
TP DIFFRACTION DES RAYONS X

Auteurs :

Vincent MARAIS
Yanis MAURICE

Superviseur :

M. Lao



Table des matières

1	Introduction	1
2	Résultats	1
2.1	Réflexion de Bragg	1
2.1.1	Calcul des longueurs d'ondes des raies K_α et K_β émis par le molybdène .	1
2.1.2	Mesure de l'intensité (I) en fonction de l'angle (θ)	2
2.1.3	Interprétation de la mesure de l'intensité (I) en fonction de l'angle (θ) . .	4
2.2	Méthode de Debye-Scherrer ou méthode des poudres	9
2.2.1	Principe de la méthode de Debye-Scherrer	9
2.2.2	Incertitudes lié à la méthode de Debye-Scherrer	10
2.2.3	Détermination du réseau	11
2.2.4	Paramètre de maille	12
3	Conclusion	14
4	Annexes	15
4.1	Loi de Bragg	15
4.2	Incertitude de type B	15
4.3	Programme Python	16

Table des figures

1	Photo du système de diffraction des rayons X avec (1) : collimateur, (2) : filtre de Zn, (3) : monocristal de NaCl, (4) : Compteur Geiger Muller, (5) : angle θ , (6) : rayon X, (7) : plan (200) du monocristal de NaCl	2
2	Maille de NaCl de paramètre de maille a_0 , $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$: base directe du réseau réel de la maille de NaCl.	3
3	Spectre en intensité du monocristal en fonction de l'angle β équivalent à l'angle θ de la figure 1, courbe noir : Spectre sans le filtre Zn, courbe rouge : Spectre avec le filtre Zn, $\theta_1 = 6.4^\circ$: angle de diffraction de la 1ère raie et $\theta_2 = 7.2^\circ$: angle de diffraction de la 2nd raie	3
4	Courbe de tendance de $n \times \lambda(\text{pm})$ et fonction de $\sin(\theta)$	5
5	Plan (200) du monocristal de NaCl vu de dessus, r_{Na^+} : rayon du cation Na^+ , r_{Cl^-} : rayon de l'anion Cl^-	6
6	Effet photoélectrique dans le filtre de Zn, E_{K_α} : énergie d'une transition K_α , E_{K_β} : énergie d'une transition K_β , $E_{K_{Zn}}$: niveau d'énergie de la bande K du cristal de Zn avec l'ensemble des énergies sont répertoriés dans les tableaux 1 et 2	8
7	Méthode de Debye-Scherrer, (1) : système {fente + collimateur}, (2) : poudre de l'élément à analyser, (3) : film, R_X : rayon X, R_{DS} : rayon de la chambre de Debye-Scherrer	9
8	Programme Python de la courbe de tendance de $n \times \lambda$ en fonction de $\sin(\theta)$	16

Liste des tableaux

1	Énergies des niveaux électroniques du molybdène et du zirconium	1
2	Longueurs d'ondes des rayons X émis par le molybdène lors des transitions électroniques K_α et K_β	2
3	Pics de diffractions et d'interférences du cristal NaCl sur le plan (200)	5
4	R en fonction de n	8
5	Angles de diffraction des plans (hkl) avec leurs incertitudes respectives	10
6	Distances interréticulaires des plans (hkl) avec leurs incertitudes respectives	11
7	Listes des plans diffractants pour la structure (CC) et (CFC) marqué d'un OK	12
8	Comparaison des rapport des distances inter-réticulaires d_1/d_2 , d_2/d_3 et d_1/d_3 pour la poudre à celle du Handbook	12

1. Introduction

Durant ce TP, nous avons été introduits à deux méthodes de diffraction des rayons X pour pouvoir étudier la composition d'un matériau.

Objectifs du TP :

Partie 1 : Réflexion de Bragg :

- Étude de la réflexion de Bragg sur un monocristal de NaCl avec le rayonnement X caractéristique du molybdène ;
- Détermination de la constante de réseau a_0 du NaCl ;
- Vérification de la loi de la réflexion de Bragg.

Partie 2 : Méthode de Debye-Scherrer :

- Étude d'un cliché de diffraction ;
- Détermination de la poudre ;
- Calcul de différents paramètres cristallins : distance réticulaire, paramètres de maille, mode de réseau.

2. Résultats

2.1 Réflexion de Bragg

2.1.1 Calcul des longueurs d'ondes des raies K_α et K_β émis par le molybdène

Tout d'abord, en utilisant le tableau 1, nous pouvons déduire l'énergie du photon émis par la transition électronique $\Delta E(eV)$.

