

Ce chapitre contiendra des notions générales sur la cristallographie et la diffraction par rayon X, pour cela nous allons présenter quelques éléments bibliographique afin d'interpréter les résultats obtenus et qui seront présentés dans la dernière partie du chapitre 4.

V.1 Généralités :

V.1.1. origines :

C'est en 1849 qu'**Auguste Bravais** énonce le postulat qui constitue la base de la cristallographie :

« Etant donné un point P, quelconque dans un cristal, il existe dans le milieu, une infinité discrète, illimitée dans les trois directions de l'espace de points, autour desquels l'arrangement de la matière est la même qu'autour du point P »

De ce postulat résulte la notion de réseau tridimensionnel cristallin et toutes les propriétés de symétrie qui en découlent. [17]

V.1.2. Définition d'un cristal :

Un cristal est un solide constitué d'une substance pure. C'est l'état le plus stable (thermodynamiquement et de moins haute énergie interne) d'un solide. On caractérise l'état cristallisé par ordre structural tridimensionnel parfait.

On peut alors définir des mailles élémentaires qui sont répétées dans le cristal, suivant un réseau. Ces mailles et ces réseaux sont en réalité fictifs. [17]

V.1.3 types de réseaux :

V.1.3.1 Réseau 2D :

Dans un espace à deux dimensions nous prenons une origine et deux vecteurs non colinéaires pour définir un repère.

Les deux vecteurs **a** et **b** sont caractérisés en particulier par leur longueur a et b et par l'angle γ entre leurs directions.

Quels sont les différentes possibilités pour ces trois paramètres a, b et γ ?

Tableau V.1 : Les différentes possibilités pour les différents paramètres

	Maille		Système
$a \neq b$	γ quelconque	\Rightarrow	parallélogramme
$a \neq b$	$\gamma = \pi/2$	\Rightarrow	rectangle
$a = b$	γ quelconque	\Rightarrow	losange
$a = b$	$\gamma = 2\pi/3$	\Rightarrow	losange à $2\pi/3$
$a = b$	$\gamma = \pi/2$	\Rightarrow	carré

A partir de ces différents repères on peut définir des ensembles de points qui sont les extrémités des vecteurs

$$\mathbf{R} = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} \text{ avec } u \text{ et } v \text{ des nombres entiers}$$

Ces ensembles de points constituent des réseaux. Les points sont appelés nœuds du réseau

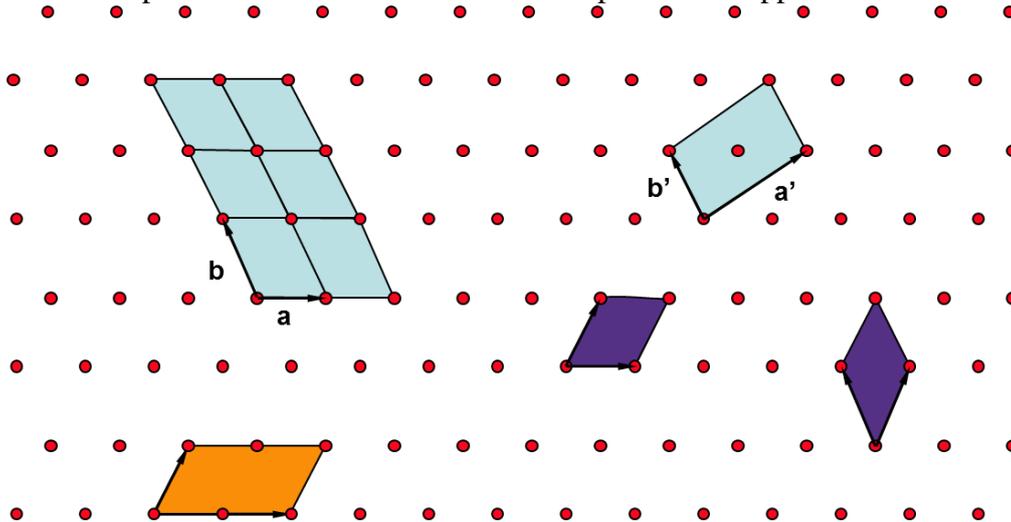


Figure V.1 : Réseau 2D.

