

Chapitre 10 Diffraction des rayonnements par un cristal

10.1 Introduction

La source de rayonnement émet, dans la direction Oy, à la distance y de la source, et à l'instant t, une onde plane d'amplitude : $A(y, t) = A_0 \exp i\mathbf{w}(t - y/c)$:

A_0 est l'amplitude maximale, $\mathbf{w} = 2\pi c/\lambda$ est la pulsation de l'onde, λ est longueur d'onde

Elle se propage dans le sens des y positifs à la vitesse c. L'état de vibration observé en y à l'instant t se retrouve en effet identique, à l'instant t + Δt et au point y + c Δt .

En envoyant cette onde plane sur un matériau cristallisé, on observe un diagramme de diffraction, uniquement, lorsque le montage expérimental satisfait les conditions de diffraction. (voir plus loin en paragraphe 10.5)

Ce diagramme représente les variations de l'intensité du rayonnement diffracté en fonction de l'angle 2θ que font le faisceau incident et la direction d'observation. Son allure est caractéristique de l'état d'ordre du matériau diffusant

10.1.1 Cristal(quasiment) parfait

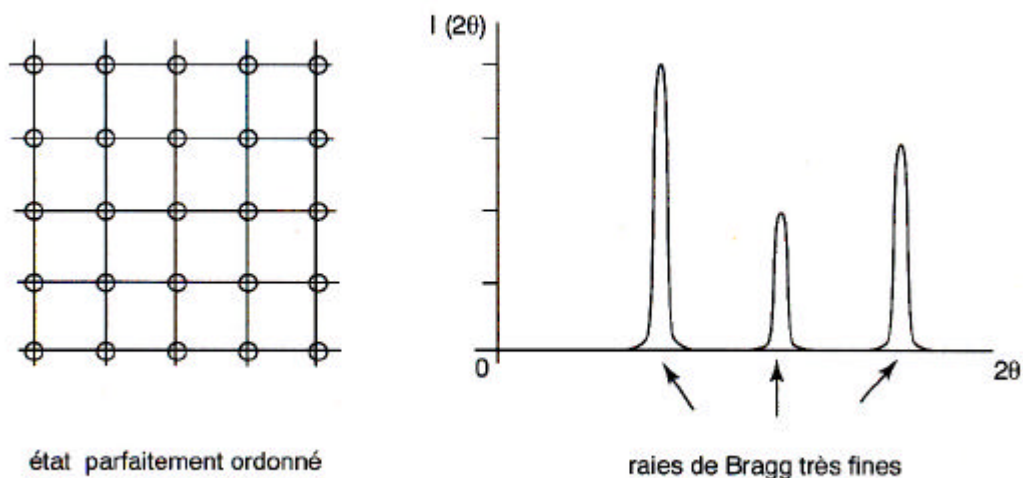


Figure 10-1

Un cristal parfait ou presque parfait donne un diagramme de raies intenses et fines, en ordre de grandeur plusieurs milliers de coups par sec au sommet de la réflexion et un dixième de degré ou moins de largeur à mi-hauteur, Fig ; 10.1

10.1.2 Cristal réel

Le désordre dans un cristal réel, qu'il soit de composition (tous les atomes n'ont pas la même nature) Fig. 10.2 ou de position (les atomes ne sont pas situés exactement sur les sites cristallographiques) Fig. 10.3 entraîne l'apparition d'une faible intensité située entre les pics de BRAGG qu'on appelle diffusion diffuse. Les **pics** sont associés, dans ce cas, à la **structure moyenne du cristal**.

Remarque : on observe aussi des diffusions parasites non localisées, comme la diffusion par l'air, la diffusion Compton et les rayonnements de fluorescence dans le cas des rayons X. Ces diffusions sont en général plus intenses que les diffusions dues aux défauts cristallins

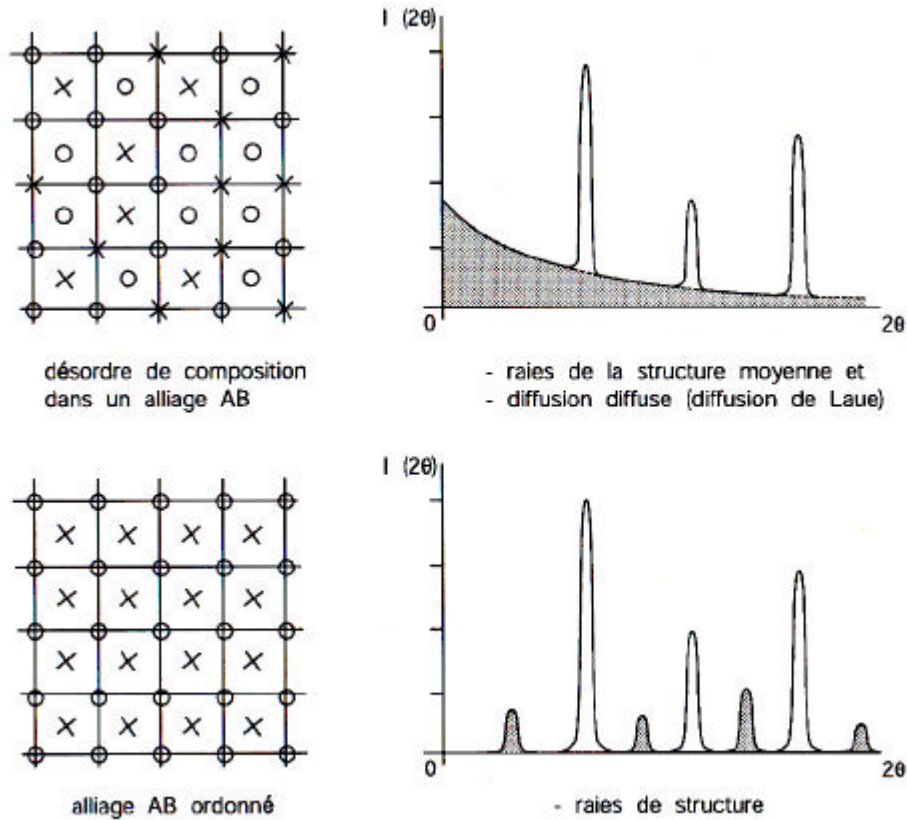


Figure 10-2

Figure 10.2 : le désordre de composition dans l'alliage formé par les atomes A et B est révélé par la diffusion diffuse (diffusion de Laue) qui se superpose aux raies de la structure moyenne .

