C}$), les fortes conductivités thermique ($\lambda_{\text{Cu}} = 400 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) et électronique ($\sigma_{\text{Cu}} = 6 \times 10^7 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$) du cuivre, ou l'augmentation moyenne du coefficient d'absorption massique en fonction du numéro atomique entre le béryllium et le plomb ($(\mu/\rho)_{\text{Be}(Z=4)} \approx 1 \text{ cm}^2\cdot\text{g}^{-1}$ contre $(\mu/\rho)_{\text{Pb}(Z=82)} = 131 \text{ cm}^2\cdot\text{g}^{-1}$ à $E = 10 \text{ keV}$) permettent respectivement d'expliquer l'utilisation du tungstène comme matériau de source thermoïnique, du cuivre comme matériau d'anode, du béryllium comme matériau de fenêtre ou du plomb comme matériau de blindage (shutter, cage, fentes...). Un focus particulier est également fait lors de cette introduction sur les notions de sécurité, en particulier au niveau de la radioprotection.

Suite à cette présentation générale de l'appareil, quelques paramètres expérimentaux cruciaux sont explorés. Les étudiants effectuent plusieurs séries d'enregistrements, souvent limités à des domaines angulaires restreints, avec un échantillon standard de référence supposé parfait (poudre de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ commercialisée par le NIST (National Institute of Standard and Technology)). L'objectif est ici que les étudiants mesurent par eux-mêmes l'influence des conditions d'enregistrement sur les caractéristiques des diffractogrammes résultants et puissent ensuite utiliser correctement ce type d'appareil, en connaître et quantifier les aberrations.

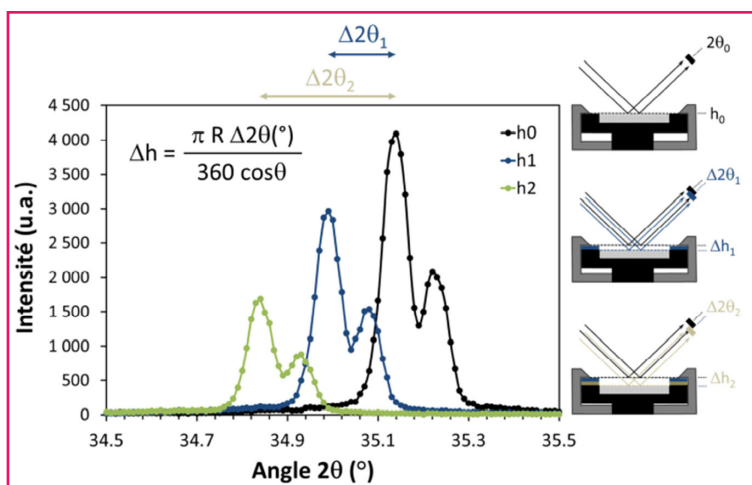


Figure 4 - Mise en évidence des effets de décalage angulaire et de perte d'intensité (diffractogrammes) dus aux décentrages de l'échantillon du centre du cercle goniométrique (schéma à droite).

À titre d'exemple, la monochromatisation du faisceau de rayons X issu du tube par insertion de filtres de différentes natures est étudiée en comparant des spectres enregistrés sans filtre avec ceux enregistrés avec filtres adaptés (Ni pour éliminer la $K\beta$ de Cu) et non adaptés (Al). À nouveau, les caractéristiques d'absorption des matériaux employés sont mesurées et discutées (cf. loi de Beer-Lambert).

La focalisation approchée, ou para-focalisation, est étudiée en variant les distances sources-échantillon-détecteur par décentrage volontaire de l'échantillon du centre du cercle goniométrique. Ce décentrage est réalisé par insertion d'une ou plusieurs feuilles de papier de quelques dixièmes de millimètres d'épaisseur entre la surface réelle de l'échantillon et le plan référence (figure 4).

La mesure du décalage angulaire ($\Delta 2\theta$) permet de calculer ce décalage en position de l'échantillon (Δh) (figure 4) qui est comparé aux épaisseurs des feuilles de papier utilisées mesurées par un micromètre digital. Les étudiants sont ainsi sensibilisés aux préparations des échantillons (hauteur et planéité) et aux ordres de grandeurs accessibles *via* les mesures angulaires du goniomètre.

