



Mémoire de fin d'études

PRESENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLOME DE : Master

Filière : Physique

Option : Physique des matériaux

Approche théorique du spectre de diffraction par RX des poudres

Préparé par : MEDDOUH Chaima

Soutenu le : /06/2022

Devant le jury :

Président :	N. Lebgaa	MCA	Université de Bordj Bou Arreridj
Rapporteur :	N. BENCHIHEUB	MCB	Université de Bordj Bou Arreridj
Co-Rapporteur :	A. Latreche	Pr.	Université de Bordj Bou Arreridj
Examineur :	M. Berrehail	MCB	Université de Bordj Bou Arreridj

Année Universitaire 2021-2022

Remerciements

Après les louanges à Dieu miséricordieux, guide de l'univers, que son salut et sa bénédiction soient portés sur son prophète Mohamed.

Je remercie tout d'abord Mme. Nadjet BENCHIHEUB Maître de conférence B à l'université de Bordj Bou Arreridj, pour ses conseils qui m'ont été d'une grande utilité et d'une clairvoyance inouïe dans la rédaction de ce mémoire.

J'adresse mes profonds remerciements à mon co-encadreur Mr. Abdelhakim Latreche Professeur à l'université de Bordj Bou Arreridj, de m'avoir accompagné pour réaliser le programme de calcul.

J'exprime toute ma reconnaissance à Mme N. Lebgaa Maître de conférence A de Bordj Bou Arreridj qui a bien voulu nous faire l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

J'exprime également ma gratitude Mme Mounira Berrehail Maître de conférence B à l'université de Bordj Bou Arreridj qui a accepté d'examiner mon travail et de faire partie du ce jury.

J'adresse mes remerciements à ma sœur Kaouther et les plus sincères à tous mes collègues et amis Yahia, Abd El Moumen Oum Elkhir ; Chaima ; Razika et Hadjer pour leur aide précieuse qui m'ont apporté, ainsi qu'à toutes les personnes qui ont contribué de près et de loin au bon déroulement et à la réussite de ce travail.

« S'il n'y avait pas d'hiver, le printemps ne serait pas si agréable : si nous ne goûtions pas à l'adversité, la réussite ne serait pas tant appréciée »

Anne Bradstreet

Dédicace

- A la mémoire de mes grands parents
- A mon père et ma mère
- A mes frères Ahmed et Islam, A mes sœurs
- A mes nièces, Soumia "NouNa" et Yamour

Table des matières

Introduction générale	1
------------------------------------	---

CHAPITRE 1 : DIFFRACTION DES RAYONS X PAR LES POUDRES 3

I.1	INTRODUCTION	3
I.2	GÉNÉRALITÉS SUR LA DIFFRACTION DES RX	4
I.2.1	Nature des rayons X.....	4
I.2.2	Principe de la méthode de diffraction par les RX et condition de BRAGG	4
I.2.3	Diffractomètres des RX	6
I.2.3.1	Diffractomètres automatique des poly-cristaux	6
I.2.3.2	Diffractomètre automatique pour monocristal	9
I.3	COMPOSITION D'UN DIAGRAMME DE POUDRE	9
I.3.1	Origine du profil des raies de diffraction	10
I.3.1.1	L'origine de $g(x)$	10
I.3.1.2	L'origine de $f(x)$	10
I.3.2	Paramètres fondamentaux du profil des raies de diffraction.....	11
I.3.2.1	Paramètre de position de raie de réflexion	11
I.3.2.2	Paramètres de dispersion angulaire de l'intensité	11
I.3.2.3	Paramètres de L'intensité.....	12
I.3.3	Facteurs influant sur l'intensité diffractée	14
I.3.3.1	Facteur de structure	14
I.3.3.2	Facteur de multiplicité m_{hkl}	15
I.3.3.3	Facteur de polarisation	16
I.3.3.4	Facteur de Lorentz	16
I.3.3.5	Correction de Lorentz-polarisation des profils de raie LP	16
I.3.3.6	L'absorption.....	17
I.3.3.7	L'extinction	17

Table des matières

I.3.3.8 Orientation préférentielle.....	18
I.3.3.9 La statistique de comptage	19
CHAPITRE 2 : CALCUL ET DISCUSSION.....	20
II.1 INTRODUCTION	20
II.2 Calcul du spectre théorique de diffraction X par le programme fortran	21
II.3 Calcul du spectre théorique par le logiciel Vesta	26
II.4 Discussion	28
Conclusion générale.....	29
REFERENCES.....	30

Liste des figures

Figure I-1: Les RX dans l'échelle des longueurs d'onde des rayonnements électromagnétiques	4
Figure I-2: diagramme de diffraction ou diffractogramme.	5
Figure I-3: Théorie de la diffraction.....	5
Figure I-4: Cônes de diffraction et anneaux de Debye dans une chambre de Debye Scherrer	6
Figure I-5: Modèles de fonctionnement des diffractomètres	7
Figure I-6: La variation du cercle de focalisation pour deux angles θ_1 et θ_2	8
Figure I- 7: Modèles de fonctionnement du diffractomètre de Bragg Brentano.....	8
Figure I-8: Diagramme de poudre $I = f(2\theta)$	9
Figure I-9: Largeur à mi-hauteur FWHM	12
Figure I-10: Largeur intégrale.....	12
Figure I -11: Le fond continu.....	13
Figure I-12: Illustration montrant la définition de X à partir du pic de diffraction des rayons	14
Figure I-13 : Évolution des valeurs du facteur de diffusion atomique de $K + etde Cl$ –en fonction de $(2\sin\theta/\lambda)$	15
Figure I-14: Illustration du phénomène d'ionisation par l'effet photoélectrique.....	17
Figure I-15: Schéma de l'extinction primaire à gauche et secondaire à droite	18
Figure I-16 : Illustration du phénomène d'orientation préférentielle.....	18
Figure II-17: Spectre expérimentale de DRX du LiF.....	21
Figure II-18: Organigramme pour le calcul du spectre de diffraction pour une structure cubique	24
Figure II-19: Le diagramme de la diffraction des RX du composé LiF.....	25
Figure II-20: Le diagramme de la diffraction des RX du composé LiF (% en fonction de 2θ).	26
Figure II-21: Maille élémentaire du LiF.	27
Figure II-22: Diagramme de diffraction des RX du composé LiF calculé par le logiciel "VESTA" ($\lambda\alpha Cu = 1.54\text{Å}$).....	28

Liste des tableaux

Tableau I-1: Facteur de multiplicité $mhkl$ Pour les différents systèmes cristallins.	16
Tableau II-1: Données cristallographiques du Fluorure de Lithium (LiF) à partir de l'affinement par Rietveld	21
Tableau II-2: Valeurs des paramètres a_i , b_i et c des ions Li^+ et F^-	22
Tableau II-3: facteur de multiplicité $mhkl$ pour le système cubique.....	23
Tableau II-4 : Valeurs des facteurs de Lorentz-Polarisation, la multiplicité, les facteurs de structure et les intensités des pics de diffraction du composé LiF pour $\lambda\alpha Cu$	25
Tableau II-5 : Résultats du calcul obtenus par logiciel VESTA pour LiF.....	27
Tableau II-6 : Comparaison entre les Résultats expérimental, calculé et obtenus par logiciel VESTA pour LiF.	28

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

La cristallographie est la science qui s'intéresse à l'étude des matériaux sous forme cristalline tel que; minéraux et minerais, métaux et alliages, céramiques et ciment, dents, os, tous les produits chimiques inorganiques et organiques, vitamines, protéines, virus, ... etc.

Elle étudie la formation, la croissance, la forme extérieure, la structure interne et les propriétés physiques de la matière cristallisée en fonction de la distribution des atomes dans l'espace et des forces Interatomiques dans un assemblage étendu. Pour cette raison, la cristallographie est une branche essentiellement interdisciplinaire, elle recouvre autre que la physique et la chimie, des disciplines diverses ; la biologie, la médecine, la métallurgie, la géologie, ...etc.

Grâce à l'évolution des techniques basée sur le phénomène de diffraction que ce soit par rayon X, radiation synchrone, électrons ou neutrons, sur des échantillons sous forme de poudre, massif ou de monocristaux, cette science a connu un grand progrès au fil du temps.

Par ailleurs, la diffraction des Rayons X est une méthode d'analyse physico chimique ; permettant à partir des positions et du profil des raies dans un diagramme de diffraction, d'investir la matière ordonnée à l'échelle atomique. L'obtention de ces grandeurs repose sur l'ajustement du spectre expérimental avec un spectre théorique calculé.

A cet égard, nous nous sommes intéressés de réaliser un code qui permet de reproduire le spectre de diffraction par les rayons X ; ce programme concerne la structure cubique dont nous avons choisis comme modèle, le Fluorure de Lithium (LiF), bien évidemment, le résultat obtenu sera comparé avec le spectre expérimental réalisé sur ce composé et celui obtenu par le logiciel Vesta basée sur la représentation graphique de la structure de la maille du matériau.

Ce travail est exposé dans ce mémoire, selon deux chapitres ;

Le premier chapitre présente des généralités sur la diffraction des Rayons X (ou DRX) basée sur l'interférence constructive des rayonnements X diffusée élastiquement par les solides ayant une structure ordonnée dans des directions spécifiques selon la loi de Bragg.

Introduction générale

La fin du chapitre est consacrée à une description du diffractogramme obtenu, représentant l'intensité diffractée en fonction des positions de réflexion 2θ avec les facteurs qui influent sur cette intensité.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons l'essentiel des données nécessaires pour la réalisation du code et le diffractogramme calculé ainsi généré pour la structure cubique. Une comparaison entre le spectre expérimental effectué sur la poudre du Fluorure de Lithium et celui calculé par le programme de représentation de structure **Vesta** a été réalisée.

Enfin, nous terminerons ce mémoire par une conclusion générale.

Chapitre 1 :

DIFFRACTION

DES

RAYONS X

PAR

LES POUDRES

I.1 INTRODUCTION

Depuis son introduction en 1916 par P. Debye et P. Scherrer [1] en Allemagne, et en 1917, par Hull [2] aux Etats-Unis, trois ans après la découverte de la diffraction X par le monocristal ; la méthode de diffraction des rayons X sur poudre a connu un grand progrès grâce aux technologies modernes relatif au développement des logiciels de traitement des données, les banques de données et les appareillages de production des RX et d'analyse. C'est une technique d'analyse des matériaux cristallins plus puissantes, efficace, facile dans son emploi, peu cher et non destructif [3]. La diffraction X sur poly-cristal a des applications dans des domaines très variés : cela va de la physique, la chimie, la biologie, l'industrie pharmaceutique, aux peintures, en passant par la métallurgie, les céramiques, la cimenterie, la géologie....etc. Elle peut être utilisée pour des applications traditionnelles comme l'identification rapide des phases présentes dans l'échantillon étudié (par comparaison avec les diagrammes de référence de très nombreux composés recensés dans diverses banques de données à savoir : COD (Crystallography Open Database), PCPDFWIN (Powder Diffraction File), la mesure précise des paramètres cristallins ou encore l'analyse d'imperfections structurales à partir du profil de raies de diffraction [4] ; Ainsi, il est possible de résoudre des structures cristallines, des matériaux cristallisés organiques ,inorganiques, organométallique, polymères cristallisé, biomatériaux, nanomatériaux ,couches minces , couramment utilisées dans l'industrie. Elle permet également de suivre l'évolution des phases cristallines dans le temps, c'est à dire observer leur présence ainsi qu'évaluer leur proportion dans l'échantillon [5,6], En fonction des conditions expérimentales telles que la température, la pression, on peut ainsi connaître le comportement du matériau en condition d'utilisation et donc optimiser sa composition pour obtenir les propriétés désirées (coût réduit, dissolution...) [7].

