**FINAL MC 42 – P2014**

**Documents non autorisés – Calculatrices admises (à consommer avec modération)**

**Lisez bien l’énoncé dans son ensemble avant de commencer (il y a 8 pages).**

**I – Diffraction des Rayons X (7 points)**

On dispose d’un matériau dont on ne connaît ni la structure ni la nature chimique. Ce matériau subit ensuite un traitement pendant lequel d’autres éléments sont susceptibles de s’insérer dans la structure d’origine. Ainsi, on constate au cours du temps une évolution structurale bien visible sur les clichés de diffraction X (Figure 1) montrant qu’un ou plusieurs éléments sont insérés de manière croissante dans le matériau d’origine. La longueur d’onde utilisée est celle du Cobalt (Co = 0,17902 nm)

1) Identifiez la structure et la nature chimique du matériau de départ (2 pts)

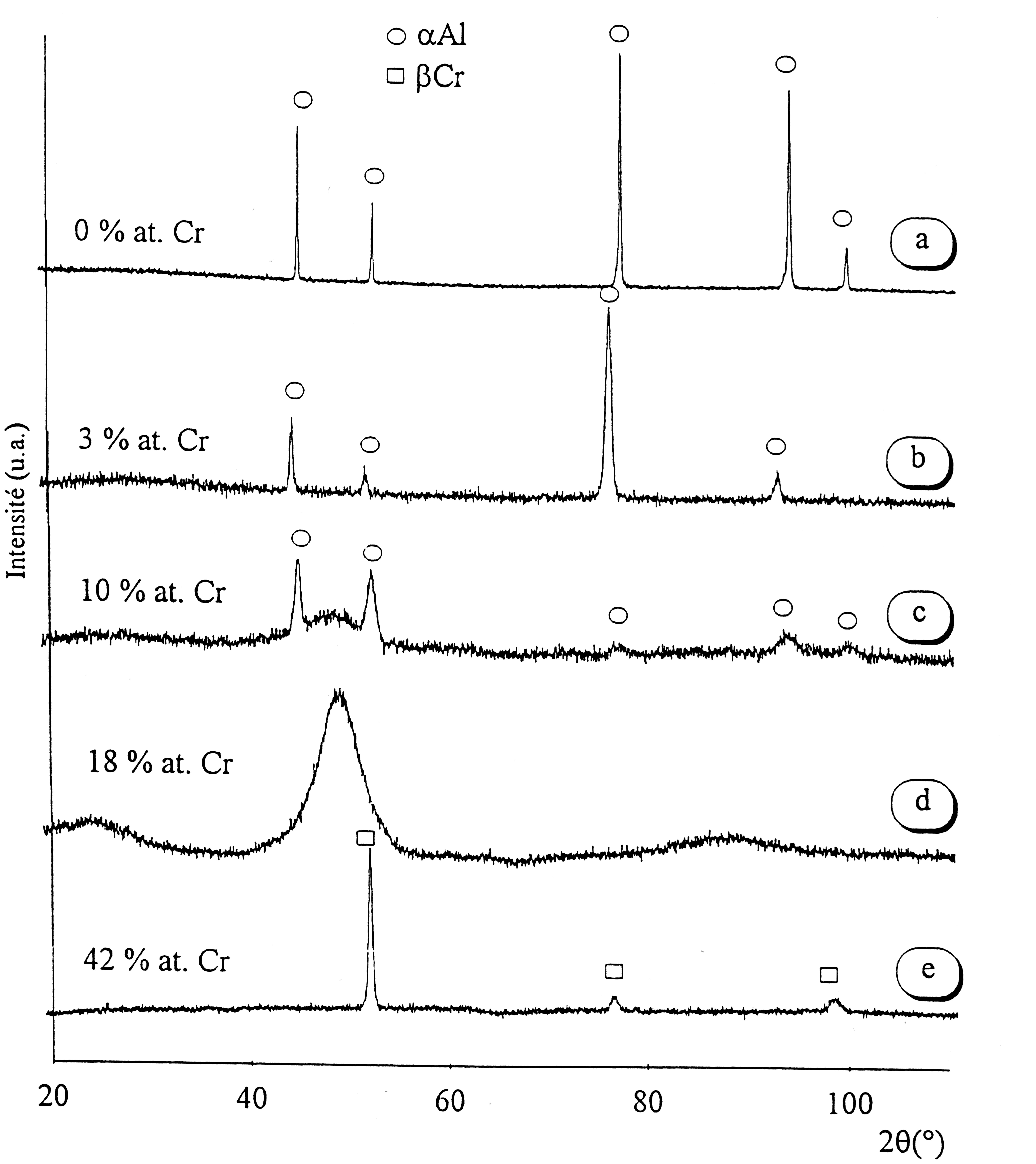
1. Identifiez la (les) structure(s) et la (les) nature(s) chimique(s) du (des) éléments après le traitement à l’aide des fiches JCPDS en annexes. (2 pts)
2. Donnez une interprétation des résultats. Que s’est il passé pendant ce traitement ? On décriera par exemple l’évolution des clichés de diffraction. (2 pts)
3. Question subsidiaire : un chat s’est caché dans le diffractogramme. Retrouvez-le et indiquez le numéro du spectre correspondant (a, b, c d ou e ?). (1 pt)

