**METHODES EXPERIMENTALES ET CONTROLE DES MATERIAUX**

**Ch1. Diffraction des rayons X (DRX)**

**a) Généralités**

La diffraction des rayons X est une technique non destructive permettant d’obtenir des informations détaillées sur la composition et la structure cristallographique de produits naturels ou synthétisés. La diffraction des rayons X est essentiellement une technique très efficace d'investigation des structures cristallines. Les rayons X sont un rayonnement électromagnétique **de courte longueur d'onde**, comprise entre environ **10 pm et 1000 pm**.

L’analyse du profil de raies est une technique de diffraction utilisée pour obtenir des informations microstructurales sur tout le volume analysé.

La caractérisation la plus complémentaire à l’analyse calorimétrique c’est celle de la diffraction des rayons X, qui est essentiellement utilisée pour identifier et mettre en évidence la nature des phases précipitées, les composés intermétalliques présents et de suivre leur évolution en différents états de traitement de vieillissement et de maturation appliqués aux échantillons étudiés, et par conséquent à l’appréciation de l’état mécanique (texture, contraintes internes) de ces échantillons. Même, si cet examen reste cependant approximatif.

b) **Avantages**

Les pionniers de la physique du solide ont découvert la **structure cristalline** de nombreux solides simples grâce à cette technique. Plus récemment, elle a permis de découvrir la structure cristalline de nombreuses **molécules complexes** et d'importance **biologique** . Le phénomène **d'interférence** est à la base du principe de diffraction de rayons X. En effet, la diffraction est observée lorsqu'un objet sur le parcours de radiations (en l'occurrence de rayons X), provoque **l'interférence de ces radiations.**

Pour une structure cristalline on peut ainsi, grâce à **l'équation de Bragg,** calculer **la séparation des atomes** puis déduire **les géométries** formées par ces atomes.

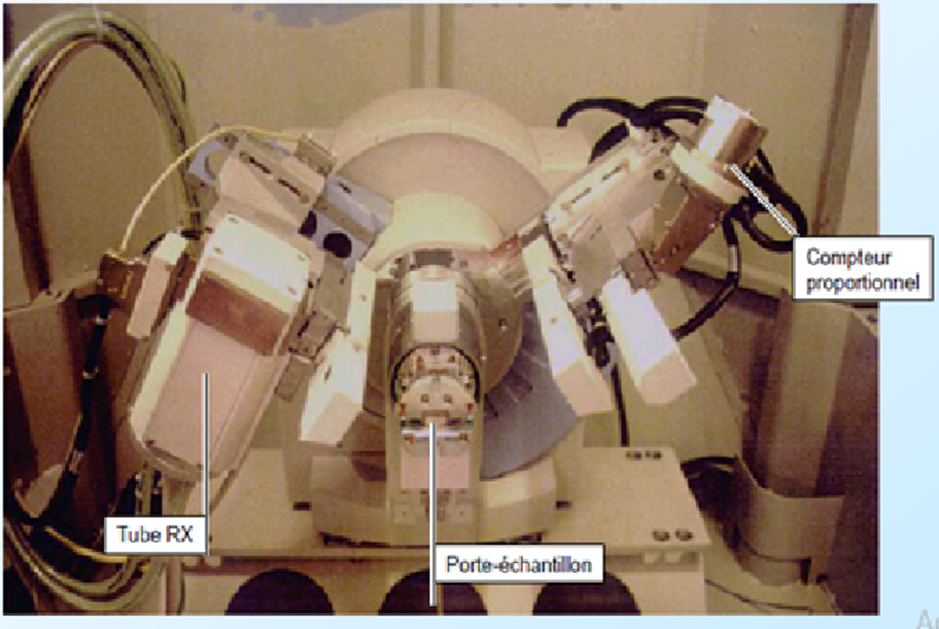
 La diffractométrie X permet de déterminer les **distances inter atomiques** et **l'arrangement des atomes** dans les réseaux cristallins. De nombreuses applications ont ainsi été développées permettant, par exemple, d'identifier **les formes cristallographiques** ou phases, de **d éterminer les contraintes internes** et **les textures**, ou encore de caractériser la surface d'un matériau.

