Complémentarité des rayons X et des neutrons

J.-P. Lauriat

Laboratoire LURE, Université Paris-Sud, Centre d'Orsay, BP. 34, 91898 Orsay cedex, France

I - INTRODUCTION

II - PRESENTATION des SOURCES de RAYONS X et de NEUTRONS

II - 1 : Tubes de Rayons X

II - 2 : Sources de rayonnement synchrotron

II - 3 : Source de Neutrons

II - 4 : Complémentarité entre les rayonnements X et neutroniques

III - CARACTERISTIQUES du RAYONNEMENT SYNCHROTRON

III - 1 : Emission par les aimants de courbure.

III - 2 : Emission par les éléments d'insertion.

III - 3 : Paramètres caractéristiques de rayonnement synchrotron.

IV - PRODUCTION des FAISCEAUX MONOCHROMATIQUES de RAYONS X et de NEUTRONS

IV - 1 : Rayons X

IV - 2 : Neutrons

IV - 3 : Comparaison des qualités optiques des faisceaux de rayons X et de Neutrons

V - ABSORPTION des RAYONS X et des NEUTRONS

V - 1 : Absorption des rayons X

V - 2 : Absorption des neutrons thermiques

V - 3 : Facilités apportées par les différences d'absorption

VI - DIFFUSION des RAYONS X et des NEUTRONS

VI - 1 : Diffusion des rayons X

VI - 2 : Diffusion résonnante des Rayons X

VI - 3 : Diffusion nucléaire des Neutrons

VI - 4 : Comparaison entre la diffusion des Rayons X et des Neutrons

VII - APPORT des RAYONS X et des NEUTRONS à la DIFFRACTION

VII - 1 : Les atouts de la diffraction X

VII - 2 : Exemples de Diffraction anormale des Rayons X

VII - 3 : Cas favorables pour la diffraction des Neutrons

VII - 4 : Diffraction sous haute pression

VII - 5 : Diffraction de surface

VIII - CONCLUSION

REFERENCES

I - INTRODUCTION

Pour effectuer l'analyse structurale d'un matériau, on peut utiliser la diffraction des neutrons, des rayons X ou des électrons.

Dans ce document, l'objectif est de souligner la complémentarité existant entre les expériences de diffraction faisant appel aux rayons X et aux neutrons, et de donner aux futurs utilisateurs quelques indications pour préparer et exploiter une expérience destinée à l'analyse structurale.

Les rayonnements de Röntgen furent découverts en 1895, et appelés par la suite rayons X pour souligner les interrogations que soulevaient leurs propriétés extraordinaires, en particulier celle de traverser les matériaux opaques. L'expérience réalisée par Laue et col., en 1912 a été décisive pour la compréhension de la nature de ces rayons X, elle montre en effet qu'ils sont diffractés par les cristaux. Ainsi furent mis évidence leur caractère ondulatoire, et en même temps la triple périodicité du milieu cristallin.

Il a fallu attendre plus longtemps pour les neutrons, ils ont été découverts en 1932 par Chadwick. Quelques années plus tard, en 1936 il était démontré que les cristaux diffractaient aussi les neutrons. C'est en 1945, que le premier diffractomètre a été mis en service au Laboratoire National d'Argonne aux U.S.A..

Après une première approche théorique vers 1905, on s'est intéressé de nouveau, dans les années 1940, au rayonnement émis par les électrons en mouvement sur une orbite circulaire comme facteur limitant l'énergie des accélérateurs d'électrons. Le problème a été traité d'abord théoriquement, puis expérimentalement dans les laboratoires de General Electric aux U.S.A., où la lumière "synchrotron" a été "vue" pour la première fois en 1946 dans le but de vérifier des prédictions théoriques.

Le rayonnement synchrotron a commencé de sortir de son rôle négatif à partir de 1956, date à partir de laquelle, les premières expériences de spectroscopie dans le domaine des X mous ont été réalisées. Dans les années 1960 / 1980 le temps de faisceau était partagé avec les physiciens des particules, puis vint l'époque où les anneaux de stockage furent reconvertis en source de rayonnement synchrotron comme l'anneau D.C. I. du L.U.R.E. (source de première génération). Ensuite, à partir des années 1990, des anneaux de stockage optimisés pour le rayonnement synchrotron furent construits dans de nombreux pays (sources de seconde et troisième génération) Actuellement, on en compte environ 75 dans le monde, dédiés aux X durs et mous.

Ces sources de rayonnement " pour diffraction " doivent délivrer des faisceaux dont les longueurs d'onde associées se trouvent dans le domaine : 0,05 nm - 0,3 nm, précisément celui des distances inter atomiques dans la matière condensée.

II - PRESENTATION des SOURCES de RAYONS X et de NEUTRONS

On utilise deux types de source, pour la diffraction des rayons X :

- les sources de "laboratoire" qualifiées ainsi parce qu'elles peuvent se loger plus ou facilement dans une pièce et que leur utilisation relève de la gestion d'un laboratoire .
- les sources " synchrotron" , ce sont des "grands instruments " , comme les sources de neutrons, dont l'accès est obtenu après avis d'un comité de programmes pour quelques jours (ou moins) par an.

II – 1 : Tubes à rayons X

Les installations de laboratoire équipées de tube à rayons X sont fiables, conviviales, idéales pour faire des mesures précises, travailler calmement et prendre le temps de réfléchir. Les constructeurs proposent les derniers perfectionnements portant sur l'optique et la détection des rayons X. On aurait tort de penser qu'elles ne sont désormais cantonnées qu'aux mesures de routine.

Rappelons les caractéristiques du rayonnement provenant d'une anticathode :

- la source est polychromatique, elle émet indépendamment les raies caractéristiques de l'anticathode et les rayonnements du fond continu à partir d'un seuil
- la source est totalement divergente
- l'émission des photons X par le tube est continue, le nombre de photons émis par unité de temps est une variable aléatoire.
- les raies caractéristiques ne sont pas polarisées, le rayonnement de freinage l'est partiellement.

Le spectre d'émission, Fig 2/1, se compose de deux parties indépendantes, le fond continu du au freinage des électrons dans l'anticathode et les raies d'émission dues aux transitions entre le niveau K (s'il s'agit de la série K) et les niveaux supérieurs des atomes de l'anticathode. En gros, l'énergie émise est répartie également entre le fond continu et les raies. Celles-ci ayant une largeur relative à mi-hauteur de l'ordre de 10^{-4} , l'énergie disponible dans ces raies est considérable, mais par contre l'énergie disponible dans une bande équivalente du fond continu est relativement faible.

Les raies K se composent du doublet $K\alpha_1$ $K\alpha_2$ (rapport d'intensité $\frac{1}{2}$, écart relatif $1/400$) et du triplet $K\beta$ ayant une longueur d'onde moyenne 10% environ plus petite que celle doublet $K\alpha$ et une intensité 25% plus faible.

Pour obtenir un rayonnement $K\alpha$ monochromatique, on élimine les raies $K\beta$ (avec toutefois un résidu inférieur à 1%) au moyen d'un filtre approprié et le fond continu par une sélection électronique réglée sur l'énergie des rayonnements $K\alpha$. Fig. 2/2

Pour améliorer la qualité du rayonnement d'anticathode, on dispose maintenant d'éléments optiques sophistiqués comme :

- les miroirs de Göbel qui sont des multicouches déposées avec un espacement convenable sur un support courbé paraboliquement
- les collimateurs focalisants
- les doubles ou quadruples monochromateurs.

On obtient ainsi un faisceau ayant la longueur d'onde $K\alpha_1$, quasiment parallèle, mais pour travailler à une autre longueur d'onde il faut changer d'anticathode, et malheureusement les possibilités sont réduites.

Figure 2/1 : Anticathode de Cuivre (polluée)
40kV 5mA Analyseur LiF 200

Figure 2/2 : Filtre de Nickel
Sélection électronique réglée pour CuK α

II – 2 : Sources de rayonnement synchrotron

Toute charge électrique soumise à une accélération émet un rayonnement électromagnétique. Un exemple : dans un tube de rayons X les électrons heurtant l'anticathode émettent du rayonnement du fait de leur décélération : c'est le fond continu du spectre d'émission (Bremsstrahlung)

Le rayonnement synchrotron est émis par des électrons (ou des positrons) ultra relativistes, lorsqu'ils changent de direction, ce qui se produit uniquement dans les parties courbes des anneaux de stockage. Ils sont injectés à une énergie E très supérieure à l'énergie de repos m_0c^2 ($m_0c^2 = 0,511$ MeV , m_0 est la masse au repos de l'électron). Pour un observateur situé dans le laboratoire, ce rayonnement apparaît concentré dans la direction de la tangente à la trajectoire. Au cours de l'injection des particules dans l'anneau, un champ radio - fréquence accordé sur le mouvement orbital assure leur regroupement en paquets; après injection il compense l'énergie qu'elles ont rayonnée.

Dans les machines de première génération, le rayonnement synchrotron provenait uniquement des aimants de courbure produisant le champ magnétique nécessaire pour la déviation des particules. Les machines récentes comportent des parties droites dans lesquelles sont installés les éléments d'insertion Fig. 2/3 , ils peuvent être mis hors service sans (trop) perturber le fonctionnement de l'anneau. En bref, ils sont pourvus de deux rangées d'aimants permanents placés de façon à créer un champ magnétique alterné perpendiculaire au plan de l'orbite, qui impose une trajectoire sinusoïdale aux particules comme indiqué Fig. 2/4 . Chaque élément d'insertion constitue une source de rayonnement indépendante dont on peut maîtriser les caractéristiques d'émission par l'intensité du champ magnétique et par la période magnétique.

Figure 2 /3 : Vue générale d'un anneau de stockage

A l'E.S.R.F 29 sections droites sont disponibles pour installer des éléments d'insertion en plus des 27 aimants de courbure.

