

La diffraction des rayons X (X-ray diffraction, XRD) est une technique destinée à la caractérisation des matériaux présentant une organisation atomique ordonnée à longues ou courtes distances. Elle permet **l'identification et la quantification des phases cristallines**, la détermination d'orientations privilégiées du cristal (**texture**) et d'autres paramètres structuraux comme les périodicités d_{hkl} , la **taille moyenne des domaines cohérents**, la **cristallinité**, **l'état de contraintes** et de **déformations** ainsi qu'une évaluation des **défauts** : lacune/substitution, dislocation ou macle.

Un équipement à configurations multiples



- Diffraction en réflexion : Bragg-Brentano - θ / θ (XRD)
- Diffraction en transmission 2θ sur capillaire ou échantillon-plan
- Diffraction des RX en incidence rasante (GIXRD)
- Réflectivité des RX (XRR)



BRUKER D8-Advance A25

L'analyse GIXRD permet de détecter des **phases cristallines** proches de la surface pratiquement invisibles en configuration classique 2θ et de déterminer la nature, la structure et la distribution en profondeur des différentes phases composant l'échantillon et ceci de la **surface jusqu'au volume**. Par déplacement possible du berceau d'Euler, la diffraction peut être enregistrée dans le plan de l'échantillon (in-plane GIXRD) ou perpendiculairement (out-of-plane GIXRD).

L'étude XRR permet de déterminer la **rugosité de surface**, la **densité** ou **porosité** d'une couche et l'épaisseur des couches ou leur alternance dans le cas des multicouches (2-200 μm). La précision peut aller jusqu'à la fraction de nanomètre.

Domaines d'application pour les configurations GIXRD et XRR : couches minces, nanomatériaux supportés...

Goniomètre θ/θ : cercle de mesure 560 mm

Sources de RX

Tube **Cu** Modèle Twist Tube :

- linéaire : 0,04 mm x 12 mm (XRPD, XRR)
- ponctuel : 0,4 mm x 1,2 mm (GIXRD/IP-GIXRD)

Tube **Mo** Modèle standard .

Optiques primaires

- Fentes de divergence pilotées (XRPD-BB)
- Miroir de Göbel (faisceau // pour XRPD-transm, XRR)
- Polycap (faisceau // haut flux pour IP-GID et texture)

Platines porte-échantillon

- Platine spinner : XRPD réflexion et transmission
- Platine capillaire : XRPD transmission
- Berceau d'Euler khi, phi, z motorisé : GIXRD et XRR

Détecteur LYNXEYE XE-T

- Détecteur silicium à pistes avec 192 canaux
- Taille du pixel 75 μm
 - > Mode 1D (XRPD, GIXRD) ou 0D (IP-GIXRD)
 - > haut flux ou haute résolution
 - > Orientation $0^\circ/90^\circ$

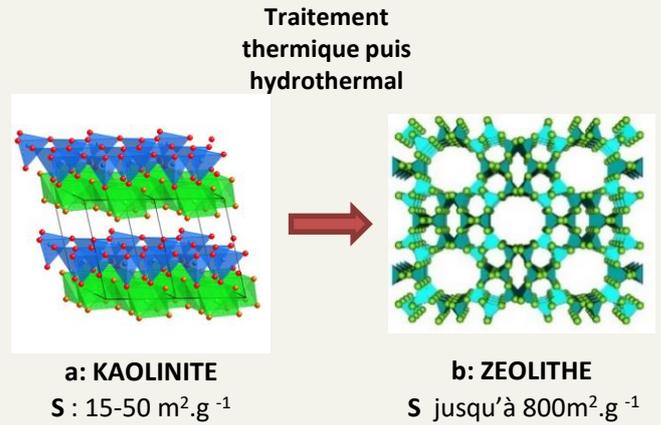
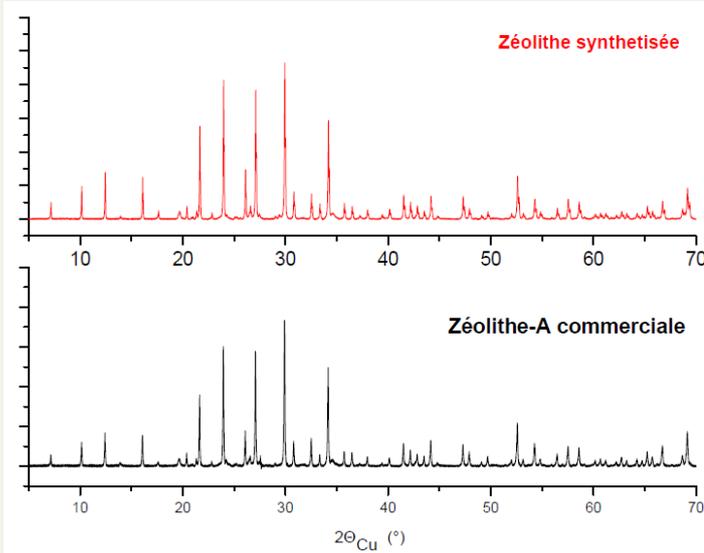
Optiques secondaires

- Fente de soller
- Fente antidi diffusion

Logiciels : Diffract-EVA, TOPAS (profils et quantification des phases), LEPTOS (Réflectivité)

Exemples d'applications

Synthèse d'adsorbants nanoporeux éco-compatibles \Rightarrow remédiation d'eaux contaminées



Profils de diffraction des RX montrant les similitudes structurales entre une zéolithe synthétisée à partir de l'attaque basique d'une kaolinite (structure a) et une zéolithe commerciale (structure b)