La mise en ordre de l'alliage se traduit par l'apparition de raies de surstructure situées entre les raies de Bragg , à la place de la diffusion diffuse

10.1.3 Désordre de position

Les atomes qui ont quitté leur position en laissant une place vide (lacune) ou qui se sont insérés entre les autres atomes (position interstitielle) créent un désordre de position. Figure 10.3

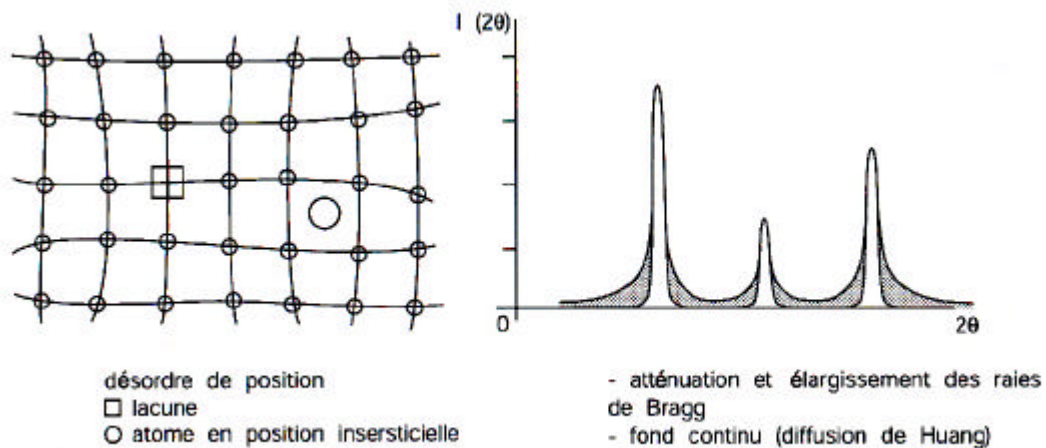


Figure 10-3

Figure 10.3 : le désordre de position est révélé sur le diagramme de diffraction par une atténuation et un élargissement des raies de Bragg et par l'apparition d'un fond continu localisé à leur pied

10.1.4 Agitation thermique

Les effets dynamiques, comme par exemple les vibrations du réseau cristallin, sont responsables d'une diffusion inélastique. Fig. 10.3

Ce désordre, toujours présent dans les assemblages atomiques, se traduit pour les cristaux, par une atténuation des raies de Bragg avec une finesse conservée, et une diffusion thermique anisotrope concentrée au pied des raies .

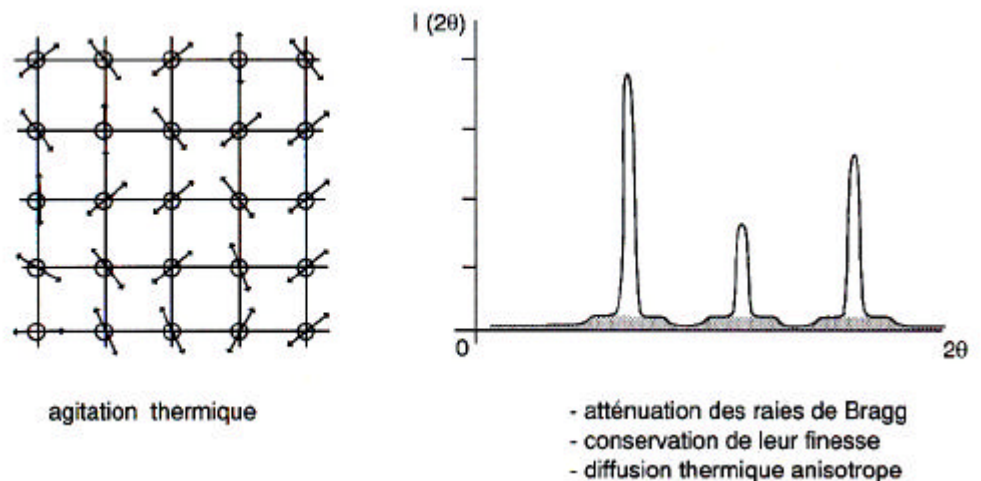


Figure 10.4 : la diffusion thermique est concentrée au pied des raies

Dans le cas des rayons X, la perte d'énergie est en valeur relative si faible qu'on ne peut pas séparer la diffusion élastique de l'inélastique. On verra, Chap. 16, qu'il est possible de réaliser des mesures de diffusion inélastique avec des neutrons thermiques.

10.1.5 Matériau amorphe

Le diagramme de diffraction d'un matériau amorphe ou d'un liquide présente un fond continu intense comportant des ondulations. Le "pic" principal se trouve à un angle correspondant à la distance minimale d'approche des atomes.