I.2 GÉNÉRALITÉS SUR LA DIFFRACTION DES RX

I.2.1 Nature des rayons X

Les Rayons X sont des ondes électromagnétiques que l'on retrouve dans le large domaine des radiations (Fig.I.1), sont obtenus à partir de transitions électroniques dans les couches internes d'une pastille métallique appelée "anticathode"[8], sous l'effet des électrons émis par la chauffée et accélères.

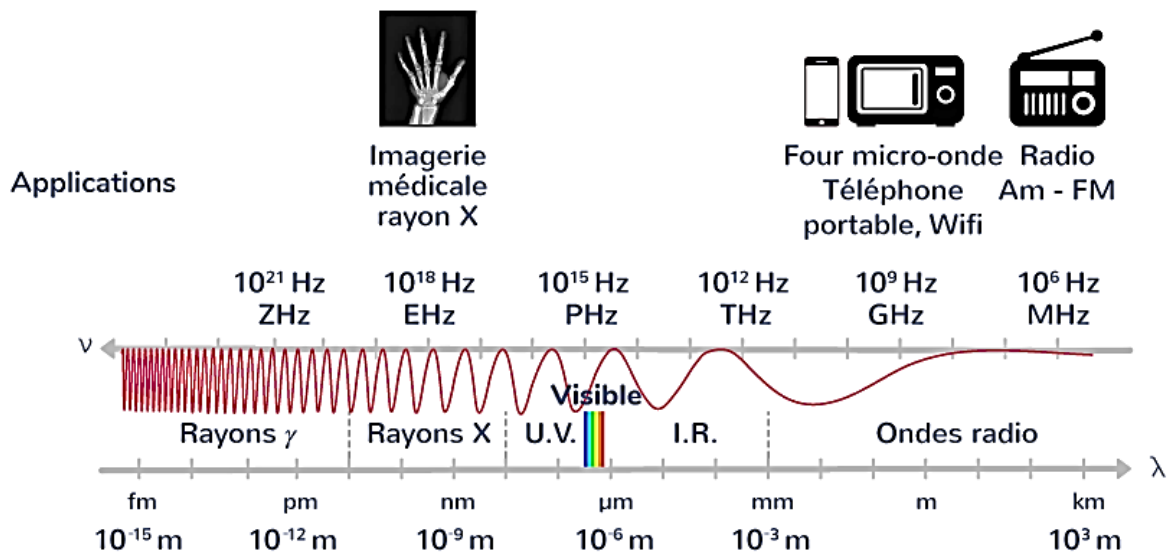


Figure I-1: Les RX dans l'échelle des longueurs d'onde des rayonnements électromagnétiques.

I.2.2 Principe de la méthode de diffraction par les RX et condition de BRAGG

Le principe de la diffraction X consiste à bombarder l'échantillon (monocristal ou polycristal) étudié avec des rayonnements polychromatique ou monochromatique dont la longueur d'onde est inférieure ou égale aux distances inter atomiques de l'échantillon, alors les atomes réémettent une partie du faisceau incident dans des directions de l'espace qui sont caractéristiques de leur structure, due aux interactions avec le nuage électronique des atomes L'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau, forme ce qu'on s'appelle diffractogramme [9].

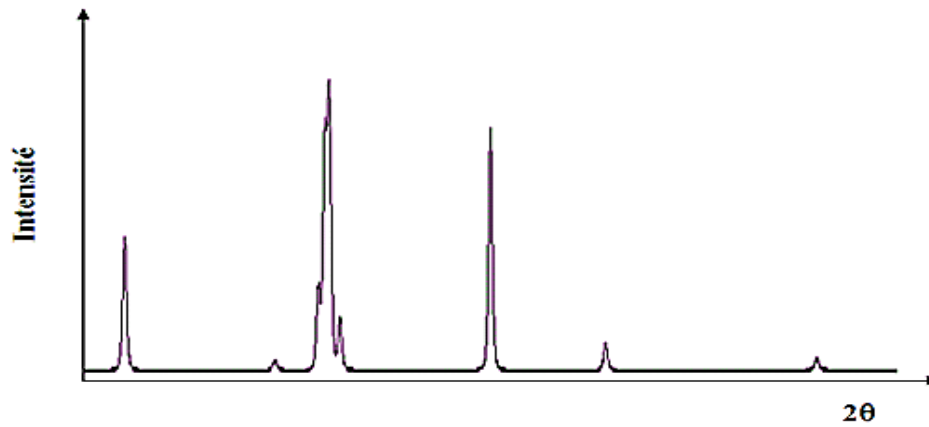


Figure I-2: diagramme de diffraction ou diffractogramme.

Pour mieux interpréter ce processus, on considère un faisceau de longueur d'onde λ tombe sur une famille de plans d'un cristal, caractérisée par une distance interarticulaire d_{hkl} , les ondes électromagnétiques réfléchies par les plans d'atomes s'interfèrent entre eux selon la différence de marche entre le faisceau incident et diffusé (Figure I.3) par deux plan voisins :

$$\Delta = AO' + O'B = 2d_{hkl} \sin \theta \tag{I.1}$$

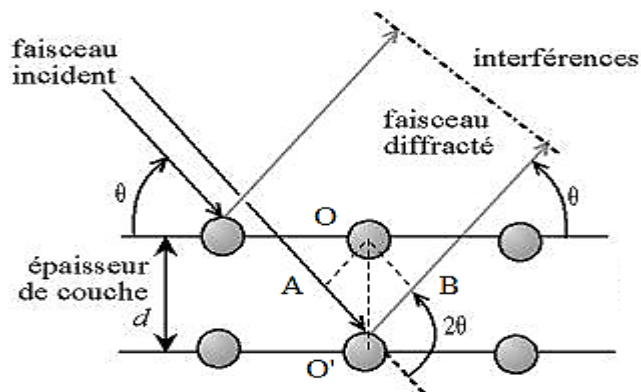


Figure I-3: Théorie de la diffraction.

Lorsque la différence de marche est égale à un multiple de la longueur d'onde λ appelée loi de Bragg, tel que:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \tag{I.2}$$

Où θ : l'angle de diffraction.

d_{hkl} : Distance interréticulaire entre les plans de la famille.

On observe une première interférence constructive dans cette direction de réémission des RX, avec une intensité importante, elle présente donc des maxima, on parle de phénomène de diffraction [10].

a. Diffraction X sur monocristal

Un monocristal est un objet macroscopique où les atomes sont parfaitement ordonnés dans les trois directions de l'espace. Les cristaux les plus communs sont les sels, le sucre, les roches, les métaux, les pierres précieuses (gemmes). Certains objets sont composés d'un seul cristal (par exemple les pierres précieuses), on parle alors de « monocristal ». Mais la plupart des objets sont composés de plusieurs cristaux accolés (ou cristallites), on parle de « polycristaux » [11].

b. Diffraction X sur poly-cristal

Dans le cas où l'échantillon est un matériau poly-cristallin constitué de multitude de petit grain de cristaux appelés cristallites de taille et de forme différente et aléatoirement orientés les uns par rapport aux autres, elle peut être une poudre homogène isotrope ou bien un solide. Il en existe toujours beaucoup pour lesquels une famille de plans réticulaires (hkl) respecte la relation de Bragg. Pour plusieurs familles de plans, la diffraction permet d'obtenir un ensemble de cônes de diffraction dont le sommet est commun. L'ouverture du cône correspond à 2θ et est le faisceau incident. Il existe un cône pour chaque valeur de distance inter réticulaire (d_{hkl}) et il est alors possible d'établir la liste des différents d_{hkl} présents dans l'échantillon étudié [12].

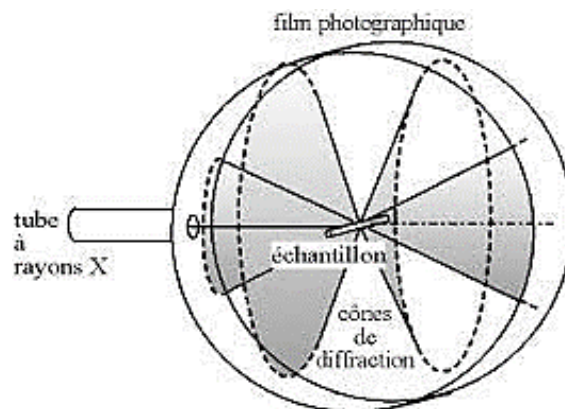


Figure I-4: Cônes de diffraction et anneaux de Debye dans une chambre de Debye Scherrer [9].

I.2.3 Diffractomètres des RX

I.2.3.1 Diffractomètres automatique des poly-cristaux

C'est un instrument qui permet d'enregistrer l'intensité diffractée en fonction de l'angle de déviation 2θ . Pour pouvoir utiliser la diffraction des rayons X sur poudre, différentes méthodes et chambres ont été développées, au fil du temps. Aujourd'hui, les diffractomètres

automatiques sont les plus utilisés, car leur l'usage est plus simple. Différents montages sont disponibles :

- **Type (thêta - 2 thêta)**, la source de rayonnement est fixe comme le tube est la partie lourde, il est préférable de laisser le tube fixe, le porte-échantillon mobile parcourt un angle θ et le détecteur parcourt un angle 2θ pendant la mesure.

- **Type (thêta - thêta)**, le porte-échantillon est fixe, la source de rayonnement et le détecteur sont mobiles et chacun situés à l'angle θ par rapport à la surface de l'échantillon, de part et d'autre de la perpendiculaire à cette surface. L'avantage de ce dernier montage est que le porte-échantillon reste horizontal, ce qui facilite l'installation d'environnements divers, comme une chambre à atmosphère contrôlée pour les études in situ par exemple[13].

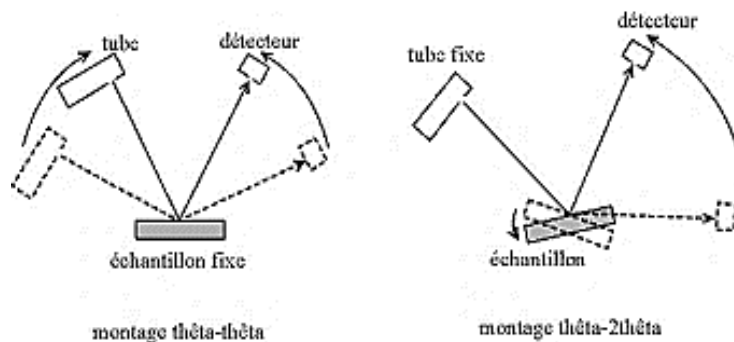


Figure I-5: Modèles de fonctionnement des diffractomètres.