Énergie des niveaux électroniques (keV)	K	L_{III}	L_{II}	M_{III}
Molybdène (Mo)	20.03	2.56	2.66	0.42
Zirconium (Zn)	18.02			

TABLE 1 – Énergies des niveaux électroniques du molybdène et du zirconium

Exemple pour la transition électronique $L_{III} \rightarrow K$ pour le molybdène, on a :

$$\begin{aligned}\Delta E &= E(K) - E(L_{III}) \\ &= 20.06 - 2.56 \\ &= 17.47keV\end{aligned}$$

Ensuite, en appliquant l'équation 1, on obtient la longueur d'onde du photon émit lors d'une transition électronique.

$$\Delta E(eV) = \frac{1.24}{\lambda(\mu m)} \quad (1)$$

Et enfin, on réalise le tableau 2.

Transition	Energie (keV)	Longueur d'onde
$L_{III} \rightarrow K$ (K_{α_1})	17.47	0.709 Å
$L_{II} \rightarrow K$ (K_{α_2})	17.37	0.713 Å
$M_{III} \rightarrow K$ (K_{β})	19.61	0.632 Å

TABLE 2 – Longueurs d'ondes des rayons X émis par le molybdène lors des transitions électroniques K_{α} et K_{β}

2.1.2 Mesure de l'intensité (I) en fonction de l'angle (θ)

Dans cette partie, nous allons analyser le plan (200) un monocristal de NaCl à l'aide d'un système de diffraction des rayons X (figure 1)

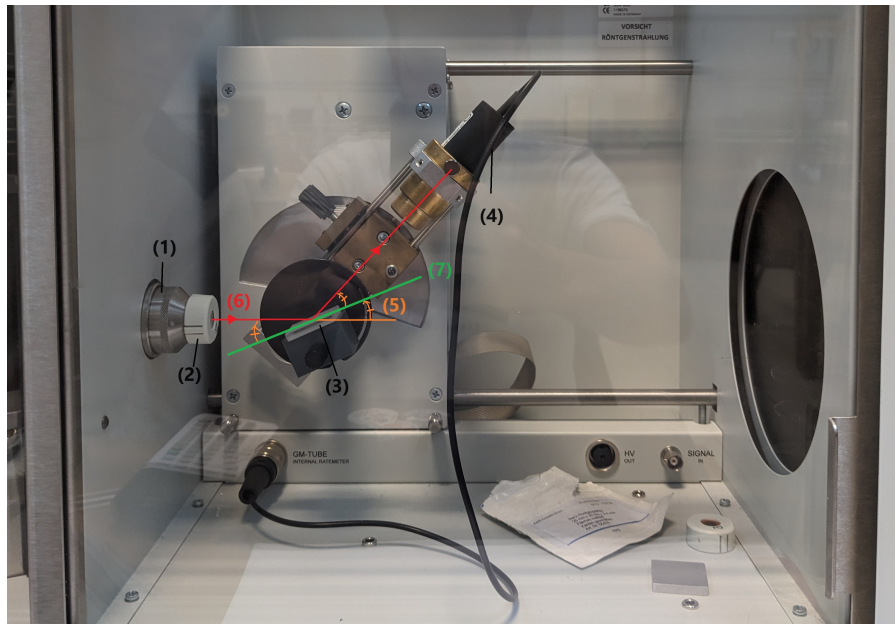


FIGURE 1 – Photo du système de diffraction des rayons X avec (1) : collimateur, (2) : filtre de Zn, (3) : monocristal de NaCl, (4) : Compteur Geiger Muller, (5) : angle θ , (6) : rayon X, (7) : plan (200) du monocristal de NaCl

Pour analyser le plan (200) du monocristal NaCl, le système de diffraction des rayons X déplace le système {tube compteur + monocristal} d'un angle θ . Pour notre analyse, nous aurons θ compris dans l'intervalle $[4^\circ, 24^\circ]$ avec un pas de $\Delta\theta = 0.1^\circ$. De plus, dans un premier temps, nous réaliserons la mesure sans le filtre au Zn, puis nous effectuerons une seconde mesure avec le filtre et commenterons les effets de ce filtre sur la réponse.

L'objectif de cette partie est déterminer le paramètre de maille a_0 de la maille de NaCl représentée sur le figure 2

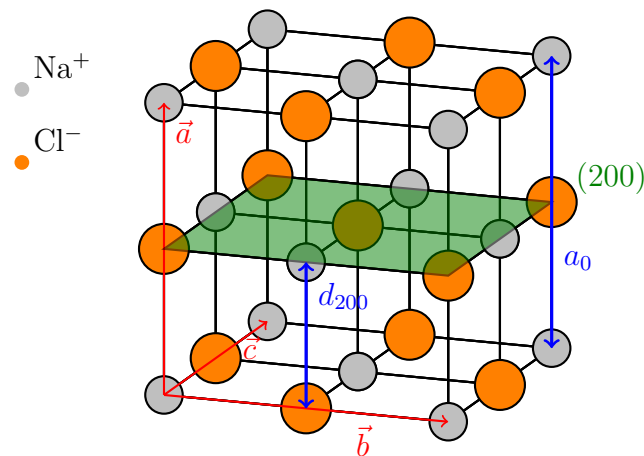


FIGURE 2 – Maille de NaCl de paramètre de maille a_0 , $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$: base directe du réseau réel de la maille de NaCl.