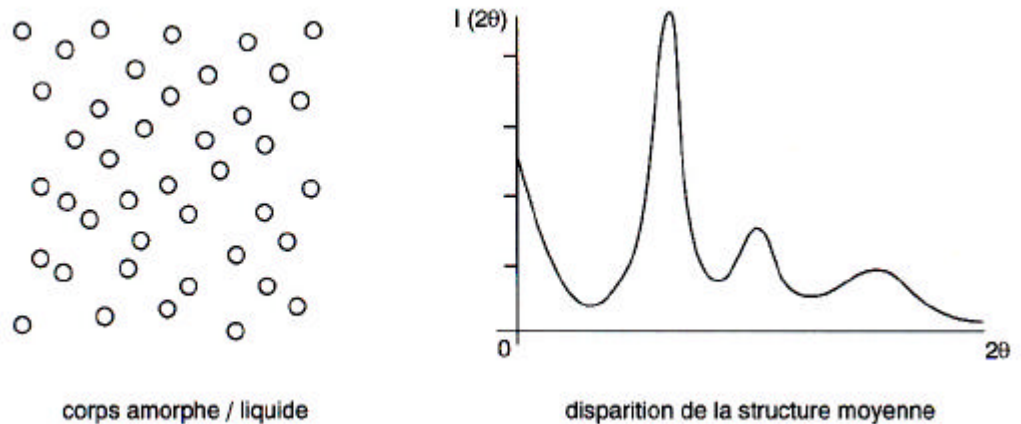


Figure 10.5

10.1.6 Théorie cinématique

Sauf exception, on ne s'intéresse qu'à la diffusion élastique : on considérera que les particules incidentes et diffusées ont exactement la même énergie. Cette approximation est pleinement justifiée dans le cas des rayons X.

La théorie **cinématique** de la diffraction suppose aussi que le faisceau diffracté n'a aucune interaction avec le faisceau incident et qu'il n'est diffracté qu'une seule fois. Les écarts à cette approximation deviennent importants dans les cristaux parfaits ou lorsque le faisceau diffracté est très intense (cas de la diffraction électronique par exemple). On prend en compte les interactions entre les ondes diffusées et l'onde incidente dans une autre théorie de la diffraction, appelée théorie **dynamique**. Elle a cependant un domaine d'application limité : les cristaux réels n'ayant pas en général une perfection cristalline suffisante pour justifier ce traitement plus rigoureux de la diffraction.

En résumé : la présentation des phénomènes de diffraction qui sera effectuée dans la suite est basée sur les approximations suivantes :

- o diffusion élastique
- o interaction entre les ondes diffusées et incidentes négligeable (théorie cinématique).

10.2 Diffusion par un atome

L'intensité est une énergie par seconde et par unité de surface : c'est un flux de puissance. Les dispositifs expérimentaux interceptant ce flux de puissance pendant un temps très grand devant la période de l'onde incidente, on mesure en fait une valeur moyenne prise par rapport au temps.

On admettra que cette intensité I_0 est proportionnelle au carré de l'amplitude de l'onde

$$I_0 = k \| A_0 \|^2$$

k étant une constante de proportionnalité.

D'une manière générale, on peut associer à chaque atome, une **amplitude de diffusion élastique "a"** qui représente la **"réponse" de l'atome** au rayonnement qu'il reçoit. On examinera dans les chapitres suivants le cas des rayons X et des neutrons. Cette amplitude de diffusion peut être un nombre complexe : son module a les dimensions d'une longueur, elle peut dépendre de l'angle de diffusion et de la longueur d'onde.

On considère un atome au repos en O recevant une onde plane dans la direction Oy, d'amplitude A_0 et de longueur d'onde. Cet atome émet une onde dont on ne connaît pas l'expression à son voisinage immédiat. Par contre, à une distance grande devant les dimensions de l'atome, on en connaît la forme "asymptotique" : c'est celle d'une onde sphérique $A_d(r, t)$ centrée sur O, Fig. 10.6 :

$$A_d(r, t) = A_0 \frac{a}{r} \exp i\omega \left(t - \frac{r}{c} \right) \quad [a] = L$$

r est la distance entre l'atome et le point d'observation, et A_0 est l'amplitude de l'onde incidente au point O.

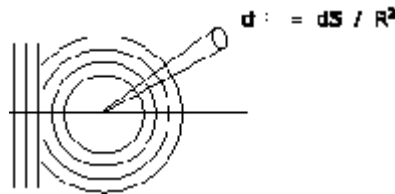


Figure 10.6 - Onde sphérique $A_d(r, t)$ diffusée par un atome

A la distance r de l'atome, un élément de surface dS reçoit une puissance (énergie par seconde) égale à :

$$dP = k |A_d|^2 dS = k |A_0|^2 \frac{a a^*}{r^2} dS$$

Cette surface dS est vue de O sous l'angle solide $d\Omega = \frac{dS}{r^2}$. : $dP = I_0 a a^* d\Omega$

par ailleurs : $dP = I_0 dS = I_0 \left(\frac{dS}{d\Omega} \right) d\Omega$

La section efficace différentielle de diffusion élastique est égale à : $\frac{dS}{d\Omega} = a a^*$

10.3 Diffusion par un cristal

On considère un cristal parfait triplement périodique. La position de tout atome j du **cristal** est repérée par le vecteur position:

$$\vec{R}_j = \vec{r}_j + m \vec{a} + n \vec{b} + p \vec{c} \quad m, n, p \in \mathbb{Z}$$

dans le repère $(O, \vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$, où O est une origine quelconque et $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ les vecteurs de base de la maille,

$\vec{r}_j = x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c}$ $x_j, y_j, z_j \in [0, 1[$ est le vecteur-position de l'atome j dans la maille, les x_j, y_j, z_j étant des nombres décimaux ou fractionnaires.

Le point d'observation M se trouve dans le plan de diffraction y O z à une distance R de l'origine. Fig. 10.7. L'onde plane se propage dans la direction Oy, \vec{S}_0 est le vecteur unitaire de propagation, supporté par Oy. \vec{S} est le vecteur unitaire de diffusion supporté par la droite OM. Les dimensions du solide cristallin sont petites par rapport à la distance R d'observation : $R_j \ll R$ quel que soit j.

