

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique
Université Ibn Khaldoun – TIARET



Faculté des Sciences de la Matière
Département de Chimie

Mémoire

Présenté par :

Mr. Mohamed Amine MESSANI

Pour obtenir le diplôme de

Master

Filière : Chimie

Spécialité: Chimie des Matériaux

Sujet :

Interprétation et analyse des diffractogrammes des rayons X.

Soutenu le : 24 Juin 2025

Devant le jury:

• Mr. M. BADAoui	MCA	Président
• Mr. K. MAHI	MCA	Examinatrice
• Mr. A. KADARI	Prof	Encadrant
• Mr. L. BOUHADJAR	MCA	Co- Encadrant

Année Universitaire 2024/2025

Remerciements

J'aimerais dans ces quelques lignes remercier toutes les personnes qui, d'une manière ou d'une autre, ont contribué au bon déroulement de ce travail, tout au niveau humain qu'au niveau scientifique.

*Mes grandes remerciements vont aux messieurs **Ahmed KADARI** et **Larbi BOUHADJAR** de m'avoir guidé intelligemment tout au long de ce mémoire, j'ai pu bénéficier à la fois de leurs compétences scientifiques, et de leurs grande disponibilité, j'ajouterai que leurs qualités humaines, et en particulier leurs encouragements m'ont permis de travailler dans les meilleurs conditions.*

*Je remercie aussi tout particulièrement monsieur **Mohamed BADAOU**, Enseignant Chercheur au Département de Chimie à l'Université Ibn Khaldoun de Tiaret pour présider mon jury de soutenance.*

*Je remercie également monsieur **Khaled MAHI**, Enseignant Chercheur à l'Annexe de Sougueur, faculté des Sciences de la Matière à l'Université Ibn Khaldoun pour m'avoir fait l'honneur d'accepter d'être examinateur de ce travail.*

*Je voudrais également remercier mon frère, le professeur **Buohafs MESSANI**, pour ce qu'il m'a donné pendant mes études.*

Mes remerciements vont également à tous mes camarades et amis.

Dédicace

Je dédie ce travail

À mon père Me. Aounallah

À ma mère Me. kheira pour leur dévouement à mon égard,

*Mes frères « Ahmed – Mohamed– Bouhaf-
cheikh »*

*À la personne qui m'a apporté son soutien tout
au long de ce projet « Dr KADARI .A. »*

*À mes chers amis qui ont partagé mon parcours
universitaire et m'ont apporté leur soutien lors
de mon travail «Hakim et Khaled »*

*À mes très chères « – Anwar – Sofiane – Lakhder-
Mohamed »*

Table de matière

Remerciement	
Dédicace	
Table de matière	
Liste des Tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale.....	01
Chapitre I : Généralité sur les rayons X	
I.1. Introduction.....	03
I.2. Rayonnements électromagnétiques.....	03
I.3. Origine des rayons X	04
I.3.1. Rayonnement de freinage ou « Bremsstrahlung »	04
I.3.2. Réarrangement du cortège électronique après ionisation et excitation.....	05
I.4. Principe du tube à rayons X	07
I.5. Spectre de rayons X	08
I.6. Applications médicales des rayonnements X	09
I.6.1. Diagnostic	09
I.6.2. Thérapie	10
I.7. Applications industrielles des rayonnements x.....	11
I.8. Définition et classification des rayonnements ionisants	12
I.9. Interaction des rayonnements électromagnétiques avec la matière	13
I.9.1. Effet photoélectrique.....	14
I.9.2.Effet Compton	15
I.9.3. Effet de production de paires	15
I.10. Diffraction des rayons X avec la matière	16
I.10.1. Méthodes de diffraction sur poudres	16
I.10.2. Diagrammes de Laue	17
I.10.3. Méthode du cristal tournant	18
Conclusion.....	19

Chapitre II : Les oxydes Métalliques

II.1. Introduction	21
II.2. L'oxyde de zinc	21
II.2.1. Applications du ZnO	22
II.2.2. Paramètres cristallographiques de l'oxyde de zinc.....	22
II.3. L'oxyde de magnésium MgO	23
II.3.1. Paramètres cristallographiques de l'oxyde de magnésium.....	23
II.3.2. Application du MgO.....	24
II.4. Le trioxyde de ytterbium Yb ₂ O ₃	24
II.4.1. les Paramètres cristallographiques de l'oxyde de magnésium	25
II.4.2. Application du Yb ₂ O ₃	25
II.5. L'aluminate de magnésium « MgAl ₂ O ₄ »	25
II.5.1. Application du MgAl ₂ O ₄	26
II.6. L'oxyde de fer Fe ₃ O ₄	26
II.6.1. les Paramètres cristallographiques de l'oxyde de Fer	27
II.6.2. Application du Fe ₃ O ₄	27
II.7. L'oxyde de chrome Cr ₂ O ₃	27
II.7.1. les Paramètres cristallographiques de l'oxyde de chrome.....	28
II.7.2 Application du Cr ₂ O ₃	28
Conclusion :.....	29

Chapitre III: Analyse des diffractogrammes DRX par le logiciel High Score

III.1. Introduction	31
III.2. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du ZnO.....	41
III.2.1. Diffractogrammes expérimental du ZnO	41
III.2.2. Analyse par le logiciel High Score plus	41
III.2.3. Paramètres cristallographiques du ZnO	44
III.3. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du MgO.....	45
III.3.1. Diffractogrammes expérimental du MgO	45
III.3.2. Analyse par le logiciel High Score plus	45
III.3.3. Paramètres cristallographiques du MgO	48
III.4. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du Fe ₃ O ₄	49
III.4.1. Diffractogrammes expérimental du Fe ₃ O ₄	49
III.4.2. Analyse par le logiciel High Score plus	49

III.4.3. Paramètres cristallographiques du Fe_3O_4	52
III.5. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du Yb_2O_3	53
III.5.1. Diffractogrammes expérimental du Yb_2O_3	53
III.5.2. Analyse par le logiciel High Score plus	53
III.5.3. Paramètres cristallographiques du Yb_2O_3	56
III.6. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du ZnSO_4	57
III.6.1. Diffractogrammes expérimental du ZnSO_4	57
III.6.2. Analyse par le logiciel High Score plus	57
III.6.3. Paramètres cristallographiques du ZnSO_4	60
III.7. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du MgAl_2O_4	61
III.7.1. Diffractogrammes expérimental du MgAl_2O_4	61
III.7.2. Analyse par le logiciel High Score plus	61
III.7.3. Paramètres cristallographiques du MgAl_2O_4	64
III.8. Détermination de la taille moyenne de particules	64
III.9. Conclusion	68
Conclusion générale	70

Liste des figures :

Figure I-1: Spectre des rayonnements électromagnétiques.....	03
Figure I-2: Rayonnement de freinage	04
Figure I-3: Phénomènes d'ionisation et d'excitation avec réarrangement du cortège.....	06
Figure I-4: Principe du tube à rayons X.....	07
Figure I-5: Exemple d'un spectre de rayons X, représenté en fonction de la longueur d'onde.....	08
Figure I.6: Exemple d'un spectre de rayons X, pour une haute tension de 100 kV représenté en fonction de l'énergie.....	09
Figure I-7: Installation de radiologie (photo Siemens Médical Solutions) et image radiologique.....	10
Figure I.8: Accélérateur linéaire d'électrons (photo Siemens Médical Solutions).....	11
Figure I-9: Principe de fonctionnement d'un analyseur par fluorescence X.	12
Figure I-10: Classification des rayonnements.....	13
Figure I-11: Effet photoélectrique.	14
Figure I-12: Effet Compton.	15
Figure I-13: Effet de production de paires.....	16
Figure II-1: Le modèle de structure hexagonale en wurtzite du ZnO. La coordination tétraédrique de ZnO est montrée.	22
Figure II-2: Structure cristalline du MgO.....	23
Figure II-3: Diagramme Représente les différentes applications médicales des nanoparticules de MgO.....	24
Figure II- 4: Illustration cristallographique du spinelle $MgAl_2O_4$ (structure spinelle normale).....	26
Figure II-5: La direction des plans de joints de grains considérés dans cet article en relation avec la cellule massive hexagonale conventionnelle de Cr_2O_3	28
Figure III-1 : Diffractogrammes DRX expérimental du ZnO NPs.....	41
Figure III-2 : Carte JCPDS du ZnO.....	42
Figure III-3 : Diffractogrammes DRX du ZnO analysé par le logiciel High Score plus	43
Figure III-4 : Diffractogrammes DRX expérimental du MgO NPs.	45
Figure III-5: Carte JCPDS du MgO.....	46
Figure III-6 : Diffractogrammes DRX du MgO analysé par le logiciel High Score plus	47
Figure III-7 : Diffractogrammes DRX expérimental du Fe_3O_4 NPs.	49

Figure III-8 : Carte JCPDS du Fe_3O_4 .	50
Figure III-9 : Diffractogrammes DRX du Fe_3O_4 analysé par le logiciel High Score plus	51
Figure III-10 : Diffractogrammes DRX expérimental du Yb_2O_3 NPs.	53
Figure III-11 : Carte JCPDS du Yb_2O_3 .	54
Figure III-12 : Diffractogrammes DRX du Yb_2O_3 analysé par le logiciel High Score plus	55
Figure III-13 : Diffractogrammes DRX expérimental du ZnSO_4 NPs.	57
Figure III-14 : Carte JCPDS du ZnSO_4	58
Figure III-15 : Diffractogrammes DRX du ZnSO_4 analysé par le logiciel High Score plus	59
Figure III-16 : Diffractogrammes DRX expérimental du MgAl_2O_4 NPs.	61
Figure III-17 : Carte JCPDS du MgAl_2O_4	62
Figure III-18 : Diffractogrammes DRX du MgAl_2O_4 analysé par le logiciel High Score plus	63

Liste des Tableaux :

Tableau II-1: Récapitulatif des caractéristiques de la structure cristalline du ZnO.	22
Tableau II-2: Structure cristalline, paramètre de réseau, densité théorique, informations sur le frittage, granulométrie moyenne et % de densification pour les céramiques REO frittées	25
Tableaux II-3: L'hématite α -Fe ₂ O ₃	27
Tableau II-4: Données cristallographiques pour Cr ₂ O ₃	28
Tableau III-1 : Paramètres cristallographiques du ZnO	44
Tableau III-2 : Paramètres cristallographiques du MgO	48
Tableau III-3 : Paramètres cristallographiques du Fe ₃ O ₄	52
Tableau III-4 : Paramètres cristallographiques du Yb ₂ O ₃	56
Tableau III-5 : Paramètres cristallographiques du ZnSO ₄	60
Tableau III-6 : Paramètres cristallographiques du MgAl ₂ O ₄	64
Tableau III-7 : Taille moyenne de particules pour le ZnO NPs.	65
Tableau III-8 : Taille moyenne de particules pour le MgO NPs.	65
Tableau III-9 : Taille moyenne de particules pour le Yb ₂ O ₃ NPs.	65
Tableau III-10 : Taille moyenne de particules pour le MgAl ₂ O ₄ NPs.	66
Tableau III-11 : Taille moyenne de particules pour le Fe ₃ O ₄ NPs.	66
Tableau III-12 : Taille moyenne de particules pour le ZnSO ₄ NPs.	67

Introduction générale

Introduction générale

Le travail présenté dans ce manuscrit a été réalisé au sein, Département de Chimie, Faculté des Sciences de la Matière à l'Université Ibn Khaldoun – Tiaret.

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques utilisées principalement en science des matériaux pour étudier leurs propriétés cristallographiques et identifier leurs structures cristallines.

Les techniques de diffraction sur poudres sont largement utilisées aujourd'hui pour analyser les matériaux cristallins. Elles permettent d'obtenir une caractérisation à la fois qualitative et quantitative, sans nécessiter la fabrication de monocristaux.