En prenant un de ces ensembles de points plusieurs constatations générales peuvent être faites.

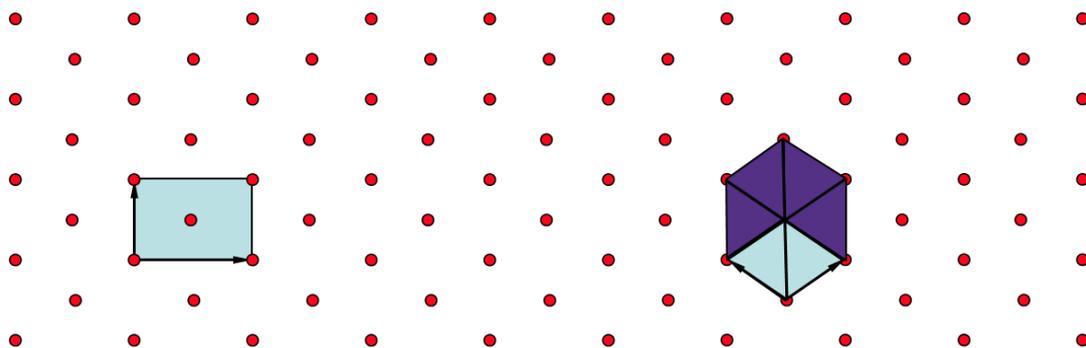


Figure V.2 : Surface d'une maille.

La surface d'une maille est donné par le produit vectoriel des deux vecteurs **a** et **b** :

$$S = |\mathbf{a} \wedge \mathbf{b}| = |\mathbf{a}| |\mathbf{b}| \sin(\mathbf{a}, \mathbf{b})$$

Toutes les mailles primitives ont la même surface, les mailles d'ordre *n* ont une surface égale à *nS* (**n est égal au nombre de nœuds dans la maille**).

Ce nouveau réseau de points peut être défini à partir d'une maille losange « primitive » ($4 \times \frac{1}{4} = 1$). En général on prend la maille double rectangulaire car avec ses angles droits elle fait mieux apparaître les éléments de symétrie du réseau.

Dans le cas particulier où l'angle entre les deux vecteurs est égal à $2\pi/3$, on garde la maille losange car il apparaît **un axe d'ordre 6**. Dans ce cas particulier cette maille met plus en évidence les éléments de symétrie du réseau que la maille du système rectangulaire centré.

V.1.3.2 Réseau 3D :

Dans un espace à trois dimensions nous prenons une origine et trois vecteurs non colinéaires pour définir un repère. Les trois vecteurs *a*, *b* et *c* sont caractérisés en particulier par leur longueur *a*, *b* et *c* et par les angles α , β et γ entre leurs directions. [17]

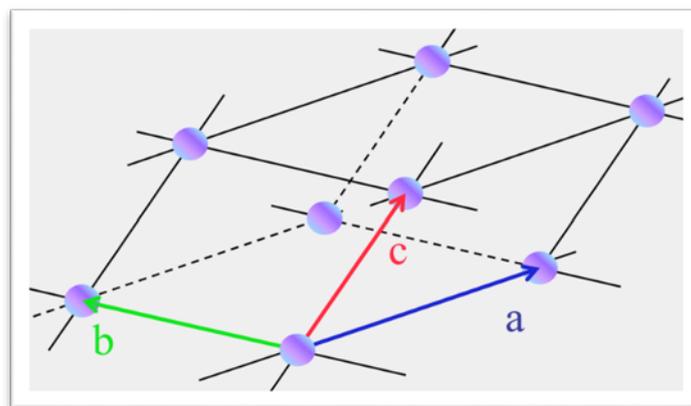


Figure V.3 : Un Réseau 3D.

V.1.3.2.1 Les différentes possibilités pour ces six paramètres?