L'anneau de "S.O.L.E.I.L." aura une circonférence de 337m, il comportera 32 aimants de courbure et 16 sections droites, 14 seront disponibles pour des éléments d'insertion, les 2 autres pour l'injecteur et la cavité haute fréquence. On prévoit l'installation de 14 lignes de lumière provenant des éléments d'insertion en plus des lignes issues des aimants de courbure (ou dipôles). C'est dire l'importance qu'on accorde maintenant aux éléments d'insertion.

Remarque : les photons X produits par ces sources synchrotron ont un prix de revient élevé, l'énergie rayonnée ne dépasse pas quelques pourcents de l'énergie utilisée pour le fonctionnement de la machine.

Figure 2 /4 : Schéma de principe d'un élément d'insertion
Le cône d'émission représente l'émission pour un point de la trajectoire

II - 3 : Sources de Neutrons

Les neutrons ont aussi un prix de revient élevé principalement à cause des contraintes liées à son mode de production : utilisation d'uranium 235 enrichi à 93 %, nocivité des particules produites, produits de fission à confiner, à stocker et à retraiter, systèmes de sécurité complexes.

Les sources de neutrons sont des réacteurs de type piscine (I.L.L. ou L.L.B). Sans trop entrer dans les détails : le coeur où se situe la réaction de fission productrice de neutrons est disposé dans un bidon d'eau lourde D_2O (le réflecteur), la protection biologique est assurée par de l'eau ordinaire déminéralisée contenue dans une piscine de 4,5 m de diamètre et de 15 m de haut, elle-même entourée par un mur de béton de 1,5 m d'épaisseur. Le diamètre total du bloc réacteur atteint 7,5 m (L.L.B.)

Les sources à "spallation" sont basées sur un autre principe: les neutrons sont produits par bouffées, dans la cible de spallation par réaction d'un faisceau pulsé de protons, d'énergie élevée (de l'ordre du GeV) sur des noyaux lourds (Pb, Hg ...). Donc, plus de matière fissile, plus de déchets à retraiter et une radioactivité résiduelle plus facilement contrôlable. Il existe une source pulsée de neutrons (à la fréquence de 50 Hz) en fonctionnement (I.S.I.S. en Grande Bretagne). La future source de neutrons européenne E.S.S. sera probablement de ce type.

Les neutrons sont des particules neutres de masse très voisine de celle du proton possédant un spin $\frac{1}{2}$ ($m = 1,675 \cdot 10^{-24}$ g). A un jet continu de neutrons de vitesse v , on associe une onde plane dont la longueur d'onde est donnée par la relation de Broglie:

$$\lambda = h/p \text{ qui devient dans les unités indiquées : } v \text{ (m/s)} = 395,6 / \lambda \text{ (nm)}$$

Des neutrons de 0.18 nm ont une vitesse de 2 200 m/s environ, ceux de 0.084 nm, 4 700 m/s environ. Pour fixer les idées à 0,1 nm correspond 4 km / sec.

Si on exprime λ en fonction de l'énergie du neutron, il vient : $\lambda = h / \sqrt{2Em} \quad E = h^2 / 2m\lambda^2$

Dans les unités indiquées : $\lambda \text{ (nm)} = 0,905 / \sqrt{E(\text{meV})} \quad E \text{ (meV)} = 0,818 / \lambda^2 \text{ (nm)}$

L'énergie d'un neutron de 0,18 nm vaut environ 25 meV, celle d'un neutron de 0.084 nm, 116 meV environ.

Lorsque des neutrons se sont mis à l'équilibre thermique avec un milieu à la température T , le spectre de leurs vitesses est maxwellien. Fig.-2/4. Leur vitesse quadratique moyenne $\langle v \rangle$ est alors égale à :

$$\frac{1}{2} m \langle v \rangle^2 = \frac{3}{2} kT \quad \sqrt{2Em}$$

à laquelle correspond une longueur d'onde moyenne $\langle \lambda \rangle = h / \sqrt{3mkT}$

soit dans les unités pratiques : $\langle \lambda \rangle \text{ (nm)} = 2,5 / \sqrt{T \text{ (K)}}$

La thermalisation des neutrons, obtenue après un nombre suffisant de collisions, se produit dans des substances adaptées aux gammes de longueur d'onde désirée :

-- source thermique : elle est constituée par le bidon réflecteur rempli d'eau lourde maintenue à une température proche de l'ambiante (320 K°) :

$$\lambda = 0,140 \text{ nm} \quad 42 \text{ meV}$$

-- source froide : hydrogène liquide à 20 K° : $\lambda = 0,56 \text{ nm}$ 2,60 meV

-- source chaude : graphite porté à 2000 K° : $\lambda = 0,056 \text{ nm}$ 260 meV

Figure 2/5 : Flux dans une bande $\Delta\lambda$ (en $\text{\AA}$) produit par les modérateurs secondaires

A la sortie du réacteur, les faisceaux de neutrons sont divergents, ils ont un spectre "blanc" et des directions de spin réparties au hasard.

Ces neutrons "pour diffraction" ont donc des énergies de l'ordre de quelques dizaines de meV. Or 1 eV correspondant à 11 600 K° : ces énergies sont de quelques centaines de degrés K°, du même ordre de grandeur que les énergies d'agitation thermique dans les solides à la température ambiante. On dit que ces neutrons sont des "neutrons thermiques"

II -3 : Complémentarité entre les Neutrons et les Rayons X

Pour des longueurs d'onde comparables, les énergies associées aux neutrons et aux photons sont dans un rapport 10^5 . (pour une longueur d'onde de 0,1 nm , neutrons : 82 meV , rayons X : 12400 eV)

-- **Neutrons** : dans une collision neutron - phonon, les énergies des particules sont comparables; le changement relatif d'énergie du neutron peut être important. La mesure du transfert d'énergie entre le phonon et le neutron est possible en effectuant l'analyse en énergie des neutrons diffusés avec un spectromètre à 3 axes.

-- **Rayons X pour diffraction**: les énergies associées sont de l'ordre de la dizaine de keV ($E(\text{eV}) = 1239,8 / \lambda (\text{nm})$) . Ce sont des énergies suffisantes pour éjecter les électrons des couches profondes et faire de la spectroscopie sur le matériau étudié.

III - CARACTERISTIQUES du RAYONNEMENT SYNCHROTRON

Les particules (électrons ou positrons) circulent regroupées par paquets dans une enceinte annulaire horizontale, composée d'arcs de cercles reliés entre eux par des sections droites, et

maintenue sous un vide de 10^{-9} à 10^{-10} hPa (mbar). A cette pression, les collisions entre les électrons et les molécules du gaz résiduel sont assez rares pour éviter une décroissance rapide du faisceau. Son intensité diminue aussi sous l'effet des diffusions par répulsion coulombienne qui ont tendance à expulser les électrons du paquet (effet Touschek). La durée de vie du faisceau est généralement d'une vingtaine d'heures, elle peut atteindre 5 jours avec des positrons comme à D.C.I.

III -1 : Emission par les aimants de courbure

-- le spectre d'émission est continu

Le flux de photons émis par un aimant de courbure est donné par une courbe universelle caractérisée par une énergie critique ε_c : le spectre d'émission est maximum aux environs de ε_c , il décroît exponentiellement aux petites valeurs de ε Fig._3/1

L'énergie critique ε_c est définie comme l'énergie médiane séparant le spectre d'émission en deux parties $\varepsilon_c > \varepsilon_c$ et $\varepsilon < \varepsilon_c$ d'égale intensité. En unités pratiques :

$$\varepsilon_c \text{ (eV)} \cong 2\,200 E^3 \text{ (GeV)} / R \text{ (m)} \quad (1)$$

où R est le rayon de courbure de la trajectoire dans les aimants. Pour une machine donnée, R est fixé et ε_c varie comme E^3

Figure 3/1 : Spectre d'émission représenté avec les paramètres d'une machine donnée en fonction de l'énergie E du faisceau d'électrons stockés. Les lignes verticales représentent l'énergie critique ε_c des photons pour chaque valeur de E

Exemples :

S.O.L.E.I.L : dipôles $E = 2,5$ GeV $R = 5,36$ m $\varepsilon_c \cong 6\,500$ eV $\lambda_c \cong 0,19$ nm
 L.U.R.E. / D.C.I. : dipôles $E = 1,85$ GeV $\lambda_c = 0,34$ nm ; wiggler $\lambda_c = 0,11$ nm

La valeur de l'énergie critique des aimants de courbure de S.O.L.E.I.L. indique que ce sont des sources plutôt consacrées au domaine des X mous ; celui des X durs ou très durs sera seulement accessible à partir des éléments d'insertion.

-- le rayonnement est pratiquement émis dans le plan de l'orbite

Vue dans le référentiel du laboratoire, l'émission émise par les électrons relativistes est concentrée dans un cône d'ouverture $1/\gamma$ qui vaut typiquement quelques mrad.

Figure 3/2 : Coordonnées angulaires : θ est dans le plan de l'orbite, ψ dans le plan vertical

$\gamma = E / m_0 c^2$ E est l'énergie des électrons, et $m_0 c^2$ est leur énergie au repos :

$$\gamma = 1957 E \text{ (GeV)}$$

La distribution des valeurs de l'angle vertical Ψ , Fig-3/2, que fait la radiation émise par un seul électron, peut être approchée par une gaussienne centrée sur la valeur $\psi = 0$ avec un écart type σ_E . Elle prend en compte le processus d'émission et les caractéristiques géométriques du faisceau d'électrons.

