



## LA XRD SE DÉVOILE

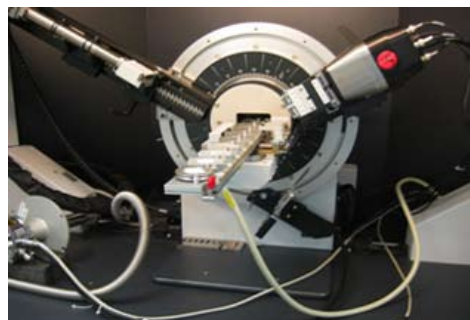
La diffraction des rayons X (XRD) compte parmi les techniques non-destructives les plus puissantes pour caractériser les matériaux cristallins. Elle permet d'obtenir la composition moléculaire d'une grande diversité d'échantillons dans des domaines aussi variés que la minéralogie, la métallurgie, l'industrie pharmaceutique, les nanotechnologies et l'aérospatiale, pour n'en citer que quelques-uns. La XRD permet aussi de déterminer la structure tridimensionnelle d'une substance à l'échelle atomique, si l'on dispose de cristaux isolés.

### Matériaux cristallins et amorphes

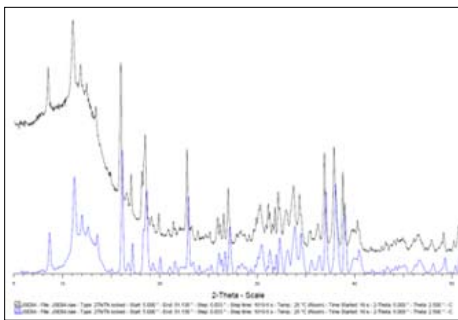
Comme la XRD ne s'applique qu'aux matériaux cristallins, il importe de clarifier ce qu'est un cristal : c'est un matériau solide dont les atomes ou molécules sont organisés selon un motif régulier dans les trois dimensions de l'espace. Quelques exemples connus de cristaux comprennent le diamant, le sel ou la silice. Par opposition, les matériaux qui ne présentent pas de structure périodique sur une longue échelle sont appelés amorphes, comme le verre et plusieurs polymères.

### Principe de fonctionnement

Dans un diffractomètre (figure 1), des rayons X bombardent l'échantillon à analyser et sont diffractés à différents angles, en fonction des plans cristallins de l'échantillon. Le diffractomètre comporte un détecteur qui mesure l'intensité diffractée des rayons X en fonction de l'angle, pendant que l'échantillon et le détecteur tournent de façon synchrone. Les données recueillies sont ensuite représentées dans un graphique de l'intensité en fonction de l'angle, ce qui donne une série de « pics » qu'on appelle communément un diagramme ou un spectre de diffraction (figure 2).



*Figure 1 : Diffractomètre muni d'une source de rayons X (vue partielle à gauche), d'un support pour les échantillons (au centre) et d'un détecteur (à droite).*



*Figure 2 : spectre de diffraction d'un échantillon minéralogique composé majoritairement de chlorure de zinc.*

**Groupe de recherche en  
physique et technologie  
des couches minces (GCM)**

Pavillon J.-A.-Bombardier  
Campus de l'Université  
de Montréal  
2900 Édouard-Montpetit  
Montréal (QC) H3T 1J4

Téléphone : 514 340-4711, #7458  
Courriel : [jstasse@polymtl.ca](mailto:jstasse@polymtl.ca)

[www.gcm lab.ca](http://www.gcm lab.ca)



## LA XRD EN QUELQUES MOTS...

### Type d'échantillon :

presque tout type de solide (polymères, couches minces, métaux, minéraux, etc)

### Éléments détectés :

la XRD ne détecte pas des éléments spécifiques, mais des phases précises. Par exemple, la XRD peut différencier le chlorure de zinc de l'oxyde de zinc.

### Limite de détection :

typiquement de l'ordre de 1%.