Après avoir lancé l'expérience grâce au système présenté figure 1, nous obtenons la figure 3

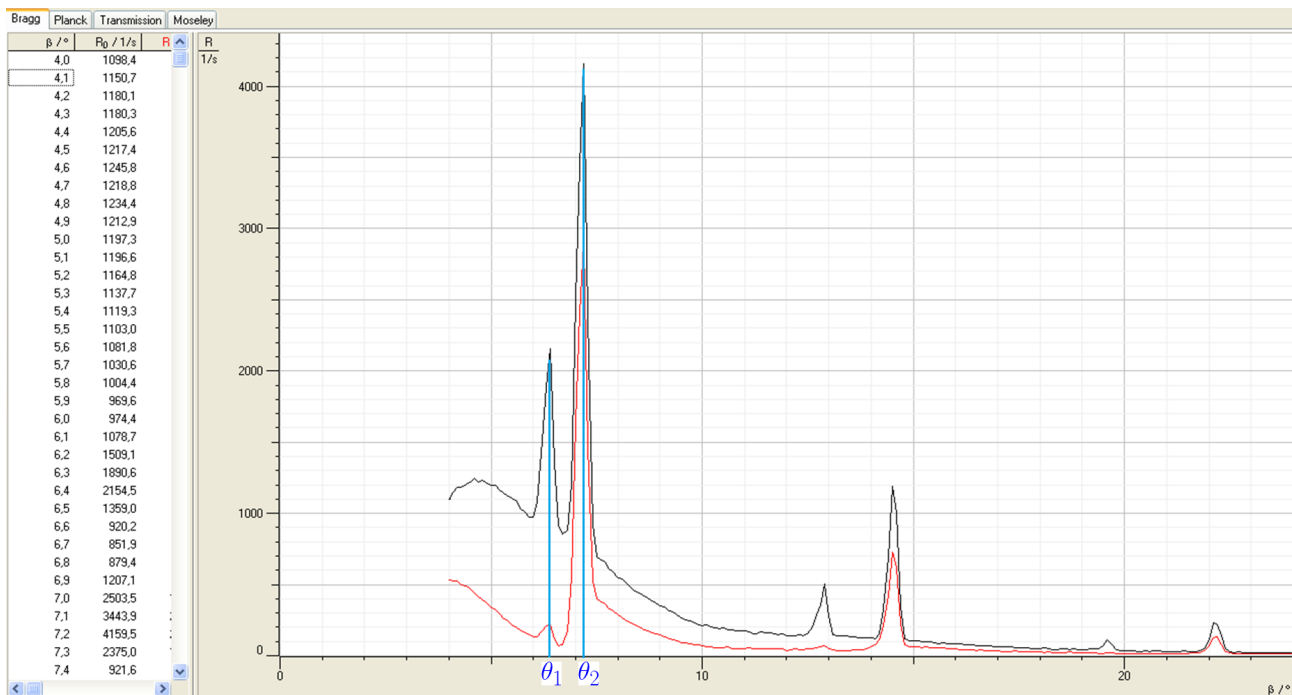


FIGURE 3 – Spectre en intensité du monocristal en fonction de l'angle β équivalent à l'angle θ de la figure 1, **courbe noir** : Spectre sans le filtre Zn, **courbe rouge** : Spectre avec le filtre Zn, $\theta_1 = 6.4^\circ$: angle de diffraction de la 1ère raie et $\theta_2 = 7.2^\circ$: angle de diffraction de la 2nd raie

2.1.3 Interprétation de la mesure de l'intensité (I) en fonction de l'angle (θ)

Nous parlons de spectre en intensité avec l'intensité du rayon X incident en proportionnel aux nombre de coup par second comptabilisé par le compteur Geiger Muller présent sur la figure 1.

Type de transition électronique pour la première raie

Dans un premier temps, nous pouvons affirmer que nous obtenons la diffraction d'angle θ_1 d'un photon dû à une transition K_β , car la longueur d'onde émise par ce photon lors de cette transition est la plus courte par rapport à celui émis lors d'une transition K_{α_1} ou K_{α_2} d'après le tableau 2.

Conformément à la loi de Bragg (équation 32) il y a nécessité d'un angle faible pour la raie K_β justifie donc que la première raie observée est bien une K_β .