- **Diffractomètre en géométrie Bragg-Brentano**

Dans les diffractomètres à géométrie Bragg-Brentano, le faisceau incident issu du foyer "F" des rayons X; source directe de rayon X "S" du tube, ou image de S donnée par un monochromateur diverge jusqu'à l'échantillon plan placé en E. Le détecteur se situe au point de focalisation "f", symétrique de "F" par rapport à la normale à la surface plane de l'échantillon E. Dans ce montage $FE = Ef = R = cste$ avec R est le rayon constant du cercle goniométrique.

Avec cette géométrie, le rayon "r" du cercle de focalisation (qui passe par F, E et f) dépond de la valeur de valeur de θ , la variation du cercle de focalisation pour deux angles θ_1 et θ_2 déférent et illustre par la Figure ci-dessous. La focalisation du faisceau en "f" est rigoureuse pour la zone de l'échantillon voisine du "point" (ou "génératrice cylindrique" si F est linéaire) de tangence avec le cercle de focalisation. En géométrie Bragg-Brentano, on a donc en fait une focalisation approchée, d'autant meilleure que "r" est grand (θ petit) et que l'angle d'ouverture du faisceau incident est limité [8].

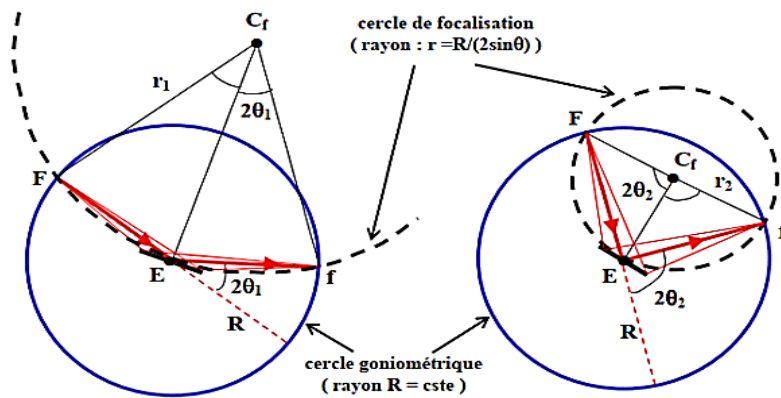


Figure I-6: La variation du cercle de focalisation pour deux angles θ_1 et θ_2 .

Un montage standard Bragg Brentano comprend :

- Un tube à rayons X, de matériaux comme : Cu, Co, Mo Mn suivant l'utilisation.
- Des fentes de Soller, des fentes de divergence et d'anti diffusion permettant de délimiter la divergence axiale ou verticale du faisceau de rayons X. Les fentes de divergence permettent de garder une surface irradiée constante à la surface de l'échantillon, alors que les fentes d'anti-diffusion permettent de recevoir des intensités diffractées et de minimiser les radiations de diffusion.
- Un filtre ou un monochromateur qui permet d'éliminer le fond de fluorescence, le Bremsstrahlung, les raies K_β et de ne laisser passer que les raies K_α .
- et un détecteur [14].

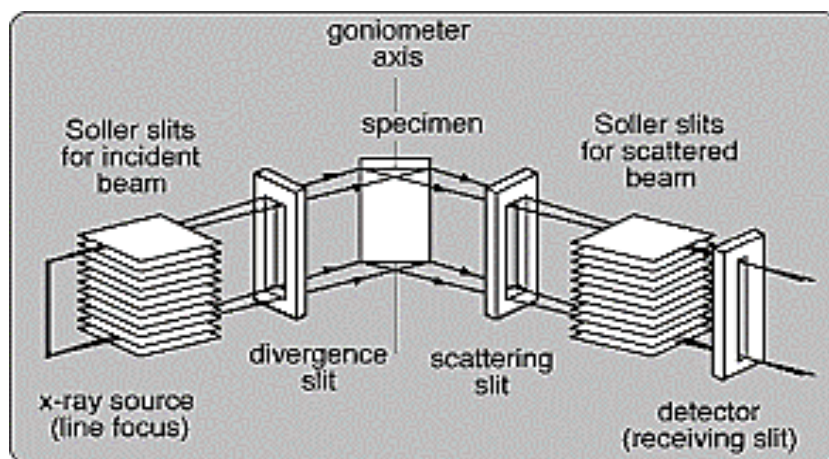


Figure I- 7: Modèles de fonctionnement du diffractomètre de Bragg Brentano.

I.2.3.2 Diffractomètre automatique pour monocristal

Cet appareil permet de mesurer la diffraction des RX par un monocristal. Les trois éléments principaux constituant cet appareillage sont: un tube à RX fixe sert de source d'émission des RX, un détecteur du rayonnement X diffracté et un goniomètre portant le monocristal placé au milieu, le goniomètre permet la rotation du monocristal sous tous les angles noté $\theta, \chi, \psi, \omega$ (on dit montage à quatre cercles).

I.3 COMPOSITION D'UN DIAGRAMME DE POUDRE

La première étape d'analyse par la méthode de diffraction X sur poudre, est l'enregistrement du diagramme ; Une fois l'enregistrement effectué, nous obtenons comme données brutes un diagramme caractéristique de matériaux en deux dimensions donnant le nombre de coups de photons X reçus par le détecteur en fonction de sa position sur le cercle de diffraction c'est-à-dire $I = f(2\theta)$ (Figure I.8).

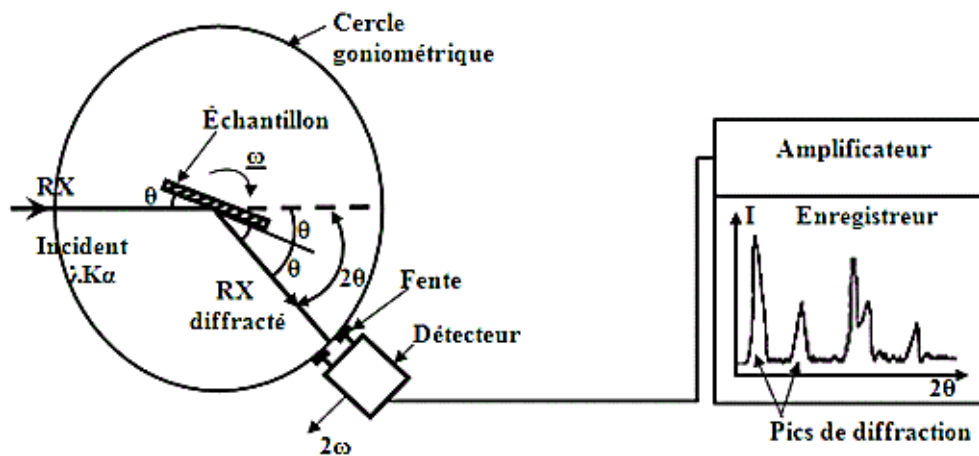


Figure I-8: Diagramme de poudre $I = f(2\theta)$ [15].

Dans un diffractogramme de poudre les « raies de diffraction » apparaissent au-dessus d'un fond continu. Elles sont caractérisées par plusieurs paramètres mathématiques.

- Les paramètres de "positions des raies", de diffraction, liée à la maille élémentaire du cristal.
- Les paramètres d'intensité de ces raies de diffraction, qui sont significatives de la structure interne de la maille.
- Le profil des raies, qui dépend de la résolution expérimentale du diffractomètre et des caractéristiques de la poudre à étudier.
- Le fond continu, qui peut donner une information sur la présence d'un matériau amorphe [8].

I.3.1 Origine du profil des raies de diffraction et convolution

Chaque profil de raie de diffraction observée dans un diagramme de poudre, résulte d'une opération de convolution entre le profil de raie intrinsèque à l'échantillon, et les effets instrumentaux, selon l'équation :

$$h(x) = f(x) * g(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(y)g(x - y)dy \quad (\text{I.3})$$

Où x et y sont généralement exprimés en degrés 2θ .

I.3.1.1 L'origine de g(x)

La fonction instrumentale g (x) résulte de la convolution des diverses aberrations physiques et géométriques du diffractomètre employé. Les sources d'aberrations de type géométrique à savoir, divergence du faisceau, l'écart à l'alignement du système optique, dimension non nulle de la source, largeur de la fonte d'analyse, écart à la planéité de la source irradiée, et les sources de type physique comme la largeur du domaine spectral et les effets d'absorption de l'échantillon [16-17].

I.3.1.2 L'origine de f(x)

Le profil de raie f(x), représentatif de la microstructure du matériau, peut être lui-même la convolution de profils associés à différents types de défauts, à savoir les effets de taille, de distorsion et de fautes d'empilement. Lorsqu'on utilise des diffractomètres à haute résolution, il est courant d'observer que les formes ou les largeurs des raies ne correspondent pas à la fonction de résolution instrumentale telle qu'on peut mesurer par exemple à l'aide d'un échantillon de référence. Cet élargissement provient essentiellement de ces différents types de défaut.

- **L'élargissement dû à la taille des domaines cohérents**

Pour des petites particules, l'hypothèse usuelle d'un réseau réciproque infini n'est plus valide. Dans ce cas, les points du réseau réciproque ne sont plus représentés par une fonction de Dirac. Ces points présentent une taille finie qui dépend de la taille moyenne des domaines cohérents. Une analyse de cet élargissement dû à Scherrer donne [18] :

$$\Delta(2\theta) = \frac{K \cdot \lambda}{T \cdot \cos \theta} \quad (\text{I.4})$$

Où T est l'épaisseur du domaine cohérent et K une constante sans dimension voisine de l'unité, qui dépend de la forme des cristallites et porte le nom de Scherrer.

- **L'élargissement de distorsion (ou de micro contrainte)**

Cet élargissement est défini dans l'espace réel par les variations qui peuvent être produites par les distorsions cristallines non uniformes telles que générées par les contraintes externes, par les défauts cristallins (dislocations) ou par les fluctuations locales de composition (solution solide). On peut montrer que :

$$\Delta(2\theta) = 4 \varepsilon \operatorname{tg} \theta \quad (\text{I. 5})$$

Où ε est la déformation relative.

La variation de la largeur des raies avec l'angle est plus importante que dans le cas précédent. A ce point, il est inutile de remarquer que les deux effets de taille et de distorsion peuvent être présents à la fois dans un même échantillon [19 ,20].

I.3.2 Paramètres fondamentaux du profil des raies de diffraction

Plusieurs paramètres mathématiques sont utilisés pour caractériser un profil de raie de diffraction des rayons X.

