

Corrigé type Examen de TP Cristallographie

Exercice 01 11.5points

1.5 1. Précisez le rôle des fichiers : .ins, .hkl et .res dans le raffinement cristallographique sous WinGX.

- **.ins** : Fichier d'instructions pour SHELXL, contenant le modèle initial de la structure et les options de raffinement.

- **.hkl** : Fichier de données de diffraction expérimentales (réflexions et intensités).

- **.res** : Fichier résultat généré après un cycle de raffinement, contenant la structure mise à jour.

1.75 2. Décrivez les étapes principales pour affiner une structure cristallographique à l'aide de WinGX.

*Charger les fichiers .ins et .hkl, lancer SHELXL, visualiser la structure, corriger les erreurs, ajouter les atomes manquants, affiner plusieurs fois, puis valider avec CheckCIF.

2 3. Quels sont les indicateurs de qualité d'un raffinement cristallographique ? Donnez les valeurs acceptables.

* $R1$ (ou R-factor) < 0.05 ; $wR2$ (Similaire au $R1$ mais pondéré) < 0.15 ; S (goodness-of-fit) proche de 1 ; pas de forts pics résiduels dans la carte de Fourier.

2.5 4. Vous observez une carte de Fourier différence montrant de forts pics non assignés. Que pouvez-vous en déduire et que proposez-vous comme solution ?

*Présence probable d'atomes non modélisés. Solutions : ajouter ces atomes, vérifier le désordre, corriger le groupe d'espace, ou revoir les données de diffraction.

1 5. Expliquez brièvement le rôle du fichier .hkl dans l'analyse cristallographique avec WinGX.

*Le fichier .hkl contient les réflexions (h, k, l) et les intensités mesurées nécessaires pour raffiner la structure atomique.

1 6. Quels sont les avantages d'utiliser WinGX plutôt que SHELX seul ?

*Interface graphique conviviale, intégration avec d'autres outils (ORTEP, PLATON), gestion simplifiée des fichiers, automatisation de tâches répétitives.

1.75 7. Vous obtenez une structure avec un facteur $R1 = 0.13$. Que pouvez-vous conclure ? Quels ajustements pourriez-vous envisager ?

* $R1 = 0.13$ est élevé, suggérant un modèle incomplet ou des données de faible qualité. Ajustements : vérifier les atomes manquants, analyser la carte de Fourier, corriger la symétrie ou ajouter des restraints.

Exercice 02 4points

Proposez un titre pour cette figure.

Fichier .ins. 1

À partir de cette figure déterminez :

1. $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ (rayonnement Mo $K\alpha$) 0.25
2. $a = 5.430 \text{ \AA}$, $b = 6.120 \text{ \AA}$, $c = 7.310 \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ 0.25x6
3. $Z=4$. 0.25
4. Incertitudes : $\Delta a = \pm 0.001 \text{ \AA}$, $\Delta b = \pm 0.001 \text{ \AA}$, $\Delta c = \pm 0.001 \text{ \AA}$ 0.25x3
5. Formule chimique : $C_4H_8N_2O_2$. 0.25

Exercice 03 4.5 points

1. Décris en une phrase le but de la méthode de Rietveld. 1

La méthode de Rietveld permet d'affiner une structure cristallographique à partir de données de diffraction sur poudre en ajustant un profil théorique aux données expérimentales.

2. Quels sont les types de fichiers essentiels dans un projet FullProf, et quel est le rôle de chacun (citer au moins 3) ? 0.5x3

- .pcr : fichier de contrôle (paramètres du raffinement)
- .dat : données expérimentales de diffraction
- .str : structure atomique de départ
- .cif : format d'échange possible

3. Pourquoi utilise-t-on un éditeur comme WinPLOTR ou EdPCR avec FullProf ? Quelle est la différence entre les deux ?

*WinPLOTR permet la visualisation et le traitement des données expérimentales. EdPCR sert à éditer facilement le fichier de contrôle (.pcr). WinPLOTR est utilisé avant ou après le raffinement ; EdPCR pendant la préparation du fichier de commande. 2