Cet écart-type σ_E dépend de l'énergie ϵ des photons par la formule approchée :

$$\sigma_E \text{ (mrad)} \cong \frac{565}{\gamma} (\epsilon / \epsilon_c)^{-0.425} \quad \text{valable pour } \epsilon / \epsilon_c > 1$$

On remarque que pour $\epsilon = \epsilon_c$, $2\sigma_E$ exprimé en radian est proche de $1/\gamma$

Exemples : Energie des électrons : 2,5 GeV $\gamma \cong 4900$
pour $\epsilon = \epsilon_c$ $\sigma_E = 0.115 \text{ mrad}$ ou $0,007 \text{ deg}$

Energie des positrons : 1,85 GeV $\gamma \cong 3620$ (L.U.R.E./ D.C.I.)
pour $\epsilon = \epsilon_c$ $\sigma_E = 0.156 \text{ mrad}$ ou $0,009 \text{ deg}$

Si on considère la radiation émise par tous les électrons du paquet, il faut ajouter quadratiquement à σ_E l'écart-type σ'_v de l'ouverture angulaire du faisceau d'électrons, il est pratiquement négligeable pour les machines de troisième génération :

$$\text{L.U.R.E. : } \sigma'_v = 260 \text{ } \mu\text{rad} \quad \text{S.O.L.E.I.L. : } \sigma'_v = 1,7 \text{ } \mu\text{rad} !!$$

$$(\sigma_\psi)^2 = (\sigma_E)^2 + (\sigma'_v)^2 : \text{on trouve pour } \epsilon = \epsilon_c$$

$$\text{L.U.R.E. / D.C.I. : } 0,3 \text{ mrad (0,017 deg.)} \quad \text{S.O.L.E.I.L. : } 0,13 \text{ mrad (0,007 deg.)}$$

Pour S.O.L.E.I.L., σ_E est, en gros, 75 fois supérieur à σ'_v , la contribution provenant du faisceau d'électrons est donc négligeable, par contre pour D.C.I. la contribution principale provient du faisceau de positrons qui est de qualité médiocre.

Cette très faible valeur de la divergence verticale du faisceau de photons, comparable à celle d'un Laser, est une caractéristique essentielle du faisceau synchrotron.

-- Polarisation dans le plan de l'orbite

Le rayonnement émis par un seul électron serait polarisé à 100% dans le plan de l'orbite. A cause de la taille du faisceau et de ses oscillations, le rayonnement est en fait polarisé elliptiquement. L'intensité incidente a deux composantes I_h , horizontale et I_v verticale ; à $\psi = 0$, I_h est maximum et I_v est nulle. Lorsque ψ croît, I_h présente une décroissance monotone et I_v passe par un maximum.

La polarisation p du faisceau de photons est définie par $p = (I_h - I_v) / (I_h + I_v)$: $p = 1$ à $\psi = 0$

La polarisation peut être mesurée au cours d'une expérience par le dispositif Fig.3/2.

Pratiquement il est difficile de se placer exactement dans le plan de l'orbite ; les valeurs usuelles de la polarisation p sont dans l'intervalle (0,95 – 0,99)

Figure 3/2 : Schéma du moniteur – polarimètre. La feuille de Kapton est tournée de 45 ° pour mesurer la diffusion dans la direction verticale et horizontale.

-- Le rayonnement synchrotron est pulsé

Le rayonnement est émis par impulsions d'une durée de l'ordre de quelques nanosecondes, avec une période égale au temps mis par un paquet pour faire un tour. On peut diminuer cette période en augmentant le nombre de paquets injectés ; elle est de 0,3 μ sec (3,3 MHz) pour D.C.I avec un fonctionnement à " 1 paquet ".

A S.O.L.E.I.L les paquets auront une longueur σ_l égale à 4mm, qui correspond à une impulsion de rayons X ayant une durée de 30 ps. En choisissant un fonctionnement à "9 paquets" la période de ces impulsions sera 125 ns, elle passera à 2 ns avec un fonctionnement " multipaquets" de 560 paquets. (mode haute intensité de 500 mA)

La structure pulsée affecte les corrections de temps mort du système de détection. Pour mémoire, il est de 1 μ s pour une chaîne de détection standard incluant un compteur proportionnel à scintillation NaI(Tl) (le temps de décroissance de l'impulsion lumineuse est de 0,23 μ s). Une chaîne ayant un temps mort plus grand que l'intervalle de temps entre paquets est aveugle aux

photons diffusés par les n impulsions X qui sont passées pendant le temps mort. Si n est très grand, tout se passe comme si la source était continue

III - 2 : Emission par les éléments d'insertion

Les caractéristiques de l'émission peuvent être considérablement modifiées en insérant dans les parties droites de l'anneau des éléments d'insertion qui imposent au faisceau une trajectoire proche d'une sinusoïdale dans le plan horizontal. Fig.-2/4

Ces éléments d'insertion ont deux modes de fonctionnement : en wiggler ou en onduleur selon la valeur du paramètre de déflexion K égal à $\alpha\gamma = \alpha / (1/\gamma)$. C'est la mesure de l'angle de déviation α du faisceau en prenant $1/\gamma$ comme unité d'angle ($1/\gamma = 0,2$ mrad pour $2,5$ GeV)

Habituellement, on considère que :

-- un **wiggler** a une grande valeur de K ($K > 3$) et un faible nombre de périodes magnétiques.

-- un **onduleur** a une faible valeur de K ($K < 3$) et un grand nombre de périodes

Cette valeur de $K = 3$ est une limite arbitraire qui est retenue pour caractériser un élément d'insertion ; c'est un paramètre déterminé au moment de sa construction.

-- **Wiggler** : L'intérêt d'un wiggler est de délivrer un flux de photons supérieur à celui qui serait émis par un aimant de courbure possédant le même champ magnétique B et à une énergie critique plus grande. Il est constitué d'un petit nombre de pôles magnétiques : 3, 5, 7...10 qui sont les sources d'un champ magnétique intense produisant des déviations angulaires supérieures à un $1/\gamma$ dans le plan horizontal.

La valeur de l'énergie critique ϵ_c dépend du rayon R de la trajectoire par la relation (1). L'énergie E étant imposée par la machine, on ne dispose que du champ magnétique B c'est à dire de R pour ajuster la valeur de ϵ_c .

On peut considérer que chaque pôle émet des rayonnements incohérents entre eux. Un wiggler ayant N pôles émet donc un rayonnement N fois plus intense que celui émis par un pôle isolé.

Le wiggler de D.C.I. possède 5 aimants supraconducteur, le champ le plus élevé atteint 4,8 tesla, le paramètre de déflexion est égal à $K=115$, l'énergie critique est de 11300 eV (3650 eV pour les aimants de courbure)

-- **Onduleur** : un onduleur possède de très nombreux pôles magnétiques (100 ou plus) produisant des oscillations de faible amplitude, inférieures à $1/\gamma$. Dans ces conditions, ($K < 1$), les cônes d'émission provenant de différents points de la trajectoire se chevauchent. Des interférences constructives se produisent alors, dans une direction donnée et à certaines longueurs d'onde d'émission.

Pour un onduleur idéal ayant N périodes magnétiques, l'intensité peut atteindre N^2 fois celle qui serait émise sur une période et les raies du spectre ont une largeur relative égale à $\Delta E / E \approx 1/N$.

On peut accorder l'émission en faisant varier le champ magnétique, par la modification de la distance entre les deux rangées d'aimants.

Figure 3 / 4 : Brillance des différentes sources de l'E.S.R.F.

III – 3 : Paramètres caractéristiques du rayonnement synchrotron

Les électrons oscillent dans le plan horizontal autour une orbite géométrique idéale (oscillations bétatrons).

Le faisceau d'électrons a une dimension et une divergence angulaire qui varient le long de l'orbite. Leur produit appelée **émittance** du faisceau d'électrons est une **constante**, exprimée habituellement en **nm.rad** . Les valeurs des émittances horizontales $\mathcal{E}_x$ et verticales $\mathcal{E}_z$ caractérisent la qualité du faisceau d'électrons , à S.O.L.E.I.L. elles correspondent à un très petit faisceau :

$$\mathcal{E}_x = 3 \text{ nm.rad} \quad \mathcal{E}_z = 0,03 \text{ nm.rad}$$

Pour fixer les idées, les machines de première et seconde génération ont des émittances de 100 à 200 nm.rad , les machines de troisième génération de 5 à 25 nm.rad habituellement.

Une faible émittance signifie une source de petite dimension **et** un faible divergence angulaire du faisceau d'électrons.

L'émittance horizontale est déterminée par le système magnétique qui maintient les électrons sur leur trajectoire, l'émittance verticale est déterminée principalement par le couplage avec l'émittance horizontale. Le rapport entre les émittances verticale et horizontale indique que le spot de lumière synchrotron a la forme d'une ellipse beaucoup plus étalée sur l'axe des x que sur l'axe des z.

La brillance B est le nombre de photons émis :

- par seconde,
- par mm^2 de la source
- par milliradian d'ouverture angulaire dans le plan horizontal et dans le plan vertical
- dans une bande passante en énergie $\Delta\lambda/\lambda$ égale à 0,1%

La brillance dépend donc des caractéristiques du faisceau d'électrons et de l'émission des photons, c'est une donnée reflétant la qualité optique du faisceau de photons. Un faisceau étroit et parallèle a

une brillance élevée : c'est une donnée qui permet de rendre compte du parallélisme, de la section et de l'intensité des faisceaux de lumière.

$$B = \text{photons} / (s \cdot \sigma_H \sigma_V \sigma'_H \sigma'_V \cdot 0.1\% \text{ b.p.})$$

$$= \text{photons} / (s \cdot \text{mm}^2 \text{ mrad}^2 \cdot 0.1\% \text{ b. p.}) \quad \text{dans les unités usuelles}$$

σ_H , σ_V , σ'_H , σ'_V , sont les écarts types de la taille de la source et de la divergence du faisceau respectivement dans le plan horizontal et vertical, les profils étant assimilés à des gaussiennes.