Type de transition électronique pour la seconde raie

Raisonnement par l'absurde : supposons que la seconde raie visible soit une K_β . (H)

Cela signifie donc que la seconde raie est d'ordre de diffraction $n = 2$ correspondant avec un angle de diffraction θ_2 . Ainsi, en appliquant la loi de Bragg (32) au plan (200) pour un photon émis lors d'une transition K_β de longueur d'onde $\lambda_{K_\beta} = 0.632 \text{ \AA}$ (tableau 2) et diffracté sous un angle θ_2 , nous avons :

$$\frac{\lambda_{K_\beta}}{2d_{200}} = \frac{\sin(\theta_2)}{2} \quad (2)$$

Cependant, nous avons démontré que la première raie était dû à photon émis par une transition de type K_β , donc pour cette raie on a $n = 1$ et un angle de diffraction θ_1 , et donc d'après la loi de Bragg (32) :

$$\frac{\lambda_{K_\beta}}{2d_{200}} = \sin(\theta_1) = cte \quad (3)$$

Par conséquent, selon (3) et (2), nous obtenons :

$$\frac{\sin(\theta_2)}{2} = \sin(\theta_1) \quad (4)$$

Cependant, après calcul à l'aide de la figure 3 :

$$\frac{\sin(\theta_2)}{2} < \sin(\theta_1) \quad (5)$$

Ainsi, (H) n'est pas vérifié, ce qui signifie nécessairement que nous avons une raie K_α .

Donc en appliquant périodiquement ce raisonnement nous obtenons le tableau 3.

θ (°)	$\sin(\theta)$	K_α ? ou K_β ?	n	$n \times \lambda$ (pm)
6.4	0.111	K_β	1	63.2
7.2	0.125	K_α	1	70.9
12.9	0.223	K_β	2	126.4
14.5	0.250	K_α	2	141.8
19.6	0.335	K_β	3	189.6
22.1	0.376	K_α	3	212.7

TABLE 3 – Pics de diffractions et d'interférences du cristal NaCl sur le plan (200)

Du tableau 3, on trace la figure 4 et l'aide du programme Python (cf figure 8)

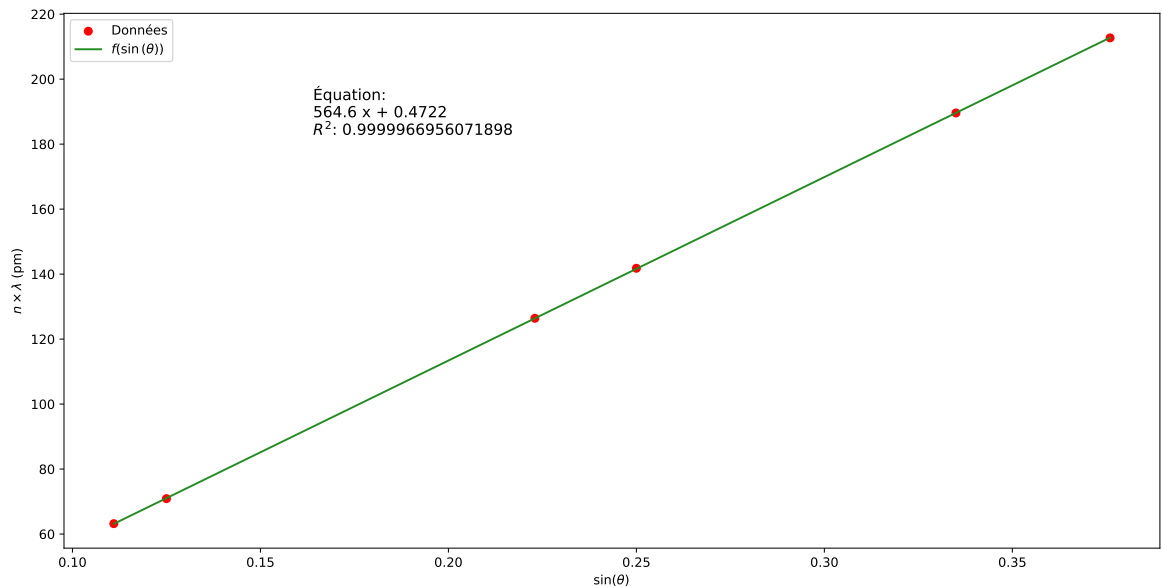


FIGURE 4 – Courbe de tendance de $n \times \lambda$ (pm) et fonction de $\sin(\theta)$

De cette courbe nous pouvons déduire le paramètre de maille a_0 du monocristal car d'après la figure 2 on a :

$$a_0 = 2d_{200} \quad (6)$$

De plus, si on applique la loi de Bragg (équation 32) au plan (200) du monocristal de NaCl, on obtient :

$$\sin(\theta) = \frac{n\lambda}{2d_{200}} \quad (7)$$

Donc, d'après (6) l'équation (7) devient :

$$n \times \lambda = a_0 \sin(\theta) \quad (8)$$

Donc d'après l'équation (8), a_0 est le coefficient directeur de la courbe de tendance tracer sur la figure 4, on en déduit donc :

$$a_0 = 564.6 \text{ pm} \quad (9)$$

Vérification de la valeur de a_0 :

En représentant le plan (200) du monocristal de NaCl vu de dessus, nous obtenons la figure 5 en supposant que le cristal respecte ses deux règles de stabilité :

- Il y a un contact (ou tangence) entre les ions Na^+ et Cl^- les plus proches voisins ;
- Il n'existe aucun contact entre anions-anions ou cations-cations.