Tableau V.2 : Systèmes cristallins. [17]

Paramètres		Polyèdre	Système cristallin
$a \neq b \neq c$	α, β et γ quelconques	Parallélépipède quelconque	Triclinique
$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \pi/2$ γ quelconque	Prisme droit à base parallélogramme	Monoclinique
$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	Parallélépipède rectangle	Orthorhombique
$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq \pi/2$ quelconques	Rhomboèdre	Rhomboédrique
$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	Prisme droit à base carrée	Quadratique
$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \pi/2$ $\gamma = 2\pi/3$	Prisme droit à base losange à $2\pi/3$	Hexagonal
$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	Cube	Cubique

On obtient donc 7 systèmes cristallins chacun avec une forme de maille spécifique

a. Système triclinique :

- le moins symétrique :

Élément de symétrie :

Un centre de symétrie

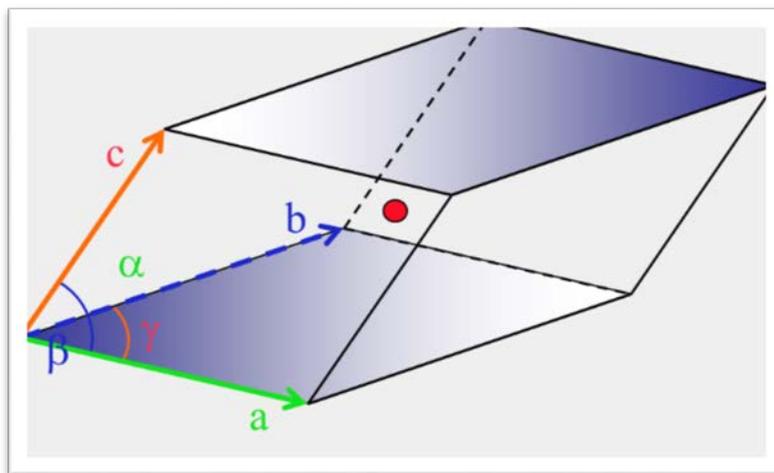


Figure V.4 : Un système triclinique.

L'axe 2 était traditionnellement pris parallèle à **b**, depuis la dernière édition des tables internationales il est pris soit parallèle à **b** soit parallèle à **c**. Les deux possibilités sont traitées dans les tables.

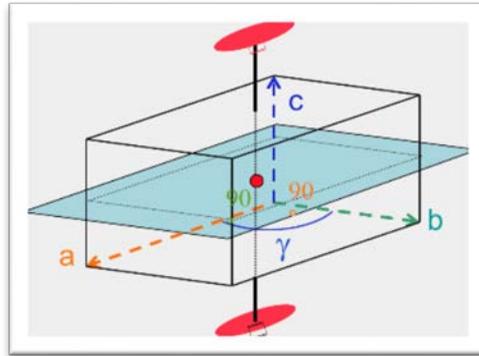


Figure V.5: Système triclinique plus symétrique.

b. Système monoclinique :

Ici l'axe binaire est pris parallèlement à **c**. Mais quels sont les critères qui permettent de choisir **a** et **b** ?

En fait le seul critère applicable est le critère de la recherche de la maille de la forme la plus « simple ». Le résultat est qu'il y a trois solutions qui sont retenues et également traitées dans les tables internationales.