Les onduleurs ont les brillances les plus élevées, elles atteignant environ 10^{16} à 10^{17} photons / s / $\text{mm}^2 / \text{mrad}^2 / 0.1\% \text{ b.p.}$ S.O.L.E.I.L. permettra de produire des photons avec une brillance de 10^{20} dans les unités standard à 1 keV. Un dipôle a une brillance 10 000 fois plus faible.

Sur les nouvelles machines, la tendance est de rechercher des émittances très faibles et d'installer le maximum d'éléments d'insertion ayant une brillance très élevée.

IV - PRODUCTION des FAISCEAUX MONOCHROMATIQUES de NEUTRONS et de RAYONS X

Le réacteur, comme l'anneau de stockage, délivre un faisceau polychromatique dans lequel il faudra sélectionner une longueur d'onde. Dans les deux cas, on a besoin d'un système de fentes primaires, d'un monochromateur, d'un blindage contre les rayonnements parasites et enfin d'une protection biologique.

IV - 1 : Neutrons

Dans le cas des neutrons, la protection biologique est assurée par des parois épaisses en béton accolées au réacteur, comme on peut le voir Fig.- 4/1. Il n'y a qu'un seul canal de sortie par expérience et il n'est pas facile, voire impossible, de le modifier. Cette disposition impose au monochromateur un angle de Bragg particulier. Pour changer la longueur d'onde, on est donc obligé de prendre une autre lame monocristalline : le choix est limité, à deux ou trois longueurs d'onde par expérience.

Figure 4/1 : Implantation d'un canal de sortie de neutrons

On doit extraire dans le faisceau polychromatique émis par la source étendue, un faisceau de dimensions suffisantes (80mm de haut sur 40 mm de large au L L B) et "parallèle", afin d'obtenir un faisceau de neutrons d'intensité suffisante, Fig.2/5.

On utilise ,Fig 4/1 des collimateurs à lames parallèles assez largement ouverts , analogues aux fentes de Sollers des rayons X et un monochromateur à **large mosaïque** capable d'accepter des rayons ayant une divergence de l'ordre de plusieurs dixièmes de degré.

Après réflexion de Bragg sur un monocristal , par exemple : Cuivre 2 2 0 , Graphite 0 0 1 , Germanium 1 1 1 dopé au Silicium, le faisceau de neutrons est monochromatique, aux harmoniques près. Il est approximativement parallèle, la section disponible est de quelques cm^2 .

Certains monochromateurs se présentent comme un pavage d'une trentaine de cristaux plans. En orientant convenablement chaque cristal du pavage , on peut condenser le faisceau en hauteur et en largeur et gagner ainsi en intensité sans trop détériorer la résolution instrumentale dans le plan de diffusion (horizontal) Fig 4/1.

IV - 2 : Rayons X

Malgré les qualités optiques des faisceaux synchrotron, il est nécessaire d'installer sur la ligne de lumière un dispositif optique délivrant un faisceau monochromatique à divergence contrôlée. L'échantillon se trouve en effet à 20 / 30 m de la source, à cause des protections placées autour du l'anneau de stockage et de la disposition du hall expérimental.

Remarque : le produit de la taille de la source par la divergence des faisceaux est une constante du système optique. (Théorème de Liouville)

Un calcul rapide effectué en négligeant la taille de la source donne les dimensions suivantes à 30 m pour un dipôle ou un wiggler :

- verticale : 0,13 mrad soit $0,13 \times 2,35 \times 30 \cong 9 \text{ mm}$
- horizontale : $\pm 3 \text{ mrad}$ soit $6 \times 30 = 180 \text{ mm}$

Remarque : le spectre d'émission d'un onduleur présentant des raies discrètes et très étroites, on peut envisager d'utiliser le faisceau sans optique dans certaines applications.

Le système optique le plus courant pour la diffraction, Fig. 4/2, se compose de 4 éléments :

- un miroir refroidi pour éviter son échauffement par le faisceau blanc et ayant la courbure appropriée pour délivrer un faisceau **parallèle filtré** par la réflexion totale.
- une première lame monocristalline pour **sélectionner la longueur d'onde**
- une seconde lame monocristalline identique et strictement parallèle à la première pour renvoyer le faisceau dans la même direction et pour le **focaliser dans le plan horizontal**
- un second miroir pour ajuster la **divergence du faisceau de sortie** dans le plan vertical: la diminution de la taille du spot augmente la divergence.

Figure 4/ 2 : Schéma de principe d'un système optique de monochromatisation des rayons X synchrotron

en haut : plan vertical (y O z) ; en bas : plan horizontal (y O x)
l'axe O y est orienté suivant le faisceau, O z est vertical, O x horizontal

Deux modes de fonctionnement sont possibles :

-- haute résolution : on recherche le meilleur parallélisme du faisceau tombant sur l'échantillon. Le prix à payer est une augmentation de la taille du faisceau et donc une perte d'intensité, si l'échantillon est plus petit que le faisceau.

-- forte intensité : on cherche à diminuer la taille du faisceau de sortie en le focalisant sur l'échantillon (de petite taille), le gain est une augmentation de l'intensité aux dépens de la divergence verticale.

Ce système optique est prévu pour des débaitements angulaires couvrant continûment un large domaine de longueurs d'onde. Il est enfermé dans une pièce blindée au plomb, dont l'accès est interdit lorsque les obturateurs sont ouverts. Une protection avec des feuilles de plomb de quelques millimètres d'épaisseur au plus est en général suffisante

IV - 3 : Comparaison des qualités optiques des faisceaux de Rayons X et de Neutrons

L'amélioration des qualités optiques du faisceau incident se traduit par des raies diffractées plus fines et donc sortant mieux du bruit de fond et aussi par une diminution du nombre de pas d'exploration à effectuer pour mesurer l'intensité intégrée. On doit agir sur la définition de la longueur d'onde, le parallélisme du faisceau et son intensité.

-- **divergence du faisceau incident** : on a vu que le rayonnement synchrotron est émis dans un angle solide extrêmement étroit autour du plan horizontal. Le parallélisme du faisceau sera donc excellent dans le plan vertical, pour en tirer partie il faut que le plan de diffraction soit vertical

La divergence du faisceau de neutrons est essentiellement déterminée par les collimateurs à lames parallèles Fig 4/1, la réduction de leur ouverture afin d'améliorer le parallélisme entraîne une perte d'intensité. Le compromis habituel conduit à des divergences de quelques 0,1 degré.

-- **longueur d'onde** : Les monochromateurs pour rayons X sont équipés de **cristaux parfaits**, par chance leur acceptation a une valeur comparable à la divergence verticale du faisceau synchrotron.

Par contre, les monochromateurs pour Neutrons sont des **cristaux mosaïques** ayant une mosaïcité de quelques dixièmes de degrés pour accepter des faisceaux incidents ayant une divergence comparable.

Pour les Rayons X, les cristaux le plus généralement utilisées sont en silicium ; taillés parallèlement aux (111), ils ne réfléchissent pas l'harmonique $\lambda/2$ la plus gênante pour les expériences. Par contre l'harmonique $\lambda/3$ n'est pas éteinte, elle peut perturber la mesure en particulier avec les rayonnements de fluorescence qu'elle provoque.

Lorsque le premier miroir du système optique, Fig 4/2, est attaqué par le faisceau incident sous un angle θ compris entre les angles critiques des rayonnements $\lambda/3$ et λ , seul ce dernier se trouve en réflexion totale. La composante $\lambda/3$ pénètre dans le miroir ou est diffusée dans toutes les directions, elle donc pratiquement éteinte dans la direction 2θ

Avec un ou deux jeux de lames taillées convenablement, il est possible de couvrir la totalité, du domaine des longueurs d'onde utiles en diffraction. Les longueurs d'onde sont étalonnées (à cause de l'indétermination de l'origine de l'angle de Bragg) par rapport au(x) seuil(s) d'absorption le(s) plus proche(s); il est à noter que ceux-ci sont définis avec moins de précision que les raies caractéristiques émises par les anticathodes.

La raie monochromatique a une largeur proche de la largeur de Darwin des cristaux parfaits : elle est de quelques eV seulement, ce qui correspond à $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-4}$

Pour les Neutrons, le monochromateur standard des diffractomètres comporte un cristal à courbure horizontale variable; certains monochromateurs sont équipés de dispositif permettant en plus la courbure verticale de faisceau. La réduction de la taille du faisceau s'accompagne d'une augmentation de sa divergence, la détérioration de la qualité optique du faisceau est compensée par un gain de flux..

La contamination du faisceau de neutrons par l'harmonique 2 ($\lambda/2$) peut être évitée en utilisant des cristaux de germanium taillé aussi suivant les plans (111) ou en utilisant des filtres appropriés, par exemple de l'Erbium pour $\lambda = 0,084$ nm.

Remarque : le cristal de germanium dopé avec du silicium devient un **cristal mosaïque**

La détermination précise de la longueur d'onde est obtenue en mesurant les angles de diffraction des réflexions d'une poudre étalon.

Les "monochromateurs" mécaniques sélectionnent les Neutrons selon leur vitesse (chopper) ; ils sont utilisés pour la production de neutrons de grande longueur d'onde ($> 0,6 \text{ nm}$). Ils sont adaptés pour des expériences nécessitant un faisceau "peu" monochromatique ($\Delta\lambda/\lambda = 10 \text{ à } 20\%$) mais intense.

-- **Intensité** : Le flux de rayons X, au niveau de l'échantillon, dépend évidemment du type de source : aimant de courbure, wiggler, onduleur, mais aussi de la qualité du système optique

Pour déterminer le nombre de photons par seconde tombant sur l'échantillon, il faut faire intervenir le flux F de photons obtenu par intégration sur toute l'ouverture verticale et sur la surface du point source (pour fixer les idées $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ pour les dipôles de S.O.L.E.I.L.)