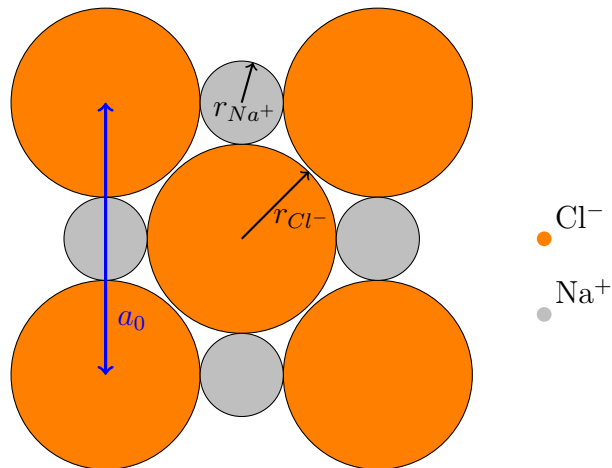


FIGURE 5 – Plan (200) du monocristal de NaCl vu de dessus, r_{Na^+} : rayon du cation Na^+ , r_{Cl^-} : rayon de l'anion Cl^-

D'après la figure 5, on en déduit que :

$$a_0 = 2r_{Na^+} + 2r_{Cl^-} \quad (10)$$

avec

- $r_{Na^+} = 98 \text{ pm}$
- $r_{Cl^-} = 181 \text{ pm}$

Application numérique :

$$a_0 = 558 \text{ pm} \quad (11)$$

On a un écart de $\pm 6.6 \text{ pm}$, soit une de erreur de 1.1 %

Interprétation :

D'après la figure 4 nous obtenons une courbe de tendance de la forme :

$$y = ax + b \quad (12)$$

où :

- $a = 564.6 \text{ pm}$
- $b = 0.4722 \text{ pm}$

Ainsi, cela signifie que lorsque nous avons un rayon X qui arrive de manière colinéaire au plan (200) avec un angle $\theta = 0^\circ$, nous obtenons $n \times \lambda = 0.4722 \text{ pm}$. Il en résulte qu'il existe un rayon X diffracté par le plan (200), ce qui semble incohérent. Cependant, il est possible d'admettre une certaine incertitude sur l'angle θ , ce qui expliquerait pourquoi notre valeur de b n'est pas nulle.

On pose :

$$R = \frac{\sin(\theta_{K_\alpha})}{\sin(\theta_{K_\beta})} \quad (13)$$

Calcul du R (théorique) : R_{th}

Pour le photon émis par une transition électronique (K_α) de longueur d'onde λ_{K_α} diffracté sur le plan (200) d'un angle θ_{K_α} , on obtient la loi de Bragg (32) suivante :

$$2d_{200} \sin(\theta_{K_\alpha}) = n\lambda_{K_\alpha} \quad (14)$$

Pour le photon émis par une transition électronique (K_β) de longueur d'onde λ_{K_β} diffracté sur le plan (200) d'un angle θ_{K_β} , on obtient la loi de Bragg (32) suivante :

$$2d_{200} \sin(\theta_{K_\beta}) = n\lambda_{K_\beta} \quad (15)$$

Donc d'après (14) et 15 on a :

$$R_{th} = \frac{\lambda_{K_\alpha}}{\lambda_{K_\beta}} \quad (16)$$

Application numérique :

D'après le tableau 2 on a :

$$\lambda_{K_\alpha} = \frac{0.713 + 0.709}{2} = 0.711 \text{ Å}, \lambda_{K_\beta} = 0.632 \text{ Å} \quad (17)$$

Donc d'après (16) et (17) on a :

$$R_{th} = 1.125 \quad (18)$$

Ensuite, on calcule la valeur de R mesurée par l'expérience pour chaque ordre de diffraction n en utilisant le tableau 3, puis on les compare à la valeur de R_{th} dans le tableau 4.

R_{th}	R (mesurée)	n
1.125	1.126	1
1.125	1.121	2
1.125	1.122	3

TABLE 4 – R en fonction de n

Nous remarquons que la valeur de R (mesurée) = R_{th} au chiffre des millièmes près, ce qui valide la théorie.

Intérêt du filtre de Zn

Ensuite, l'intérêt du filtre de Zn consiste à supprimer les raies présentant la plus forte énergie. Lorsqu'un rayonnement X dû à une transition K_β arrive au filtre de Zn, il possède suffisamment d'énergie pour ioniser l'atome de Zn (effet photoélectrique), entraînant ainsi sa disparition comme le synthétise la figure 6. C'est pourquoi, comme on peut le voir sur la courbe rouge de la figure 3, les pics de K_β sont fortement atténués, favorisant ainsi le pic de K_α .