I.3.2.1 Paramètre de position de raie de réflexion

Est souvent définie par :

- L'angle 2θ** : pour lequel l'intensité de la réflexion est maximum qui obéit à la relation de Bragg. La connaissance des angles de diffraction, permet de déduire les dimensions de la maille.
- Centre de gravité** : Le centre de gravité de la réflexion est, aussi parfois employé. Il est défini par l'équation suivante :

$$\langle 2\theta \rangle = \frac{\int (2\theta) I(2\theta) d(2\theta)}{\int I(2\theta) d(2\theta)} \quad (\text{I. 6})$$

I.3.2.2 Paramètres de dispersion angulaire de l'intensité

- **La largeur à mi -hauteur, FWHM (Full Widthat Halt Maximum) (Figure I.9)**, est la distance angulaire entre deux angles pour lesquels l'intensité a une valeur qui vaut la moitié de sa valeur à la position du pic d'intensité I. La variation de la largeur à mi-hauteur FWHM (Full Widthat Half Maximum) des raies de diffraction est généralement représentée par la relation de Cagliotti et al [21].

$$\text{FWHM}^2 = U \operatorname{tg}^2 \theta + V \operatorname{tg} \theta + W \quad (\text{I. 7})$$

Où U , V et W sont des constantes.

Par ailleurs, la fonction est accessible expérimentalement grâce à un échantillon bien cristallisé, sans défaut, et si possible de même nature que le solide étudié [21].

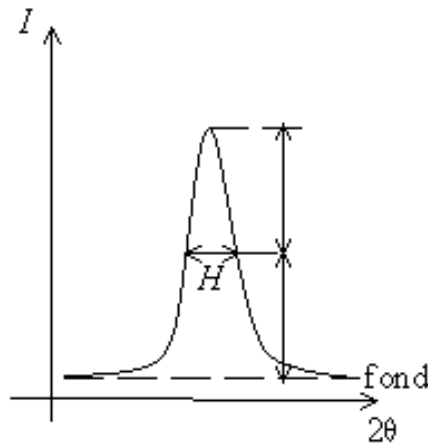


Figure I-9: Largeur à mi-hauteur FWHM.

- **La largeur intégrale β**

La largeur intégrale est égale au rapport de l'intensité de la distribution $I(2\theta)$ figure ci-dessous à la valeur de l'intensité maximal [22].

$$\beta = \int I(2\theta) \cdot d(2\theta) / I_{\max} \quad \mathbf{I.8}$$

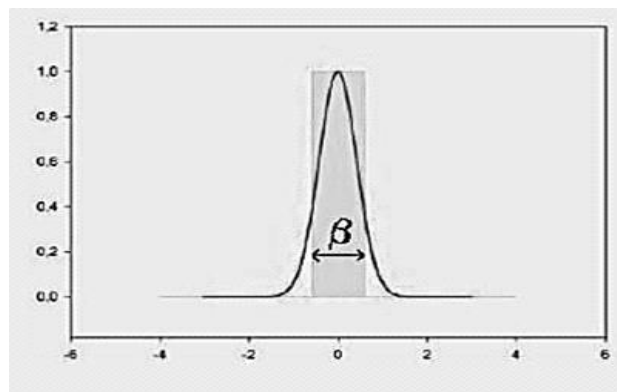


Figure I-10: Largeur intégrale[7].

I.3.2.3 Paramètres de L'intensité

a. L'intensité du fond continu

Cette intensité est la somme d'une contribution instrumentale et d'une contribution de l'échantillon [23].

- **Fond continu instrumental**

Il peut provenir du rayonnement utilisé, du diffractomètre ou de l'environnement de l'échantillon ou encore du détecteur.

- **Fond continu d'échantillon**

Il a pour origine soit d'autres processus d'interaction du faisceau incident avec l'échantillon, soit de certaines particularités structurales de l'échantillon.

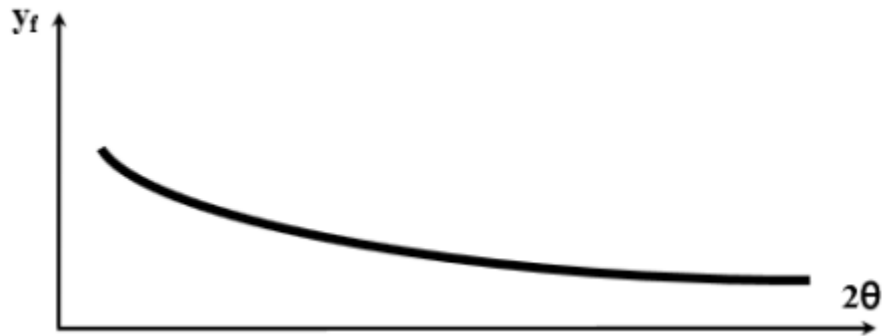


Figure I-111: Le fond continu.

a. Intensités intégrées « L'intensité diffractée »

Intensité intégrée est définie par la surface en dessous du pic. Elle est beaucoup plus intéressante que l'intensité maximale car cette dernière est plus influencée par le réglage du diffractomètre. L'intensité diffractée contient des informations essentielles sur l'arrangement structural, c'est à-dire sur la position des atomes dans la maille, elle est exprimée par la relation établie selon la théorie cinématique de la diffraction X pour des cristaux ayant des imperfections de réseau :

$$I_{hkl} = S \cdot |F_{hkl}|^2 \cdot LP(\theta) \cdot A \cdot m_{hkl} \quad (I.9)$$

Où S : est un facteur d'échelle commun à toutes les réflexions.

A : Facteur d'absorption.

m_{hkl} : Facteur de multiplicité d'une réflexion (hkl).

$LP(\theta)$: Facteur de Lorentz – Polarisation.

A cette expression, doivent s'ajouter des contributions influant également sur l'intensité diffractée : la statistique de comptage, l'orientation préférentielle des cristallites, l'absorption de l'échantillon, ou encore l'extinction [7].

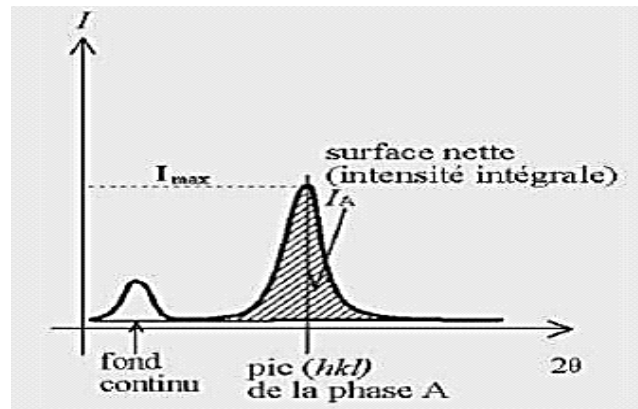


Figure I-122: Illustration montrant la définition à partir du pic de diffraction des rayons X [7].

I.3.3 Facteurs influant sur l'intensité diffractée

I.3.3.1 Facteur de structure

L'intensité l'intégrée I_{hkl} d'une raie de diffraction hkl est proportionnelle au carré du module du facteur de structure F_{hkl} défini comme suit [8] :

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^{\text{atome}} f_j N_j \exp 2i\pi(hx_j + ky_j + lz_j) \cdot \exp\left(-B_j \frac{\sin^2\theta}{\lambda^2}\right) \quad (\text{I. 10})$$

Où (x_j, y_j, z_j) les coordonnées de l'atome j dans la maille.

N_j : est le taux d'occupation de l'atome j sur le site ($0 \leq N_j \leq 1$).

Facteur de diffusion atomique

Le facteur f_j est la transformée de Fourier de la densité électronique de l'atome j : on l'appelle **facteur de diffusion atomique**. On le trouve tabulé dans les tables internationales de cristallographie volume C en fonction du numéro atomique et du degré d'ionisation.

Dans l'hypothèse d'une répartition sphérique des électrons autour de l'atome, il ne dépend que du module du vecteur de diffusion $\frac{\sin\theta}{\lambda}$. Il correspond à l'amplitude de diffusion par l'atome j [24, 25].

Le facteur de diffusion atomique, varie en fonction de l'angle de Bragg et de la longueur d'onde selon l'expression suivante :

$$f(\sin\theta/\lambda) = \sum_{i=1}^4 a_i \exp\left(-b_i \frac{\sin^2\theta}{\lambda^2}\right) + c \quad (\text{I. 11})$$

dont: a_i, b_i et c sont des paramètres donnés par la Table Internationale de Cristallographie Volume C.

Ce facteur possède les propriétés ci-dessous :

- Augmente avec le numéro atomique Z . (Fig. I.13).

- Le facteur de diffusion atomique est une fonction décroissante de $\frac{\sin \theta}{\lambda}$.
- Des valeurs fiables sont tabulées dans les « Tables Internationales de Cristallographie » volume C.

Si θ est nul, f est égal à Z , nombre d'électrons de l'atome ou de l'ion.

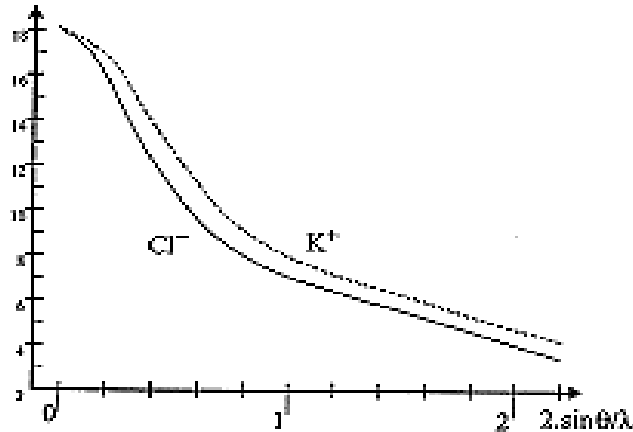


Figure I-13 : Évolution des valeurs du facteur de diffusion atomique de K^+ et de Cl^- en fonction de $(2 \sin \theta / \lambda)$

Facteur de température

Le facteur donné par la relation suivante :

$$D(\theta) = \exp\left(-B_j \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}\right) \tag{I.12}$$

Avec :

B_j : Coefficient de Debye-Waller d'agitation thermique isotrope de l'atome donnés par :

$$B_j = 8\pi^2 \sigma^2 \tag{I.13}$$

σ : Écart quadratique moyen de la vibration atomique.

Lorsque la température augmente, il en résulte :

- Une expansion de la maille primaire ce qui provoque des changements dans les distances interarticulaires d , donc dans les positions des raies de diffraction 2θ .
- Une diminution de l'intensité du pic de diffraction.
- Une augmentation de l'intensité du fond continu [23].

I.3.3.2 Facteur de multiplicité m_{hkl}

Le facteur de multiplicité est le nombre de plans dans la même famille et ayant la même distance interarticulaire, car les réflexions de ces plans se superposent pour donner un seul pic

de diffraction pour le même angle θ ce qui fait d'augmenter l'intensité du pic. Le tableau 01 donne les valeurs du facteur de multiplicité pour les différents systèmes cristallins[23].