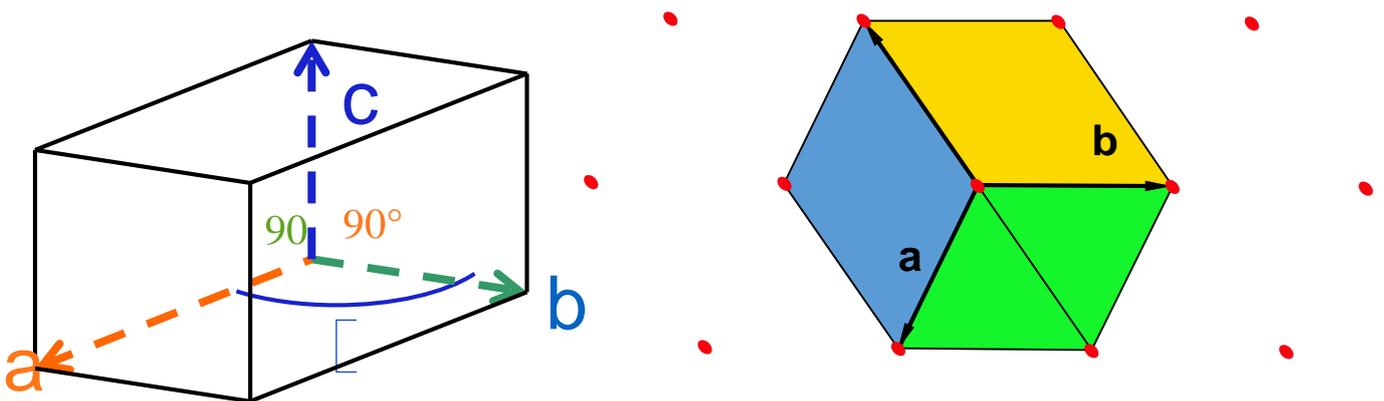


Figure V.6: Système monoclinique.

c. Système orthorhombique :**Éléments de symétrie :**

- 3 axes de symétrie 2 \perp entre eux
- 3 miroirs \perp entre eux et
- un centre de symétrie

aux axes 2

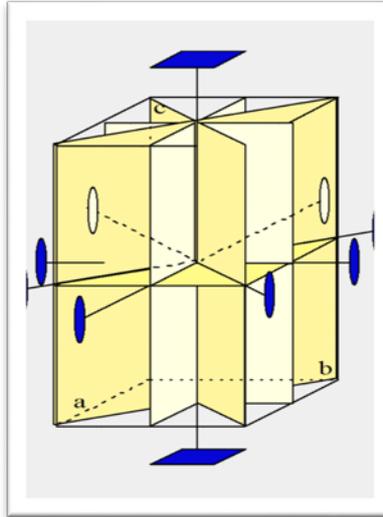


Figure V.7 : système orthorhombique.

d. système quadratique :**Éléments de symétrie :**

- 1 axe de symétrie 4 avec 1 miroir \perp
- 4 axes de symétrie 2 avec 4 miroirs \perp
- un centre de symétrie

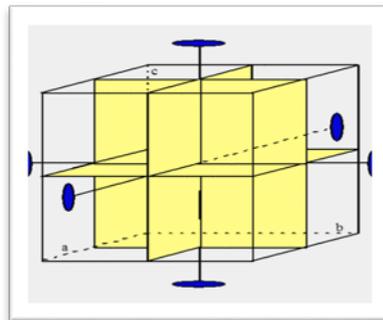


Figure V.8 : Quadratique.

e. système rhomboédrique :**Éléments de symétrie :**

- 1 axe de symétrie 3
- 3 axes de symétrie 2 avec 3 miroirs □
- un centre de symétrie