**c) Lappareilage utilisé la diffraction des rayons X**

## Interaction des rayons X avec la matière

### Production des rayons X pour la diffraction

La production des rayons X se fait généralement suivant le même procédé que celui utilisé **en**[**imagerie médicale**](http://culturesciencesphysique.ens-lyon.fr/dossiersthematiques/imageriemedicale/). Des électrons arrachés à un filament de **tungstène chauffé** électriquement sont accélérés sous l'effet d'un champ électrique intense **(tension de 50 kV)** pour **bombarder** une **anode (ou anticathode)** faite de matériaux différents selon les applications visées. Les rayons X sont émis par l'anode selon deux mécanismes détaillés dans l'article



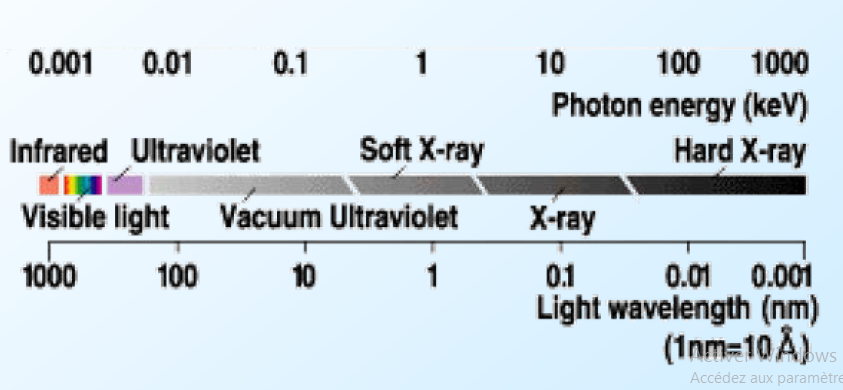
**Figure 1.**Exemple de diffractomètre de laboratoire

|  |  |
| --- | --- |
| **Figure 2. Transitions électroniques responsables de la production de rayons X**  Transitions électroniques responsables de la production de rayons X  Les deux métaux couramment utilisés **pour l'anode** sont :   1. **le cuivre**, qui produit des rayons X de longueur d'onde λ = 1,54 Å 2. **le molybdène**, de λ = 0,709 Å | **Figure 3. Tube de Coolidge**  Le **tube de Coolidge**, encore appelé **tube** à cathode chaude, est le **tube** le plus largement utilisé. C'est un **tube** sous vide poussé. La haute tension est établie entre la cathode et l'anode, ce qui accélère les électrons émis par le filament. Ces électrons viennent frapper l'anode. |

**d)Comment choisir le matériau ?**

Pour avoir une **diffraction optimale**, il faut utiliser un rayonnement de longueur d'onde du même ordre de grandeur que **la taille du réseau**, ici c’est l'espace interatomatique.C'est pourquoi les sources à base de **molybdène** sont adaptées à la résolution de structure sur **monocristal** de petites molécules.

On utilise le **cuivre** dans le cas des macromolécules (comme une **protéine**) et pour les analyses de **poudres** car il permet une **meilleure séparation** des taches de **diffraction.**



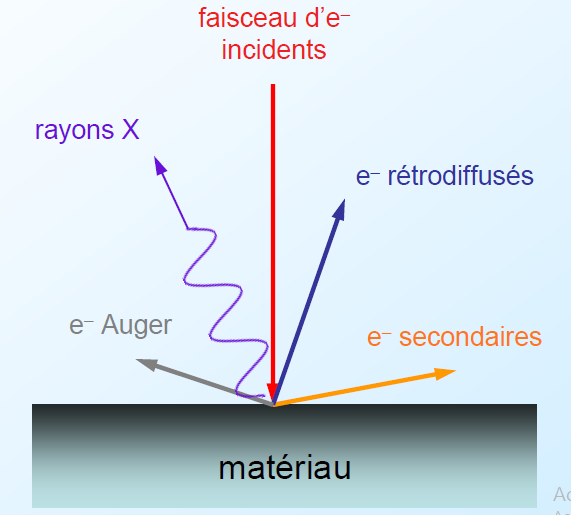
**Figure 4. longueurs d'ondes de lumière**

**Désignation : Photon energy :** Énergie photonique **Light wavelenght** : longueur d'onde de lumière

**Infrared** :infrarouge **Visible Light**  lumière: visible **ultraviolet :** ultraviolet

**vacuum ultraviolet** : vide ultraviolet **soft X**-ray : rayon X doux **X-ray** : rayon X **Hard X-ray :** rayons X durs

En effet toute particule chargée en mouvement émet un rayonnement **électromagnétique** continu (**le rayonnement synchrotron**) couvrant une large gamme de **fréquence de l'ultraviolet** lointain au rayon X. L'intensité du rayonnement **synchrotron** dépasse largement celle des autres sources. L'usage d'un tel instrument est réservé aux cas les plus difficiles, pour mettre en évidence des détails **très fins** ou pour **caractériser des cristaux** aux dimensions très faibles (de l'ordre de la dizaine de micromètre).