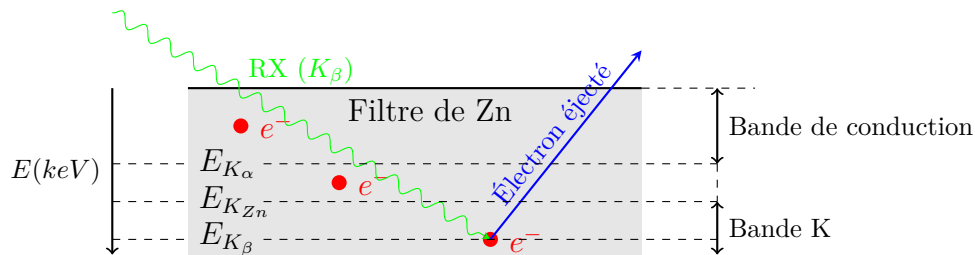


FIGURE 6 – Effet photoélectrique dans le filtre de Zn, E_{K_α} : énergie d'une transition K_α , E_{K_β} : énergie d'une transition K_β , $E_{K_{Zn}}$: niveau d'énergie de la bande K du cristal de Zn avec l'ensemble des énergies sont répertoriés dans les tableaux 1 et 2

De plus, dans le cas d'une analyse plus complexe de plusieurs plans du cristal, cela nous permet de réduire la quantité d'informations reçues par le logiciel, ce qui facilite l'interprétation de la courbe obtenue. Sans le filtre, l'information utile serait répétée deux fois.

2.2 Méthode de Debye-Scherrer ou méthode des poudres

2.2.1 Principe de la méthode de Debye-Scherrer

La méthode de Debye-Scherrer est employée pour déterminer la structure cristalline d'un matériau. Elle implique l'orientation d'un faisceau de rayons X monochromatiques vers un échantillon cristallin, induisant ainsi la diffraction des rayons X par les plans du réseau cristallin. En mesurant les angles de diffraction sur le film, il devient possible de calculer les distances interatomiques et de révéler la structure cristalline de l'échantillon. Enfin, une analyse de l'épaisseur des tâches sur le film nous permet d'établir une corrélation entre le diamètre des anneaux observés et la distance intermoléculaire du plan diffractant de différentes espèces chimiques.

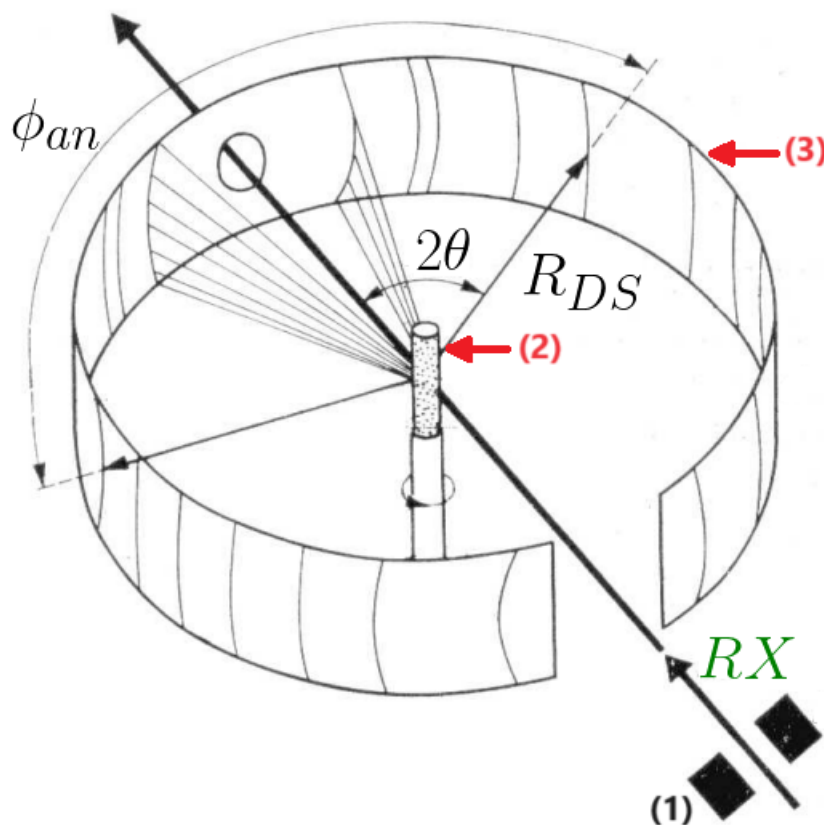


FIGURE 7 – Méthode de Debye-Scherrer, (1) : système {fente + collimateur}, (2) : poudre de l'élément à analyser, (3) : film, RX : rayon X, R_{DS} : rayon de la chambre de Debye-Scherrer

2.2.2 Incertitudes lié à la méthode de Debye-Scherrer

Cette méthode comporte plusieurs sources d'erreurs. La première source d'erreur provient d'un mauvais centrage de l'échantillon par rapport à l'axe optique du système {fente + colli-mateur}, ce qui engendre une incertitude sur l'angle θ . Pour le calcul de l'incertitude de θ , nous utiliserons les incertitudes de type B (33). Cela donne :

$$\frac{\Delta\theta}{\theta} = \sqrt{\left(\frac{\Delta\phi_{an}}{\phi_{an}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta\phi_{DS}}{\phi_{DS}}\right)^2} \quad (19)$$

où :