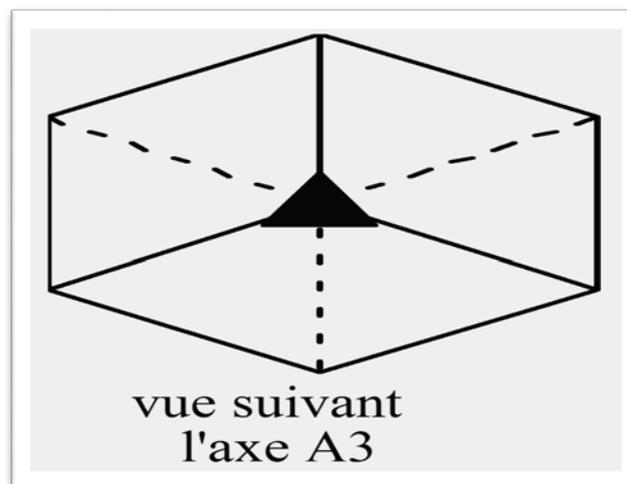
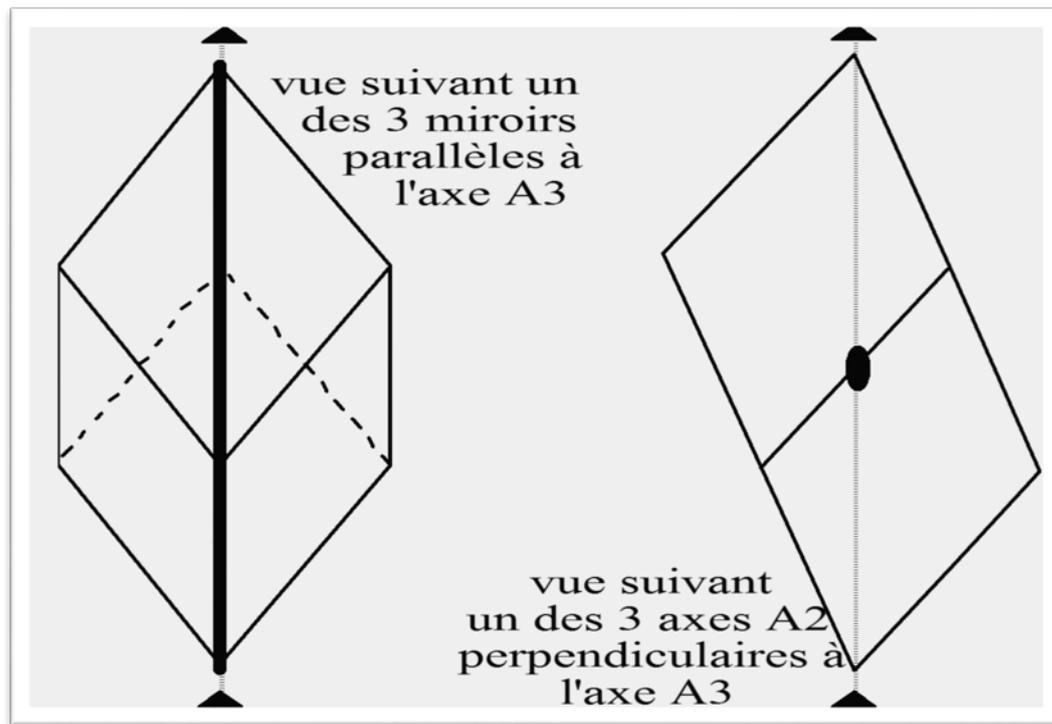


Figure V.9 : Système rhomboédrique.

f. système Hexagonal.

Éléments de symétrie :

- 1 axe de symétrie 6 avec un miroir \perp .
- 6 axes de symétrie 2 avec 6 miroirs \perp .
- un centre de symétrie.

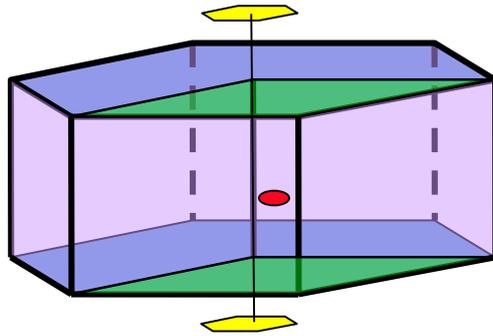
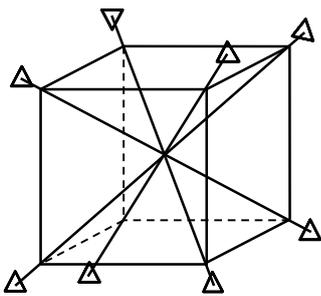
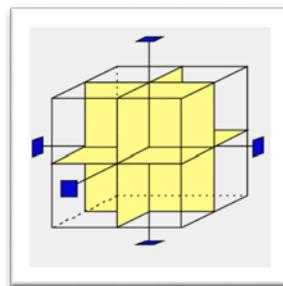