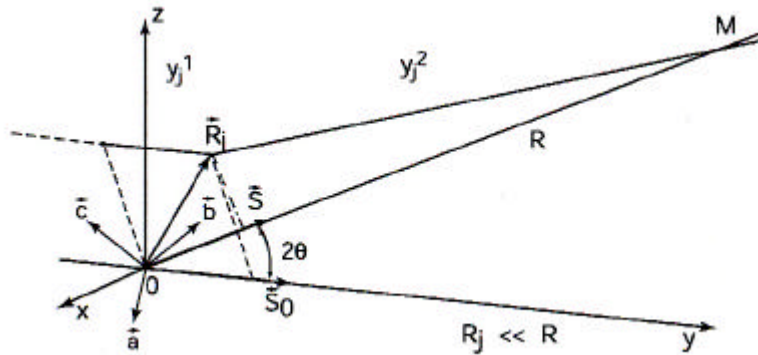


Figure 10.7 - Le cristal se trouve en O : $\vec{OM} = R \vec{S}$ et $2\theta = (\vec{S}_0, \vec{S})$

Les rayons, venant "de l'infini", arrivent dans le plan xoz dans le même état vibratoire. Appelons $A_0 \exp i\omega t$ la vibration dans le plan xoz. Pour arriver en M l'onde émise en O a parcouru la distance R, celle émise en R_j a parcouru la distance $y_{j1} + y_{j2}$.

L'amplitude de l'onde diffusée par un atome j, d'amplitude de diffusion a_j s'écrit au point

$$M: A_j(R, t) = A_0 \frac{a_j}{y_{j2}} \exp i \omega \left(t - \frac{y_{j1} + y_{j2}}{c} \right)$$

Sachant que le point M se trouve "à l'infini" vis à vis du cristal, ($R_j \ll R$), on vérifie que Fig. 10.7 :

- o au dénominateur : $y_{j2} \cong R$, à l'ordre 0, pour tout atome de cristal
- o dans l'argument : $y_{j1} = (\vec{S}_0 | \vec{R}_j)$ et $y_{j2} \cong R - (\vec{S} | \vec{R}_j)$ à l'ordre 1

Soit : $y_{j1} + y_{j2} \cong R - (\vec{S} - \vec{S}_0 | \vec{R}_j)$

Finalement, en regroupant les termes dépendant de l'indice j de l'atome, en sommant sur tous les vecteurs \vec{R}_j , on obtient l'amplitude totale $A_d(R, t)$ diffusée par les atomes du cristal au point d'observation M :

$$A_d(R, t) = A_0 \frac{1}{R} \exp i \mathbf{w} \left(t - \frac{R}{c} \right) \sum_{j=1}^{cristal} a_j \exp 2i \mathbf{p} \left(\vec{H} \mid \vec{R}_j \right)$$

$\vec{H} = \frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda}$ est le vecteur diffusion.

L'onde résultante s'écrit sous la forme d'un produit de deux sommes indépendantes, associées :

- o la première, aux vecteurs – position \vec{r}_j des N atomes de la maille
- o la seconde, à la périodicité du cristal (vecteurs de translation $m \vec{a} + n \vec{b} + p \vec{c}$).

L'amplitude résultante s'écrit :

$$A_d(R, t) = A_0 \frac{1}{R} \exp i \mathbf{w} \left(t - \frac{R}{c} \right) \left\{ \sum_{j=1}^N a_j \exp 2i \mathbf{p} \left(\vec{H} \mid \vec{r}_j \right) \right\} \left\{ \sum_{m,n,p}^{cristal} \exp 2i \mathbf{p} \left(\vec{H} \mid m \vec{a} + n \vec{b} + p \vec{c} \right) \right\}$$

On reconnaît le produit de l'amplitude diffusée par les N atomes de la maille et du **facteur de forme du cristal** :

$$C(H) = \sum_{m,n,p}^{cristal} \exp 2i \mathbf{p} \left(\vec{H} \mid m \vec{a} + n \vec{b} + p \vec{c} \right)$$

La somme où les positions atomiques apparaissent, est le **facteur de structure** de la maille :

$$F(H) = \sum_{j=1}^N a_j \exp 2i \mathbf{p} \left(\vec{H} \mid \vec{r}_j \right)$$

La puissance recueillie dans la direction du vecteur de diffusion \vec{H} , et dans un élément de surface dS est proportionnelle au carré du module de l'onde diffusée $A_d(R, t)$

$$dP_d \cong I_0 \frac{1}{R^2} |F(H)|^2 |C(H)|^2 dS$$

I_0 est l'intensité de l'onde incidente. La section efficace différentielle de diffusion élastique pour le cristal s'écrit :

$$\left(\frac{dS}{d\Omega} \right) = |F(H)|^2 |C(H)|^2$$

Remarque : on définit aussi un vecteur de diffusion $\vec{q} = 2 \mathbf{p} \vec{H}$; $|\vec{q}| = 4 \mathbf{p} \sin \theta / \lambda$.

10.4 Facteur de forme du cristal. Equations de LAUE

Le facteur de forme du cristal est lié à la forme macroscopique du cristal et aux paramètres de la maille. Pour simplifier, on suppose que le cristal est un parallélépipède renfermant N_1 mailles dans la direction du vecteur \vec{a} , N_2 mailles dans la direction du vecteur \vec{b} , N_3 mailles dans la direction du vecteur \vec{c} .

Le facteur de forme du cristal s'écrit alors sous la forme d'un produit de trois termes indépendants :

$$C(H) = S_1(\vec{H} | \vec{a}) S_2(H | \vec{b}) S_3(H | \vec{c})$$

$$\text{avec : } S(H | \vec{u}) = \sum_{j=0}^{N-1} \exp 2i\mathbf{p} j(\vec{H} | \vec{u})$$

$\vec{u} = \vec{a}$ ou \vec{b} ou \vec{c} ; $N = N_1$ ou N_2 ou N_3 , ; j est l'indice courant.