L'influence des fentes de focalisation sur la dispersion spectrale est ensuite étudiée. Des séries d'enregistrements du pic (104) de l'alumine α avec des fentes allant de 0,05 à plus de 2 mm sont effectuées, et les intensités et largeurs de pics FWHM (« full width @ half maximum ») sont discutées.

Un enregistrement complet de 20° à 120° en 2θ ($\lambda_{\text{CuK}\alpha}$) est réalisé. La mesure des largeurs de pics FWHM sur l'ensemble du domaine par des méthodes pic par pic, puis le tracé $\text{FWHM} = f(2\theta)$ permettent de vérifier que les contributions instrumentales au profil de raie sont dépendantes de l'angle de diffraction. Un double changement de variable ($Y = \text{FWHM}^2$ et $X = \tan\theta$) permet ensuite aux étudiants de définir graphiquement (tracé de $Y = f(X)$ puis ajout d'une courbe de tendance polynomiale de degré 2) les grandeurs U, V, W intrinsèques au diffractomètre. Ces valeurs U, V, W sont les coefficients du polynôme de Caglioti [5] décrivant l'évolution de cette largeur en fonction de l'angle de Bragg selon :

$$\text{FWHM}^2 = U \tan^2\theta + V \tan\theta + W$$

D'autres paramètres, tels que la rotation de l'échantillon sur lui-même, l'influence des pas de mesure angulaire, du temps de comptage par pas ou de la puissance nominale du tube (I et U), sont également étudiés.

Afin de vérifier la bonne mise en pratique des conditions de mesures ainsi prédéfinies (type de fentes, filtres, hauteur, rotation, pas, temps de comptage...) et la préparation correcte de l'échantillon, il est demandé aux étudiants d'enregistrer le diffractogramme d'un échantillon inconnu. La qualité de cet enregistrement est validée par l'analyse comparative des couples ($I, 2\theta$) avec un fichier référence ICDD-PDF (International Center for Diffraction Data-Powder Diffraction File). Il permet également aux enseignants d'introduire les effets dus aux imperfections des échantillons tels que les orientations préférentielles, les tailles de domaines diffractants et les microcontraintes, qui font l'objet d'autres TP.

Identification et détermination de la proportion des phases dans un mélange

L'une des utilisations les plus répandues de la diffraction des rayons X sur poudre consiste en l'identification de phase. Si elle peut être effectuée par utilisation de bases de données sans connaissances particulières, cette

Tableau I - Données structurales des phases identifiées dans le mélange α -Fe + ZnO.
Les valeurs des cellules jaunes et vertes sont à compléter par les étudiants avec les données structurales et formules de calculs respectivement. Celles des cellules bleues sont données.

Fe (α)						ZnO (wurtzite)					
Groupe d'espace :			I m-3 m			Groupe d'espace :			P 6 ₃ m c		
a =			2,85 Å			a =			3,25 Å 5,20 Å		
At.	Wyck.	x	y	z	Occ.	At.	Wyck.	x	y	z	Occ.
Fe	2a	0	0	0	2/96	Zn	2b	1/3	2/3	0	2/12
						O	2b	1/3	2/3	0,37	2/12

Tableau II - Facteur d'échelle et détermination de la proportion massique des phases.

Phase	ZnO				Phase	Fe			
Phase N° 1	Échelle =	4,16 x 10 ⁻²	Z =	2	Phase N° 2	Échelle =	1,11 x 10 ⁻²	Z =	2
	M =	81,3794	V =	47,6102		M =	55,847	V =	23,5481
	s ZMV =	3,22 x 10 ²				s ZMV =	2,92 x 10 ¹		
	Wt % =	91,7 %				Wt % =	8,3 %		
	Mol % =	88,3 %				Mol % =	11,7 %		

identification puis la quantification des phases identifiées sont l'occasion d'appliquer l'ensemble des notions de cristallographie fondamentale.

Si le diffractogramme expérimental d'un composé peut être considéré comme une signature quasi unique, les incertitudes expérimentales ou même l'absence de référence exacte du composé analysé compliquent parfois l'identification des phases. Afin d'acquies d'autres données tout en montrant une autre utilisation du rayonnement X, les étudiants ont à leur disposition en TP un spectromètre de fluorescence X qui permet l'analyse élémentaire de leur échantillon et sert à affiner leurs critères de recherche dans les bases de données.