Cubique	hkl : 48	hhl : 24	0kl : 24	0kk : 12	hhh : 8	00l : 6	
Hexagonal et rhomboédrique	hkl : 24	hhl : 12	0kl : 12	hk0 : 12	hh0 : 6	0k0 : 6	00l : 2
Quadratique	hkl : 16	hhl : 8	0kl : 8	hk0 : 8	hh0 : 6	0k0 : 6	00l : 2
Orthorhombique	hkl : 8	0kl : 4	h0l : 4	hk0 : 4	h00 : 2	0k0 : 2	00l : 2
Monoclinique	hkl : 4	h0l : 2	0k0 : 2				
Triclinique	hkl : 2						

Tableau I-1: Facteur de multiplicité m_{hkl} Pour les différents systèmes cristallins.

I.3.3.3 Facteur de polarisation

A sa sortie du tube cathodique, un faisceau de RX n'est pas polarisé, mais lorsque ce faisceau est diffracté par un cristal, il devient partiellement polarisé. Il en résulte une atténuation que l'on peut représenter par le facteur appelé facteur de polarisation et il est donné par[28]:

$$P = \frac{1}{2} (1 + \text{Cos}^2 2\theta) \tag{I. 14}$$

I.3.3.4 Facteur de Lorentz

L'intensité du faisceau diffracté dépend de la vitesse avec laquelle le nœud du réseau réciproque traverse la sphère d'Ewald, l'augmentation de cette vitesse diminuera l'intensité diffractée d'un facteur L [23]:

$$L = \frac{1}{\text{Sin}^2\theta \text{ Cos}\theta} \tag{I. 15}$$

I.3.3.5 Correction de Lorentz-polarisation des profils de raie LP

Les deux effets précédents sont exprimés par un terme unique appelé facteur de Lorentz polarisation LP . Dans le cas où on utilise un monochromateur, ce facteur est donné par l'équation suivante [23]:

$$LP = \frac{1 + \text{Cos}^2 2\theta}{\text{Sin}^2\theta \text{ Cos}\theta} \tag{I. 16}$$

I.3.3.6 L'absorption

L'absorption a pour principale origine l'ionisation ou l'effet photoélectrique (Figure 14). Lorsqu'un photon incident entre en collision avec un électron présent dans un métal, il lui transmet toute son énergie. Si cette énergie est suffisante, alors l'électron est arraché, l'énergie minimale nécessaire pour arracher cet électron est appelé travail d'extraction Φ , et si l'énergie est supérieure au travail d'extraction, alors le surplus d'énergie fourni est converti en énergie cinétique E_c et l'électron sera éjecté de son orbite. Ces photons ne seront pas présents dans le diagramme de diffraction.

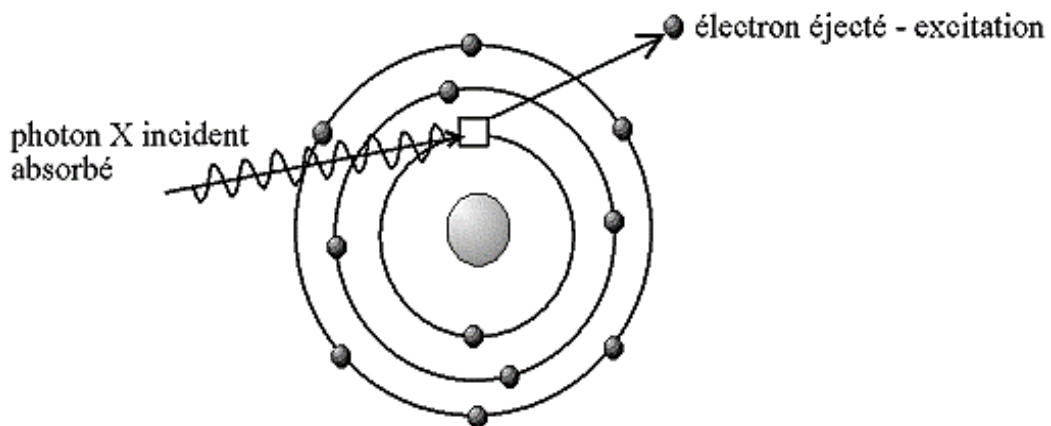


Figure I-14: Illustration du phénomène d'ionisation par l'effet photoélectrique.

Pour une traversée d'échantillon sur une distance x , la correction mathématique de ce phénomène se fait par la relation suivante:

$$I = I_0 e^{-\mu \cdot x} \quad (\text{I. 17})$$

Où I est l'intensité du faisceau transmis.

I_0 : est l'intensité du faisceau incident sur l'échantillon.

μ Le coefficient d'absorption linéaire, $\frac{1}{\mu}$ Détermine la profondeur de pénétration du rayonnement et donc la quantité de matière diffractant [26].

I.3.3.7 L'extinction

On distingue deux types d'extinctions :

Extinction primaire

Lorsqu'un faisceau incident de RX subit une fois la diffraction sur une poudre, il peut arriver que lors de sa traversée, il rencontre un autre plan atomique et sera diffracté une deuxième fois par la même famille de plans. Ce dernier (deuxième faisceau) va être en opposition de phase avec le premier. Ce qui aura pour conséquence une réduction de l'intensité.

Extinction secondaire

Elle résulte de la réduction progressive du faisceau incident par les plans successifs qui diffractent. Mais cet effet importe généralement peu dans le cas des poudres. [27,28].

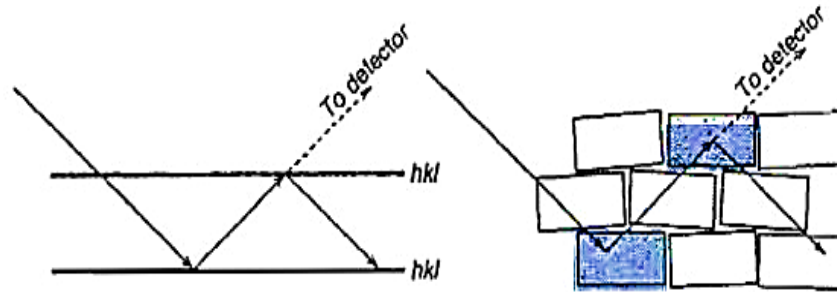


Figure I-15: Schéma de l'extinction primaire à gauche et secondaire à droite.

I.3.3.8 Orientation préférentielle

Le phénomène d'orientation préférentielle agit sur les intensités relatives des pics de diffraction. Cela vient du fait que les cristallites n'ont pas une répartition aléatoire de leur orientation dans l'espace. Certaines familles de plans hkl sont donc surreprésentées par rapport à d'autres, ce qui favorise certaines directions de diffraction. Les intensités sont donc modifiées par rapport au diagramme qu'on obtiendrait avec une orientation totalement aléatoire des cristallites, comme, il est illustré par la figure ci-dessous. Ce phénomène est particulièrement important dans le cas des morphologies plates ou en aiguilles: les grains de la poudre auront alors une très forte tendance à s'orienter de façon cohérente entre eux lors de la préparation de l'échantillon [6].

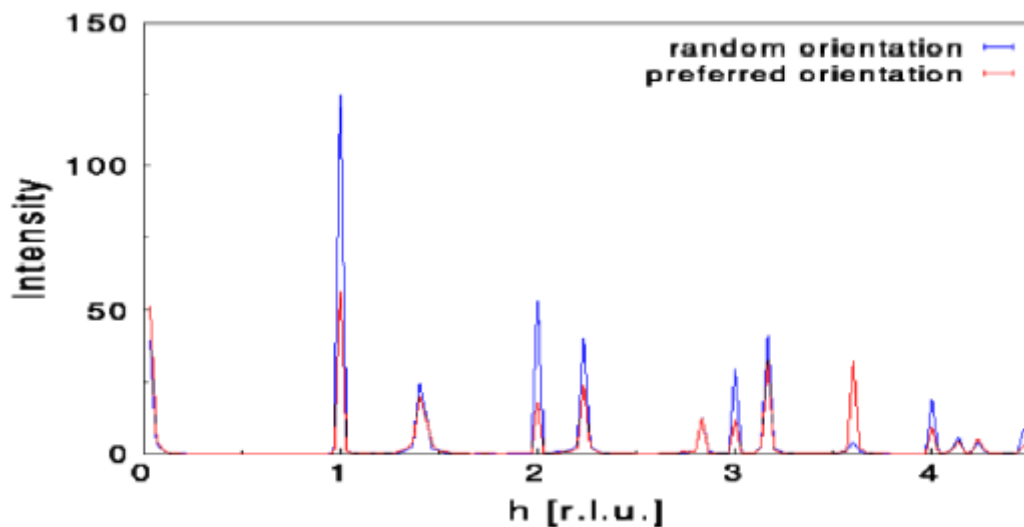


Figure I-16 : Illustration du phénomène d'orientation préférentielle.

I.3.3.9 La statistique de comptage

La production des rayons X étant un phénomène aléatoire, la détection des photons émis suit les lois de la statistique [29]. La détection de N photons émis a une erreur de comptage associée [30]:

$$\delta(N) = \sqrt{N} \quad (\text{I. 18})$$

Elle est fonction du nombre de coups reçus et donc du temps de comptage. Ainsi si le temps de mesure augmente, pour un point de mesure 2θ , l'erreur relative nette déterminée par :

$$\delta_{i.nette} = \frac{100\sqrt{N_{ip} + N_{ib}}}{\sqrt{N_{ip} + N_{ib}}} \quad (\text{I. 19})$$

Diminue (où N_{ip} est le nombre total de coups mesurés en $2\theta_i$, et N_{ib} le nombre total des coups du bruit de fond). Il sera donc plus facile de distinguer un signal de faible intensité du fond continu avec des temps de comptage important.

La statistique de comptage peut être médiocre si le nombre de cristallites en position de diffraction est trop faible pour assurer une bonne moyenne. La statistique de comptage est donc liée à la taille des particules. En effet, des cristallites de petite taille font que l'orientation aléatoire augmente et donc les fragments en position de diffraction augmentent. Cette statistique de comptage est très importantes dans la quantité d'information accessible d'un diagramme de poudre car lorsque l'angle de diffraction 2θ augmente, les intensités des pics diminuent et deviennent de plus en plus difficiles à distinguer du fond continu. Améliorer la statistique de comptage permet donc, d'améliorer la fiabilité des intensités des raies, et d'augmenter le nombre de raies pouvant être extraites du diagramme de diffraction [9].

Chapitre 2 :

Calcul

et

discussion

II.1 INTRODUCTION

Nous allons présenter dans ce chapitre, la démarche suivie pour calculer le spectre théorique de diffraction des RX sur un poly-cristal, pour ce faire un programme écrit en langage Fortran a été réalisé utilisant l'expression de l'intensité intégrée. Il est impératif de connaître au préalable, la structure cristalline du composé étudié. Nous allons représenter par la suite dans le plan l'intensité diffractée I en fonction des angles de diffraction 2θ .

L'objectif de ce mémoire concerne la préparation d'un code qui génère les pics de diffraction pour les composés cristallisant dans les systèmes cubiques, ces derniers sont considérés les plus simple avec un seul paramètre inconnu. Alors notre choix est porté sur le composé du Fluorure de Lithium (LiF). Avant d'achever ce chapitre il est évident de faire une comparaison du spectre théorique obtenu avec celui expérimentale du Fluorure de Lithium que nous avons réalisé.