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) est une technique non destructive qui fournit des informations détaillées sur la structure cristallographique, la composition chimique et les propriétés physiques d'un matériau. Il est basé sur l'interférence constructive de rayons X. L'interprétation des diffractogrammes DRX présente une étape très délicate devant les cristallographes, pour cette raison l'utilisation des différentes plateformes et logiciel devient la solution fiable de ce problème.

L'objectif principal de notre travail consiste à analyser des diffractogrammes DRX expérimentaux à l'aide du logiciel HighScore (Plus).

HighScore (Plus) est un logiciel d'analyse des data DRX. Il nous a permis d'identifier qualitativement les différentes phases présentes dans les matériaux synthétisés.

Le présent manuscrit s'articule autour de trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à la présentation des généralités théoriques sur les rayons X, leurs origines et leurs applications dans les divers domaines.

Dans le deuxième chapitre nous allons présenter les propriétés physico-chimiques des matériaux étudiés dans ce travail et surtout les propriétés cristallographiques.

L'analyse des diffractogrammes DRX expérimentaux à l'aide du logiciel HighScore (Plus) fait l'objet du troisième chapitre. La conclusion générale synthétise les principaux apports de ce mémoire.

Chapitre I : Généralité sur les rayons X

I.1. Introduction

Les rayons x Sont des radiations électromagnétique utilise principalement en science des matériaux (cristallographie) ou médicale (radiologie) étudie la structure cristalline des matériaux la longueur d'onde de rayon X $[0.5-2.5]\text{\AA}$.Les rayonnements X, découverts par Wilhelm Roentgen en novembre 1895, ont depuis trouvé de nombreuses applications. Dans l'industrie et la recherche, les rayons X sont utilisés pour le dosage et la Détection (cristallographie par exemple), le contrôle non destructif, mais aussi la recherche et la caractérisation d'éléments, tels que le plomb dans les peintures.

I.2. Rayonnements électromagnétiques

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques appartenant au vaste spectre des ondes électromagnétiques. Ce spectre comprend une grande variété d'ondes, telles que celles des télécommunications, les ondes radio (OC, GO, MF), la télévision, les ondes radar, ainsi que l'infrarouge, la lumière visible, l'ultraviolet et les rayonnements cosmiques. Dans le spectre énergétique des rayonnements électromagnétiques, les rayons X apparaissent après l'ultraviolet (Figure I-1). Leur énergie, qui varie selon le mode de production, peut aller de quelques keV à plusieurs centaines de MeV.

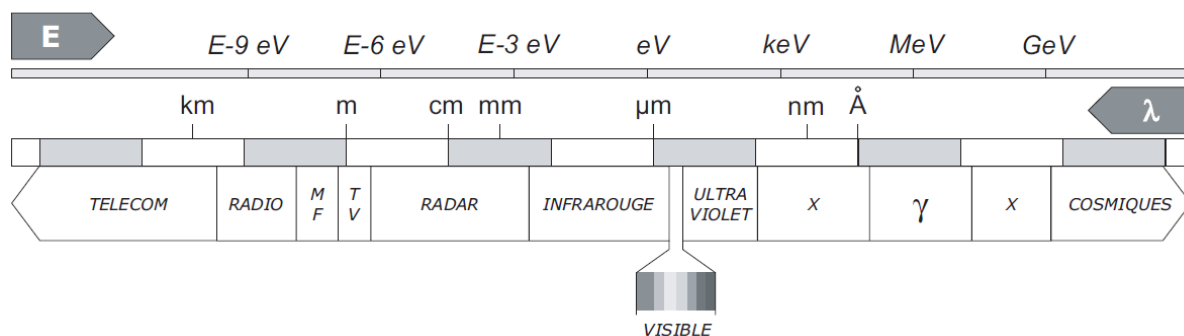


Figure I-1: Spectre des rayonnements électromagnétiques.

L'énergie d'un rayonnement électromagnétique varie en fonction inverse de sa longueur d'onde, comme l'illustre la (figure I-1). Ainsi, une longueur d'onde plus courte correspond à une énergie plus élevée. Les rayons X de plus grande longueur d'onde se situent près du spectre des rayons ultraviolets. Ils correspondent à des rayons X de faible énergie, En radiodiagnostic et radiographie, les longueurs d'onde courantes sont comprises entre 10^{-10} et 10^{-12} mètres, ce qui correspond à des énergies d'environ 10 à 300 keV.

I.3. Origine des rayons X

Si les rayons X sont des rayonnements électromagnétiques de même nature que les photons gamma, ils en diffèrent par leur origine. Les photons gamma émanent du noyau atomique, tandis que les rayons X sont produits au niveau du cortège électronique ou dans le champ électrostatique entourant le noyau. Leur formation découle d'interactions entre les électrons et la matière, qui varient selon l'énergie des électrons et la nature du milieu traversé.

- L'interaction des électrons avec le noyau produit un rayonnement X de freinage.
- les électrons incidents interagissent avec ceux du cortège électronique, ils provoquent soit une ionisation, soit une excitation.

I.3.1. Rayonnement de freinage ou « Bremsstrahlung »

Lorsqu'un électron passe près d'un noyau, il est dévié de sa trajectoire initiale sous l'effet de la force d'attraction coulombienne exercée par les protons positivement chargés. Cette décélération entraîne une perte d'énergie cinétique, libérée sous forme de rayonnement X (Figure I-2). Selon la distance de l'électron par rapport au noyau, l'énergie des rayons X émis varie, allant de 0 à une valeur maximale $E_{\max}$. Ce type d'interaction par freinage survient principalement avec des électrons de haute énergie. Son intensité augmente lorsque le milieu traversé possède un numéro atomique élevé. [1]

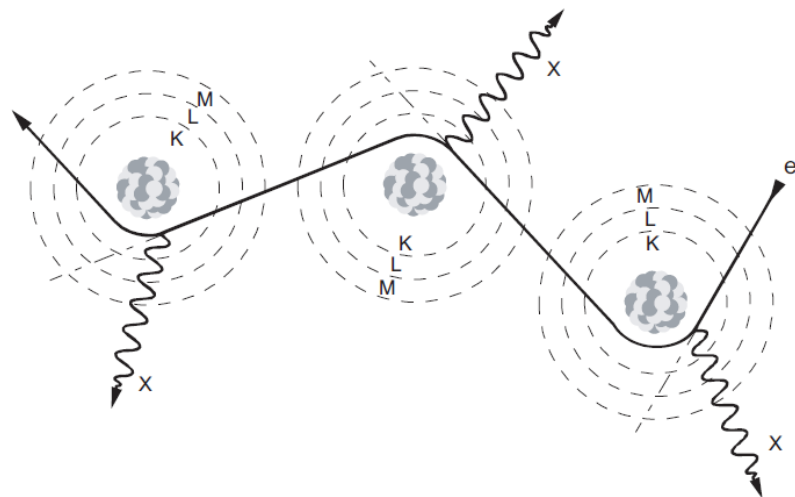


Figure I-2: Rayonnement de freinage

I.3.2. Réarrangement du cortège électronique après ionisation et excitation

Lorsqu'un électron incident s'approche d'un électron du cortège électronique d'un atome, il peut lui transmettre une petite partie de son énergie cinétique. Deux situations possibles en résultent (Figure I-3)

- L'atome ionisé comble une lacune électronique en déplaçant successivement des électrons depuis des couches externes pour retrouver sa stabilité.
- L'atome excité retrouve son état stable en comblant une lacune électronique par déplacement d'électrons

Les transitions entre couches libèrent un excès d'énergie sous forme de rayonnement électromagnétique, car les électrons ont des énergies de liaison différentes. Ces photons, appelés rayons X de réarrangement, de fluorescence ou caractéristiques, sont émis en cascade lors de multiples transitions électroniques durant le réarrangement du cortège électronique.

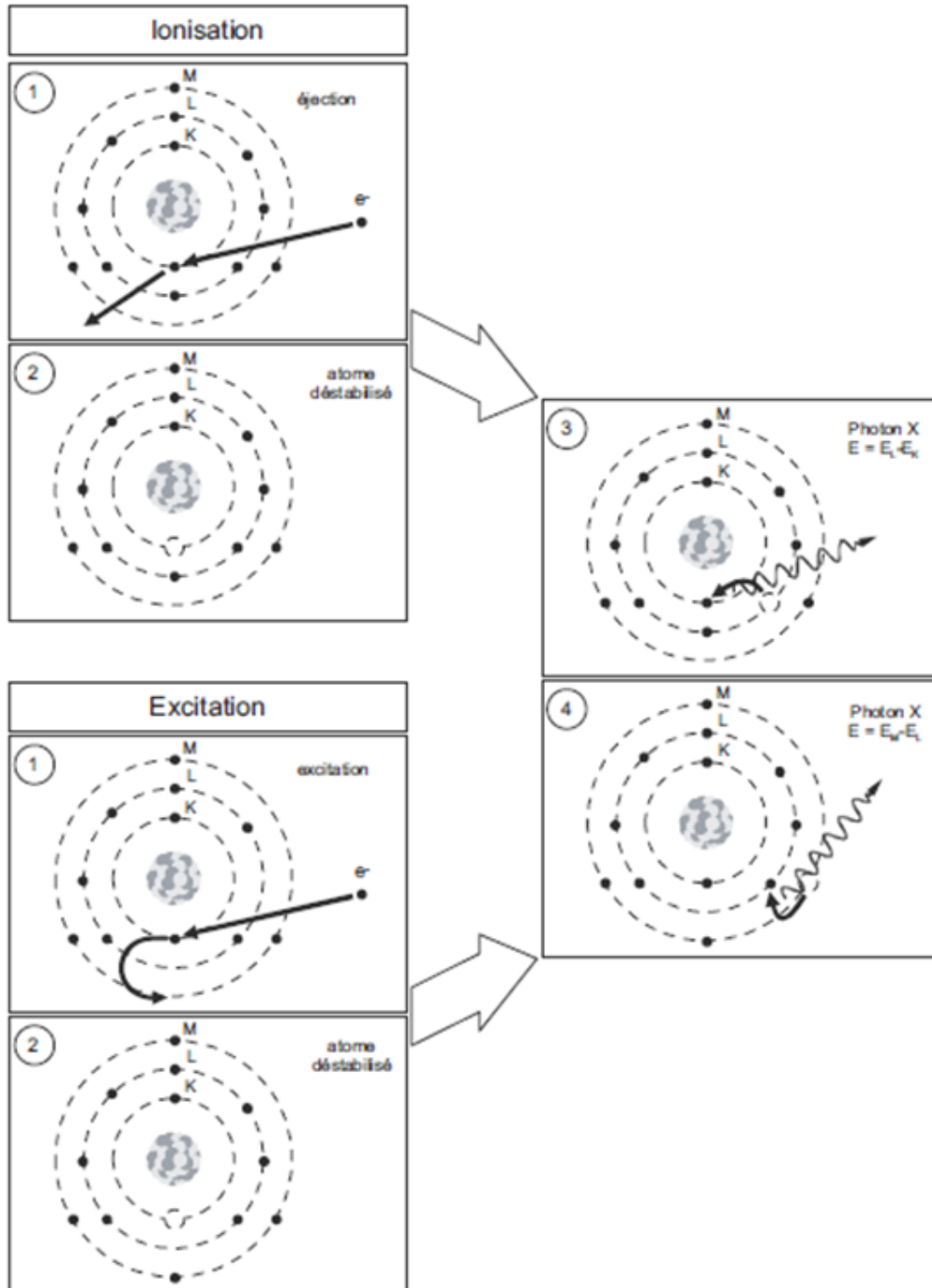


Figure I-3: Phénomènes d'ionisation et d'excitation avec réarrangement du cortège.