Avec l'analyse diffractométrique couplée à l'analyse élémentaire, il est assez aisé pour les étudiants d'identifier un mélange binaire simple. Il est par contre plus difficile de quantifier les phases avec exactitude en raison des possibles orientations en diffraction ou effet de matrice en fluorescence.

Cette étape d'identification se poursuit donc par un approfondissement des connaissances cette fois plus théoriques de la cristallographie par la détermination des proportions des phases en présence.

Le rappel de la formule générale de calcul de l'intensité d'un pic de diffraction met en évidence l'existence d'un lien entre intensité mesurée et quantité de matière par le facteur d'échelle s (figure 2). Il est alors proposé de déterminer ce facteur d'échelle par affinement global du diffractogramme expérimental par la méthode de Rietveld [6] basée sur la minimisation, par la méthode des moindres carrés, de la quantité Δ définie par :

$$\Delta = \sum_i (I_i(\text{Obs}) - I_i(\text{Calc}))^2$$

où $I_i(\text{Obs})$ et $I_i(\text{Calc})$ sont les intensités observée et calculée à chaque point angulaire i de mesure.

Cette approche impose à l'étudiant de calculer un diffractogramme et par conséquent de déterminer les paramètres régissant successivement la position des pics de diffraction, leur intensité et la distribution de leur intensité (figure 2). La position des pics de diffraction est reliée à la métrique du réseau direct par la loi de Bragg et implique la connaissance des paramètres de maille des composés. L'intensité diffractée I_{hkl} nécessite le calcul du facteur de structure F_{hkl} , imposant

la connaissance d'un modèle structural complet incluant l'unité asymétrique. La distribution de l'intensité sera considérée comme suivant une fonction simple de type pseudo-Voigt.

Dans l'exemple proposé, le mélange est constitué de deux phases ZnO et Fe. Le modèle structural du fer est établi par l'étudiant à partir de sa description simple (cubique centré) en définissant le groupe d'espace I m-3 m et l'unité asymétrique associée. Les paramètres de maille sont évalués à partir des règles de tangence. Le modèle structural de ZnO plus compliqué est fourni à l'étudiant (tableau I). Seules les natures des sites et leurs occupations sont à trouver à l'aide des tables internationales de cristallographie [7].

À noter que la définition particulière des occupations dans le logiciel Fullprof [8] permet aussi de revenir sur les notions de multiplicité et de position particulière et générale. Ces rappels sont par ailleurs utilisés pour déterminer quelles coordonnées atomiques peuvent être affinées.

Le fichier de commande préconfiguré pour le type d'affinement souhaité est complété par l'étudiant (points expérimentaux définissant par interpolation linéaire le bruit de fond et modèles structuraux) à l'aide d'une annexe descriptive simplifiée. Un premier cycle sans affinement permet de valider visuellement les modèles choisis (figure 5). L'étudiant doit ensuite affiner successivement l'ensemble des paramètres pertinents en mettant en avant le rôle joué par chacun d'eux sur la position, l'intensité ou la distribution d'intensité des pics de diffraction.

Après affinement, le facteur d'échelle s de chacun des composés (Fe et ZnO) est utilisé pour déterminer les proportions massiques puis molaires des phases en présence (tableau II) selon :