### Précision :

on dit que la XRD est semi-quantitative. La précision peut varier selon les échantillons, mais est typiquement de l'ordre de  $\pm 5\%$ .

Chaque composé chimique réfléchit les rayons X selon un diagramme de diffraction qui est propre à sa structure. Ainsi, un mélange de composés donnera donc un diagramme de diffraction complexe représentant la somme des composés individuels. Le travail de l'analyste consiste donc à faire correspondre les données expérimentales aux spectres de diffraction provenant d'une banque de composés connus. Très souvent, les pics de diffraction ne correspondent pas exactement aux spectres de la banque de données, et le bon jugement d'un analyste compétent devient alors critique.

### Applications

- › Quantification des phases dans des minéraux ou des métaux
- › Analyse de polymorphes dans l'industrie pharmaceutique
- › Identification de l'orientation préférentielle dans des couches minces
- › Analyse de la structure de vitamines, protéines ou médicaments
- › Identification de phases
- › Analyses de semiconducteurs

### Avantages

- › Non-destructif
- › Mesure quantitative
- › Préparation d'échantillon minimale
- › Analyse dans des conditions ambiantes (pas de vide requis)

## POURQUOI DES RAYONS X ET PAS DE LA LUMIÈRE?

On utilise des rayons X pour produire un diagramme de diffraction car leur longueur d'onde est typiquement du même ordre de grandeur que l'espacement entre les plans du cristal. Selon la théorie de la diffraction, pour obtenir un signal de diffraction d'intensité importante, l'espacement entre la structure diffractante et la longueur de l'onde électromagnétique incidente doivent être semblables. La longueur d'onde de la lumière visible est trop longue pour produire une diffraction intense dans des cristaux.

## ÉTUDE DE CAS : ANALYSE D'APPRÊTS DE TISSUS

Récemment, une compagnie a contacté le GCM pour connaître la composition en métaux d'un apprêt de tissus, utilisé dans l'industrie du textile. Des analyses préliminaires avaient démontré la présence de titane et de calcium. Le client soupçonnait la présence de silicium et de magnésium dans des concentrations supérieures à 1%, ce qui se prêtait bien à une analyse par diffraction des rayons X. L'échantillon contenait aussi des polymères qui seraient à toutes fins utiles invisibles à la XRD en raison de leur non-cristallinité, mais cela ne constituait pas l'objectif de ce projet.

Le Centre de caractérisation et de synthèse moléculaire, laboratoire partenaire du GCM à l'Université de Montréal, a obtenu le spectre de diffraction montré à la figure 3, en noir. Les lignes bleues représentent les pics de diffraction de la calcite  $\text{CaCO}_3$  et les lignes rouges celles de l'oxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ). Ces lignes rendent compte de 36 des 43 pics observés, ce qui est suffisant pour conclure à la présence majoritaire de  $\text{CaCO}_3$  et de  $\text{TiO}_2$  dans l'échantillon. Les pics restants (environ 7) sont sans doute dus soit à un polymère, soit à un composé à base de silicium.

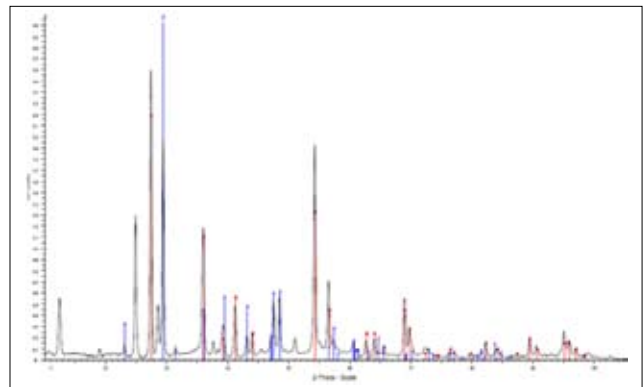


Figure 3 : spectre de diffraction d'un apprêt de tissu