

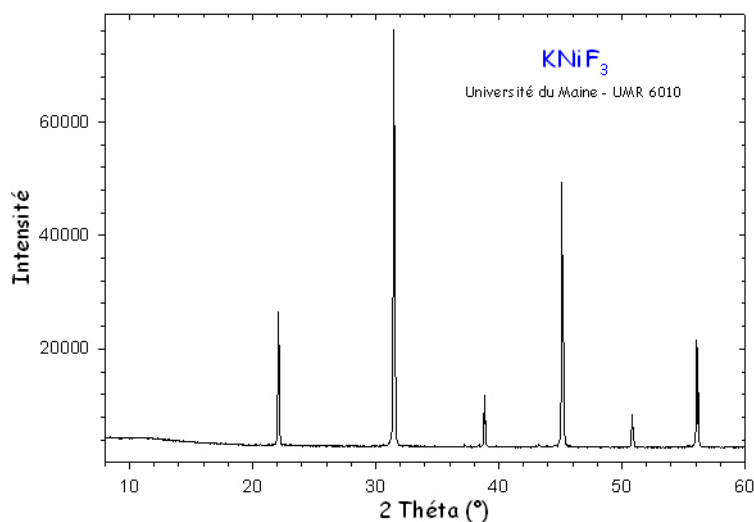
## V – Dépouillement d'un diffractogramme

Des animations de type Shockwave vont vous montrer les différentes étapes de l'interprétation du diffractogramme ; des points d'arrêt sont prévus dans les animations pour séparer les séquences : **les boutons jaunes** permettent la navigation.

Le dépouillement des diffractogrammes sera fait à l'aide du programme EVA. Dans la plupart des cas on cherche à caractériser si la phase cristallisée est pure (pour cela on extrait les valeurs de  $2\theta$ ,  $d_{hkl}$ ,  $I_{rel}$  associées aux pics de diffraction observés) ; on peut aussi chercher à identifier la ou les phases présentes dans une préparation si la phase n'est pas pure.

### 1. Dépouillement et détermination de ( $2\theta$ , $d_{hkl}$ , $I_{rel}$ ) pour chaque pic de diffraction

Le diffractogramme étudié est celui de  $\text{KNiF}_3$   
dont l'enregistrement (sur le diffractomètre déjà décrit) a été montré dans les vidéos de l'étape précédente



La détermination des  $2\theta$ ,  $d_{hkl}$  se fait selon la procédure suivante :

- soustraction du bruit de fond ( **Backgnd** )
- soustraction des pics de diffraction dus au rayonnement  $\text{CuK}\alpha_2$  ( **Strip KA2** )
- étape de recherche ( **Search/match** )  
(les éléments chimiques présents sont imposés, ici – K, Ni, F ). On vérifie que l'on a préparé une phase pure.
- recherche des pics de diffraction ( **Peak search** )

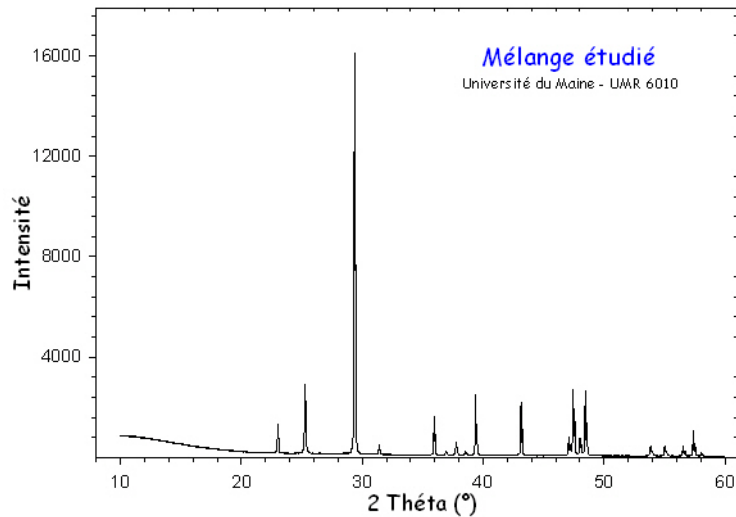
A la fin, n'oubliez pas de fermer  
la fenêtre multimedia

Il est possible d'extraire la liste des ( $2\theta$ ,  $d_{hkl}$ ,  $I_{rel}$ ) ( **Copier/Coller** ) et de la transférer dans un autre programme tel que EXCEL pour une utilisation ultérieure dans le but d'une détermination de paramètre de maille par exemple.

## 2. Dépouillement et identification des phases présentes dans le mélange

L'identification des composés présents dans un mélange en poudre cristalline se fait par comparaison du diffractogramme enregistré avec les diffractogrammes de composés de référence stockés dans la base de données **PDF** ( **P**owder **D**iffraction **F**ile de JCPDS - ICDD : International Centre for Diffraction Data qui contient 157000 fiches dont 133000 de composés inorganiques).

L'identification se fera sur le diffractogramme présenté ci-dessous  
(un mélange de poudres de  $\text{CaCO}_3$  et  $\text{TiO}_2$  enregistré sur le diffractomètre décrit précédemment)



La procédure est la suivante:

- soustraction du bruit de fond ( **Backgnd** )
- soustraction des pics de diffraction dus au rayonnement  $\text{CuK}\alpha_2$  ( **Strip KA2** )
- étape de recherche ( **Search/match** )  
(les éléments chimiques présents sont imposés, ici - Ca, C, O, Ti)
- étape de superposition des fiches trouvées sur le diffractogramme enregistré
- validation du résultat

A la fin, n'oubliez pas de fermer  
la fenêtre multimedia