$$C_k = (s \text{ ZMV})_k / \sum_n (s \text{ ZMV})_n$$

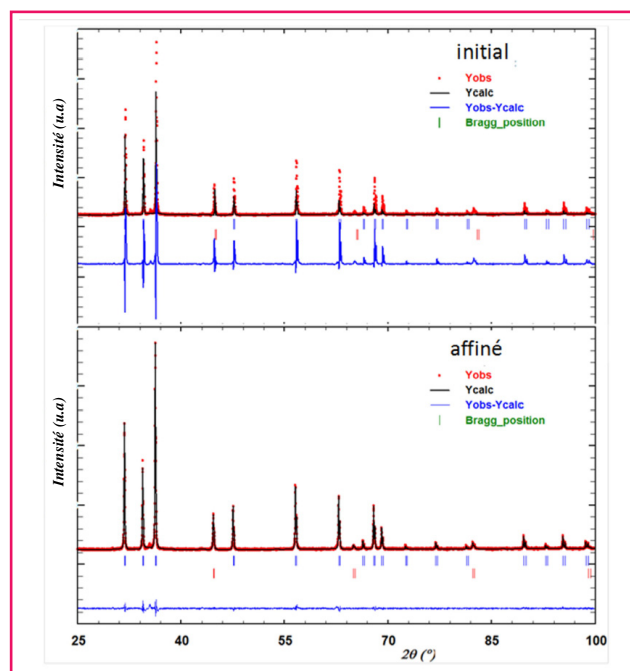


Figure 5 - Diffractogramme expérimental calculé et différence avant et après affinement global par la méthode de Rietveld.

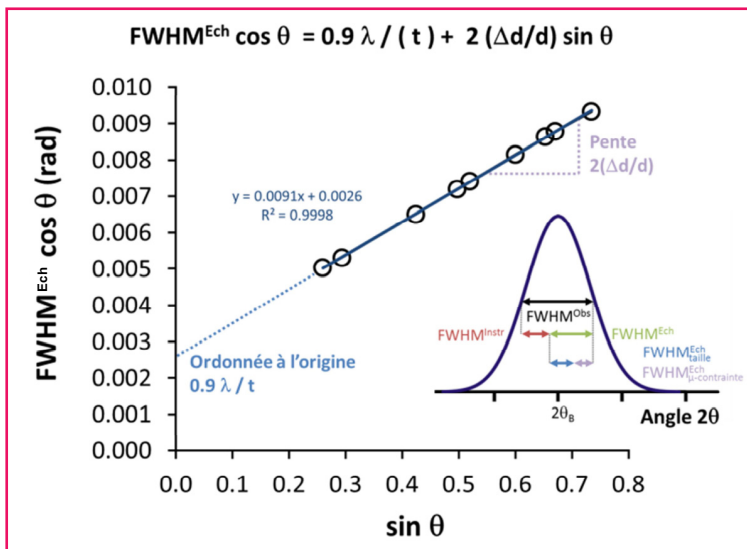


Figure 6 - Diagramme de Williamson et Hall et détermination de la taille apparente des cristallites et des microcontraintes (échantillon nanocristallin de ZrO_2).

où C_k est la teneur massique de la phase k dans le mélange à n phases, et s , Z , M , et V sont respectivement le facteur d'échelle, la multiplicité, la masse molaire du motif et le volume de la maille de chacune des phases [9].

Les étudiants peuvent ensuite faire une autoévaluation de ces résultats par comparaison avec la proportion de phases approximativement déduite des analyses élémentaires ou par ajustement manuel de l'intensité du pic principal des fiches rapportées dans les bases de données.

Analyse microstructurale

Après avoir identifié et quantifié la contribution instrumentale (coefficients U , V et W du polynôme de Caglioti permettant de calculer $FWHM^{Inst}$ à tout angle de diffraction 2θ) sur la distribution totale d'intensité diffractée ($FWHM^{Obs}$), les étudiants abordent dans cette partie l'étude de la contribution des échantillons ($FWHM^{Ech}$) à cette distribution.

Ils utilisent ici à la fois une méthode globale d'affinement structural simplifié (méthode de Le Bail [8]) et une méthode pic par pic, pour déterminer la distribution totale de largeurs à mi-hauteur $FWHM^{Obs}$ sur l'ensemble du domaine angulaire, puis la contribution propre à l'échantillon moyennant quelques hypothèses simplificatrices ($FWHM^{Obs} = FWHM^{Ech} + FWHM^{Inst}$ dans le cas de profils purement lorentziens). Ils sont amenés à s'interroger sur l'efficacité de la méthode pic par pic lorsqu'il y a recouvrement de pics sous la même enveloppe.

Pour des échantillons présentant des tailles de grains nanométriques et/ou des taux non négligeables de microdéformations, cette contribution $FWHM^{Ech}$ devient prépondérante et aisément mesurable dans les conditions des TP.

Par exemple, pour des particules de ZrO_2 de quelques dizaines de nanomètres de diamètre et pour une largeur instrumentale d'environ $0,07^\circ$ à $2\theta = 50^\circ$, une $FWHM^{Ech}$ égale à $0,41^\circ$ est obtenue.