Rappels : Système cubique : 

Dans les trois types du système cubique, l’ordre des plans diffractants est le suivant :

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Cs** | | **CFC** | | **CC** | |
| Plan |  | Plan |  | Plan |  |
| (100) |  | (111) |  | (110) |  |
| (110) |  | (200) |  | (200) |  |
| (111) |  | (220) |  | (211) |  |
| (200) |  | (311) |  | (220) |  |
| (210) |  | (222) |  | (310) |  |
| (211) |  | (400) |  | (222) |  |
| (220) |  | (331) |  |  |  |
| (221)  (300) |  |  |  |  |  |

Tous les documents utiles sont donnés en Annexes.



x

x

x

x

x

**Figure 1 :** Clichés de diffraction des rayons X obtenus aux différents temps de traitement.

**II– Interactions rayonnement matière et microscopie électronique à balayage (7 points)**

1. Quelles différences majeures faites-vous entre la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage ? (1 pt)
2. Quels sont les différents types de faisceaux générés lorsque l’on bombarde un matériau avec un faisceau électronique primaire focalisé ? Pouvez-vous illustrer la répartition statistique volumique de provenance de ces différents rayonnements / faisceaux ? (Poire de diffusion). (2 pts)
3. Quels sont les différents modes de fonctionnement d’un microscope électronique à balayage (sélection du type d’électrons utilisés, utilisation du rayonnement X caractéristique). Donnez brièvement l’intérêt de ces différents modes. (1 pt)
4. Est-il judicieux d’effectuer un polissage de la surface à analyser avant d’effectuer un dosage par EDS ? (1 pt)
5. Retrouver la relation permettant d’indexer un cliché de diffraction électronique, et reliant la distance entre deux taches symétriques **D** (ou le diamètre de l’anneau de diffraction) et la distance **dhk**l entre les plans inter réticulaires considérés. On rappelle que : (2 pts)
   1.  (loi de Bragg) et  avec E en volts.

**III- Microscopie électronique en transmission – diffraction des électrons (4 points)**

Les **figures 2a et b** ci-dessous représentent respectivement deux clichés de diffraction électronique obtenus lors d’une analyse MET d’un revêtement d’alumine, avant et après un traitement à déterminer. La tension d’accélération utilisée est de 150 kV et la longueur de chambre du microscope de 0,869 m.



***Figure 2****: Clichés de diffraction électronique réalisés sur l’alumine, avant (a) et après (b) un traitement à déterminer.*

1. Le matériau analysé est il mono cristallin ou poly cristallin ? Vous justifierez votre réponse. (1 pt)
2. A l’aide du tableau ci-dessous indexer les trois anneaux les plus intenses des deux clichés de diffraction. Commenter. (2 pt)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **dhkl (Ǻ)** | **Indices de Miller des plans diffractants** | | |
| **h** | **h** | **l** |
| 1,40 | 4 | 4 | 0 |
| 1,53 | 5 | 1 | 1 |
| 1,98 | 4 | 0 | 0 |
| 2,39 | 3 | 1 | 1 |
| 2,80 | 2 | 2 | 0 |

1. Parmi la liste de traitements suivante, lequel pourrait correspondre au traitement subi par l’échantillon A. Vous justifierez votre réponse : (1 pt)
   1. Déformation plastique
   2. Recuit à haute température à l’air
   3. Recuit à haute température sous vide