I.4. Principe du tube à rayons X

La production de faisceaux de rayons X utilisables repose sur la création d'électrons projetés sur une cible, générant ainsi une forte émission de rayonnements de freinage. Un courant électrique chauffe un filament, formant des électrons qui constituent la cathode d'un tube à rayons X, maintenue à un potentiel négatif. Ces électrons sont accélérés par une haute tension vers une cible à potentiel positif. L'ensemble est contenu dans une ampoule en verre sous vide poussé pour limiter la dispersion des électrons (Figure I-4)

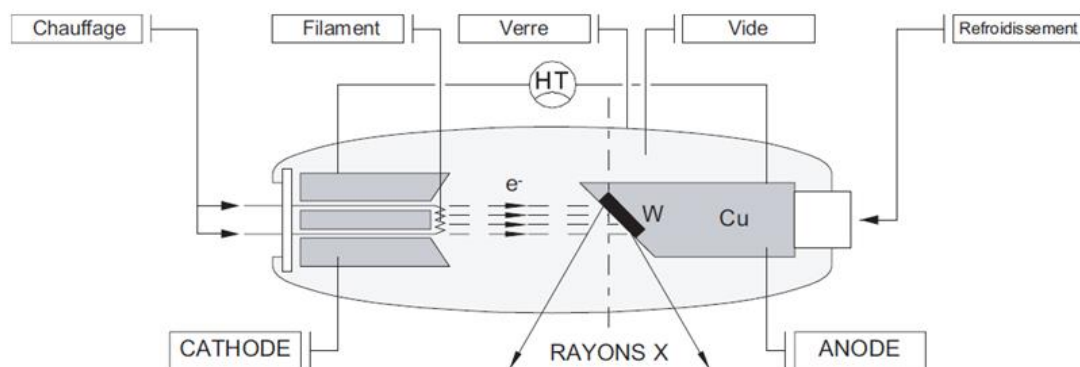


Figure I-4: Principe du tube à rayons X

Pour optimiser la production de rayonnements de freinage, l'anode est fabriquée à partir d'un matériau à numéro atomique élevé et résistant à la chaleur. Le tungstène (symbole W, numéro atomique 74) est couramment utilisé, bien que d'autres matériaux comme le molybdène, l'or, le cuivre, le fer ou le cobalt puissent également convenir selon les applications. Le rendement de la cible pour la production de rayonnement de freinage reste limité à environ 2%. Les électrons, en traversant la cible, provoquent de nombreuses ionisations et excitations, entraînant une forte dissipation d'énergie sous forme de chaleur. Pour assurer une bonne diffusion thermique, la cible est souvent intégrée dans une structure en cuivre et nécessite un système de refroidissement par air, huile ou eau. L'anode est généralement inclinée pour diriger les rayons X préférentiellement dans un cône orienté selon la pente de l'anode. Les rayons X traversent une paroi du tube et sortent par une fenêtre en matériau léger (béryllium ou aluminium) intégrée à la gaine plombée du tube. Cette fenêtre bloque une partie des rayons, notamment ceux de faible énergie. Un collimateur placé après la fenêtre permet de limiter le faisceau à sa partie utile. [2]

I.5. Spectre de rayons X

Le spectre énergétique des rayons X émis par l'anode résulte de la combinaison de deux spectres distincts :

- Le spectre continu des rayonnements de freinage, de 0 à $E_{\max}$
- Le spectre global des rayons X, intégrant les raies caractéristiques liées au réarrangement du cortège électronique, peut être représenté de deux manières

A : En fonction des longueurs d'onde, comme illustré sur la figure (I-5) le spectre présente une longueur d'onde minimale, correspondant à la limite inférieure définie par l'énergie maximale des électrons incidents.

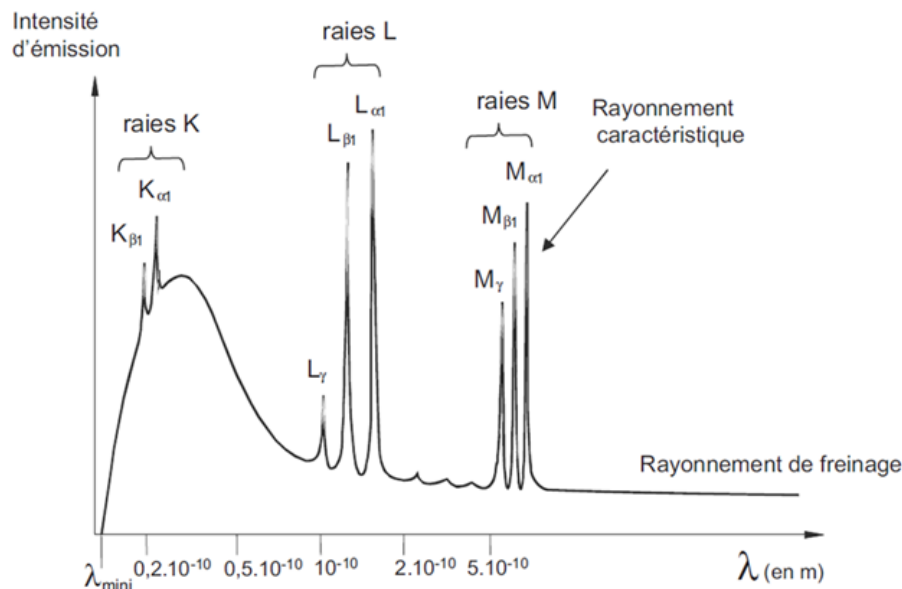


Figure I-5: Exemple d'un spectre de rayons X, représenté en fonction de la longueur d'onde

B : En fonction de l'énergie, comme sur la figure (I-6). Dans ce cas, l'énergie des rayons X ne pourra pas dépasser une valeur maximale $E_{\max}$ correspondant à la haute tension appliquée. En aucun cas l'énergie du photon X de freinage ne peut être supérieure à celle de l'électron qui lui a donné naissance :

$$E_{\max} = e.V$$

Ou, plus simplement : $E_{\max}$ (en keV) = haute tension (kV)

Le spectre émis par un tube à rayons X varie en fonction de plusieurs paramètres, notamment

La composition de l'anode, la tension élevée appliquée et la filtration globale. L'intensité du courant traversant le filament détermine la quantité d'électrons émis, influençant ainsi le nombre de rayons X générés.

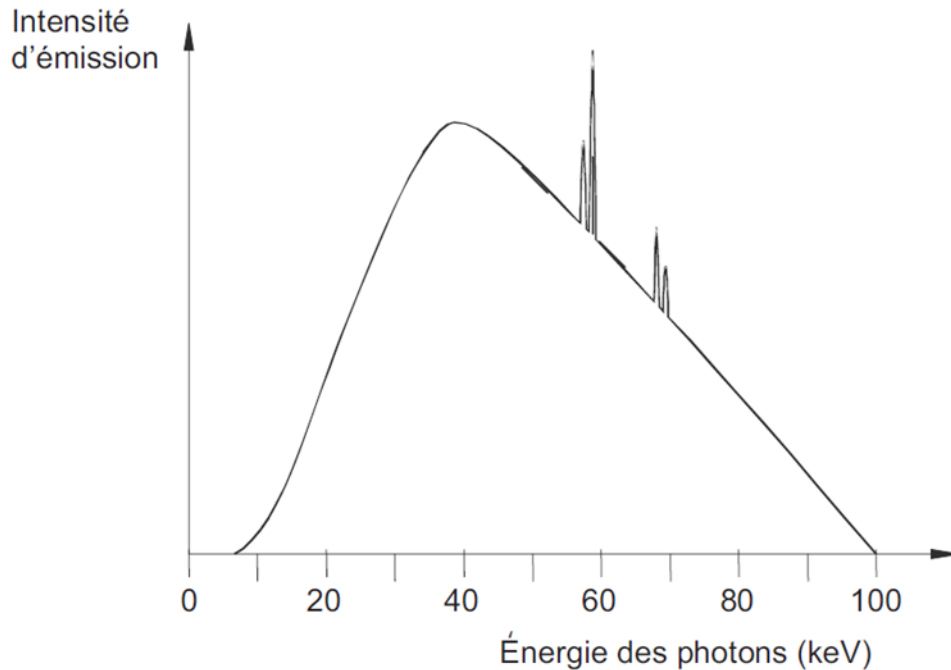


Figure I.6: Exemple d'un spectre de rayons X, pour une haute tension de 100 kV représenté en fonction de l'énergie

I.6. Applications médicales des rayonnements X

Dans ce contexte, le praticien cherche à obtenir des informations anatomiques ou métaboliques sur un tissu ou un organe, les rayonnements ionisants permettant de produire une image de celui-ci. Deux techniques d'imagerie utilisant des rayonnements ionisants coexistent, chacune adaptée à des indications spécifiques : la radiologie et la scintigraphie.

I.6.1. Diagnostic

Dans ce contexte, le praticien cherche à obtenir des informations anatomiques ou métaboliques sur un tissu ou un organe, les rayonnements ionisants permettant de produire une image de celui-ci. Deux techniques d'imagerie utilisant des rayonnements ionisants coexistent, chacune adaptée à des indications spécifiques : la radiologie et la scintigraphie.

Les examens de radiologie médicale et dentaire sont effectués au moyen de générateurs électriques de rayons X. Ces appareils ne contiennent aucune matière radioactive : les rayons X sont obtenus grâce à un « tube à rayons X », qui, dans le domaine médical, La radiologie est une technique basée sur la Différence d'absorption des rayons X du fait des inhomogénéités de la structure à étudier. L'image est visualisée sur un film radiologique ou, de plus en plus souvent aujourd'hui, grâce à un capteur numérique. L'émission des rayons X dure moins de 0.1 seconde pour limiter les effets des mouvements du patient, mais le débit de dose élevé, d'environ 100mGy/s, une attention particulière à la radioprotection du personnel.

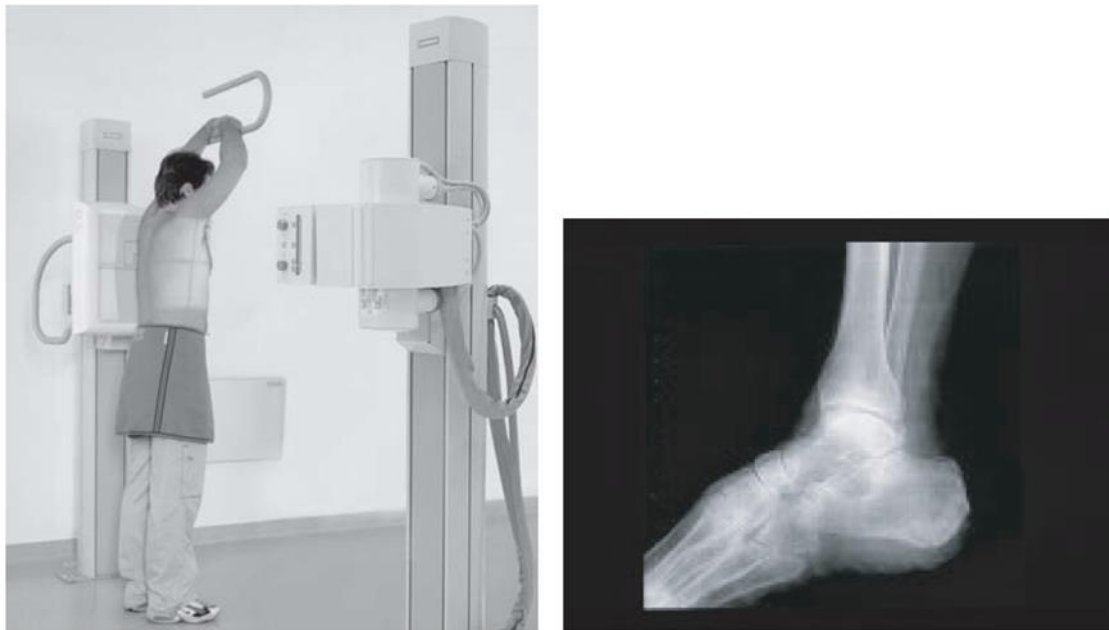


Figure I-7: Installation de radiologie (photo Siemens Médical Solutions) et image radiologique.