**Figure 4.**Vécteur d’un rayon X.

Auger ي تقنية تحليلة عامة تستخدم بشكل خاص في دراسة  [السطوح](https://ar.wikipedia.org/wiki/%D8%B9%D9%84%D9%85_%D8%A7%D9%84%D8%B3%D8%B7%D9%88%D8%AD)

Retrodiffusion إعادة البث

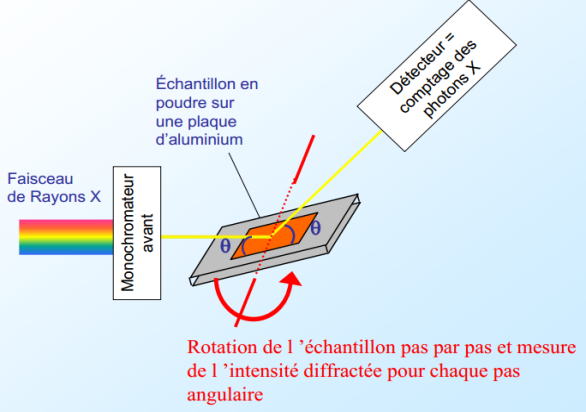
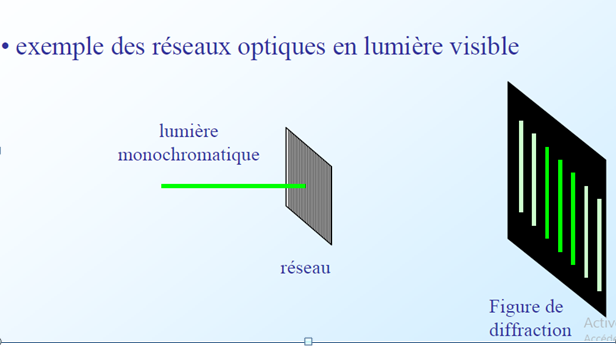
feceau d'électron incident شعاع الإلكترون الحادث

Tout matériau soumis à un bombardement électronique d’énergie suffisante émet (entre autres) des rayons X

**e)Méthode de mesure et application**

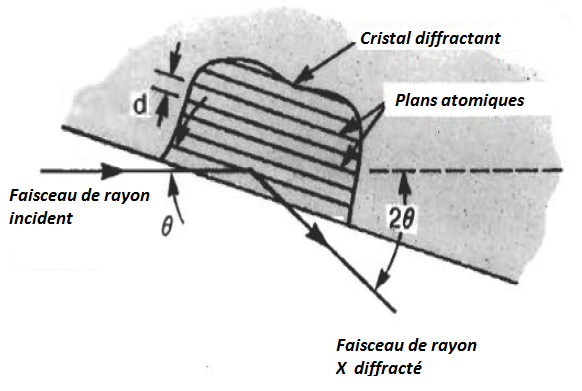
Dans un diffractomètre à rayons X, on produit un faisceau de rayons X en bombardant un métal par des électrons rapides. Le faisceau traverse une fente ménagée sur un écran et irradie l'échantillon. Les instruments modernes permettent une détection électronique des signaux de diffraction et un dépouillement automatique des données par un ordinateur relié directement au diffractomètre.

En faisant interagir sous **un angle θ**, avec un cristal qui peut être composé d’une famille des plans atomiques parallèles situés à la même distance réticulaire, **un faisceau parallèle de rayons X monochromatique** de longueur **d’onde λ**. Le rayonnement diffracté doit vérifier la condition de **Bragg :**