**III- Mousses de nickel pour batteries de voitures électriques (2 points)**

Cet exercice s’appuie sur la thèse de doctorat de Virginie Goussery-Vafiadès, soutenue à l’Ecole des Mines de Paris en 2004 en partenariat avec NiTECH. Il concerne des mousses de nickel dont la principale utilisation est dans les batteries de véhicules automobiles hybrides. L’objectif de la thèse était de participer au développement de mousses plus performantes, plus légères et à moindre coût de fabrication. Pour fabriquer une batterie de 1,3V la mousse est remplie de la poudre de NiOOH qui assure les réactions électrochimiques en face de l’hydrure métallique. Elle est calandrée puis enroulée sous forme d’éléments de batterie de 1,3 V.

La Figure 1 montre la microstructure de la mousse de nickel disponible en feuille de 1.5 mm d’épaisseur. Elle est composée de brins creux, initialement déposés par voie électrolytique sur un polymère (polyuréthane) que l’on a éliminé par oxydation à haute température.

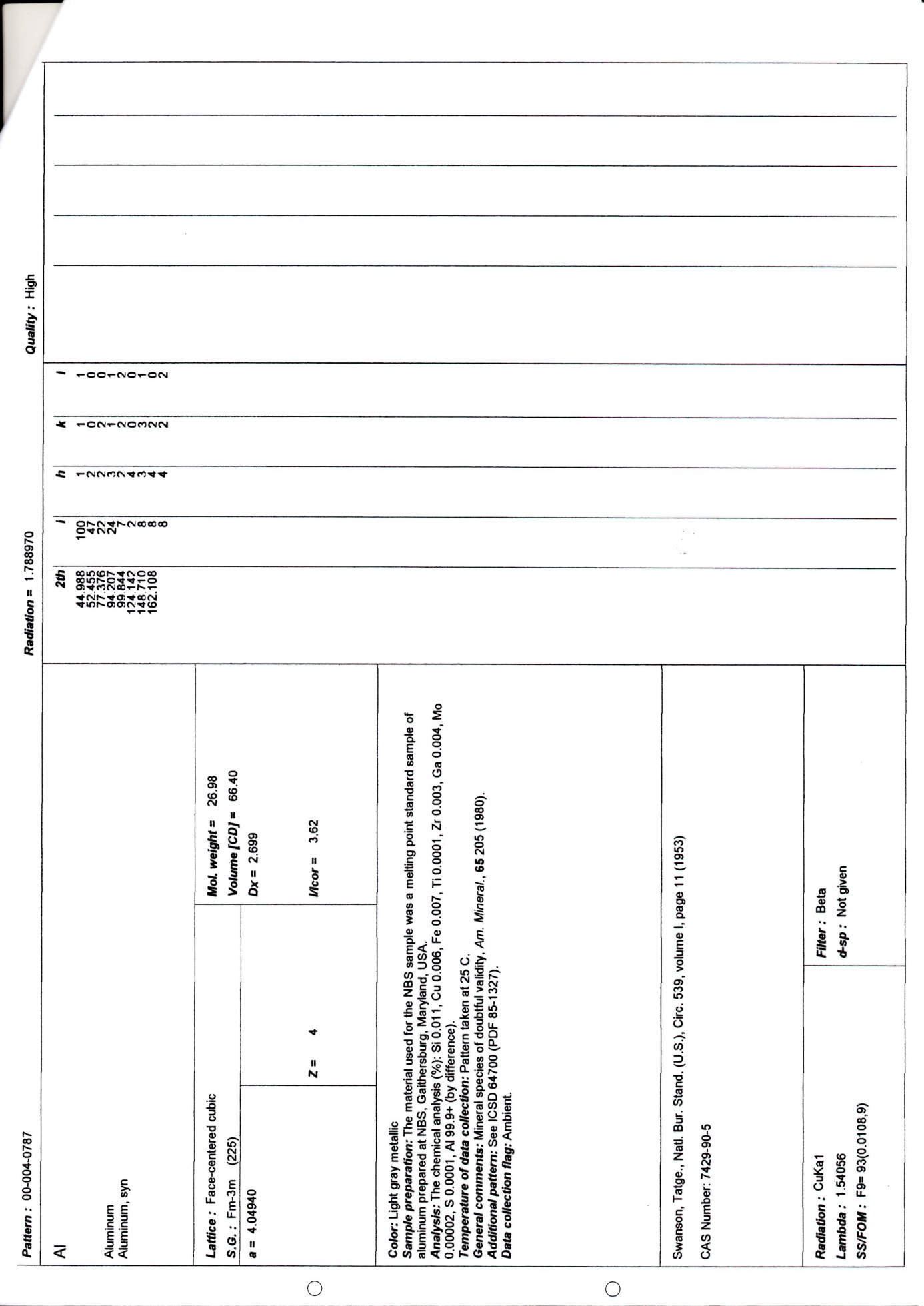
****

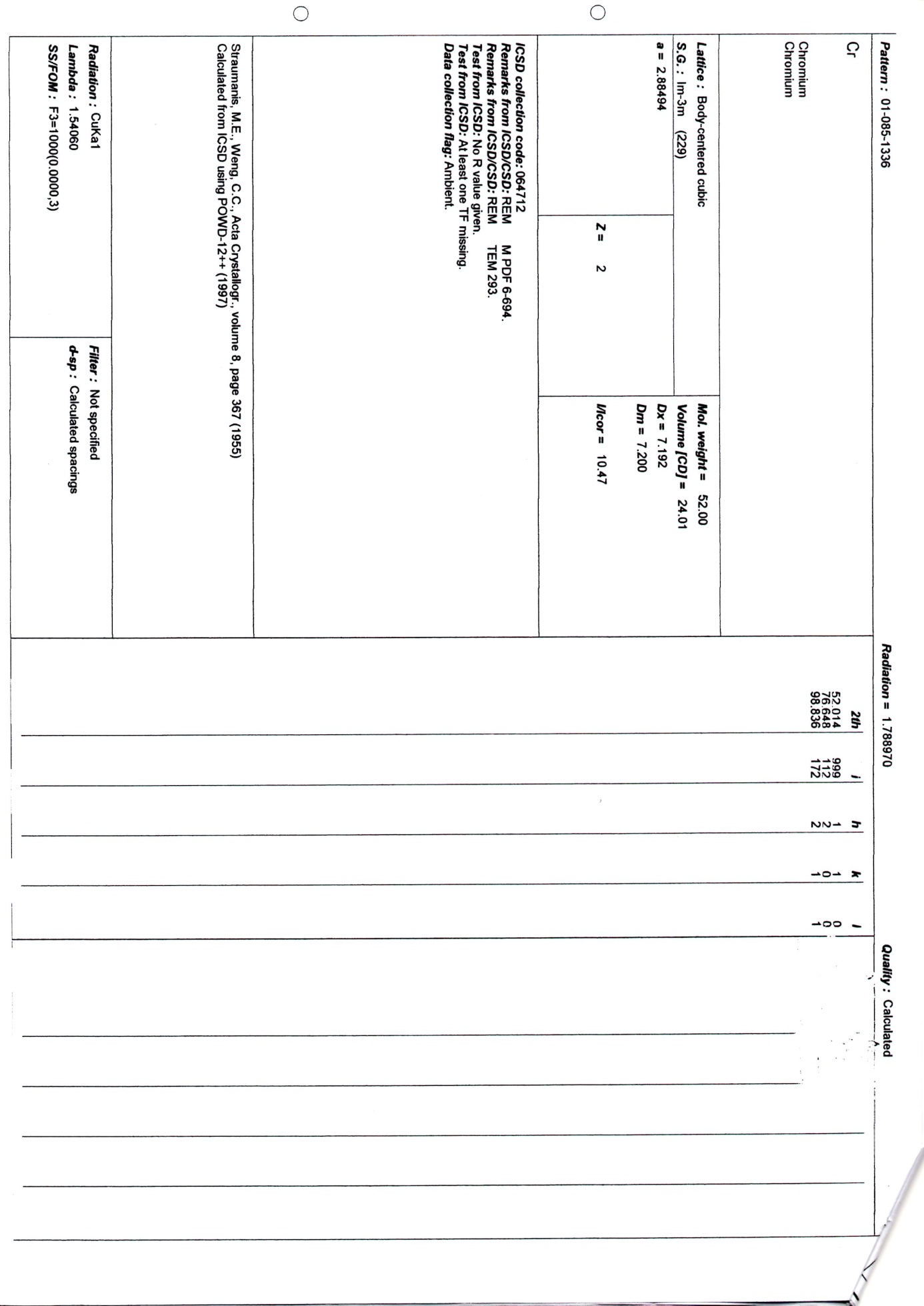
****

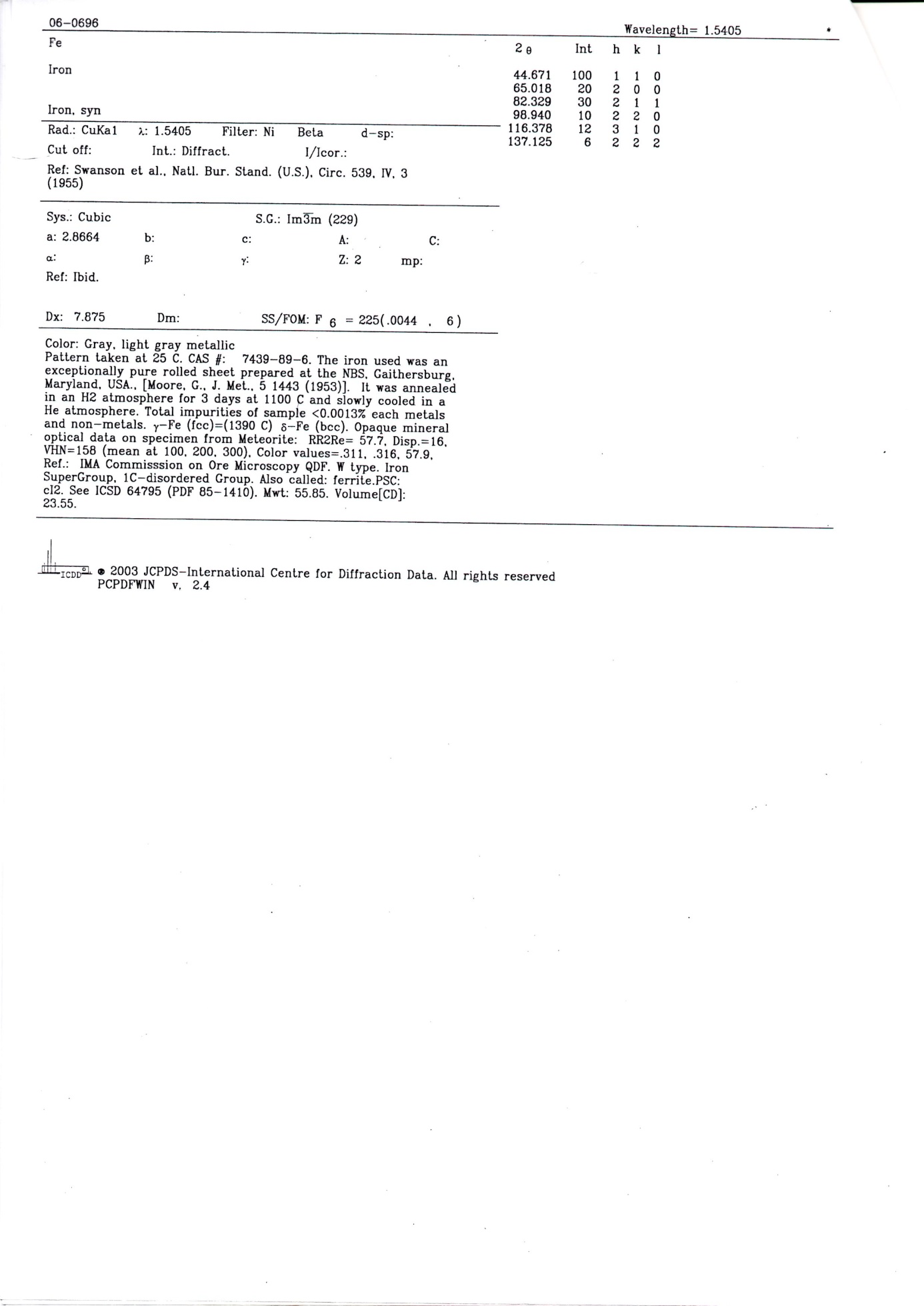
***Figure 3*** : Vue générale de la mousse (à gauche) et vue en coupe d’une partie d’un brin (à droite)