La somme $S(\vec{H} | \vec{u})$ est une progression géométrique de raison $\exp 2i\mathbf{p} (\vec{H} | \vec{u})$:

$$S(\vec{H} | \vec{u}) = \frac{1 - \exp 2i\mathbf{p} N (\vec{H} | \vec{u})}{1 - \exp 2i\mathbf{p} (\vec{H} | \vec{u})} = \frac{\sin \mathbf{p} N (\vec{H} | \vec{u})}{\sin \mathbf{p} (\vec{H} | \vec{u})} \exp i\mathbf{p} (N-1) (\vec{H} | \vec{u})$$

10.4.1 Fonction de LAUE (Fig. 10.8)

Considérons la fonction de LAUE $L(\vec{H} | \vec{u}) = || S(\vec{H} | \vec{u}) ||^2$ comme une fonction de $x = (\vec{H} | \vec{u})$

$$L(x) = \frac{\sin^2(\mathbf{p}Nx)}{\sin^2(\mathbf{p}x)}$$

$L(x)$ est une fonction périodique de période $x = 1, 2, 3, \dots$ entier. Sa limite pour x tendant vers 0 ou vers un entier est égale à :

$$\lim_{x \rightarrow 0} L(x) = N^2 x^2 / x^2 = N^2$$

Les maxima principaux de $L(x)$ se produisent donc lorsque x est égal à un entier. Fig. 10.3. Entre ces maxima principaux, il y a :

- o $N - 2$ maxima secondaires obtenus pour $x = \frac{2m+1}{2N}$ $m = 1 \text{ à } N - 2$
- o $N - 1$ minima lorsque $x = \frac{2m}{2N}$ $m = 1 \text{ à } N - 1$

La hauteur du premier pic secondaire ($m = 1$) est égale à :

$$\frac{\sin^2(\mathbf{p} N 3/2N)}{\sin^2(\mathbf{p} 3/2N)} \approx \frac{1}{9\mathbf{p}^2/4N^2} \text{ si } N \text{ est grand}$$

à comparer avec la hauteur d'un pic principal égale à N^2 : le rapport des hauteurs est égal à $4/9 \mathbf{p}^2$ soit 4,5/100 environ. Pour les pics secondaires d'ordre m ce rapport vaut $4/(2m+1)^2 \mathbf{p}^2$. La largeur d'un maximum principal est égale à :

$$\Delta(x) = \Delta(\vec{H} | \vec{u}) = 2 / N$$

et son aire est égale approximativement à N

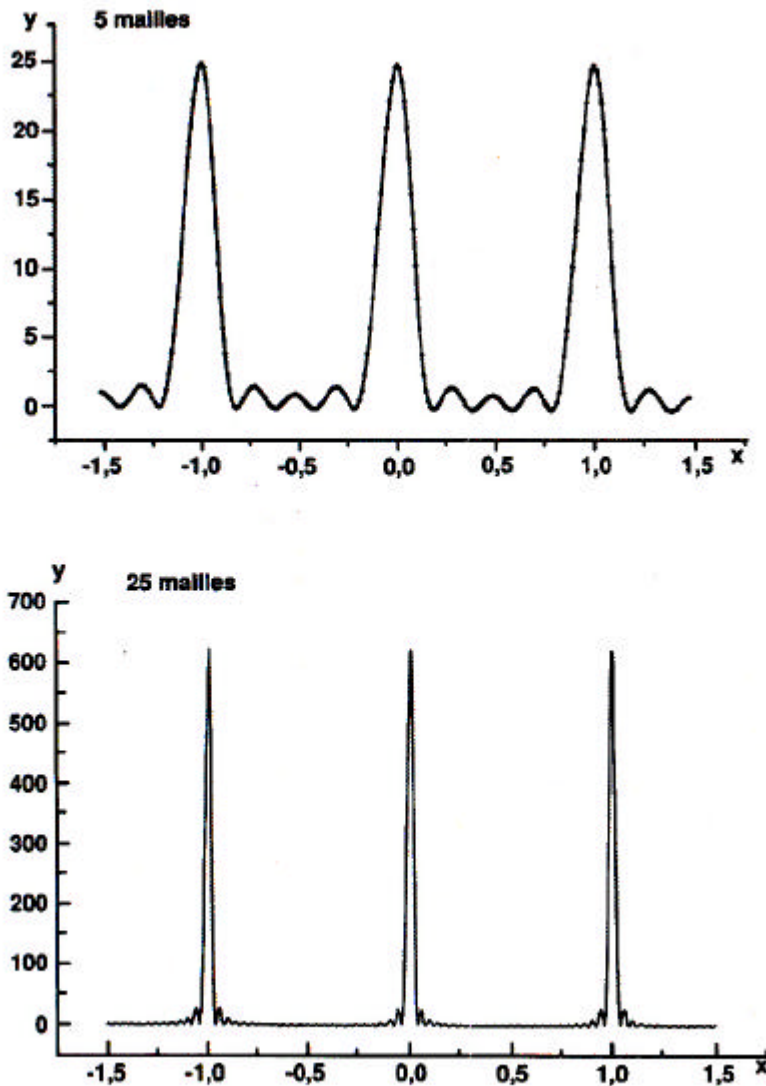


Figure 10.8 - Représentation de $y = \frac{\sin^2(\pi Nx)}{\sin^2(\pi x)} = f(x)$ pour $N = 5$ et $N = 25$.

3

La conclusion est que, pour N grand, (N est au moins égal à 100), il n'y a pratiquement pas d'intensité en dehors des valeurs telles que :

$$(\vec{H} | \vec{u}) = \text{un entier}$$

10.4.2 Equations de LAUE

Pour un cristal "infini", l'intensité est nulle en dehors des maxima des trois fonctions de LAUE. Les trois fonctions de LAUE sont simultanément maximales si le vecteur de diffusion $\vec{H} = (\vec{S} - \vec{S}_0) / \lambda$ vérifie les **équations de LAUE** :

$$\left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| \vec{a} \right) = i \quad \left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| \vec{b} \right) = j \quad \left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| \vec{c} \right) = k \quad i, j, k \in \mathbb{Z}$$

Par combinaison linéaire de ces 3 relations, avec les entiers u, v, w , on obtient :

$$u \left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| \vec{a} \right) + v \left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| \vec{b} \right) + w \left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| \vec{c} \right) = u i + v j + w k \in \mathbb{Z}$$

$$\text{soit : } \left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| u \vec{a} + v \vec{b} + w \vec{c} \right) = m \quad \text{ou encore} \quad \left(\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} \middle| \vec{r}_{uvw} \right) = m \in \mathbb{Z}$$

Conclusion : quand le vecteur de diffusion est égal à un vecteur du réseau réciproque, le cristal diffracte le rayonnement incident : la condition de diffraction s'écrit donc :

$$\frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} = \vec{r}_{hkl}^*$$

La diffraction par un cristal se produit suivant des directions particulières uniquement celles qui sont parallèles à la direction du vecteur $\vec{S} = \vec{S}_0 + \lambda \vec{r}_{hkl}^*$.