- ϕ_{an} : diamètres des anneaux perçu sur le film ;
- ΔA : l'incertitude sur la grandeur physique A ;
- ϕ_{DS} : diamètre de la chambre de Debye-Scherrer.
- $\theta = \frac{\phi_{an}}{2\phi_{DS}}$

D'après l'énoncé de TP, on a :

$$\Delta\phi_{an} = \pm 0.5 \text{ mm} / \Delta\phi_{DS} = 0.002 \text{ cm} \quad (20)$$

On obtient donc le tableau 5 :

Raie	ϕ_{an} (mm)	θ (°)	$\Delta\theta$ (°)	ϕ_{DS} (cm)
1	27.4	0.238	0.02	57.35
2	31.8	0.277	0.02	57.35
3	45.5	0.396	0.01	57.35
4	53.9	0.469	0.009	57.35
5	56.5	0.492	0.009	57.35
6	66.3	0.492	0.008	57.35
7	74	0.645	0.007	57.35
8	75.5	0.658	0.007	57.35
9	83.8	0.730	0.006	57.35

TABLE 5 – Angles de diffraction des plans (hkl) avec leurs incertitudes respectives

De même il y aura une incertitude sur d_{hkl} on la calcul donc en appliquant (33) :

$$\frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}} = \sqrt{\left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda}\right)^2 + \left(\frac{\Delta\theta}{\tan(\theta)}\right)^2} \quad (21)$$

De plus, d'après l'énoncé de TP, on a :

$$\lambda = 1.539\text{\AA} / \Delta\lambda = 0.001\text{\AA} \quad (22)$$

Cela nous permet d'avoir le tableau 6

Raie	$d_{hkl}(\text{\AA})$	$\Delta d_{hkl}(\text{\AA})$
1	3.252	0.02
2	2.811	0.02
3	1.992	0.01
4	1.699	0.009
5	1.627	0.008
6	1.408	0.007
7	1.280	0.006
8	1.258	0.006
9	1.153	0.005

TABLE 6 – Distances interréticulaires des plans (hkl) avec leurs incertitudes respectives

D'après l'énoncé de TP, nous avons une forte intensité lumineuse pour les raies (2, 3, 5). Par conséquent, en se référant au tableau 6, nous avons les valeurs suivantes :

$$d_1 = 2.811 \text{ \AA} \pm 0.02 \text{ \AA}, \quad d_2 = 1.992 \text{ \AA} \pm 0.01 \text{ \AA}, \quad d_5 = 1.627 \text{ \AA} \pm 0.008 \text{ \AA} \quad (23)$$

Ces valeurs de (d_1, d_2, d_5) correspondent aux valeurs lié au NaCl donné par le Handbook, donc nous avons **présence de NaCl dans la poudre**.

2.2.3 Détermination du réseau

On sait, d'après l'énoncé de TP, que la maille de l'élément étudié est cubique. Notre objectif est alors de déterminer si cette maille présente une structure cubique faces centrées (CFC) ou une structure cubique centrée (CC).

Dans le cas d'une maille (CFC), les indices de Miller (hkl) doivent vérifier la condition suivante afin que l'on observe le phénomène de diffraction :

$$\forall(h, k, l) \in \mathbb{Z}^3, h, k, l \text{ ont la même parité}$$

pour une maille (CC) les indices de Miller (hkl) doivent vérifier la condition :

$$\forall(h, k, l) \in \mathbb{Z}^3, h + k + l = 2n, n \in \mathbb{N} \quad (24)$$

Le tableau 7 répertorie les neuf premiers plans diffractants pour la structure (CC) et (CFC).

Indice plans (hkl)	$N = h^2 + k^2 + l^2$	(CC)	(CFC)
1 0 0	1	0	0
1 1 0	2	OK	0
1 1 1	3	0	OK
2 0 0	4	OK	OK
2 1 0	5	0	0
2 1 1	6	OK	0
2 2 0	8	OK	OK
3 0 0	9	0	0
3 1 0	10	OK	0
3 1 1	11	0	OK
2 2 2	12	OK	OK

TABLE 7 – Listes des plans diffractants pour la structure (CC) et (CFC) marqué d'un **OK**

Le tableau 8 est construit afin de comparer les distances interréticulaires d_1/d_2 , d_2/d_3 et d_1/d_3 pour la poudre, pour les deux mailles (CC) et (CFC).