II.2 Calcul du spectre théorique de diffraction X par le programme fortran

Données Expérimentales

L'enregistrement du spectre de diffraction de la poudre du Fluorure de lithium (LiF) a été réalisé sur le domaine angulaire 2θ de 5 à 80° à température ambiante, le mode le plus utilisé consiste à mesurer l'intensité diffractée par un déplacement pas à pas de l'échantillon et du détecteur avec un pas de 0.01°, on utilise une anticathode de cuivre ($\lambda_{\text{K}\alpha_{\text{Cu}}} = 1.54 \text{ \AA}$). Ces données brutes des raies de diffraction sont ensuite utilisées pour un affinement de structure par la méthode de Rietveld. Nous allons nous servir des résultats d'affinement par la méthode de Rietveld dans un travail antérieur. Les résultats sont groupés dans le tableau ci-dessous, ont montrés que ce composé cristallise dans le système cubique à face centrée, avec le groupe d'espace Fm-3m (25).

Système Cristallin	Cubique	
Paramètre de maille	$a = b = c = 4.028 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \gamma = 90.0000^\circ$	
Groupe d'espace	F m - 3m	
Les positions atomiques x, y et z	Li1 (0, 0, 0)	F1 (1/2, 1/2, 1/2)
Occupation N_j	1	1

Tableau II- 1: Données cristallographiques du Fluorure de Lithium (LiF) à partir de l'affinement pr Rietveld.

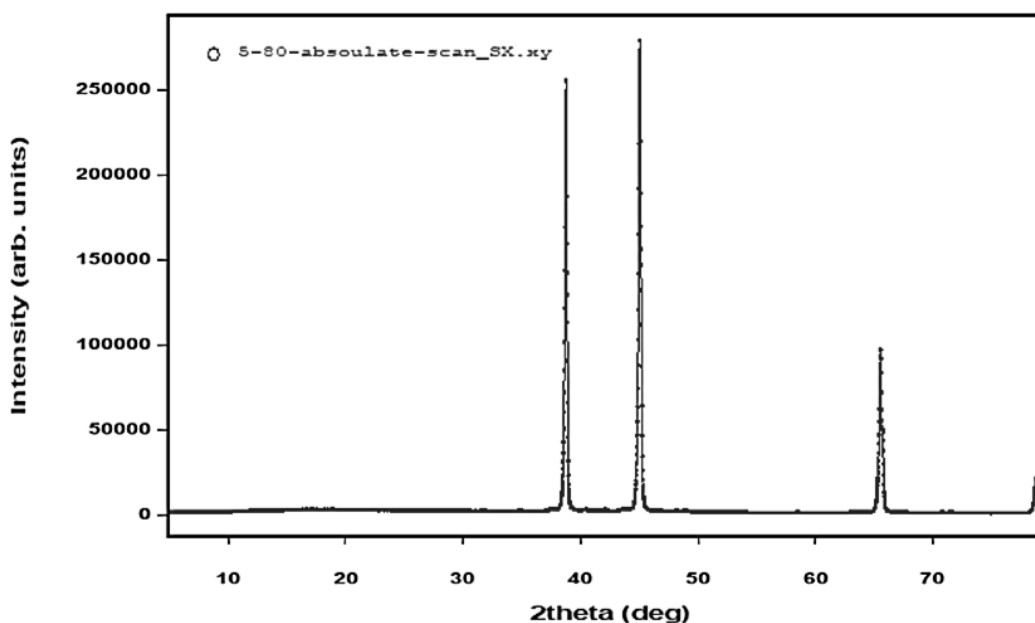


Figure II-1: Spectre expérimentale de DRX du LiF.

Utilisons l'expression des intensités diffractées :

$$I_{hkl} = S \cdot |F_{hkl}|^2 \cdot LP(\theta) \cdot D(\theta) \cdot A \cdot m_{hkl} \quad (II.1)$$

En négligeant le facteur de température $D(\theta)$ et le facteur d'absorption A , ainsi le facteur d'échelle S dans l'expression de l'intensité, cette dernière est proportionnelle au carré du module du facteur de structure, on va calculer au préalable ce facteur à partir de sa relation (II.1), qui dépend de la nature et des positions des atomes dans la maille., à partir de certains atomes, tous les atomes contenus dans la maille cristalline, comme le fluorure de Lithium est un cristal ionique de type AB, les positions des ions Li^+ et F^- dans la maille générées par les opérations de symétrie du groupe d'espace l'unité asymétrique sont :

$$Li^+(x_j, y_j, z_j) = \left\{ (0,0,0); \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right); \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right); \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \right\}$$

$$F^-(x_j, y_j, z_j) = \left\{ \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right); \left(\frac{1}{2}, 0, 0\right); \left(0, \frac{1}{2}, 0\right); \left(0, 0, \frac{1}{2}\right) \right\}$$

Pour calculer le facteur de diffusion atomique f_j figurant dans l'expression du facteur de structure, nous utiliserons la relation de l'équation (I.11), dont les paramètres a_i, b_i et c correspondants aux éléments Li^+ et F^- donnés par la table Internationale de Cristallographie, Volume C Sont rassemblés dans le tableau :

	a1	b1	a2	b2	a3	b3	a4	b4	c
Li⁺	0.6968	4.6237	0.7888	1.9557	0.3414	0.6316	0.1563	10.0953	0.0167
F⁻	3.6322	5.27756	3.51057	14.7353	1.26064	0.442258	0.940706	47.3437	0.653396

Tableau II-2: Valeurs des paramètres a_i, b_i et c des ions Li^+ et F^- .

Quant aux angles de diffraction 2θ , ils seront calculés à partir de la condition de reflexion de Bragg (I.1). Les résultats obtenus de ces angles vont se servir de calculer facteur de Lorentz Polarisation $LP(\theta)$ par application de sa relation exprimée en (I.16).

La distance interarticulaire d_{hkl} dans les structures cubique est donnée par la relation :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (II.2)$$

Nous imposons des conditions sur les indices de Miller hkl définissant les plans, qui vérifient les conditions de réflexion, correspondant au groupe d'espace suivantes :

$$hkl: h + k, h + l, k + l = 2n$$

$$0kl: k, l = 2n$$

$$hhl: h + l = 2n$$

$$h00: h = 2n$$

Les valeurs du facteur de multiplicité m_{hkl} pour le système cubique sont classées dans le tableau suivant :

Cubique	hkl : 48	hhl : 24	0kl : 24	0kk : 12	hhh : 8	00l : 6
---------	----------	----------	----------	----------	---------	---------

Tableau II-3: facteur de multiplicité m_{hkl} pour le système cubique.

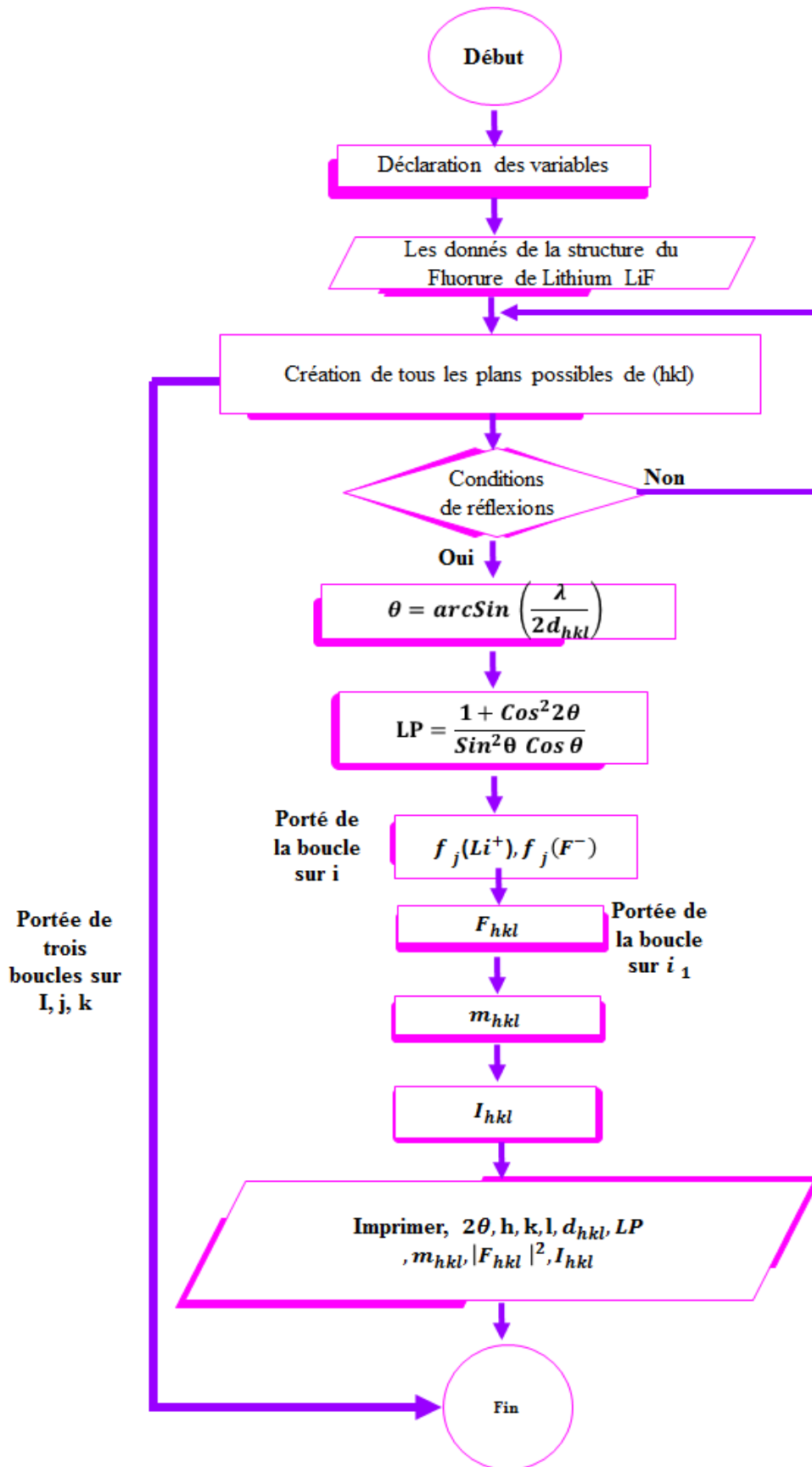


Figure II-2: Organigramme pour le calcul du spectre de diffraction pour une structure cubique.

Les résultats du calcul sont regroupés dans le tableau II.4 pour la longueur d'onde de RX $\lambda_{\text{CuK}\alpha}$.

Le spectre théorique de diffraction du fluorure de Lithium illustré par les figures (II.3, II.4), apparaissant sous forme de bâtonnet.