I.6.2. Thérapie

En thérapie, les rayonnements ionisants sont utilisés par le praticien pour détruire des cellules anormales, principalement celles atteintes de cancer. Deux techniques sont aujourd'hui disponibles : la radiothérapie externe et la curiethérapie. La tumeur est exposée à des faisceaux externes de rayons X ou d'électrons à haute énergie générés par un accélérateur linéaire d'électrons. Le choix du type de faisceaux et de leur trajectoire doit garantir l'administration d'une dose élevée aux tissus malades tout en préservant autant que possible les tissus sains environnants. Un accélérateur linéaire d'électrons est capable de générer des électrons ayant

Une énergie de plusieurs MeV. Par rayonnement de freinage au contact d'une cible métallique, il produit également des photons X de haute énergie. Ces dispositifs tendent à remplacer progressivement les appareils de télé cobalthérapie.



Figure I.8: Accélérateur linéaire d'électrons (photo Siemens Médical Solutions).

I.7. Applications industrielles des rayonnements x

Ces appareils reposent sur le même principe physique que ceux utilisés en médecine, bien que leur conception puisse varier, notamment par la forme du tube et la valeur de la haute tension appliquée. Dans le secteur industriel, certains générateurs fonctionnent sous des hautes tensions pouvant atteindre environ 400kV. Ils peuvent être fixes ou mobiles selon les besoins. La diffractométrie repose sur la proximité de la longueur d'onde des rayons X (produits par un générateur électrique de rayons X fonctionnant avec des faibles valeurs de haute tension) et des distances interatomiques. Un faisceau X « direct » irradie l'échantillon. On analyse alors les angles de diffusion et l'intensité du rayonnement diffusé (Figure I-9). Ces générateurs sont utilisés à des fins d'analyses dans le domaine de la métallurgie, de la géologie, etc. pour déterminer la structure des cristaux ou des molécules dans un échantillon.

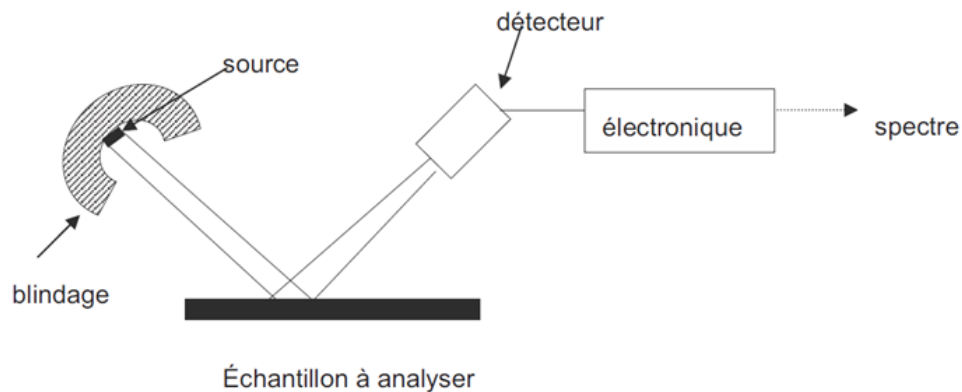


Figure I-9: Principe de fonctionnement d'un analyseur par fluorescence X.

I.8. Définition et classification des rayonnements ionisants

Le rayonnement, ou radiation, correspond à la diffusion ou au transfert d'énergie sous forme d'ondes électromagnétiques ou de particules. Le rayonnement ionisant désigne un transfert d'énergie sous forme de particules ou d'ondes électromagnétiques dont la longueur d'onde est inférieure ou égale à 100 nanomètres, ou dont la fréquence est d'au moins 3×10^{15} hertz, capable de générer des ions, directement ou indirectement, la nature du rayonnement joue un rôle crucial, car elle conditionne les interactions avec la matière. En effet, une particule ou une onde électromagnétique transmet son énergie selon un mode spécifique.

Les rayonnements pourront être classés comme dans la figure (I-11) en fonction de leur nature et de leur énergie les particules ou rayonnements particuliers, qui ont une masse au repos. L'énergie totale de ces particules est donnée par la relation d'Einstein :

$$E = m.c^2$$

m : est la masse en kg

c : la vitesse de la lumière ($3 \times 10^8 \text{ m.s}^{-1}$)

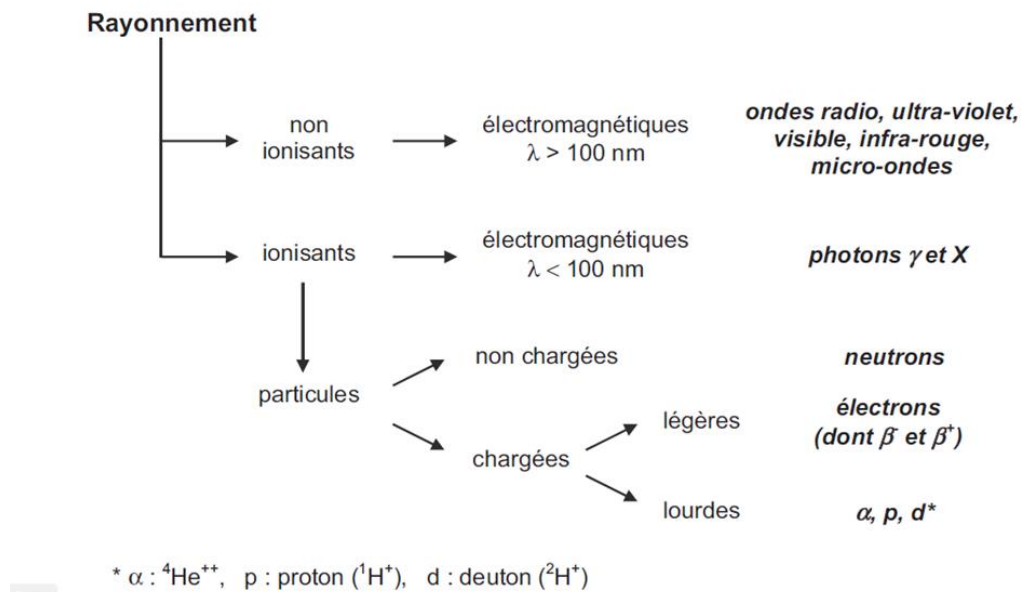


Figure I-10: Classification des rayonnements.

Par définition, un rayonnement non ionisant aura une énergie insuffisante pour ioniser la matière. D'après la (figure 2.1), on s'aperçoit que ce type de rayonnement est constitué essentiellement de rayonnements électromagnétiques de longueur d'onde supérieure à 100 nm. Par opposition, un rayonnement ionisant aura une longueur d'onde inférieure à 100 nm (on retrouve bien la valeur précisée dans la définition) s'il s'agit d'un rayonnement électromagnétique. Les rayons γ et X entrent dans cette catégorie. Après applique, l'équivalent en énergie de la valeur de longueur d'onde 100 nm est égal à 12.4 eV. Un rayonnement ionisant peut également être de nature particulaire. Dans ce cas, on distingue les particules non chargées telles que les neutrons, et les particules chargées. Chez ces dernières, la masse est un critère important pour décrire le type d'interaction, nous considérerons donc séparément les particules chargées légères constituées essentiellement par les électrons, et les particules chargées lourdes, telles que les particules α , les protons ou les deutons (noyaux de deutérium).[3]

I.9. Interaction des rayonnements électromagnétiques avec la matière

Les rayonnements électromagnétiques, également appelés « rayonnements indirectement ionisants », interagissent avec la matière en déplaçant des électrons. Ces derniers, une fois en mouvement, provoquent l'ionisation de la matière selon les processus déjà abordés. Dans la gamme d'énergie étudiée ici (de 0 à quelques MeV), nous nous

limiterons aux trois processus d'interaction suivants entre les rayonnements électromagnétiques et la matière :

- l'effet photoélectrique
- l'effet Compton
- l'effet de production de paires

I.9.1. Effet photoélectrique

Le rayonnement incident transmet l'intégralité de son énergie à un électron atomique de la matière traversée, entraînant l'expulsion de cet électron de son atome avec une énergie cinétique déterminée (Figure I-12).

La valeur de l'énergie cinétique E_C est donnée par la relation suivante :

$$E_C = E_\gamma - E_L$$

E_γ : est l'énergie du rayonnement électromagnétique incident

E_L : est l'énergie de liaison de l'électron atomique à sa couche électronique

Sous réserve que l'énergie du rayonnement électromagnétique soit suffisante, plus l'énergie de liaison est grande, plus ce phénomène est probable.

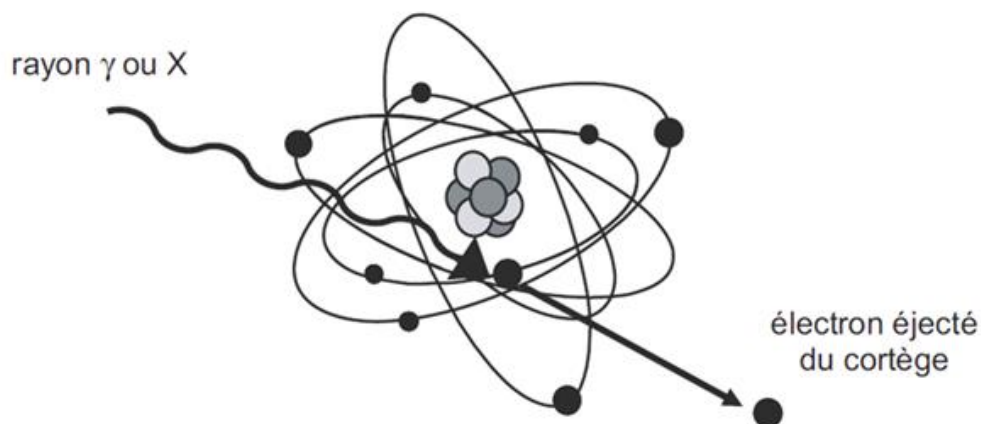


Figure I-11: Effet photoélectrique.

I.9.2.Effet Compton

L'énergie du rayonnement X ou γ incident (E_γ) se divise entre l'électron atomique impliqué dans l'interaction (E_c) et un rayonnement électromagnétique diffusé ($E_{\gamma'}$) (Figure I-13).

$$E_\gamma = E_{\gamma'} + E_c$$

E_γ : est l'énergie du rayonnement électromagnétique incident (ici un rayon γ) et E_c est l'énergie cinétique de l'électron éjecté, Ce phénomène assimilable à une diffusion est d'autant plus probable que l'énergie de liaison de l'électron atomique est faible ; au contraire de l'effet photoélectrique, l'effet Compton concerne les électrons atomiques appartenant à des couches électroniques publiées. C'est pour cette raison que l'énergie de liaison E_l a été omise dans la formule ci-dessus

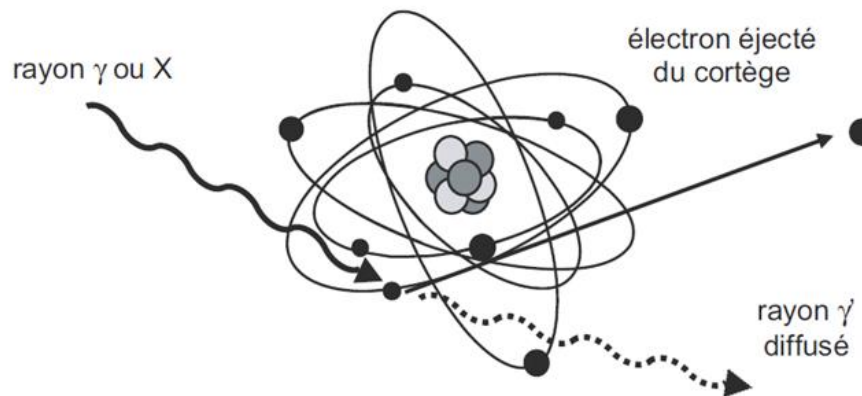


Figure I-12: Effet Compton.