F s'exprime en photons/ sec/ mrad horizontal / $0,1\%$ bp. Il vaut $2 \cdot 10^{14}$ pour les dipôles de S.O.L.E.I.L. à 10 keV ().

Supposons que l'échantillon soit un capillaire de $0,5 \text{ mm}$ de diamètre et que la partie utile fasse 6 mm de long. Le centre du diffractomètre se trouvant à 30 m du point source l'ouverture horizontale acceptée est de $0,2 \text{ mrd}$

L'échantillon reçoit $0,2 \times 2 \cdot 10^{14}$ soit $4 \cdot 10^{13}$ photons / sec dans une bande passante de $0,1\%$

Les flux de Neutrons, au niveau de l'échantillon, sont de l'ordre de 10^6 à 10^7 neutrons par cm^2 et par sec. (L.L.B.). Un échantillon de $1 \text{ cm} \times 5 \text{ cm}$ recevrait $5 \cdot 10^7$ neutrons/sec (dans une bande passante plus grande que $0,1\%$)

Conclusion : Le point à retenir c'est que :

-- les faisceaux de neutrons monochromatiques ont des qualités optiques médiocres comparées à celles des rayons X :

	neutrons	rayons X
divergence du faisceau "blanc" :	0.5 deg.	0.008 deg (plan vertical)
largeur relative du faisceau monochromatique $\Delta\lambda/\lambda$:	10^{-2}	10^{-4}

-- les flux de photons / sec sont de plusieurs ordres de grandeur supérieurs aux flux de neutrons / sec.

V - ABSORPTION des RAYONS X et des NEUTRONS

Si $\phi(0)$ est le flux de photons incidents, le flux sortant après traversée d'un filtre d'épaisseur e est donné, par :

$$\phi(e) = \phi(0) \exp - n \sigma_a(\lambda) e$$

où n est le nombre d'atomes par unité de volume, $\sigma_a(\lambda)$ est la section efficace totale d'absorption

V – 1 : Absorption des rayons X

L'absorption est due aux effets additifs de la diffusion et de l'effet photoélectrique :

$$\sigma_a(\lambda) = \sigma_d(\lambda) + \tau(\lambda)$$

-- $\sigma_d(\lambda)$ correspond à la diffusion : une partie des photons qui ne sont ni transmis, ni absorbés est renvoyée dans toutes les directions

-- $\tau(\lambda)$ correspond à l'effet photoélectrique qui est de loin l'effet principal : il correspond à la disparition complète du photon X, son énergie quantique ayant été absorbée par un électron, soit pour l'expulser complètement de l'atome et lui fournir de l'énergie cinétique s'il y a excès d'énergie (photoélectrons), soit pour l'éjecter de sa couche et l'envoyer dans une place vacante située dans une couche supérieure.

On observe des discontinuités dans les variations de $\tau(\lambda)$ pour les longueurs d'onde d'absorption. Entre ces discontinuités :

$$\tau(\lambda) = k Z^4 \lambda^3$$

où k est une constante

On remarque que $\tau(\lambda)$ varie régulièrement d'un élément à l'autre.

V - 2 : Absorption des Neutrons thermiques

Contrairement aux rayons X , les neutrons interagissent avec les **noyaux** des atomes : la capture d'un neutron met le noyau dans un état excité, le retour à l'équilibre s'accompagne de l'émission d'un gamma .

On associe à chaque noyau une section efficace d'absorption σ_a ou section efficace de capture qui représente la surface dans laquelle le neutron est capturé .

Les sections efficaces de capture des noyaux pour les neutrons sont très variables d'un noyau à l'autre et en particulier d'un isotope à l'autre. Pour les valeurs numériques, voir les tables de données disponibles sur le site .

On retiendra que :

-- les sections efficaces d'absorption sont de l'ordre de 1 barn .

-- elles dépendent en général de la longueur d'onde

-- l'absorption des neutrons thermiques par la matière est en général très faible, beaucoup plus faible que celle des rayons X.

Neutrons (0,108 nm)	Rayons X (0,154 nm)
(unité :1 barn = 10 ⁻²⁴ cm ²)	

Vanadium	2,8	19 700
Fer	1,4	28 600
Argent	36	39 000
Uranium	2,1	121 000

Les exceptions : B Li Cd Sm Eu Gd

VI - DIFFUSION des RAYONS X et des NEUTRONS

D'une manière générale, on associe à chaque atome une amplitude de diffusion qui représente "la réponse" de l'atome au rayonnement qu'il reçoit. Le signal détecté comporte une composante "cohérente" et une autre "incohérente".

VI - 1 : Diffusion des rayons X

Thomson a montré que le champ électrique produit par l'excitation d'une particule de charge e se propage comme une onde sphérique dans laquelle intervient la polarisation de l'onde incidente par l'angle α entre la direction d'accélération des particules et la direction d'observation. La section efficace différentielle de diffusion s'écrit :

$$d\sigma / d\Omega = r_e^2 \sin^2 \alpha \quad \text{avec } r_e = e^2 / 4\pi\epsilon_0 m c^2$$

m est la masse de la particule et e sa charge. Si celle-ci est un électron, r_e est son "rayon classique" $r_e = 0,284 \cdot 10^{-12} \text{ cm}$.

Cette section efficace est inversement proportionnelle au carré de la masse de la particule diffusante. Le système diffusant comporte des électrons et des protons. L'intensité, diffusée par un proton est $(1837)^2$ fois plus faible que celle diffusée par un électron. Elle est totalement négligeable devant l'intensité, diffusée par un électron. En conclusion :

Il n'y a que les électrons qui diffusent les rayons X

La diffusion cohérente, appelée aussi **diffusion Thomson**, est accompagnée de la diffusion incohérente produite par la collision, avec changement d'énergie, des photons X et des électrons. L'intensité de la **diffusion Compton** par un atome est obtenue en sommant les intensités diffusées sur chaque électron. Elle contribue au bruit de fond dans le signal détecté.

La diffusion Compton est nulle, quel que soit le diffuseur, dans la direction du faisceau incident ($\sin\theta/\lambda = 0$). Pour $\sin\theta/\lambda$ grand, c'est-à-dire, grands angles de diffusion et / ou petite longueur d'onde, elle peut devenir appréciable. Devant l'intensité d'un pic de Bragg, la diffusion Compton est négligeable ; elle ne l'est plus devant l'intensité, diffuse (hors pics de Bragg).

La section efficace différentielle de **diffusion cohérente** de l'atome est égale à :

$$d\sigma / d\Omega = r_e^2 P(\theta) \left| f_a(\sin\theta/\lambda) \right|^2$$

Dans son expression apparaissent deux termes : la polarisation $P(\theta)$ et le module du facteur de diffusion atomique.

Figure 7/1 : Polarisation du faisceau synchrotron

Le champ électrique est parallèle à la direction Ox

-- **Polarisation** : $P(\vartheta) = (1 - p) + p \cos^2(2\vartheta)$ en première approximation on peut considérer le faisceau "synchrotron" complètement polarisé dans le plan horizontal $x O y$ (le plan de l'orbite) :

Deux montages expérimentaux sont possibles : le plan de diffraction est vertical (plan $y O z$), alors $p = 0$, Fig 7/1 droite, ou horizontal (plan $x O y$) alors $p = 1$, Fig 7/1 gauche.

Si le faisceau n'est pas polarisé, comme le sont les rayonnements caractéristiques des anticathodes alors $p = \frac{1}{2}$

Les diffractomètres installés à la sortie des lignes de lumière "synchrotron", sont conçus pour avoir un plan de diffraction vertical, le facteur de polarisation est alors indépendant de l'angle 2ϑ de Bragg . Pour certaines applications ce plan diffraction peut être dans le plan horizontal , mais il faut savoir que la diffusion Thomson varie comme $\cos^2(2\vartheta)$ et s'annule donc pour $2\vartheta = 90^\circ$ et que le faisceau incident a une divergence nettement supérieure.

-- **Facteur de diffusion atomique** : dans un atome, l'interaction onde - électron est localisée dans une sphère de diamètre comparable à la longueur d'onde. En ajoutant les amplitudes des ondes diffusées par chaque électron on obtient la réponse globale de l'atome; elle dépend de l'angle de diffusion.

On associe à l'atome un facteur de forme électronique, $f_0(\sin \vartheta / \lambda)$ qui représente le facteur dépendant de $\sin \vartheta / \lambda$ dans le facteur de diffusion atomique des rayons X : il vaut Z dans la direction du faisceau incident et décroît avec l'angle de diffusion. Fig.7/2 .

Figure 7/2 : Allure du facteur de forme électronique $f_0(\sin \vartheta / \lambda)$

Aux petites valeurs de $\sin \vartheta / \lambda$, les f_0 " électrons effectifs" sont majoritairement des électrons de valence (r grand). Aux grandes valeurs de $\sin \vartheta / \lambda$, ce sont principalement des électrons des couches internes (r petit) qui contribuent.

Le facteur de diffusion atomique $f_a(\sin \theta / \lambda)$ est un nombre complexe dont le module représente le nombre d'électrons de l'atome participant à la diffusion du rayonnement incident dans la direction d'angle 2θ avec le faisceau incident :

$$f_a(\sin \theta / \lambda) = f_0(\sin \theta / \lambda) + f'(\lambda) + i f''(\lambda)$$

--- $f_0(\sin \theta / \lambda)$ est le facteur de forme électronique de l'atome ; il est calculé en supposant les atomes "sphériques".

--- $f(\lambda)$ et $f'(\lambda)$ sont les termes de diffusion anormale (ou anormale ou résonnant) .