Figure V.10: Système hexagonal

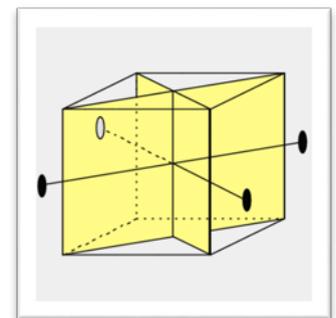
g. Système Cubique :



**3 axes 4
3 miroirs \perp**



4 axes 3



**6 axes 2
6 miroirs \perp**

Figure V.11: Système cubique.

V.2 Diffractométrie des rayons x :

V.2.1 Principe :

Le principe de la diffractométrie des rayons X est d'envoyer deux rayons x parallèles et en phase sur le cristal. Ceux-ci vont être diffractés par les plans qu'ils vont rencontrer. Si ces plans sont parallèles, ils vont diffracter en phase. C'est alors que l'on mesure leur angle de réfraction, et que l'on obtient la distance entre les plans. [18]

$$2d_{\text{HKL}} \cdot \sin\theta = n \cdot \lambda \quad \text{Selon la loi de BRAGG.}$$

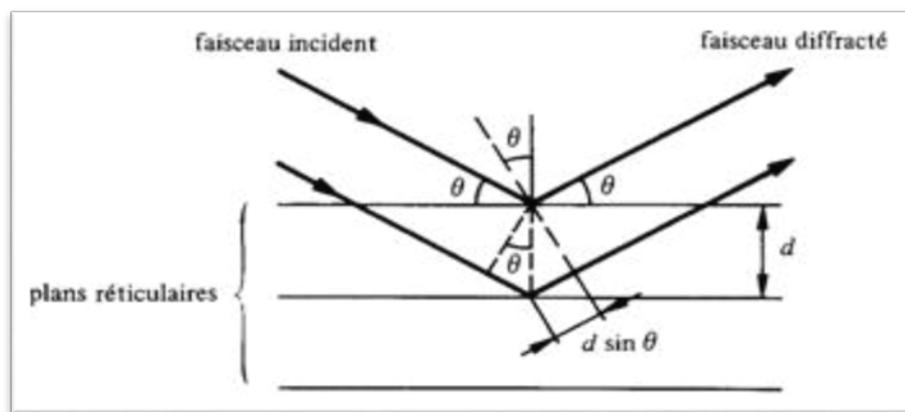


Figure V.12: Principe de la diffractométrie des rayons x.

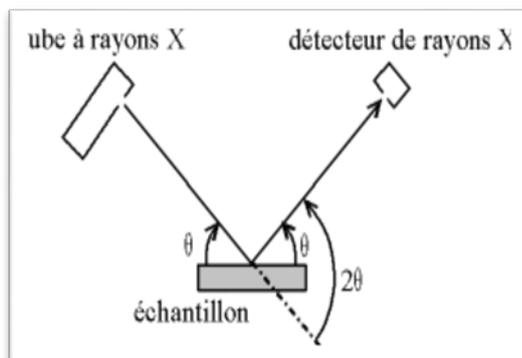


Figure V.13 : L'orientation du cristal.

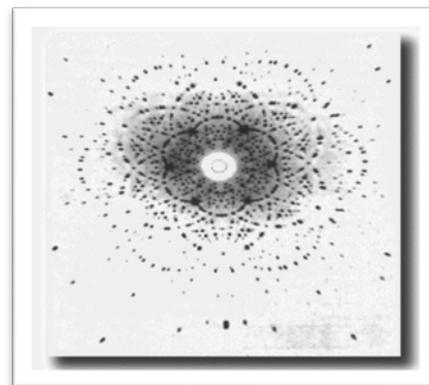


Figure V.14 : Une tache décrit selon la loi de Bragg.