I.9.3. Effet de production de paires

Ce phénomène résulte de l'interaction entre un rayonnement électromagnétique et les noyaux des atomes de la matière traversée. Le rayonnement incident disparaît, générant une paire composée d'un positon et d'un négaton (Figure I-14). La formation de cette paire nécessite une énergie minimale de 1.022 MeV. En dessous de cette valeur, le phénomène ne peut pas se produire, tandis qu'au-delà, l'excédent d'énergie ($E_\gamma - 1.022$) se manifeste sous forme d'énergie cinétique pour le positon et le négaton, Il apparait donc que les rayonnements électromagnétiques, grâce aux trois effets que nous venons de décrire, créent (paire positon-négaton) ou mettent en mouvement (photoélectron, électron Compton) des électrons qui vont ioniser la matière. C'est la raison pour laquelle on les qualifie de rayonnements indirectement ionisants

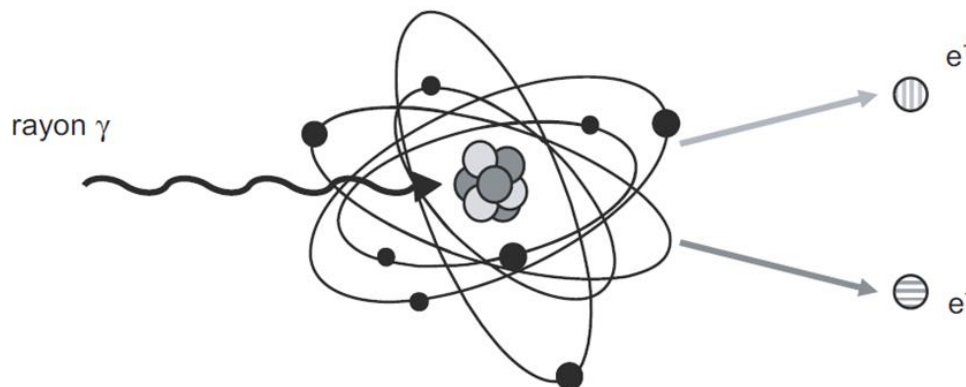


Figure I-13: Effet de production de paires

I.10. Diffraction des rayons X avec la matière

I.10.1. Méthodes de diffraction sur poudres

Les techniques de diffraction sur poudres sont largement utilisées aujourd'hui pour analyser les matériaux cristallins. Elles permettent d'obtenir une caractérisation à la fois qualitative et quantitative, sans nécessiter la fabrication de monocristaux. Du point de vue qualitatif, les techniques de diffraction par des matériaux pulvérulents permettent :

- Déterminer la composition chimique de la poudre en comparant le spectre obtenu avec ceux contenus dans une base de données,
- De détecter la présence d'impuretés,
- De tester la cristallinité du matériau...

Du point de vue quantitatif, ces méthodes permettent d'étudier :

- Des paramètres cristallins a , b , c , α , β , γ ,
- Dans les cas simples les positions atomiques et le groupe d'espace,
- Des mélanges de poudres, des solutions solides,
- La présence d'un éventuel désordre structural,
- L'évolution en température des paramètres de l'échantillon...

Cette méthode a été inventée par P. Debye et P. Scherrer. Un pinceau monochromatique de rayons X est diffracté par un échantillon composé d'un grand nombre de microcristaux d'orientations aléatoires. La taille des microcristaux est de l'ordre de 0.01 à 0.001 mm. Étant donné le très grand nombre de microcristaux (de 10^7 à 10^{13}) contenus dans l'échantillon, il en existe toujours un grand nombre pour lesquels une famille de plans réticulaires (hkl) fait avec le faisceau incident l'angle θ défini par la relation de Bragg :

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda$$

I.10.2. Diagrammes de Laue

Un monocristal placé aléatoirement dans un faisceau de rayons X n'émet en général pas de lumière diffractée. La relation de Bragg :

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda$$

Chapitre I Généralité sur les rayons X

Satisfaite pour que la diffraction soit observée. Avec un échantillon monocristallin, il existe

Deux possibilités pour y parvenir :

- La méthode du cristal tournant repose sur l'utilisation d'une lumière monochromatique et l'orientation contrôlée du cristal par rapport au faisceau.
- La méthode de Laue consiste à laisser le cristal immobile tout en utilisant une lumière polychromatique (L'expérience initiale a été réalisée en 1912 par W. Friedrich et P. Knipping selon les suggestions de M. von Laue.)

Les diagrammes de Laue sont caractérisés par :

- Une tache du diagramme correspond à une famille de plans réticulaires.
- La longueur d'onde de la lumière incidente étant inconnue pour une tache de diffraction donnée, ces diagrammes ne permettent pas d'obtenir des informations sur les dimensions du diffracteur.
- L'intensité d'émission d'une anticathode n'étant pas uniforme en fonction de la longueur d'onde, il est impossible d'utiliser l'intensité des taches de diffraction.
- Les diagrammes indiquent la position relative des différents plans réticulaires et permettent donc la mise en évidence des symétries internes de l'échantillon

I.10.3. Méthode du cristal tournant

Lorsque un faisceau monochromatique de rayons X éclaire un cristal, il n'y a diffraction que si un nœud du réseau réciproque se trouve sur la surface de la sphère de réflexion. Pour amener les nœuds du réseau réciproque sur la sphère d'Ewald, on fait tourner, au cours de la pose, le cristal autour d'un axe normal au faisceau incident. La rotation du cristal engendre la rotation du réseau réciproque. Si l'axe de rotation du cristal est orienté de façon aléatoire par rapport au réseau cristallin, le diagramme de diffraction devient généralement complexe et difficile à interpréter. En revanche, lorsque le cristal tourne autour d'une rangée spécifique, la figure de diffraction est beaucoup plus simple. . En effet, la famille de plans réticulaires du réseau réciproque, d'équidistance D^{*uw} est normale à l'axe de rotation et lors de la rotation ces plans réciproques vont découper sur la sphère d'Ewald. Les rayons diffractés sont donc répartis sur une série de cônes de révolution de sommet C et s'appuyant sur les cercles

S_0, S_1, S_2 .

Conclusion

Les rayons X constituent une forme de rayonnement électromagnétique d'une grande importance tant sur le plan scientifique que technologique. Découverts par Wilhelm Röntgen en 1895, ils ont révolutionné de nombreux domaines, notamment la médecine, l'industrie et la recherche scientifique. Grâce à leur capacité à traverser la matière et à révéler des structures internes invisibles à l'œil nu, les rayons X sont devenus des outils essentiels pour le diagnostic médical, le contrôle de qualité industriel, et même l'exploration spatiale.

Cependant, leur utilisation nécessite des précautions strictes en raison de leur nature ionisante, pouvant avoir des effets biologiques nocifs en cas d'exposition excessive. Ainsi, les progrès technologiques ont permis de mieux maîtriser leur emploi, en optimisant les doses et en développant des dispositifs de protection efficaces.

Référence

- [1] Peyret O, Bergot C. L'imagerie par rayons X. In: Biophysique pour les sciences de la vie et de la santé. Omniscience Ed ; 2007. p. 79–813.
- [2] Régent D, Mandry D, Croise-Laurent V, et al. Production des rayons X en imagerie par projection et en scanographie. In: EMC – Radiologie et imagerie médicale – principes et technique – radioprotection. Elsevier ; 2013.
- [3] Wybier M, Bossard P. Musculoskeletal imaging in progress : the EOS imaging system. Joint Bone Spine 2013 ;80(3):238–43.

Chapitre II :

Les oxydes Métalliques

II.1. Introduction

Les oxydes métalliques sont des composés chimiques résultant de la combinaison d'un métal avec l'oxygène. Ils sont présents naturellement dans la croûte terrestre sous forme de minéraux, mais peuvent également être synthétisés en laboratoire. Ces substances jouent un rôle fondamental dans de nombreux domaines, notamment en chimie, en science des matériaux, en électronique et dans l'industrie. Leurs propriétés varient considérablement en fonction du métal impliqué et de sa valence, allant de matériaux isolants à semi-conducteurs, voire conducteurs. Grâce à leur grande diversité, les oxydes métalliques sont utilisés dans la fabrication de céramiques, de catalyseurs, de pigments, ainsi que dans les technologies avancées comme les capteurs ou les cellules photovoltaïques.

Comprendre la structure, les propriétés et les applications des oxydes métalliques est donc essentiel pour exploiter pleinement leur potentiel dans les sciences et les technologies modernes.

II.2. L'oxyde de zinc

Le ZnO est un semi-conducteur présente une structure hexagonale Wurtzite stable dans des conditions ambiantes. Le ZnO se présente comme un excellent émetteur de lumière dans l'Ultra-Violet (UV), notamment grâce à sa grande valeur d'énergie de bande interdite (3.37eV température ambiante).

Le ZnO possède d'excellentes propriétés électriques, catalytiques et optiques, qui lui confèrent un potentiel d'exploitation dans de nombreux domaines d'applications en optoélectronique compris photodétecteurs. [1]

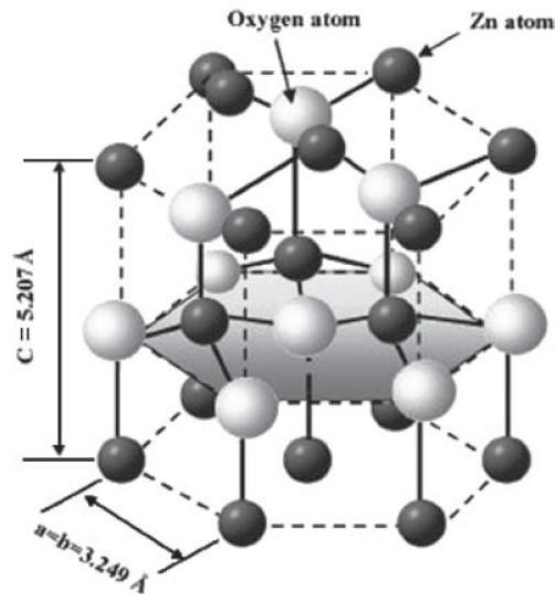


Figure II-1: Le modèle de structure hexagonale en wurtzite du ZnO. La coordination tétraédrique de ZnO est montrée. [2]

II.2.1. Applications du ZnO

Les nanoparticules de ZnO ont de nombreuses applications en tant que biocapteurs, capteurs de gaz, cellules solaires, céramiques, nano générateurs, photodétecteurs, catalyseurs, charges actives pour caoutchouc et plastique, absorbeurs UV dans les cosmétiques et agents antiviral dans les revêtements, pigments, matériaux optiques, cosmétiques, photo catalytique, électrique et procédés et systèmes optoélectroniques, et additifs dans de nombreux produits industriels.[3]

II.2.2. Paramètres cristallographiques de l'oxyde de zinc

Réseau	Hexagonal
Paramètres de maille	$a = 3.2499\text{\AA}$ $c = 5.2060\text{\AA}$ $c/a = 1.6019$
Distance entre O^{2-} et Zn^{+2} , les plus proches voisins	suivant l'axe c $d = 1.96\text{\AA}$ pour les trios autres $d = 1.98\text{\AA}$
Coordination Tétraédrique liaison	$Zn^{+2} = 0.60\text{\AA}$; $O^{2-} = 1.38\text{\AA}$
Rayon ionique liaison Pour une covalent	Zn neutre = $1.31\text{\AA}$; O = neutre = $0.66\text{\AA}$