VI – 2 : Diffusion résonnante des Rayons X

Lorsque la longueur d'onde du faisceau X est proche des longueurs d'onde des seuils d'absorption K, L, M ... de l'atome, les termes de dispersion $f(\lambda)$ et $f'(\lambda)$ deviennent importants dans le facteur de diffusion atomique : Fig. 7/2

$$f_a(\sin \theta / \lambda) = f_0(\sin \theta / \lambda) + f'(\lambda) + i f''(\lambda) \quad \text{ou encore} \quad f_a(q, E) = f_0(q) + f'(E) + i f''(E)$$

avec $E = hc / \lambda$ et $q = 4\pi \sin \theta / \lambda$

-- $f(E)$ est négatif, il diminue le nombre effectif d'électrons diffusant sous l'angle 2θ . Il existe des deux côtés du seuil et est toujours négatif.

-- $f'(E)$ est positif, il est important du côté, des longueurs d'onde courtes (ou énergies grandes).

Pour les atomes allant du Be ($Z = 4$) ... l'Argon ($Z = 18$), les longueurs d'onde usuelles en radio-cristallographie sont telles que $\lambda \ll \lambda_K$ (λ_K longueur d'onde du seuil d'absorption K). Vis à vis de la longueur d'onde λ , les électrons de l'atome se comportent comme des charges quasi-libres : la correction de dispersion est négligeable.

Par contre, pour les atomes de $Z > 20$, les électrons des couches internes K et L ont des énergies de liaison comparables à l'énergie quantique du rayonnement incident. Comme ces électrons K et L restent confinés dans une région proche du noyau, les termes $f'(E)$ et $f''(E)$ sont indépendants de l'angle 2θ de diffusion en première approximation.

La partie imaginaire $f''(E)$ de la correction de dispersion correspond à la composante de la radiation diffusée en quadrature retard par rapport à l'onde incidente ; elle est proportionnelle à la section efficace d'absorption des rayons X ; $f'(E)$ et $f''(E)$ sont reliés entre eux par la relation de Kramers - Kroenig .

A 100 eV du seuil approximativement, $f'(E)$ commence à décroître. Le "pic" négatif atteint environ 10 / 15 électrons qui sont soustraits aux $f_0(q)$ électrons comptés dans le facteur de forme.

Aux grandes valeurs de q , $f_0(q)$ diminue, tandis que $f'(E)$ et $f''(E)$ restent constants : pour bénéficier au maximum des effets de la dispersion anormale il sera préférable de se placer dans une région où q est grand.

Ce phénomène, caractéristique d'un atome donné, permet d'individualiser des atomes ayant un nombre de charge voisin.

VI – 3 : Diffusion nucléaire des Neutrons

Contrairement aux rayons X, les neutrons interagissent avec les **noyaux** des atomes : cette interaction est à l'origine des phénomènes de diffusion de “**collision**” et de diffusion de “**spin**”.

Le Neutron arrivant à proximité du noyau (quelques 10^{-15} m) "sent" un potentiel d'interaction qui le dévie de sa trajectoire : cette “ collision ” se traduit par une amplitude de diffusion nucléaire **b** .

Les forces nucléaires responsables de la diffusion des neutrons ont une extension de 10^{-14} à 10^{-15} m, beaucoup plus petite que la longueur d'onde des neutrons (10^{-10} m). Vis à vis du neutron, le noyau apparaît comme un point diffractant : la **diffusion sera isotrope**.

L'amplitude de diffusion nucléaire **b** est indépendante de l'énergie des neutrons et de l'angle de diffusion. La section efficace différentielle de diffusion et la section efficace totale s'écrivent :

$$d\sigma / d\Omega = b^2 \qquad \sigma_T = 4\pi b^2$$

Les fluctuations de **b** , de site en site atomique, ont deux origines :

--- **le spin nucléaire** : si le noyau est porteur d'un moment magnétique c'est à dire s'il a un spin **I** non nul. Le neutron et le noyau peuvent se combiner pour former un ensemble ayant un spin total d'amplitude **J** égale à :

$$I + 1/2 \text{ ou } I - 1/2$$

et prenant $2J + 1$ orientations dans l'espace auxquelles correspondent des amplitudes de diffusion b_+ et b_- .

L'état de spin du système combiné : $I + 1/2$ ou $I - 1/2$ a sa propre amplitude de diffusion b_+ avec l'abondance w_+ et b_- avec l'abondance w_- . Pour un noyau possédant un spin nucléaire comme $1H$ ($1/2$) $2H(1)$ $59Co(7/2)$ $63Cu(3/2)$ etc (réf. 2 ... 5), l'amplitude de diffusion nucléaire s'écrit :

$$b = w_+ b_+ + w_- b_-$$

Les noyaux d'un même élément comportent souvent plusieurs isotopes, ayant chacun une abondance bien définie. Chaque isotope a sa propre longueur de diffusion et s'il a un spin ses propres valeurs de diffusion b_+ et b_- avec les abondances w_+ et w_- .

--**le désordre isotopique** : les différents isotopes d'un atome sont répartis au hasard sur les positions atomiques du matériau, avec une fréquence correspondant à l'abondance isotopique.

L'amplitude de diffusion b_k d'un site k quelconque parmi les N sites du matériau se met sous la forme d'une somme de deux termes :

$$b_k = \langle b \rangle + (b_k - \langle b \rangle)$$

--- le premier terme $\langle b \rangle$ est l'amplitude **de diffusion cohérente** moyenne $\langle b \rangle$ identique sur tous les sites: c'est celle d'un atome "moyen " occupant tous les sites cristallins du matériau. Elle joue le même rôle que le facteur de diffusion atomique pour les rayons X. L'amplitude totale est la somme des amplitudes diffusées par chaque site, elle résulte donc d'une participation **collective** des atomes.

--- le second terme, représentant l'écart par rapport à la l'amplitude moyenne, varie au hasard de site en site. C'est un donc un terme de désordre donnant lieu à de la **diffusion incohérente** à laquelle les

atomes participent **individuellement**. L'intensité totale est la somme des intensités diffusées par chaque site.

Si on considère maintenant l'interaction avec les **électrons**, on observe que :

-- la diffusion de "collision "est négligeable

-- la diffusion magnétique se produit lorsque les atomes (ions) du matériau ont des couches électroniques incomplètes et possèdent par conséquent un moment magnétique de l'ordre de quelques μ_b (1 μ_b est égal à $1,165 \cdot 10^{-29}$ mksa). Ce sont les éléments du groupe du Fer, du Palladium, des Terres Rares, des Uranides.

Les sections efficaces sont tabulées, (cf références). On trouve pour chaque atome :

-- la section efficace de diffusion cohérente : $\sigma_{coh} = 4\pi \langle b \rangle^2$

-- la section efficace totale égale à la moyenne prise sur les isotopes : $\sigma_{tot} = 4\pi \langle b^2 \rangle$

-- la section efficace de diffusion incohérente : $\sigma_{incoh} = 4\pi [\langle b^2 \rangle - \langle b \rangle^2]$

elle est la différence entre σ_{tot} et σ_{coh} :

La diffusion incohérente est isotrope, elle est indépendante de $\sin \theta / \lambda$

VI – 4 : Comparaison entre la diffusion des rayons X et des Neutrons

Quelques amplitudes de diffusion cohérente : unité 10^{-12} cm

	Neutrons	Rayons X : $\sin \theta / \lambda = 0.5 \text{ \AA}^{-1}$
carbone :	0,60	0,48
oxygène :	0,58	0,62
vanadium :	-0,05	2,8
cuiivre :	0,76	3,8
zinc :	0,57	3,9
uranium :	0,85	14,80

Les amplitudes de diffusion des neutrons varient irrégulièrement d'un élément à l'autre contrairement à celles des rayons X. Elles sont de l'ordre de 10^{-12} cm, certaines sont négatives comme celles des isotopes suivants:

^{62}Ni : - 0, 87 ^{55}Mn : - 0,39

Remarque : les cas désespérés : (b en Fermi $f_0(0)$ en électrons)

Cs, I Cs : b = 0.55 I : b = 0.53 Cs⁺ : $f_0(0) = 54$ I : $f_0(0) = 54$

Mg, F, O : Mg : b = 0,52 ; F : b = 0,56 ; O : b = 0,58
Mg⁺⁺ : $f_0(0) = 10$; F⁻ : $f_0(0) = 10$; O⁻ : $f_0(0) = 10$

Exemple : sections efficaces incohérentes (unité 10^{-24} cm^2)

	σ_{tot}	σ_{coh}	$\sigma_{\text{incoh}} = \sigma_{\text{tot}} - \sigma_{\text{coh}}$
hydrogène :	81,5	1,76	79,7
deutérium :	7,6	5,59	2,0
vanadium :	5,1	0,03	5,0

L'hydrogène donne un bruit de fond très important ; on a la possibilité de le remplacer par un de ses isotopes : le deutérium qui lui est chimiquement équivalent et qui l'avantage d'avoir un "b" confortable égal à 0,67.

Le vanadium donne très peu d'intensité diffractée : il est utilisé pour faire des porte - échantillons, par contre il apporte du bruit de fond.

VII - EXEMPLES TYPIQUES en DIFFRACTION des RAYONS X "SYNCHROTRON"

Pour réussir une expérience de diffraction, on a besoin :

- d'échantillons monocristallins de taille et de qualité suffisante ou de poudres très bien cristallisées.
- de sources de rayons X adaptées
- des systèmes de détection présentant une capacité de comptage élevée et une excellente dynamique.

Les sources synchrotron ont des avantages indéniables par rapport aux anticathodes, celles-ci restent néanmoins des sources avec lesquelles d'excellentes mesures sont possibles. Les progrès réalisés dans un domaine profitent à l'autre, en particulier dans la mise point des nouveaux systèmes de détection. (détecteur à deux dimensions).