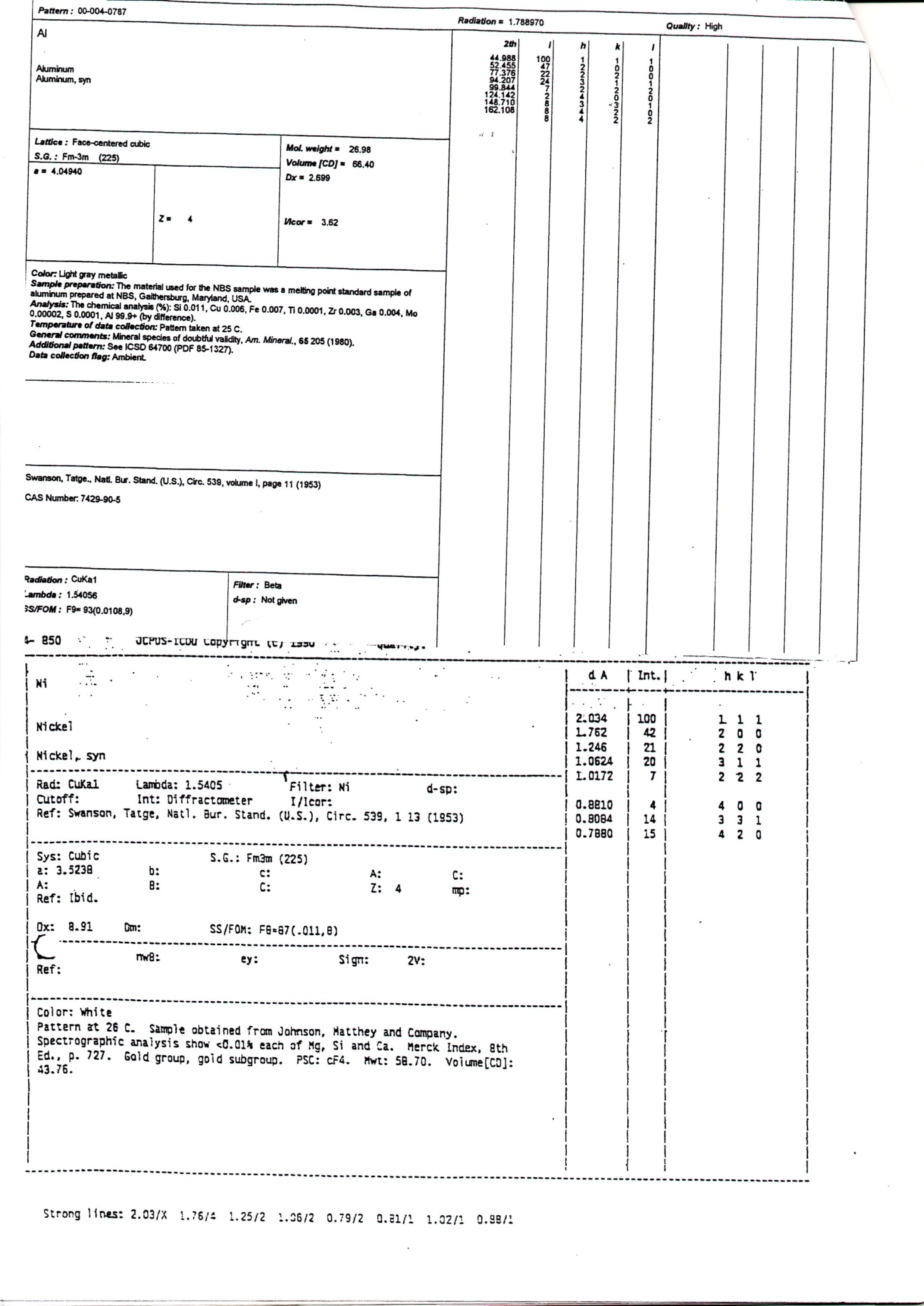
1. Par quelles techniques a-t-on pu obtenir chacune des deux images de la Figure 3 ? (1 pt).
2. Quels peuvent être les avantages de brins creux par rapport à des brins pleins ? (1 pt)

**ANNEXES**

****

****

****

****

****