Tableau II-1: Récapitulatif des caractéristiques de la structure cristalline du ZnO. [4]

II.3. L'oxyde de magnésium MgO

L'oxyde de magnésium MgO cristallise dans les conditions ambiantes (pression et température) dans la structure cubique à face centrée (cfc). Cette structure est classée sous le groupe d'espace Fm3m. Les propriétés structurales de l'oxyde de magnésium ont été étudiées dans trois structures ou phases différentes : la structure Rock-Salt, la structure CsCl et la structure Zinc q2`Blind. [5]

II.3.1. Paramètres cristallographiques de l'oxyde de magnésium

La structure d'oxyde de magnésium est caractérisée par les paramètres Cristallographiques suivants

Fm-m (225) $a = 0.42112$, $b = 0.42112$, $c = 0.42112\text{nm}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 90^\circ$, $\gamma = 90^\circ$

$V = 0.07468 \text{ nm}^3$, $a/b = 1.000$, $b/c = 1.000$, $c/a = 1$. [6]

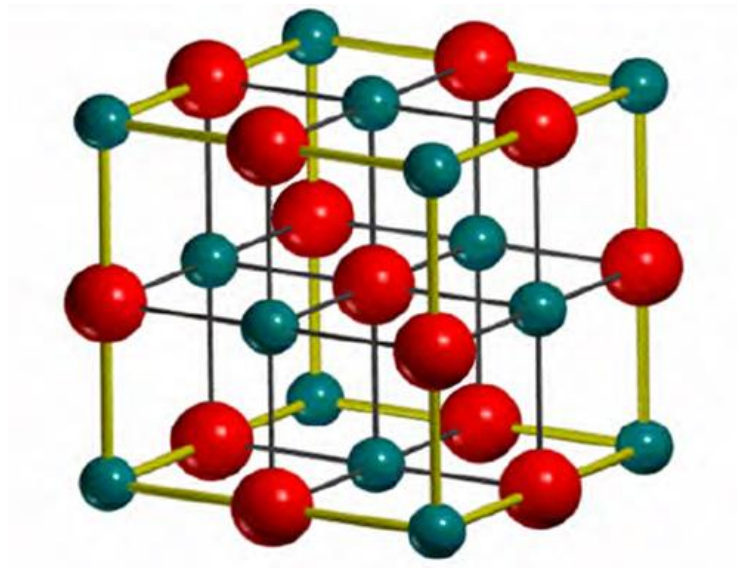


Figure II-2: Structure cristalline du MgO [7].

II.3.2. Application du MgO

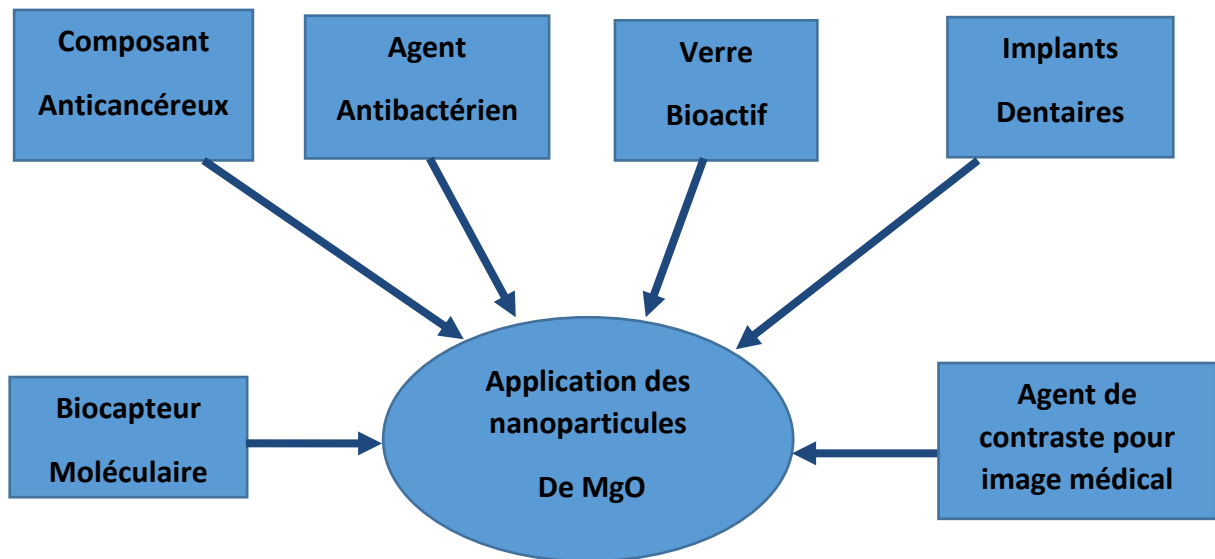


Figure II-3: Diagramme Représente les différentes applications médicales des nanoparticules de MgO [8]

MgO dans le domaine biomédical, La littérature existante indique que les nanoparticules d'oxyde de magnésium synthétisées démontrent une biocompatibilité et un affichage substantiels propriétés antibactériennes, antifongiques, anticancéreuses et antioxydants significatives. Par conséquent, cet examen vise à améliorer la compréhension des lecteurs concernant les progrès récents dans la synthèse de nanoparticules de MgO à travers diverses approches et leurs applications prometteuses en biomédecine. [9]

II.4. Le trioxyde de ytterbium Yb_2O_3

Le trioxyde d'ytterbium ou ytterbium (Yb_2O_3) est un oxyde de terre rare à haute stabilité thermique, Ce qui conduit à son utilisation courante dans les études en science des matériaux ,Il est considéré comme un oxyde de métal de transition et convient à de nombreuses applications, Electrique et biologique, en raison de sa faible toxicité, de ses propriétés antimicrobiennes et biocompatibles, il est couramment utilisé dans le domaine des nanotechnologies Et d'autres études en raison de sa structure bidimensionnelle en nid d'abeille. Affiche plusieurs Propriétés appropriées telles qu'une résistance mécanique élevée, un faible coût de préparation. [10]

II.4.1. les Paramètres cristallographiques de l'oxyde de magnésium

Composé	Yb ₂ O ₃	Poids moléculaire	394.08
Système de Cristal	Cubique	Point de fusion (°C)	2355
Paramètre de treillis	10.4361Å	Point d'ébullition (°C)	4070
Théorique Densité (g / cm ³)	9.2104	Masse exacte(g/mol)	189.934
Frittage T(°C)	1560	Granulométrie moyenne (µm)	2 ± 2
Durée de frittage (h)	4	% Densité	99.1

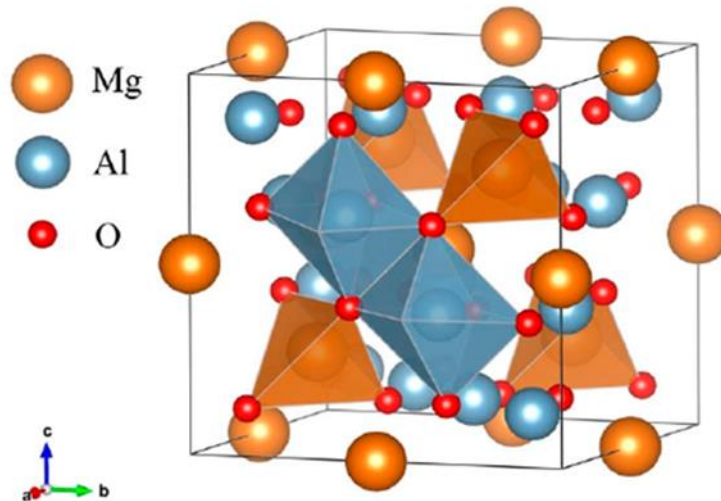
Tableau II-2: Structure cristalline, paramètre de réseau, densité théorique, informations sur le frittage, granulométrie moyenne et % de densification pour les céramiques REO frittées [11].

II.4.2. Application du Yb₂O₃

En conséquence, ils ont de nombreux domaines d'application tels que les matériaux à haute température, les verres colorés, les céramiques techniques, les varistances, les catalyseurs, l'électro-catalyse, le laser à semi-conducteurs, le phosphore, le stabilisateur, la fibre optique, la pile à combustible à oxyde solide, la sonde d'écho médical, l'imagerie, le scintillateur et les convertisseurs photovoltaïques.[12]

II.5. L'aluminate de magnésium « MgAl₂O₄ »

L'aluminate de magnésium, cristaux de MgAl₂O₄ présents dans la structure spinelle, a ainsi beaucoup de propriétés importantes utilisées dans l'industrie. Le point de fusion élevé 2135°C, la mécanique résistance à haute température, l'inertie chimique et la bonne résistance thermique la résistance aux chocs sont des propriétés considérables qui confèrent à la facilité d'utilisation de MgAl₂O₄ dans le domaine métallurgique, électrochimique, domaines industriels techniques et chimiques de la radio. [13]



FigureII- 4: Illustration cristallographique du spinelle MgAl_2O_4 (structure spinelle normale). [14]

II.5.1. Application du MgAl_2O_4

Le spinelle d'aluminate de magnésium est un matériau céramique doté de bonnes propriétés mécaniques, thermiques, chimiques et optiques, qui trouve des applications dans les industries métallurgique, chimique, électrotechnique, catalytique et électronique. [15]

II.6. L'oxyde de fer Fe_3O_4

(Fe_3O_4) est un oxyde de fer magnétique commun qui a une structure spinelle inverse cubique avec des oxygènes et des cations Fe emballés à proximité de fcc occupant des tétraèdres et des octaèdres interstitiels, où A et B indiquent tétraèdre et positionnement octaédrique, respectivement. Les électrons peuvent sauter entre les ions Fe^{2+} et Fe^{3+} dans les sites octaédriques à température ambiante, faisant de la magnétite une classe importante de matériaux semi-métalliques. Ses dispersions de particules sont largement utilisées comme fluide ferrofluide dans, par exemple, l'étanchéité de l'arbre rotatif, l'amortissement des oscillations et la détection de position. L'utilisation d'une suspension aqueuse fonctionnalisée en surface de nanoparticules de magnétite en médecine clinique a également intensifié [16]

II.6.1. les Paramètres cristallographiques de l'oxyde de Fer

groupe d'espace	$R\bar{3}c$
Réseau	hexagonal
Les paramètres de cette maille	$a = b = 5.427\text{\AA}$ et $c = 13.772\text{\AA}$
la maille primitive	Rhomboédrique : $a = 5.427\text{\AA}$ $\alpha = 55.3^\circ$

Tableaux II-3: L'hématite $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [17]

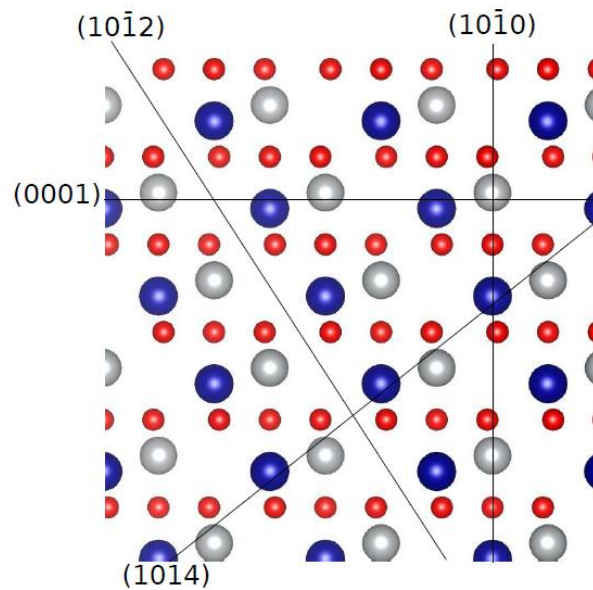
II.6.2. Application du Fe_3O_4

Les nanoparticules (Fe_3O_4) d'intérêt dans le domaine des supports d'enregistrement magnétiques tels que bandes audio et vidéo, disques d'enregistrement numériques haute densité, fluides magnétiques, stockage de données, mais aussi dans les domaines des soins médicaux.