Rapport d_{hkl} (CC)	Rapport d_{hkl} (CFC)	Données du Handbook (NaCl)
$\frac{d_{200}}{d_{211}} = 1.225$	$\frac{d_{200}}{d_{220}} = 1.414$	$\frac{d_1}{d_2} = 1.417$
$\frac{d_{211}}{d_{310}} = 1.291$	$\frac{d_{220}}{d_{222}} = 1.224$	$\frac{d_2}{d_3} = 1.221$
$\frac{d_{200}}{d_{310}} = 1.581$	$\frac{d_{200}}{d_{222}} = 1.732$	$\frac{d_1}{d_3} = 1.730$

TABLE 8 – Comparaison des rapport des distances inter-réticulaires d_1/d_2 , d_2/d_3 et d_1/d_3 pour la poudre à celle du Handbook

Après analyse du tableau 8 nous remarquons qu'il y a forte correspondance avec la **maille (CFC)**.

2.2.4 Paramètre de maille

On a par définition :

$$d_{hkl} = \frac{1}{\|\vec{r}_{hkl}^*\|}, \vec{r}_{hkl}^* = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^* \quad (25)$$

où : $(\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*)$ est la base du réseau réciproque de la maille étudié.

Or, pour une structure CFC, on a :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (26)$$

où : a est le paramètre de maille du cristal étudié.

En prenant le deuxième anneau, on obtient :

$$d_2 = d_{200} = 2,82 \text{ \AA} \quad (27)$$

De l'équation 27 et 26 on en déduit donc :

$$a = \sqrt{2}d_{200} = 5.64 \text{ \AA} \quad (28)$$

Du fait qu'il n'y a pas d'erreur sur N , on a :

$$\Delta a = \frac{\Delta d}{d} \quad (29)$$

Or, d'après le tableau 6 :

$$\Delta d_{200} = 0.02 \text{ \AA} \quad (30)$$

Finalement, le paramètre de maille du réseau cubique face centrée de la poudre NaCl est :

$$\boxed{a = 5.64 \text{ \AA} \pm 0.1 \text{ \AA}} \quad (31)$$

3. Conclusion

En résumé, au cours de ce TP, nous avons examiné deux techniques utilisant la diffraction des rayons X pour déterminer les caractéristiques cristallines d'un échantillon. La première méthode consiste à étudier la réflexion de Bragg, que nous avons appliquée à un monocristal, tandis que la seconde méthode, connue sous le nom de méthode de Debye-Scherrer ou méthode des poudres, a été employée. Grâce à ces méthodes, nous sommes en mesure d'identifier le matériau présent, son réseau cristallin, ainsi que le paramètre de maille.

4. Annexes

4.1 Loi de Bragg

La loi de Bragg pour le plan (hkl) du cristal étudié, nous donne :

$$\sin(\theta) = \frac{n\lambda}{2d_{hkl}} \quad (32)$$

où :

- $(h, k, l) \in \mathbb{Z}^3$: indice de Miller ;
- (hkl) : plan réticulaire du cristal étudié ;
- d_{hkl} : distance interréticulaire ;
- θ : l'angle de diffraction du rayon X sur le plan (hkl) du cristal étudié en $^\circ$;
- $n \in \mathbb{N}$: l'ordre de diffraction ;
- λ : longueur d'onde du rayon X diffracté (\AA).

4.2 Incertitude de type B

Soit une grandeur physique f qui dépend des grandeurs physique (x, y, \dots)

La formule de propagation des erreurs nous donne l'incertitude de f :

$$\Delta f(x, y, \dots) = \sqrt{(\Delta x)^2 \left(\frac{\partial f}{\partial x} \right)^2 + (\Delta y)^2 \left(\frac{\partial f}{\partial y} \right)^2 + \dots} \quad (33)$$

4.3 Programme Python

La figure 8 donne le programme Python utilisé pour réaliser la courbe de tendance de $n \times \lambda$ en fonction de $\sin(\theta)$

```
import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt
from sklearn.metrics import r2_score

# Les données
sin_theta = np.array([0.111, 0.125, 0.223, 0.25, 0.335, 0.376])
n_lambda = np.array([63.2, 70.9, 126.4, 141.8, 189.6, 212.7])

# Créer un modèle de régression linéaire
coefficients = np.polyfit(sin_theta, n_lambda, 1) # 1 pour une régression linéaire => droite
polynome = np.poly1d(coefficients)

y_new = polynome(sin_theta)

# R^2
r2 = r2_score(n_lambda, y_new)

#La courbe de tendance
plt.scatter(sin_theta, n_lambda, color='red', label='Données')
plt.plot(sin_theta, y_new, color='forestgreen', label=r'$f(\sin(\theta))$')
plt.xlabel(r'$\sin(\theta)$')
plt.ylabel(r'$n \times \lambda$ (pm)')

pos_x = sin_theta.min() + (sin_theta.max() - sin_theta.min()) * 0.2
pos_y = n_lambda.max() - (n_lambda.max() - n_lambda.min()) * 0.2

plt.text(pos_x, pos_y, f'Équation: {polynome}\nR^2: {r2}', fontsize=12)
plt.legend()
plt.show()
```

FIGURE 8 – Programme Python de la courbe de tendance de $n \times \lambda$ en fonction de $\sin(\theta)$