En utilisant la relation de Debye et Scherrer reliant l'élargissement des pics de diffraction $FWHM_{taille}^{Ech}$ aux tailles des domaines diffractants t selon :

$$FWHM_{taille}^{Ech} = 0,9\lambda / (t \cos\theta)$$

et la relation de Stokes et Willson reliant l'élargissement des pics de diffraction $FWHM_{\mu\text{-contrainte}}^{Ech}$ aux microdéformations $\Delta d/d$ selon :

$$FWHM_{\mu\text{-contrainte}}^{Ech} = 2(\Delta d/d) \tan\theta$$

il est possible de dissocier ces deux contributions en traçant le diagramme de Williamson et Hall qui élimine la dépendance angulaire de la contribution de l'effet de taille en multipliant $FWHM^{Ech}$ par $\cos\theta$ [5].

Appliqué à l'échantillon de ZrO_2 nanocristallin (figure 6), une ordonnée à l'origine de 0,0026 et une pente de 0,0091 sont trouvées, ce qui correspond à une taille apparente de cristallites t d'environ 50 nm et des microdéformations $\Delta d/d$ inférieures à 5 %.

Application de la diffraction des rayons X à la compréhension des propriétés physiques

L'un des objectifs des sciences des matériaux vise la compréhension des relations structure-propriétés, puis leur contrôle par adaptation de la composition des matériaux. Pour illustrer ce triptyque, l'influence de la composition sur la structure et les propriétés diélectriques de la solution solide $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ sont étudiées. $BaTiO_3$ de type pérovskite présente à température ambiante une distorsion quadratique à l'origine de son comportement ferroélectrique et une transition vers une structure cubique de comportement paraélectrique à $120^\circ C$. La substitution du strontium par le baryum permet de diminuer la température de transition et pour les taux les plus élevés ($x = 0,4$), de stabiliser la variété cubique/paraélectrique à température ambiante.

Des échantillons ($x = 0, 0,2$ et $0,4$) sont préparés par voie céramique puis analysés par diffraction des rayons X sur poudre. La comparaison des diffractogrammes permet à l'étudiant de mettre en évidence la conséquence d'une distorsion structurale (par exemple, séparation des pics (100) de la variété cubique en doublet (100) et (001)). L'évolution, à température ambiante, des paramètres de maille avec la composition confirme l'influence sur la distorsion de la taille relative des deux cations. Après densification des échantillons, l'évolution de la permittivité relative en fonction de la température permet de visualiser l'évolution de comportement électrique des composés (figure 7).

La diminution pour un taux croissant en strontium de la température de transition est reliée à l'influence structurale du strontium telle qu'observée par diffraction des rayons X.

Conclusion

L'enseignement de la cristallographie proposé dans le cadre des formations « Matériaux » de l'Université Toulouse III Paul Sabatier, outre une nécessaire présentation des notions fondamentales, vise principalement à leur mise en pratique via des méthodes actuelles d'analyse. L'acquisition d'un diffractomètre a permis de mettre en place des séries de travaux pratiques apportant progressivement des illustrations aux différentes notions fondamentales gérant la diffraction, les techniques de mesures et les paramètres instrumentaux, jusqu'à la prise en compte des caractéristiques microstructurales des échantillons. Ces enseignements segmentés pour aborder toutes les notions indépendamment servent de base à la réalisation, par les étudiants, d'un projet dont l'objectif essentiel est la mise en place d'une démarche scientifique et

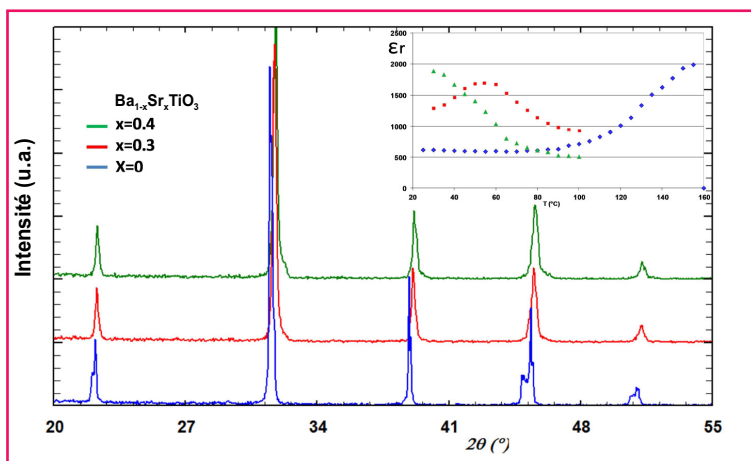


Figure 7 - Diffractogrammes et évolution de la permittivité relative pour des taux croissants x de solution solide $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$.

expérimentale permettant à partir d'échantillons inconnus d'identifier les phases en présence, de les quantifier et de définir leurs paramètres microstructuraux.