** **

**Figure 5.**Exemple de réseau optique

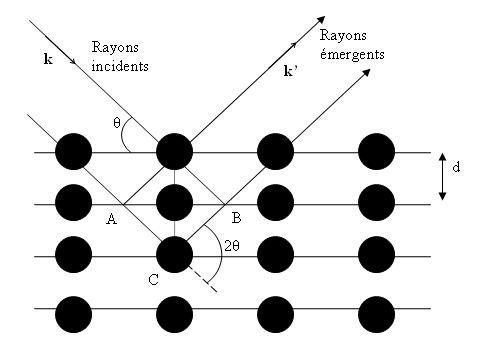
Elle comporte trois paramètres d, θ, et λ. Le terme d est déterminé par la nature de cristal. La caractéristique fondamentale de la diffractométrie est qu’elle donne directement une information numérique sur l’intensité de diffraction. En effet, cette grandeur comporte aussi une information qualitative qui peut se révéler intéressante. Un échantillon texturé à une distribution d’intensités qui écarte de celle mesurée en l’absence de texture. Cette dernière mesure devrait être tabulée dans les volumes de spectre standard, par exemple, le fichier ASTM. En effet, si les intensités de certains pics dévient remarquablement des valeurs rapportées dans le fichier ASTM, il est probable que l’échantillon est texturé. **Figure 6.**



**Figure 6.** Géométrie de la diffraction de **Bragg**.

### f) Diffraction des rayons X

**1. La loi de Bragg**



**Figure 6.**Réflexion des rayons X par une famille de plans

réticulaires espacés d'une distance d

**Un cristal** peut être vu comme la répétition périodique tridimensionnelle d'éléments (atomes ou molécules), appelés **nœuds**, repérés par des disques noirs sur la figure 3.

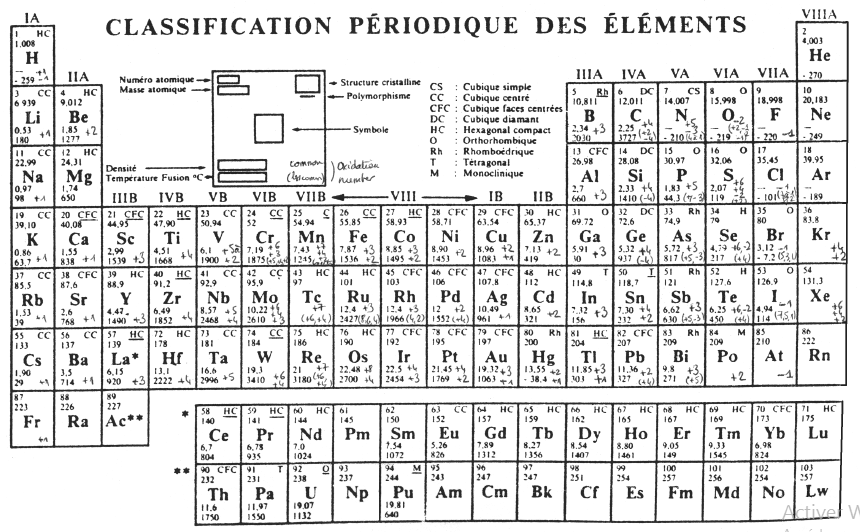
Le schéma représente une **coupe de plans réticulaires**  passant par les centres de ces éléments, espacés d'une distance d. L'angle θ ( angle de **Bragg** ) détermine l'incidence d'un faisceau parallèle de rayons X sur ces plans réticulaires.

La différence de chemin optique entre les deux rayons lumineux particuliers représentés vaut **AC = CB = 2 d sinθ**.

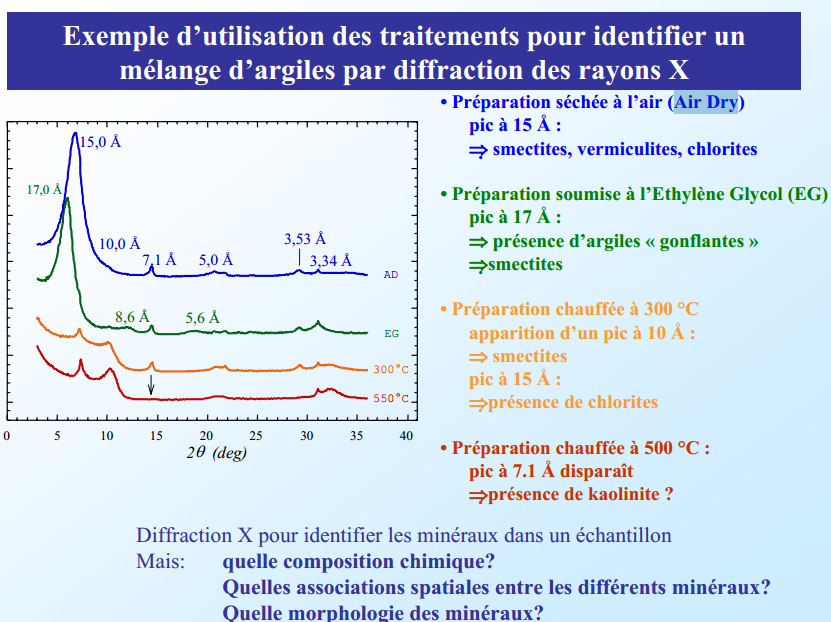
Ils interfèrent de manière constructive lorsque la **différence de marche** est égale à un nombre entier **p** de longueur d'onde.