- On va alors observer plusieurs taches obéissant à la loi de Bragg, selon l'orientation du cristal. (**Figure V.13**).
- Le cristal doit être orienté à ce que les rayons forment un angle (α) entre les plans et l'émetteur, ainsi qu'avec le détecteur. (**Figure V.14**).

V.2.2 Productions des rayons X :

V.2.2.1 Matériel :

Les rayons X s'obtiennent par irradiation d'un élément particulier à des électrons. Pour se faire, l'élément bombardé devient l'anode d'un circuit électrique, et on applique une forte différence de potentiel à la cathode placée juste devant. C'est le principe utilisé dans les **tubes scellés**.

Ce procédé rejette beaucoup de chaleur, et on peut aussi avoir recours à une **anode tournante** qui permet de dissiper la chaleur sur une grande partie du matériau, évitant ainsi la modification de ce matériau.

Le rayonnement peut aussi être récupéré dans **un synchrotron**, qui va accélérer les électrons à de très hautes vitesses, qui vont alors émettre un certain rayonnement. La brillance de ce rayonnement est 10 milliard de fois supérieure à celle d'un tube scellé. [18]



Figure V.15 : Anode tournante.



Figure V.16 : Tubes scellés.

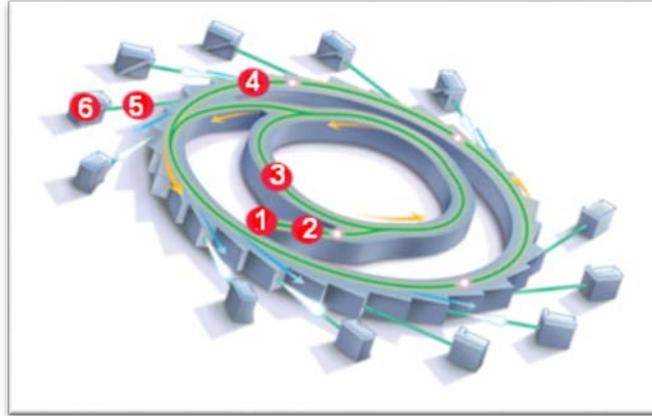
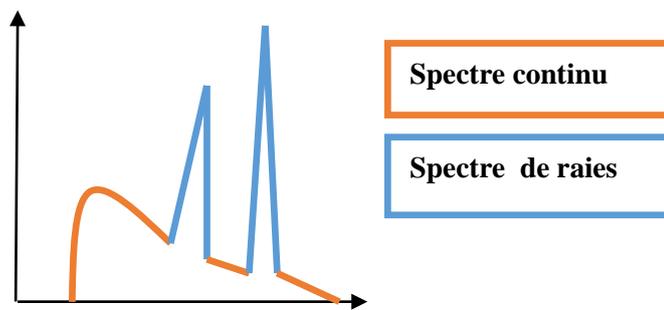


Figure V.17 : Un synchrotron.

V.2.2.2 Spectre obtenu :



■ Le spectre continu vient du fait que les électrons projetés sont décélérés en arrivant sur l'anode, d'où une émission de photons. Plus le potentiel électrique est fort, plus ce spectre est important.

■ Le spectre de raies est le résultat des transitions électroniques dus aux bombardements électroniques sur l'anode. Deux transitions peuvent survenir, d'où deux pics.

V.2.2.3 Méthodes de diffraction :

➤ Sur poudre cristalline :

Les cristaux se trouvent orientés dans toutes les directions. La somme de diffraction des différents cristaux sera alors l'entrecroisement de tous cônes de diffraction, qui sera mesuré dans toutes les directions.

➤ Sur monocristal : On fait tourner le cristal dans la direction que l'on veut, tandis qu'un capteur circulaire mesure les intensités de diffraction. [18]



Figure V.18 : Machine de diffraction des rayons X

Conclusion :

Le présent chapitre montre quelque généralité sur les types de classification des cristaux puisque une partie de notre travail expérimentale a touché l'aspect cristallin des grains de sable, ainsi la méthode de diffraction des rayons X a été utilisée dans l'analyse des sables.