Les compétences à acquérir par l'étudiant sont adaptées au niveau visé, allant de l'utilisateur averti (licence professionnelle) à la formation de cristallographes (master 1) capables d'appréhender les relations structure/propriétés des matériaux. Elles servent de socle aussi bien à une application directe, par exemple lors de l'intégration du monde professionnel à un niveau assistant ingénieur, qu'à un approfondissement dans le cadre d'une formation doctorale. À noter que cette formation est aussi proposée dans le cadre de la formation continue où son contenu peut être aisément adapté en fonction du public visé.

Références

- [1] Chung F.H., Smith D.K., *Industrial Applications of X-ray Diffraction*, Marcel Dekker, 2000.

- [2] Mathieu F., *Exercices et Problèmes de Cristallographie*, Cépaduès Éditions, 2002 ; Mathieu F., *Cristallographie géométrique : de l'observation des cristaux aux lois des milieux cristallisés*, Cépaduès Éditions, 2004.
- [3] Licence professionnelle « Traitement et contrôle des matériaux », UE « Propriétés et méthodes d'analyse des matériaux » (6 ECTS – European Credits Transfer System –, 25 h CM, 15 h TD, 40 h TP), www.licencepromateriaux.univ-tlse3.fr.
- [4] Master 1 « Sciences des matériaux », UE « Organisation de la matière solide » (6 ECTS, 24 h CM, 24 h TD et 40 h TP), www.mastermateriaux.univ-tlse3.fr.
- [5] Snyder R.L., Fiala J., Bunge H.J., Defect and microstructure analysis by diffraction, *IUCr Monographs on Crystallography 10*, Oxford Science Publications, 1999.
- [6] Young R.A., The Rietveld Method, *IUCr Monographs on Crystallography 5*, Oxford Science Publications, 1993.
- [7] Symétrie de groupes d'espace, *IUCr Tables Internationales de Cristallographie, Vol. A*, T. Hahn (ed), 2006.
- [8] <https://www.ill.eu/sites/fullprof>
- [9] Madsen I., Scarlett N., Cranswick L., Lwin T., Outcomes of the International Union of Crystallography Commission on powder diffraction. Round Robin on quantitative phase analysis: samples 1a to 1h, *J. Appl. Crystallogr.*, 2002, 34, p. 409.



A. Barnabé

Antoine Barnabé

est professeur à l'Université Toulouse III Paul Sabatier et responsable de la licence professionnelle « Traitement et contrôle des matériaux »*.

Patrick Rozier

est maître de conférences à l'Université Toulouse III



P. Rozier

Paul Sabatier et responsable de la première année du master « Sciences des matériaux ».*

* Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux (CIRIMAT), UMR 5085 CNRS/Institut Carnot, Université Toulouse III Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse Cedex. Courriels : barnabe@chimie.ups-tlse.fr ; rozier@chimie.ups-tlse.fr

L'Union des professeurs de physique et de chimie
Une association d'enseignants au service des enseignants
www.udppc.asso.fr

CONGRÈS
Lyon
26-29 oct.
2014

CONSULTEZ BupDoc
<http://udppc.asso.fr/bupdoc>

ENVOYEZ DES ARTICLES
lebup.secretaire@udppc.asso.fr

Le Bup
une revue scientifique
Tous les Bup de 1907 à ce jour en téléchargement gratuit pour toute adhésion et abonnement
abonnement@udppc.asso.fr

Rejoignez-nous !
UDPPC
facebook

Siège social et courrier : 42 rue Saint-Jacques - 75005 PARIS
Tél. : 01 40 46 83 80 - Fax : 01 46 34 76 61
<http://www.udppc.asso.fr>