2θ	(hkl)	d_{hkl}	LP	m_{hkl}	F_{hkl}	I_{hkl}	(I_{hkl} %)
38,67136	(111)	2,32557	15,55957	8	19,54689	47560,11	76,73853
44,95539	(200)	2,014	11,1114	6	30,48981	61976,83	100
65,46089	(220)	1,42411	4,76764	12	22,82934	29817,54	48,11079
78,69351	(311)	1,21449	3,3406	24	9,44349	7149,917	11,53644
82,93639	(222)	1,16278	3,08934	8	18,41893	8384,626	13,52865
99,75127	(400)	1,007	2,73006	6	15,58881	3980,609	6,42274
112,8692	(331)	0,92409	2,99843	24	6,59648	3131,337	5,05243
117,4978	(420)	0,90069	3,19964	24	13,63642	14279,52	23,04009
138,9431	(422)	0,82221	5,10032	24	12,21729	18270,81	29,48007
166,7338	(333)	0,77519	17,0865	8	5,52425	4171,476	6,7307

Tableau II-4 : Valeurs des facteurs de Lorentz-Polarisation, la multiplicité, les facteurs de structure et les intensités des pics de diffraction du composé LiF pour $\lambda_{\text{CuK}\alpha}$.

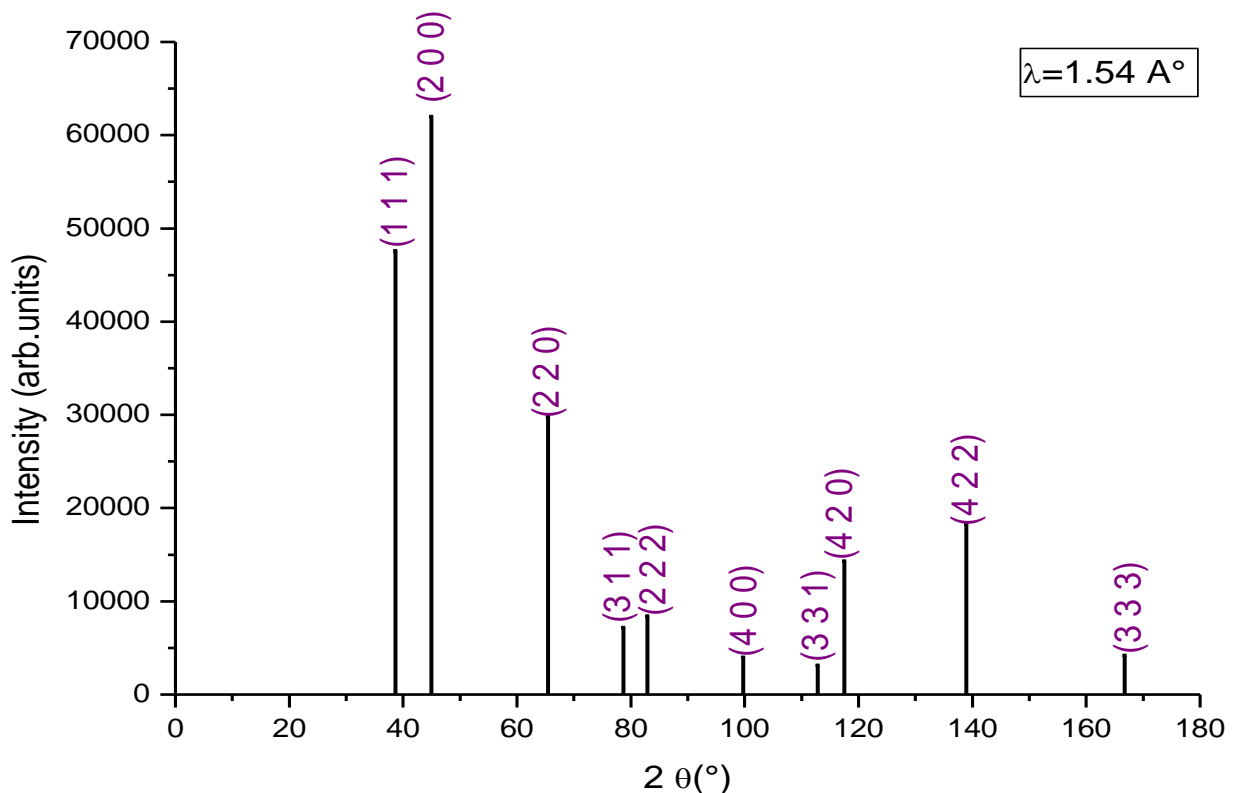


Figure II-3: Le diagramme de la diffraction des RX du composé LiF.

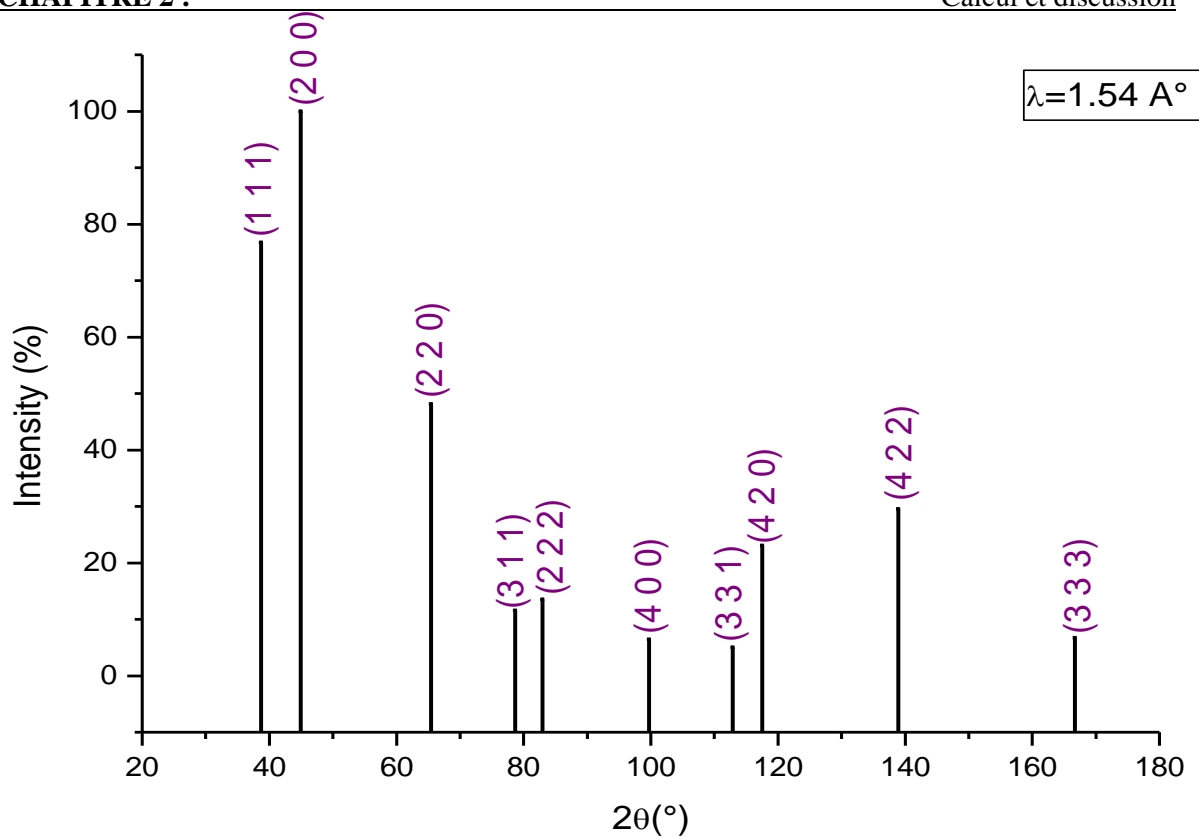


Figure II-4: Le diagramme de la diffraction des RX du composé LiF (% en fonction de 2θ).

II.3 Calcul du spectre théorique par le logiciel Vesta

La représentation de la structure du fluorure de lithium (LiF) par le programme informatique Vesta, (figure ci-dessous), montre une maille élémentaire cubique à face centrée; les atomes contenus dans la maille sont: le Lithium (Li) occupe les sommets et le centre des faces de la maille, tandis qu'un atome du Fluorure (F) est placée au centre de la maille et les autres se situent au milieu des arêtes de la maille. Ces atomes sont générés par ce programme à l'aide des opérations de symétrie du groupe d'espace à partir atomes de l'unité asymétrique ; comme le montre la figure ci-dessous.

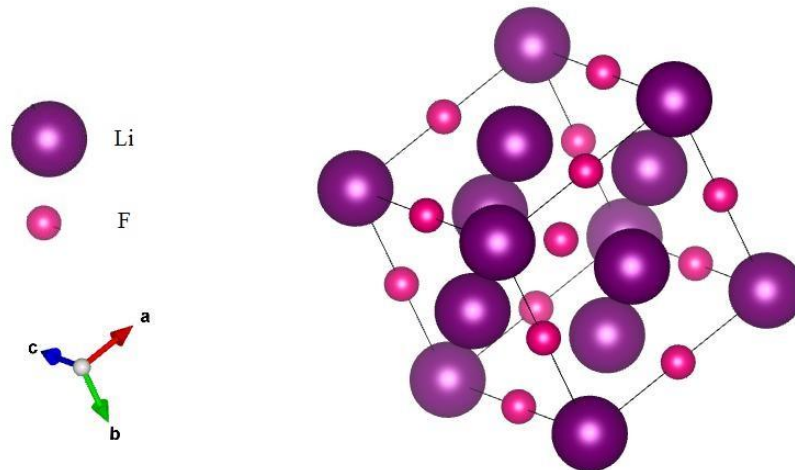


Figure II-5: Maille élémentaire du LiF.

À partir de cette structure, nous pouvons calculer le diagramme de diffraction représenté par la figure II.5. Or, les intensités diffractés, les angles de diffraction, les indices de Miller hkl, le Facteur de structure, sont groupés dans le tableau II.5 ci- dessous :

h	k	l	d_{hkl} (Å)	F	2θ	I_{hkl}
1	1	1	2.325740	16.0342	38.68385	84.97264
2	0	0	2.014150	23.7682	44.97011	100.00000
2	2	0	1.424219	14.2557	65.48377	30.87078
3	1	1	1.214578	5.04506	78.72270	5.41897
2	2	2	1.162870	9.0986	82.96783	5.43366
4	0	0	1.007075	6.05864	99.79351	1.59775
3	3	1	0.924155	2.18555	112.92285	0.91396
4	2	0	0.900755	4.16214	117.55645	3.53795

Tableau II- 5 : Résultats du calcul obtenus par logiciel VESTA pour LiF.