Tels que les systèmes d'administration de médicaments (DDS), les applications médicales, compris les radiofréquences hyperthermie, photomagnétique et imagerie par résonance magnétique (IRM), les diagnostics médicaux et le traitement du cancer, les dispositifs à micro-ondes, les dispositifs magnéto-optiques, les capteurs, les applications à haute fréquence, la catalyse et la détection magnétique. [18]

II.7. L'oxyde de chrome Cr_2O_3

L'oxyde de chrome (III) (Cr_2O_3), qui peut présenter un comportement semi-conducteur de type p ou n, a fait l'objet de nombreuses recherches, notamment sous forme de nano poudres ou de couches minces, en raison de sa grande stabilité thermodynamique à haute température, de sa résistance chimique et de sa dureté élevée, propriétés catalytiques, médicinales et antiferromagnétiques avec une température de Curie TC d'environ 305 à 315 K. [19]



FigureII-5: La direction des plans de joints de grains considérés dans cet article en relation avec la cellule massive hexagonale conventionnelle de Cr_2O_3 . [20]

II.7.1. les Paramètres cristallographiques de l'oxyde de chrome

Groupe spatial:	$R\bar{3}C$	Axes hexagonal	
Cellule unitaire:	$a = 4.9607\text{\AA}$	$C = 13.599\text{\AA}$	
Positions atomiques:	12 Cr dans 12 (c)	0 0 z	X=0.3476
	18 O dans 18 (e)	X 0 $\frac{1}{4}$	Y=0.3076

TableauII-4: Données cristallographiques pour Cr_2O_3 . [21]

II.7.2 Application du Cr_2O_3

Oxyde de chrome (Cr_2O_3) Les nanoparticules sont intéressantes pour des applications telles que les verts pigments, la résistance à l'usure, la protection thermique, les systèmes d'enregistrement numérique et les catalyseurs chimiques. Couche protectrice (corrosion et usure résistance de l'acier inoxydable) promoteur d'adhérence et magnétique supports d'enregistrement [22]

Conclusion :

Les oxydes métalliques occupent une place essentielle dans le domaine des matériaux fonctionnels en raison de leurs propriétés physico-chimiques variées et de leurs nombreuses applications technologiques. En fonction de leur structure cristalline, de leur composition chimique et de leur état d'oxydation, ils peuvent présenter des comportements très divers, allant de l'isolant au semi-conducteur, voire au conducteur métallique, Ils sont largement utilisés dans des secteurs tels que la catalyse, l'électronique, les capteurs, les dispositifs optoélectroniques, les matériaux magnétiques, ainsi que dans des applications environnementales et biomédicales. Leur stabilité thermique, leur résistance à la corrosion et leur réactivité de surface les rendent particulièrement attractifs pour des procédés industriels avancés, Les recherches récentes sur les oxydes métalliques nanostructurés ont permis de renforcer encore leur potentiel, en améliorant notamment leur surface spécifique, leur activité catalytique, ou encore leur réponse aux stimuli externes (champs électriques, température, lumière, etc.), En somme, les oxydes métalliques constituent une famille de matériaux aux caractéristiques remarquables, dont l'étude continue d'ouvrir de nouvelles perspectives scientifiques et technologiques.

- [1] C. Klingshirn, ZnO: Material, physics and applications. *Chemphyschem* 8 (6)(2007) 782-803.
- [2] Srivastava, V., Gusain, D., & Sharma, Y. C. (2013). Synthesis, characterization and application of zinc oxide nanoparticles (n-ZnO). *Ceramics International*, 39(7), 9803–9808.
- [3] Topoglidis, A.E.G. Cass, B. Oregan, J.R. Durrant, Immobilisation and bioelectro chemistry of proteins on nanoporous TiO₂ and ZnO films, *Journal of Electroanalytical Chemistry* 517 (2001) 20–27.
- [4] B.J. Jin, S. Im, S.Y. Lee, *Thin soild films*, 366 (2000) 107.
- [5] Ouladine Allal, Etude des propriétés structurales, électroniques, élastiques et optiques de l'Oxyde de Magnésium (MgO), thèse, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran-Mohamed Boudiaf ,2010 ,p51.
- [6] P.vallars, k. Cenzual, *pearsons crystal data – Crystal structure Database for Inorganic Compounds*, Release 2015, ASM International, Materials park, Oho,USA
- [7] Thomas Jaouen, *Isolant dans la limite ultra-mince: propriétés électroniques de barrières tunnel de MgO*, thèse, Université de Rennes 1,2012.
- [8] Fahmy, H. M., El-Hakim, M. H., Nady, D. S., Elkaramany, Y., Mohamed, F. A., Yasien, A. M., Moustafa, M. A., Elmsery, B. E., & Yousef, H. A. (2022). Review on MgO nanoparticles multifunctional role in the biomedical field: Properties and applications. *Nanomedicine Journal*, 9(1), 1–14.
- [9] Gatou, M.-A., Skylla, E., Dourou, P., Pippa, N., Gazouli, M., Lagopati, N., & Pavlatou, E. A. (2024). Magnesium Oxide (MgO) nanoparticles: Synthetic strategies and biomedical applications. *Crystals*, 14(3), 215.
- [10] Al Alnaieli, L. M., Khalaf, M. M., Gouda, M., Elmushyakh, A., Abou Taleb, M. F., & Abd El-Lateef, H. M. A. (2023). Fabrication of bio-based film comprising metal oxide nanoparticles loaded chitosan for wound dressing applications. *Polymers*, 15(18), 3761.
- [11] Unal, F. (2021). Photoluminescence Investigation of Tb Doped Yb₂O₃ Phosphors Produced by Precipitation Method. *Sakarya University Journal of Science*, 25(4), 1031-1036.
- [12] Unal, F. (2021). Photoluminescence Investigation of Tb Doped Yb₂O₃ Phosphors Produced by Precipitation Method. *Sakarya University Journal of Science*, *25*(4), 1031–1036.

- [13] Păcurariu, C., Lazău, I., Ecsedi, Z., Lazău, R., Barvinschi, P., & Mărginean, G. (2007). New synthesis methods of MgAl_2O_4 spinel. *Journal of the European Ceramic Society*, 27(2), 707–710.
- [14] Ma, Y., & Liu, X. (2019). Kinetics and Thermodynamics of Mg-Al Disorder in MgAl_2O_4 -Spinel: A Review. *Molecules*, 24(9), 1705
- [15] Zawrah, M. F., Hamdad, H., & Meky, S. (2007). Synthesis and characterization of nano MgAl_2O_4 spinel by the co-precipitated method. *Ceramics International*, 33(8), 969-978
- [16] Ozkaya, T., Toprak, M. S., Baykal, A., Kavas, H., Köseoglu, Y., & Aktas, B. (2009). Synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles at 100 °C and its magnetic characterization. *Journal of Alloys and Compounds*, 472(1-2), 18-23.
- [17] Alexandre Bataille. Etude des propriétés physiques des films de Fe_3O_4 épitaxiés et de la polarisation en spin à l'interface $\text{Fe}_3\text{O}_4/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paris Sud - Paris XI, 2005
- [18] H. El Ghandoor, H. M. Zidan, Mostafa M.H. Khalil, M. I. M. Ismail, "Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles", *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 7, pp. 5734-5745, 2012.
- [19] T. McGuire, E. Scott, F. Grannis, Antiferromagnetism in a Cr_2O_3 Crystal, *Phys.Rev.* 102 (4) (1956) 1000.
- [20] A.G. Van Der Geest, M.M. Islam, T. Couvant, B. Diawara, "Energy ordering of grain boundaries in Cr_2O_3 : Insights from theory", *Journal of Physics: Condensed Matter*, 25(22), 225002, 2013.
- [21] P.J. Brown, J.B. Forsyth, E. Lelievre-Berna, F. Tasset, "Determination of the magnetization distribution in Cr_2O_3 using spherical neutron polarimetry", *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 14, no. 9, pp. 1957-1966, 2002.
- [22] Costa, D., Sharkas, K., Islam, M. M., & Marcus, P. (2009). Ab initio study of the chemical states of water on $\text{Cr}_2\text{O}_3(0001)$: From the isolated molecule to saturation coverage. *Surface Science*, 603(17), 2484–2493.

Chapitre III:

Analyse des

diffractogrammes DRX par

le logiciel High Score

III.1. Introduction

Le logiciel HighScore Plus de Malvern Panalytical est une solution avancée pour l'analyse des données de diffraction des rayons X (DRX). Il est largement utilisé dans les domaines de la recherche, du développement et du contrôle qualité pour caractériser la structure cristalline des matériaux. Il nous permet d'identifier les différentes phases présentes dans le matériau, d'analyser quantitativement les composés étudiés, de visualiser 3D des structures cristallines.

Ce logiciel est compatible avec les données du diffractomètre panalytique Malvern ainsi que d'autres fournisseurs.

Comment analyser les diffractogrammes DRX avec le logiciel HighScore Plus ?

Pour analyser les diffractogrammes DRX expérimentales, nous allons suivre les étapes suivantes :

➤ *Importation des données DRX :*

On charge dans HighScore Plus les fichiers de mesures brutes issus du diffractomètre (formats classiques : .raw, .xrdml, .uxd, etc.). Le logiciel peut lire des données provenant de divers fabricants (Malvern Panalytical, Rigaku, Bruker

➤ *Traitement des données :*

Corrections automatiques : suppression du bruit, correction de fond, lissage.

Détection automatique des pics : HighScore Plus trouve les pics d'intensité dans le diffractogramme(er...).

➤ *Identification des phases cristallines*

Le logiciel HighScore Plus compare les pics mesurés à des bases de données (ICDD, COD, ICSD, etc.). Il propose une ou plusieurs correspondances possibles.

L'utilisateur peut affiner manuellement ou laisser le logiciel suggérer les meilleures correspondances.

➤ *Affinement de structure (méthode de Rietveld)*

Après identification, on utilise la méthode de Rietveld pour ajuster un modèle théorique à la mesure expérimentale. Cela permet de :

- Raffiner les paramètres de maille.
- Détecter des déformations ou défauts dans le cristal.
- Quantifier la proportion de chaque phase (quantification multiphasique).

➤ **Analyse avancée possible**

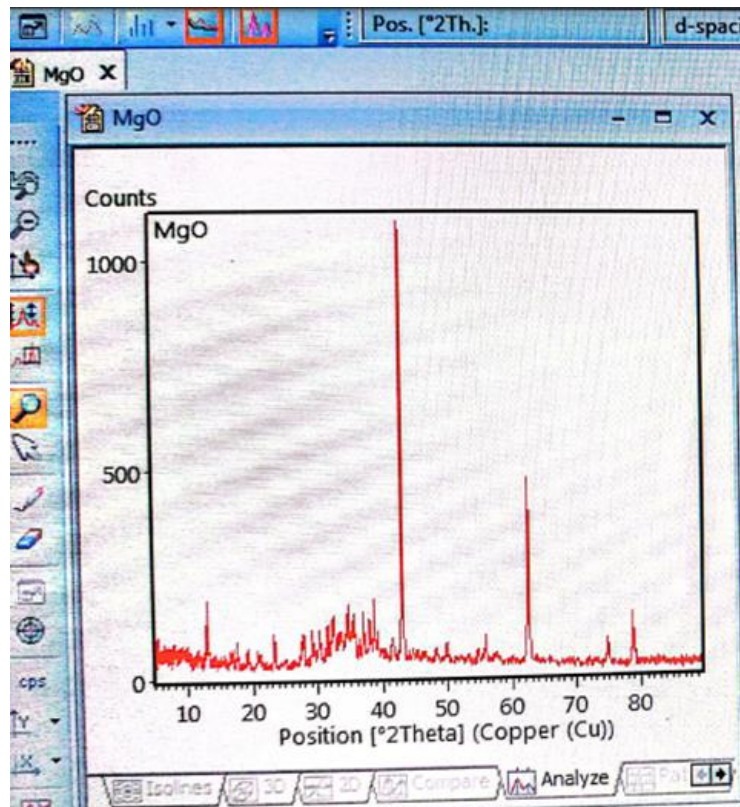
- Calcul de la taille de cristallites et microdéformation via l'élargissement des pics.
- Analyse semi-quantitative même sans affinement complet.
- Comparaison automatique de plusieurs échantillons (ex: avant/après traitement thermique).
- Analyse PCA / cluster pour explorer de grands ensembles de données DRX.