En général, la condition de diffraction n'est pas satisfaite lorsque le monocristal est placé dans le faisceau sans précaution particulière.

Remarque : introduction "optique" du réseau réciproque.

On rapporte le vecteur de diffusion \vec{H} à une base $(\vec{a}^* \vec{b}^* \vec{c}^*)$ liée à la base de réseau $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$ par la relation de réciprocité $(\vec{a}_i^* \middle| \vec{a}_j) = \delta_{ij}$: alors $\vec{H} = h \vec{a}^* + k \vec{b}^* + l \vec{c}^*$

D'après les équations de LAUE, h, k, l sont des nombres entiers. En associant le triplet (h, k, l) aux 3 vecteurs $(\vec{a}^* \vec{b}^* \vec{c}^*)$, on construit le réseau réciproque du réseau direct $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$.

10.5 Interprétation géométrique

On associe à chaque direction de diffraction trois indices $h, k, l \in \mathbb{Z}$ qui sont aussi les coordonnées du premier noeud réciproque dans la direction h, k, l perpendiculaire aux plans diffractants :

10.5.1 Loi de BRAGG

En prenant la norme des deux membres de l'équation vectorielle :

$$(\vec{S} - \vec{S}_0) / \lambda = \vec{r}_{hkl}^* = n(h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*)$$

on obtient la forme usuelle de la relation de BRAGG : la condition de diffraction $\vec{S} = \vec{S}_0 + \lambda \vec{r}_{hkl}^*$ signifie que :

- o le faisceau incident fait un angle θ avec les plans (hkl)
- o le faisceau diffracté, situé dans le plan contenant le faisceau incident et la normale commune aux plans diffractants, fait le même angle θ avec les plans (hkl) (réflexion spéculaire)
- o cet angle θ satisfait à la relation de BRAGG : $n\lambda = 2D_{hkl} \sin \theta$

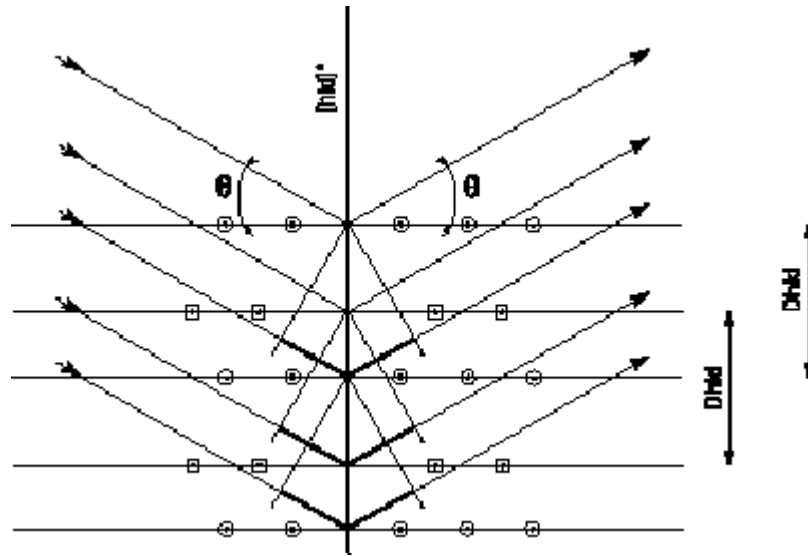


Figure 10.9 - Réflexion par des plans atomiques pour θ égal à l'angle de BRAGG.

La différence de marche entre plans espacés de D_{hkl} , est égale à $2D_{hkl} \sin \theta$, lorsque l'accord de phase est réalisé, elle vaut $n\lambda$ avec n entier, Fig. 10.9

- o $n = 1$: $\Delta = \lambda$. Réflexion du **premier ordre** par des plans atomiques espacés de D_{hkl} , correspondant au premier noeud de la rangée $[h k l]^*$:

On dit : < réflexion 1h 1k 1l > par exemple 1 2 3

- o $n = 2$: $\Delta = 2\lambda$. Réflexion du **deuxième ordre** par des plans atomiques espacés de D_{hkl} , correspondant au deuxième noeud de la rangée $[h k l]^*$:

On dit : < réflexion 2h 2k 2l > par exemple 2 4 6

- o $n = 3$: $\Delta = 3\lambda$. Réflexion du **troisième ordre** par des plans atomiques espacés de D_{hkl} , correspondant au troisième noeud de la rangée $[h k l]^*$:

On dit : < réflexion 3h 3k 3l > par exemple 3 6 9

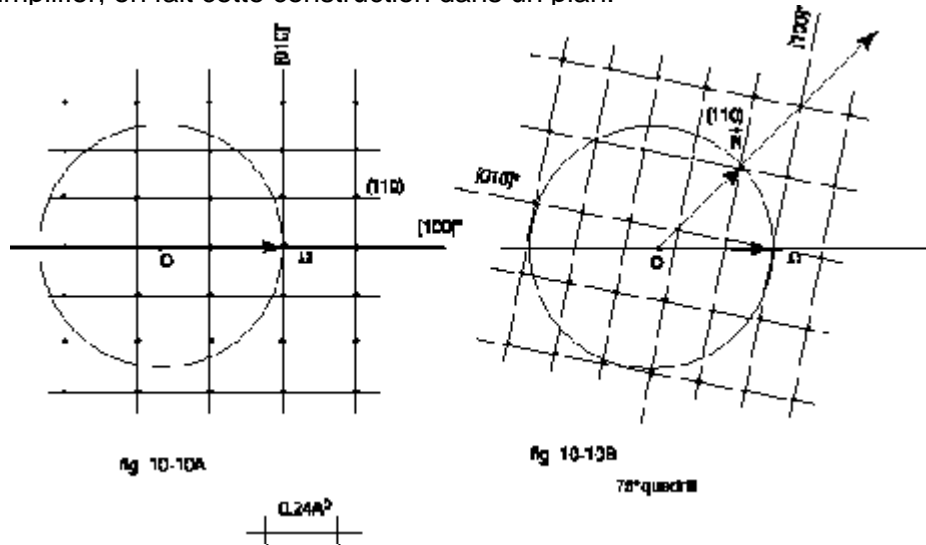
- o etc...

Remarque : si le noeud réciproque 1 1 1 n'existe pas (cas des corps centrés par exemple), cela signifie, du point de vue de la diffraction, que des plans atomiques distants de D_{111} diffusent des rayonnements en opposition de phase.

10.5.2 ..Construction d'EWALD

La construction d'EWALD est une représentation graphique des conditions de LAUE, elle permet la détermination des directions de diffraction.

Pour simplifier, on fait cette construction dans un plan.



Figures 10.10 A et B - Construction d'EWALD

o **Première étape** : Tracer un axe représentant la direction du faisceau direct. Représenter la position de l'échantillon en choisissant un point O sur cet axe. Tracer un cercle de centre O et de rayon $1/\lambda$.

Ce cercle (on l'appelle cercle ou sphère d'EWALD) coupe le faisceau direct en Ω .

$\vec{O\Omega} = \vec{S}_0 / \lambda$ est un vecteur ayant la direction et le sens du faisceau

o **Deuxième étape** : Prendre Ω comme origine du réseau réciproque et superposer le réseau réciproque sur le cercle d'EWALD dans l'orientation correspondant à celle de l'échantillon.

Dans l'exemple Fig. 10.10 la direction $[1, 0, 0]^*$ est confondue avec celle du faisceau, $[0 0 1]^*$ est perpendiculaire au plan de la figure et $[0 1 0]^*$ est orthogonal aux deux autres vecteurs.

La construction géométrique, Fig. 10.10A, effectuée à l'échelle indiquée, montre qu'il n'y a aucun nœud sur le cercle d'EWALD pour cette longueur d'onde ($2,50 \text{ \AA}$) et pour cette position de l'échantillon.

On verra, Chap. 12, les différentes techniques possibles pour placer un nœud sur la sphère d'EWALD.

o **Troisième étape** : On choisit de tourner l'échantillon autour de la direction $[0 0 1]^*$ Fig. 10.10B. Le réseau réciproque, lié par les relations $(\vec{a}_i * | \vec{a}_j) = \mathbf{d}_{ij}$ tourne

exactement comme le réseau direct. La construction graphique, faite à l'échelle, indique qu'il faut tourner environ de 80 deg. Environ, autour de $[0\ 0\ 1]^*$ et à partir de la position initiale pour placer le nœud réciproque N (1 1 0) sur le cercle. La direction du

faisceau diffracté est alors celle du vecteur \vec{ON} :

$$\vec{ON} - \vec{O\Omega} = \vec{\Omega N} \text{ soit } \vec{S}/\mathbf{I} - \vec{S}_0/\mathbf{I} = \vec{r}^*_{110}$$

Dans cette configuration, la famille (1 1 0) est en position de diffraction, tant que le nœud se trouve sur la sphère d'EWALD.

Remarque : cette construction, réalisée dans l'espace réciproque, n'a aucune réalité physique

10.6 Domaine autour des nœuds du réseau réciproque

Pour un cristal "infini" (N_1, N_2, N_3 très grands), l'intensité diffractée dans la direction $\vec{S} = \vec{S}_0 + \mathbf{I} \vec{H}$ tombe très rapidement à zéro lorsque \vec{H} s'écarte du nœud réciproque h k l.

Pour certains cristaux réels, le domaine diffractant peut avoir une extension limitée suivant les directions des vecteurs $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$.. Le produit des trois fonctions de LAUE se présente comme une fonction de forme du cristal affectée aux nœuds h k l du réseau réciproque.

10.6.1..Exemples de domaine réciproque

En se basant sur les fonctions de LAUE, Fig. 10.8, on peut obtenir les résultats qualitatifs suivants, Fig. 10.11 :

- o on attribue à chaque nœud réciproque un domaine de valeurs h k l non entières correspondant à la largeur $2/N$ du pic principal. Ce domaine réciproque a donc une forme "inverse" de celle du domaine diffractant.
- o le rayonnement diffracté est concentré dans un petit angle solide autour de la direction de diffraction.


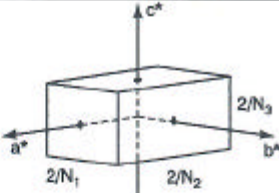
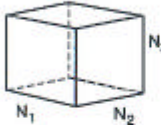
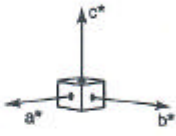
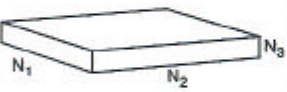
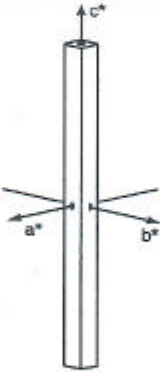