C'est la loi de Bragg : http://culturesciencesphysique.ens-lyon.fr/images/articles/rayonsx/loi-bragg.png .

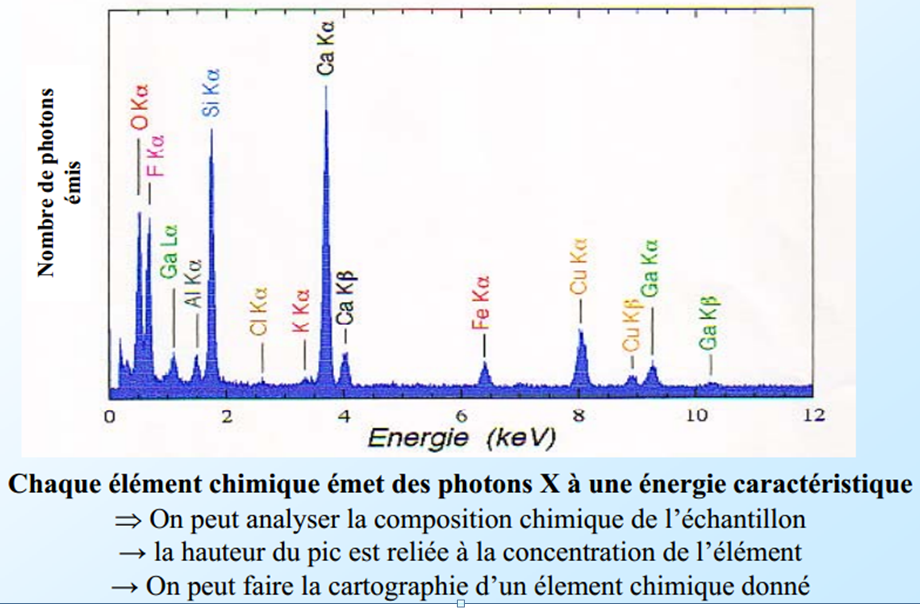
شبكي **Réticulaires**



**Figure 7** *: Classification périodique des éléments avec quelques-unes de leurs propriétés physiques*

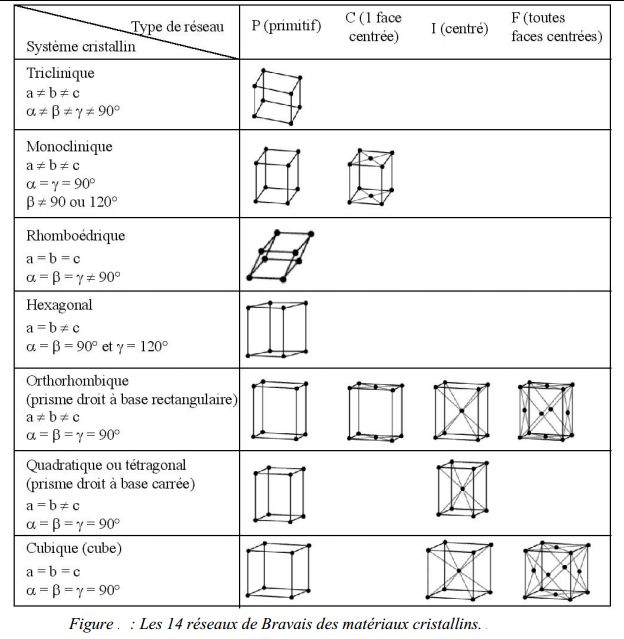


**Air Dry :Sécher à l'air libre**

****

**Figure 8** Spéctre mesuré par le détécteur pour un échantillon

contenant plusieurs éléments chimiques

****