VII - 1 : Les atouts du rayonnement synchrotron pour la diffraction X

En général, le recours au rayonnement synchrotron pour une expérience de diffraction est motivé par :

- l'excellente résolution dans le plan vertical
- la forte intensité
- la possibilité de choisir la longueur d'onde la mieux adaptée à l'expérience

Ces avantages cumulant leurs effets, le rayonnement synchrotron est considéré comme indispensable dans les cas suivants :

- **les petits échantillons :** monocristaux ayant une taille inférieure à 50 μm , correspondant à la limite de la cristallisation (par exemple cristaux de fullérène C84 de 20 μm de diamètre), dépôts monocristallins (couche de 300 $\text{\AA}$ d'épaisseur), lamelle clivée de quelques microns d'épaisseur, plots et connexions en aluminium de quelques microns déposés sur un wafer, etc....
- **la mesure des réflexions d'intensité réduite :** mesure des raies faibles difficilement accessibles avec un diffractomètre standard, détection des raies de surstructure, mesure de la diffusion au pied des pics de Bragg, de la diffusion diffuse, etc ...

-- **recherche de la meilleure résolution instrumentale** : L'enregistrement de la raie de 300 de LaB_6 , qui est une poudre de référence pour son excellente cristallinité, révèle une largeur à mi-hauteur de 0.02 deg. en 2θ , Fig 7/1

Cette mesure donne une estimation de la largeur instrumentale du diffractomètre lorsqu'il est équipé d'un analyseur avec monocristal de Germanium taillé 1 1 1)

Figure 7/1 : Enregistrement de la réflexion 300 / 221 de LaB_6 $\lambda = 0,0738$ nm
 (ligne W22 station WDIF4C L.U.R.E. Triple analyseur à cristaux de Ge taillé 1 1 1)

-- **l'étude des profils de raies** : c'est encore l'excellente définition de la longueur d'onde et la faible divergence du faisceau qui rendent l'élargissement instrumental faible, permettant ainsi l'analyse du profil de la réflexion et d'étudier, par exemple, son évolution avec la température.

-- **l'optimisation des effets d'absorption** : le choix d'une longueur d'onde située après le seuil d'absorption d'un élément majeur dans l'échantillon permet de réduire l'absorption globale. A l'opposé, pour l'examen d'une couche déposée sur un substrat on pourra choisir une longueur d'onde qui correspond à l'absorption maximale dans la couche.

VII - 2 : Exemples de diffraction résonnante

On a vu que les termes de dispersion anormale $f'(\lambda)$ et $f''(\lambda)$ deviennent importants dans le facteur de diffusion atomique, lorsque la longueur d'onde du faisceau X est proche des longueurs d'onde critiques de l'atome.

Ce phénomène, caractéristique d'un atome donné, est utilisé pour faire ressortir la contribution d'un atome particulier dans un signal de diffraction.

Exemple A : On a enregistré le diagramme de poudre du spinelle $\text{Zn Al}_2\text{O}_4$ à deux énergies E_1 et E_2 proches du seuil du zinc ($Z=29$) qui se trouve à une énergie E_c de 9 658 eV ($\lambda_c = 0,12838$ nm)

f' et f'' du zinc dans ZnAl_2O_4

$E_1 = 9661$ eV : $f' = -8,3$ $f'' = 1,04$ électrons $E_2 = 9\,200$ eV : $f' = -2,7$ $f'' = 0,53$ électrons
Figure 7/2 : Diagramme de diffraction d'une poudre de $\text{Zn Al}_2\text{O}_4$
 d'après R. REVEL (Rhône Poulenc)

L'examen du diagramme Fig.7/2 révèle l'influence des atomes de Zn dans les différentes réflexions. On remarque que les rapports d'intensité entre les raies sont sensiblement modifiés: les réflexions où les atomes de Zn sont en opposition de phase sont augmentées et inversement.

Exemple B : Le laiton β (alliage Cu -Zn) cristallise dans le système cubique. A l'état désordonné les atomes de Cu et de Zn occupent indifféremment les positions 0 0 0 et $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ de la maille. A l'état ordonné obtenu au moyen d'un traitement thermique ad hoc, les Cu occupent les positions 000 et les Zn les positions $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ (ou inversement). Cette mise en ordre se signale par l'apparition des réflexions $h k l$ telles que $h + k + l = 2n + 1$.

Pour tester le rayonnement apportant le meilleur contraste, on considère le rapport R des intensités de sur-structure $I(001)$ et de structure $I(002)$, la réflexion 002 étant d'intensité moyenne. Les intensités calculées (Programmes DISPANO et POUDRIX) simulent des mesures corrigées de l'absorption

Rayons X :

$$\lambda = 0,154 \text{ nm (Cu K}\alpha\text{)} \quad R < 1\%$$

$$\lambda = 0,1385 \text{ nm (8951 eV)} \text{ à } 24 \text{ eV du seuil du Cuivre (0,1380 nm / 8975 eV)} \quad R = 7,7\%$$

Neutrons : $R = 7,8\%$

La mesure est difficile à réaliser lorsque les rayons X ont une longueur d'onde les mettant en dehors de la diffusion résonnante.

L'iodure de Césium CsI présente le même arrangement dans le système cubique, mais avec la particularité que les ions ont des nombres de charges égaux ($Z = 54$) et des amplitudes de diffusion des neutrons quasiment égales ($\text{Cs} : 0,54 \quad \text{I} : 0,53$) !

Le même rapport vaut moins de 1% pour les neutrons et des rayons X de $0,0709 \text{ nm (MoK}\alpha\text{)}$. En diffraction résonnante au seuil K de l'iode, il atteint 1,26%

Exemple C : On a simulé le diagramme de diffraction de l'iodure de Mercure HgI_2 (Programmes DISPANO et POUDRIX) à deux énergies proches du seuil du Mercure et de l'Iode

Mercure : seuil L_3 $E_c = 12\,284 \text{ eV}$ $f_0(0) = 80$

$$E_1 = 12\,275 \text{ eV (0,101 nm)} \quad \text{Hg : } f' = -17,65 \quad f'' = 3,91 \text{ électrons}$$

$$\text{I : } f' = -0,28 \quad f'' = 3,35 \text{ électrons}$$

$$E_2 = 10\,330 \text{ eV (0,120 nm)} \quad \text{Hg : } f' = -6,64 \quad f'' = 5,16 \text{ électrons}$$

$$\text{I : } f' = -0,21 \quad f'' = 4,50 \text{ électrons}$$

Iode : seuil K $E_c = 33\,147 \text{ eV}$ $f_0(0) = 53$

$$E_1 = 33\,061 \text{ eV (0,0375 nm)} \quad \text{Hg : } f' = -1,35 \quad f'' = 3,23 \text{ électrons}$$

$$\text{I : } f' = -5,13 \quad f'' = 0,57 \text{ électrons}$$

$$E_2 = 30\,239 \text{ eV (0,0410 nm)} \quad \text{Hg : } f' = -1,29 \quad f'' = 3,76 \text{ électrons}$$

$$\text{I : } f' = -2,24 \quad f'' = 0,67 \text{ électrons}$$

Pour l'interprétation des "données" on supposera avoir déterminé au préalable que la maille est quadratique de paramètres $a = b = 0,4369 \text{ nm}$ $c = 1,244 \text{ nm}$ et qu'elle contient deux groupements HgI_2

L'examen des "données" acquises très près (12275 eV) et assez loin du seuil L_3 du Mercure montre que le module des facteurs de structure des réflexions "observées" telles que $h + k + l = 2n+1$ $n \in \mathbb{Z}$ sont quasiment insensibles au changement de longueur d'onde :

h k l	12 275 eV	10 330 eV
0 1 2	181,73	182,40
0 1 4	62,38	62,65
0 1 6	129,33	129,87
1 2 4	53,65	53,94
0 1 8	94,64	95,20
1 2 6	115,14	115,83
0 3 2	133,77	134,58

C'est donc que les 2 atomes de Hg de la maille ne contribuent pas à ce type de réflexion et qu'ils sont par conséquent distants de $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$

La simulation à des longueurs d'onde proches du seuil de l'iode (33 147 eV) conduit aux résultats suivants :

h k l	33 061 eV	30 239 eV
0 1 1	146,42	146,59
0 1 3	139,16	139,33
0 1 5	128,43	128,61
1 2 1	124,04	124,22
1 2 3	120,39	120,57
0 1 7	117,47	117,29
1 2 5	114,17	114,36

Cette seconde série de "mesures" montre que les atomes d'iode ne contribuent pas aux réflexions d'indices h k l tels : $h + k + l = 2n$ et $l = 2n+1$ $n \in \mathbb{Z}$.

La condition sur la somme $h + k + l$ confirme que les atomes de Hg sont en phase lorsque ces plans h k l sont mis en position de réflexion, la condition sur l indique que les atomes d'Iode sont en opposition de phase parce que décalés de $0 \frac{1}{2}$ dans la maille.

Enfin la condition générale d'extinction $h + k + l = 2n+1$ et $l = 2n+1$ $n \in \mathbb{Z}$ observée qu'elle que soit la longueur d'onde confirme les résultats précédents.

Remarque : On observe aussi les conditions d'existence introduites par les opérations de symétrie à glissement du groupe à savoir :

$$001 \quad l=2n; \quad h k 0 \quad h+k=2n; \quad h h l \quad l=2n; \quad n \in \mathbb{Z}$$

La structure a été déterminée en 1927 ! (1) par des méthodes classiques et sans recourir à la diffusion anormale: les atomes de Mercure et d'Iode occupent respectivement les positions 2a et

4d du groupe $P4_2/n\ mc$ (N° 137). C'est un arrangement de tétraèdres d'iode dont les centres sont occupés par les atomes de Hg.