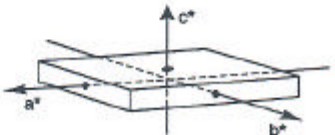
Domaine "diffractant" (espace réel)	Domaine "réciproque" autour de chaque nœud
 <p>N_1, N_2, N_3 "petits"</p>	 <p>$2/N_1, 2/N_2, 2/N_3$ "grands"</p>
 <p>N_1, N_2, N_3 "grands"</p>	 <p>$2/N_1, 2/N_2, 2/N_3$ "petits"</p>
 <p>N_1, N_2 "grands", N_3 "petit"</p>	 <p>$1/N_1, 2/N_2$ "petits", $2/N_3$ "grand"</p>
 <p>N_1, N_2 "petits", N_3 "grand"</p>	 <p>$2/N_1, 2/N_2$ "grands", $2/N_3$ "petit"</p>

Figure 10.11

10.6.2..Elargissement des pics de BRAGG. Relation de SCHERRER

On suppose, le cristal composé de m plans atomiques d'espacement d_{hkl} numérotés de 0 à m , le long de la normale aux plans diffractants Fig. 10.12. Son épaisseur est égale à $E = md_{hkl}$

La condition d'interférence **constructive** entre les plans atomiques 0 et $m/2$ s'écrit au premier ordre pour un angle d'incidence Θ valant Θ_B exactement, Fig. 10.9

$$(m/2) \lambda = m/2 [2d_{hkl} \sin(\Theta_B)] \quad (1)$$

La condition d'interférence **destructive** est atteinte lorsque l'angle θ atteint la valeur limite $\Theta_B + d\Theta_B$,

$$(m/2)I + I/2 = m/2 [2d_{hkl} \sin(\Theta_B + d\Theta_B)] \quad (2)$$

Ce sont aussi les conditions d'interférence entre les plans 1 et $m/2+1$, 2 et $m/2+2$, ..., $m/2$ et m . En définitive, l'équation (2) représente la condition d'interférence destructive pour la totalité du cristal pour un angle d'incidence variant au maximum de $\delta\theta$ de part et d'autre de l'angle Θ_B de BRAGG.

Sachant que $\delta\theta \ll \Theta_B$, et en limitant le développement du sinus au premier ordre, l'équation (2) devient :

$$(m/2)I + I/2 = m/2 [2d_{hkl} (\sin \Theta_B + d\Theta_B \cos \Theta_B)]$$

En remplaçant $m d_{hkl}$ par E et en introduisant l'équation (1), on obtient :

$$2d\Theta_B = I / E \cos \Theta_B$$

Habituellement, on écrit la relation de SCHERRER sous la forme :

$$B(2d\Theta_B) = \frac{KI}{E \cos \Theta_B}$$

La constante K dépend de la façon de définir la taille des domaines diffractants et l'élargissement du pic $B(2d\Theta_B)$. La valeur $K=1$ correspond à la largeur totale à mi-hauteur et à une taille moyenne dans la direction normale aux plans diffractants. Fig. 10.12

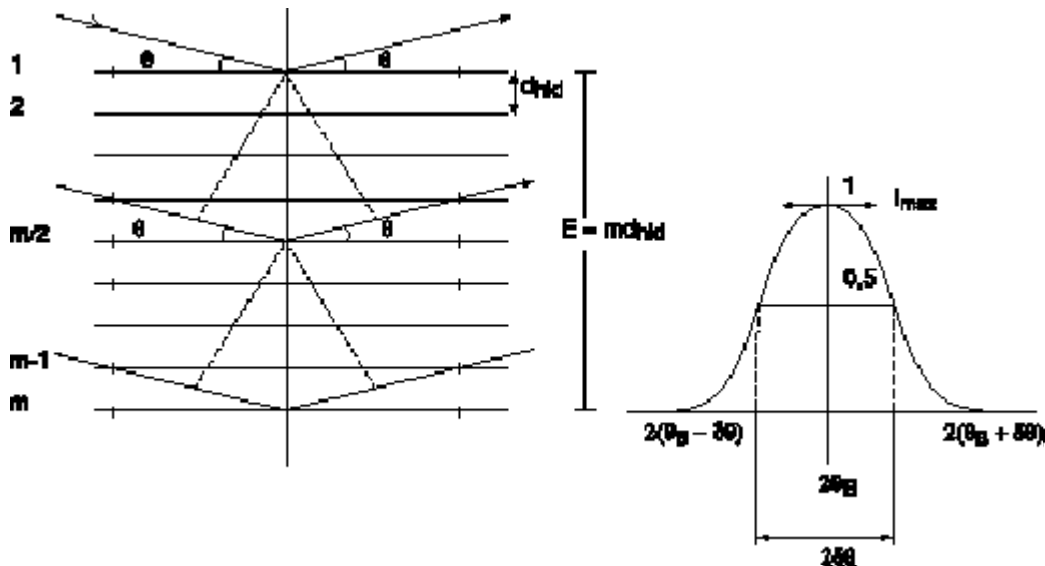


Figure 10.12

Plus la largeur angulaire des réflexions est étroite autour de la valeur Θ_B satisfaisant à la loi de BRAGG, plus le domaine de diffraction est étendu dans la direction perpendiculaire aux plans diffractants

10.6.3..Ordre de grandeur des largeurs angulaires des pics de BRAGG

Soit, pour fixer les idées, un cristal du système cubique de paramètre $a = 0,5 \text{ nm}$ (5 \AA) ayant un domaine diffractant de $0,5 \text{ }\mu\text{m}$ (5000 \AA) pour chacune de ses dimensions ; $l = 0,154 \text{ nm}$; l'angle de BRAGG de la réflexion 1 0 0 vaut 8.86 degré .

$$\Delta(2q) = \frac{0,154}{510^2 \cos(8,86)} \approx 310^{-4} \text{ rad}$$

soit $\Delta(2q) \approx 1.810^{-2} \text{ degré}$

La largeur intrinsèque des réflexions est de l'ordre de **1 à 2 centièmes** de degré. C'est l'élargissement expérimental que présentent les meilleurs diffractomètres.

Il sera difficile de mesurer la largeur naturelle d'une réflexion de BRAGG lorsque le domaine "diffractant" (on dit aussi cohérent) du cristal sera supérieur à $1000l$ environ (ou encore $0,5 \text{ micron}$.)