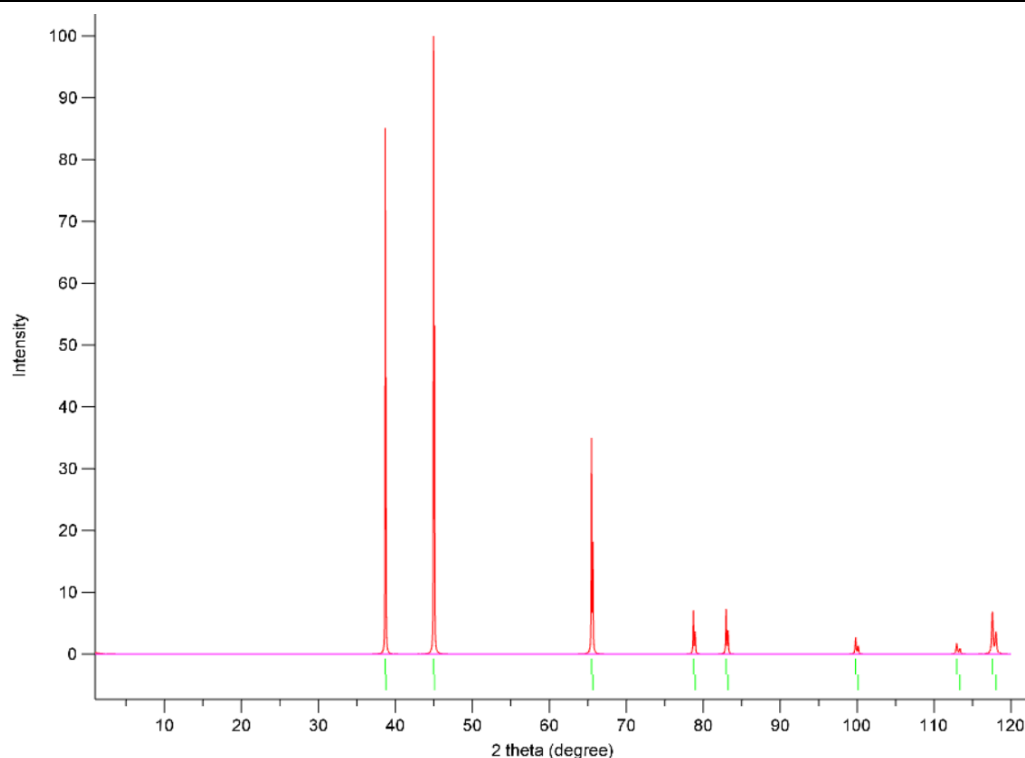


Figure II-6: Diagramme de diffraction des RX du composé LiF calculé par le logiciel "VESTA"
 $(\lambda_{K\alpha Cu} = 1.54\text{\AA})$.

II.4 Discussion

Nous concluons après analyse, que les résultats obtenus par calcul sont proche de ceux obtenus par le logiciel Vesta et le spectre expérimentale réalisé sur la poudre du Fluorure de Lithium, en identifiant pic à pic à partir du pic le plus intense, avec néanmoins la présence d'un écart entre ces valeurs. Cette différence revient aux facteurs de température et d'absorption négligés lors du calcul. L'affinement par la méthode de Rietveld a révélé un facteur de température B_j du fluorure de Lithium (LiF) élevé, ce qui montre que les atomes de ce composé présentent une vibration importante.

$2\theta_{Cal}$	$2\theta_{Exp}$	$2\theta_{vesta}$	hkl_{cal}	hkl_{ves}	I_{cal} (%)	I_{exp} (%)	I_{ves} (%)
38,67136	38.79	38.68385	(111)	(111)	76,73853	91.32001	84.97264
44,95539	45.05	44.97011	(200)	(200)	100	100	100
65,46089	65.68	65.48377	(220)	(220)	48,11079	34.75205	30.87078
78,69351	78.64	78.72270	(311)	(311)	11,53644	8.14876	5.41897

Tableau II- 6 : Comparaison entre les Résultats expérimental ,calculé et obtenus par logiciel VESTA pour LiF.

Conclusion générale

Conclusion générale

A travers, le travail présenté dans ce mémoire, nous avons développés un programme en langage Fortran permettant le calcul du spectre théorique de diffraction par les Rayons X, basé sur la relation analytique de l'intensité diffractée I_{hkl} . Pour ce faire, il est nécessaire de disposer des données cristallographiques des matériaux cristallisés considéré; Système cristallin et dimensions de la maille, groupe d'espace et positions atomiques, accessible à partir des banques de données (COD ou PDF). Dans notre cas, nous avons utilisés les résultats obtenus à partir de l'affinement de structure par la méthode de Rietveld.

Ce programme a été investie pour déterminer les positions de diffraction 2θ calculées à partir de la loi de Bragg en utilisant la longueur d'onde de cuivre ($\lambda_{k\alpha Cu} = 1.54\text{\AA}$) et les intensités diffractées I correspondante pour une structure cubique, en prenant comme exemple, le Fluorure de Lithium (LiF). Les conditions de Réflexion sont obtenues à partir du groupe d'espace.

Se servir des coefficients du facteur de diffusion atomique a_i , b_i et c pour $i = 1,2,3,4$ groupés dans les tables internationales de cristallographie volume C pour chaque élément (ion de Fluorure F^- et Lithium Li^+), afin de calculer le facteur ce facteur et par conséquent déterminer le structure F_{hkl} .

La comparaison du résultat obtenu sera par la suite identifiée avec celui obtenu par le logiciel **Vesta**.

L'amélioration de ce code pour être capable de calculer le spectre théorique de diffraction des Rayons X pour tous les systèmes cristallins fera l'objectif d'un futur travail.

Références

Références

- [1] P. Debye, P. Scherrer, Interferenzen an regellos orientierten Teilchenim Réntgenlicht Sherrer, physikalische zeitsch, 17, pp.277-282 (1916).
- [2] A.W, Hull, New Method of X- ray crystalanalysis,10, pp 661-691 (1917).
- [3] R. A. Young, the Rietveld Method, Ed. by. Oxford University Press, (1993).
- [4] J.I. Langford et D. Louër, Powder diffraction, Rep. Prog. Phys, 59, p. 131 (1996).
- [5] R. Kahn & all, Macromolecular crystallography with synchrotron radiation: photographic data collection and polarization correction, *Journal of Applied Crystallography* 15.3, pp 330-337 (1982).
- [6] J. Frederic Wood, The measurement of particle size by the X-ray method, Proceedings of the Royal Society of London, Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 166, pp 16- 43 (1938).
- [7] S. Bekhbekh, Etude structurale par la méthode de Rietveld des précurseurs de faible stabilité thermique, Mémoires de Magistère, université Mentouri de Constantine, (2012).
- [8] P. Gravereau, Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres, (2012).
- [9] M. Zater, Synthèse, Caractérisation et Etude Structurale par Diffraction des RX des Oxalates mixtes à base de cuivre, de titane et de plomb, Mémoires de magistère, université Mentouri de Constantine, (2007).
- [10] M. Oumezzine, S. Zemni, Cristallographie géométrique et radiocristallographie, Centre de publication universitaire, Tunis, (2008).
- [11] M.Tournarie, C.R. Acad. Sci. Paris, 242, 2161 (1965).
- [12] NAA Lahcene, prédétermination structurale de $Al_2(WO_4)_3$, synthèse et caractérisation par diffraction x de composés du système a-p-w-o (a= cd, y, la), Mémoires de Magistère , université Badji Mokhtar de Annaba, (2007).
- [13] T. Broux, Caractérisations structurales in situ avancées d'oxydes de structures dérivées de la pérovskite pour des applications électrochimiques à haute température, thèse de doctorat, université de Rennes 1, (2014).
- [14] F. SERNA, J.LAGNEAU, J.M. CARPENTIER, La diffraction des rayons X : une technique puissante pour résoudre certains problèmes industrielles et technologiques, Diffraction des rayons X et Catalyse ; chimie nouvelle, 116, p 2-11 (2014).

REFERENCES

- [15] J. Barralis, G. Maeder, Précis de Métallurgie : élaboration, Structures-Propriétés, Normalisation, Ed. mise à jour, (2005).
- [16] L. E. Alexander, Geometrical Factors Affecting the Contours of X-Ray Spectrometer Maxima. I. Factors Causing Asymmetry, J. Appl. Phys, 19, pp 1068–1071 (1948).
- [17] L. E. Alexander, the Synthesis of X-Ray Spectrometer Line Profiles with Application to Crystallite Size Measurements. J. Appl. Phys, 25, pp 155–161(1954) .
- [18] P. Scherrer., Estimation of the size and internal structure of colloidal particles by means of röntgen. Nachr. Ges. Wiss. Göttingen, 2, pp 96-100 (1918).
- [19] H. P. Klug and L. E. Alexander, X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials, 2 Ed. John-Wesley and son, New York, (1974).
- [22] B. E. Warren, X-ray diffraction, Ed. Addison-Wesley, New York, (1969).
- [21] G. Caglioti, A. T. Paoletti, and F. P. Ricci., Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutron diffraction, Nuclear Instruments 3, , pp 223-228 (1958).
- [22] A. Bedra, Approche d'un diagramme de diffraction par la méthode de le Bail, Mémoire Magistère, université de Constantine, (2012).
- [23] A. Lakel, Etude de la microstructure de quelques kaolins avec la méthode de Warren et averbach, Mémoires de Magistère en Physique, Université Mentouride Constantine, (2009).
- [24] C. Laulhé, Chapitre V : Interaction rayons X-matière / Diffraction des rayons X. L3 Physique et Applications - Structure de la matière.
- [25] J.J .Rousseau, Cristallographie Géométrique et radiocristallographie, 3^e édition. Dunod, Paris, (2000).
- [26] E.N. Maslen, International tables for crystallography (Vol. C); Dordrecht: Kluwer Academic Publishers pp, 520-529 (1995).
- [27] R. Lemoudda, étude relative au problème de la stabilité avec la méthode de warren et averbach, Mémoire de Magistère, université Mentouride Constantine, (2009).
- [28] R. Satish, C.R.Houska,X-ray diffraction from d spacing gradients along nion-implanted zones, Journal of Applied Physics, 69, 8096 (1991).
- [29] W.C. Hamilton, Statistics in physical science: Estimation, hypothesis testing, and least Squares, Acta, 18 823 (1965).
- [30] E.B .Wilson, An Introduction of Scientific Research, McGraw-Hill, New York, (1952).

Résumé

Dans le présent travail, nous avons réalisé un code permettant le calcul du diagramme de diffraction des Rayons X des poudres ; pour les structures cubiques, prenons comme model d'application, le Fluorure de Lithium (LiF). Une comparaison a été effectuée entre les résultats expérimentaux et les résultats obtenus avec logiciel Vesta. Un accord a été observé entre les résultats.

ملخص

في هذا العمل طورنا برنامج لحساب طيف انعراج الأشعة السينية للمساحيق للبنىات Vesta المكعبة. اخترنا كمثال تطبيقي فلوريد الليثيوم، تم إجراء مقارنة بين النتائج التجريبية والنتائج التي تم الحصول عليها باستخدام برنامج Vesta لوحظ وجود علاقة واضحة بين النتائج.

Abstract

In the present work, we realized a code allowing the calculation of the powder X-Rays diffraction diagram; for cubic structures. Take as model the Lithium Fluoride (LiF). A comparison was made between the experimental results and the results obtained with Vesta software. Agreement was observed between the results.