VII – 3 : Cas favorables pour la diffraction des neutrons

Lorsque des atomes lourds ou très lourds se trouvent en présence d'atomes très légers dans la maille, on peut localiser les atomes lourds avec une bonne précision, par contre on ne peut le faire avec autant de précision pour les atomes légers. En effet, pour les rayons X, les atomes lourds ont un poids prépondérant devant les atomes légers du fait que l'amplitude de diffusion est proportionnelle au nombre d'électrons.

Par contre, puisque les amplitudes de diffusion nucléaire $\langle b \rangle$ des Neutrons varient peu d'un élément à l'autre, on a de bonnes chances que le contraste entre atomes lourds et légers ne soit pas trop différents et donc de pouvoir les localiser avec une précision comparable.

Exemple : les composés de l'uranium $U : 0,85$ (en 10^{-12} cm)

$U H_3$ $H : -0,37$; $U C_3$ $C : 0,66$; $U O_2$ $O : 0,58$

les composés du tungstène $W : 0,48$ du Thorium $Th : 1,03$

WC $Th C_2$ $C : 0,66$

Un autre avantage est offert par les neutrons : celui de substituer un isotope d'un élément à l'autre du même élément. En faisant varier la proportion isotopique d'un élément dans le cristal on peut faire changer son amplitude de diffusion moyenne $\langle b \rangle$ et ajuster ainsi le contraste.

Figure 7/2 : Densité électronique de UC_2 calculée par Maximum d'Entropie à partir d'une simulation des intensités diffractées par les **Rayons X**. Section au niveau des atomes de Carbone . R. Papoular . L.L.B. C.E. de Saclay

Remarque : la Figure 7/ 2 montre qu'on peut avoir maintenant une information de bonne qualité, malgré la différence de charge entre l' Uranium ($Z = 92$) et le Carbone ($Z = 6$). Ces progrès sont obtenus grâce à des méthodes de traitement des données performantes basées sur le " Maximum d'Entropie ". La Figure 7/ 3 montre toutefois que la qualité optimale est obtenue avec les Neutrons.

Figure 7/3: Densité électronique de UC_2 calculée par Maximum d'Entropie à partir d'une simulation des intensités diffractées par les **Neutrons**. Section au niveau des atomes de Carbone. R. Papoulet. L.L.B. C.E. de Saclay

VII – 4 : Diffraction sous haute pression

Dans ce type d'expérience, les faisceaux incident et diffracté sont **collimatés**, la position du détecteur ponctuel est fixe. Fig. 7/4. Le faisceau incident est **polychromatique**. Le domaine spectral disponible s'étend de 5 à 50 keV environ.

L'échantillon est nécessairement une **poudre** : l'orientation des vecteurs du réseau réciproque est en effet isotrope si la poudre n'est pas texturée.

Cette technique, appelée " diffraction en dispersion d'énergie ", est commode lorsque la poudre cristalline est sous conditions (hautes pressions, température). L'avantage est que les fenêtres d'accès à la chambre de mesure peuvent avoir des dimensions très réduites puisque les faisceaux incident et diffractés, sont dans des positions fixes. Elle est basée sur les détecteurs "solides" refroidis

Figure 7 / 4 : Diffraction en dispersion d'énergie dans une cellule sous haute pression

à l'azote liquide, qui ont une bonne efficacité de détection avec une résolution relative inférieure à 1% dans le domaine 5 / 50 keV

Pour réaliser des mesures sous des très hautes pressions de plusieurs dizaines de GPa et des températures de 3000K (par chauffage Laser), il est nécessaire que les échantillons ne dépassent pas quelques dizaines de microns. Pour cela, il faut disposer d'un faisceau très intense et de quelques dizaines de μm de section. Seules les sources synchrotron récentes ont la brillance suffisante.

Les impulsions délivrées par le détecteur sont proportionnelles à l'énergie E_{hkl} des rayonnements diffractés elles sont codées et mises en mémoire par un analyseur multicanal.

$$E_{hkl} = hc / \lambda_{hkl} \quad \lambda_{hkl} = 2 D_{hkl} \sin\theta$$

2θ est l'angle de diffusion : c'est un paramètre de l'expérience.

$$D_{hkl} = \frac{hc}{2\sin\theta} \frac{1}{E_{hkl}} = \frac{\Delta d}{d} \frac{1}{1000} \text{ au mieux}$$

Sur le diagramme, Fig. 7/4, on peut remarquer des pics correspondant aux rayonnements de fluorescence de l'échantillon : ils sont indépendants de l'angle 2θ de diffusion. Le bruit de fond est dû principalement au rayonnement Compton.

Les pics (en énergie) sont classés comme le sont les modules du réseau réciproque : E_{hkl} croissant correspond à r^*_{hkl} croissant et à d_{hkl} décroissant . Ils se déplacent si 2θ est modifié.

Remarque : ce montage présente des analogies avec les dispositions utilisés avec les sources à spallation. L'analyse en énergie du faisceau de neutrons diffractés est effectuée par la mesure du temps de déplacement dans la direction faisant l'angle 2θ de diffusion, (cf II-3).

VII - 5 : Diffraction de surface

C'est aussi l'exemple d'une expérience de diffraction où le rayonnement synchrotron présentent des avantages .

Dans cette technique de diffraction utilisée pour l'examen des surfaces le faisceau X arrive en incidence rasante, sous un angle voisin de l'angle critique (quelques dixièmes de degrés) : l'onde transmise dans le matériau se propage alors quasi – parallèlement à la surface. C'est ainsi qu'on peut sonder sélectivement la couche de la surface sur quelques nanomètres.

Dans ces expériences la surface est placée verticalement. Pour disposer d'une résolution instrumentale satisfaisante, il faut :

- une divergence angulaire dans le plan horizontal de quelques 0,1 mrad
- une divergence angulaire dans le plan vertical de quelques mrad
- un élargissement spectral $\Delta E/E$ de quelques 10^{-4}

Enfin, cette expérience suppose une intensité considérable.

Ces conditions ne peuvent être obtenues qu'avec une source synchrotron, et si possible avec un onduleur. On se reportera réf. 2 pour une présentation approfondie de la diffraction de surface.

VIII - CONCLUSION

Le Neutron présente un autre attrait : celui d'être porteur d'un moment magnétique qu'on peut en plus polariser !

Comme les amplitudes de diffusion magnétique sont du même ordre de grandeur que les amplitudes nucléaires, on dispose d'un outil 'magique' pour explorer les matériaux magnétiques.

Concernant la diffraction des rayons X, un appareillage utilisant du rayonnement d'anticathode associé à une optique et un système de détection modernes permet d'excellents résultats dans

une majorité de cas actuellement. Néanmoins, si on recherche la possibilité de changer de longueur d'onde ou si on a besoin d'une forte intensité pour la mesure de signaux faibles, ou de micro faisceaux très intenses, le choix du rayonnement synchrotron s'impose.

La diffraction X standard représente une partie, plus ou moins importante, de l'activité des centres de rayonnement synchrotron. Pour rester dans le domaine des matériaux et des rayons X durs, citons l'E.X.A.F, la diffusion aux petits angles, les ondes stationnaires, .. En plus des exemples qui ont été cités dans ce document, et sans vouloir faire une liste exhaustive, on peut mentionner dans le domaine de la diffraction :

- la diffraction rapide
- le DAFX
- la bio cristallographie
- la diffraction magnétique, où le choix de la longueur d'onde permet de sonder sélectivement les éléments d'un alliage, et la haute brillance d'examiner le magnétisme de surface.

La conclusion finale c'est que la diffraction des Rayons X et la diffraction des Neutrons sont des techniques puissantes et complémentaires d'examen des matériaux : il serait souhaitable que les scientifiques " diffractionnistes " soient des familiers de ces deux rayonnements.

REFERENCES

-- 1 HUGGINS M.L MAGILL P.L. J. Am. Chem. Soc. **49** 2357,2367 (1927)

-- 2 M SAUVAGE - SIMKIN : Surfaces and interfaces : X ray studies
Cours HERCULES Vol. II Chapitre III

LMGP SUITE : J LAUGIER and B BOCHU <http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/lmgp>

Suite of Programs for the interpretation of X rays / neutrons Experiments :

ORIENTEXPRESS ; EQUIV ; INDX ; CELREF ; CHEKCELL ; TRUECELL ;
POUDRIX ; WULFF ; DISPANO ; SCATFAC

MAXIMUM d'ENTROPIE

Cristallographie et Reconstruction d'Images par Maximum d'Entropie : Robert J PAPOULAR

Cours Ecole Thématique / JDN 1997 – Batz-sur- Mer
Rapport CEA–R-5758[DIST/CEA-Saclay/ Gif-sur – Yvette 91191] (1997)

TABLES de DONNEES NUMERIQUES / RAYONS X :

DISPANO ; SCATFAC dans la " LMGP SUITE "

TABLES de DONNEES NUMERIQUES / NEUTRONS :

-- 1 POUDRIX dans la " LMGP SUITE "

-- 2 G.E. BACON Neutron Diffraction Third Edition pages 72 / 73
Clarendon Press OXFORD 1975

- 3 G.E. BACON Neutron Diffraction Third Edition pages 38 ... 41
- 4 G.E. BACON Coherent neutron scattering amplitudes Acta Cryst. A 28, 357 (1972)
- 5 L. KOESTER et al.
Atomic Data and nuclear Data tables 49,65-120 (1991)
- 6 Tables Internationales de Cristallographie Volume pages 383 ... 399

BIBLIOGRAPHIE

A PRIMER	Synchrotron Radiation Sources
G MARGARITONDO	Introduction to Synchrotron Radiation
P COPPENS	Synchrotron Radiation Crystallographie
P MERIEL	Cours de magnétisme et de diffraction neutronique C.E.N. SACLAY
G.E. BACON	Neutron Diffraction Third Edition Clarendon Press OXFORD 1975