Les images représentées ci-dessus donne une description détaillée sur différentes fenêtres apparaisse durant l'utilisation de la plateforme du logiciel HighScore Plus :

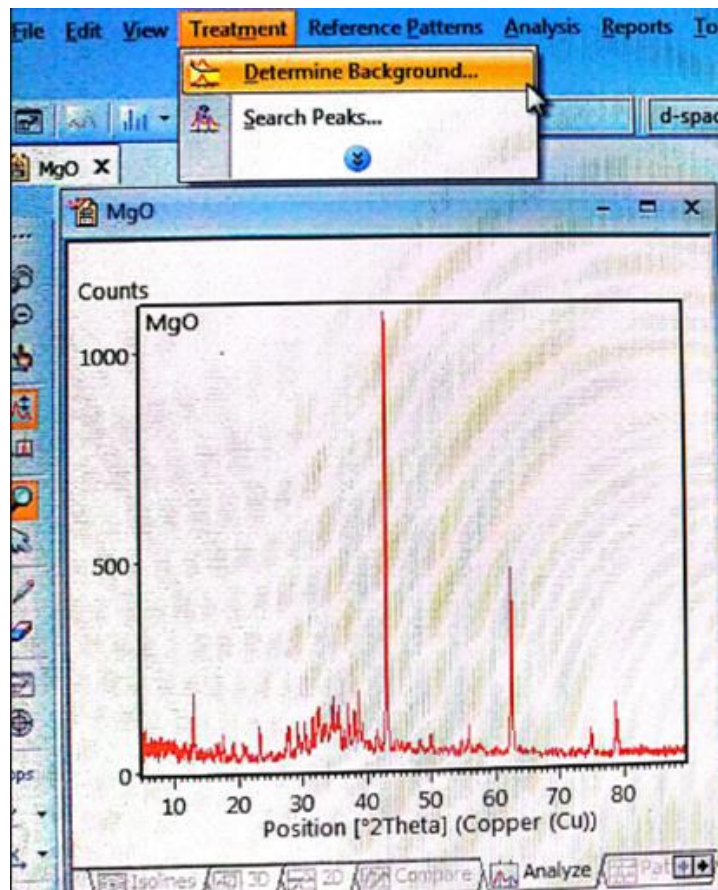
🚦 Lorsqu'on lance la plateforme HighScore Plus :

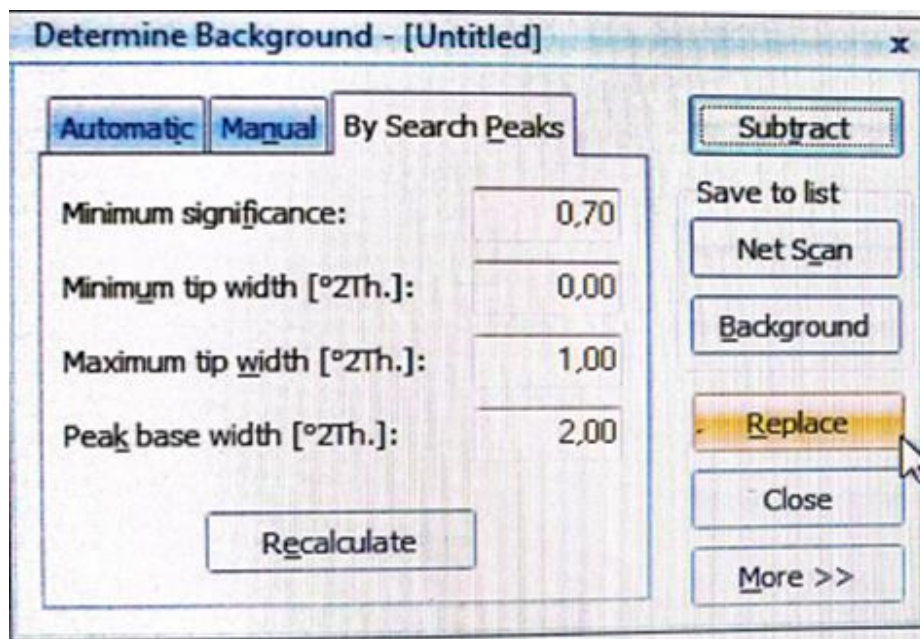


- ✚ Importation des données & le tracé du diffractogrammes DRX :

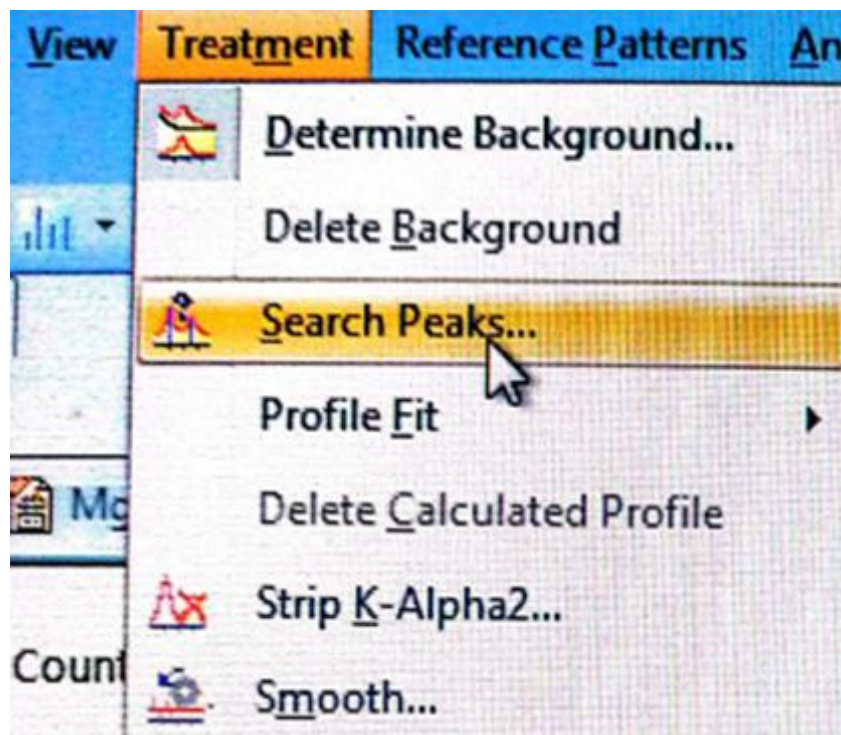


- ✚ Ajustement des points initiaux :

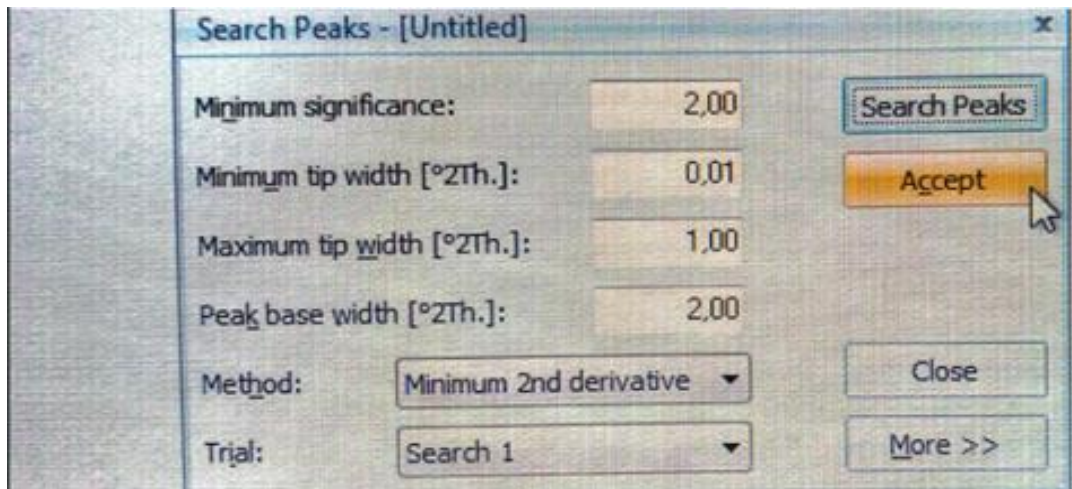




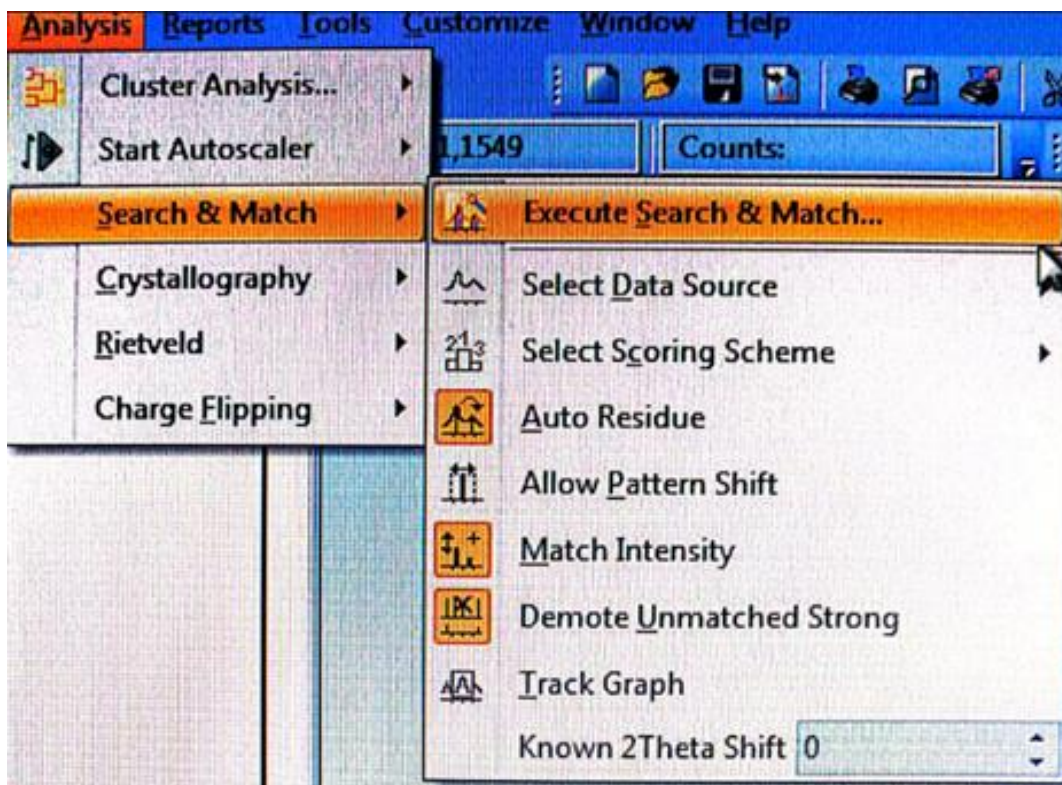
✚ Recherche des pics :



- ✚ Estimation de la largeur à mi hauteur des pics de diffraction :



- ✚ Elargissement de la recherche des pics :



✚ Obtention de la carte compatible et l'enregistrement des paramètres cristallins :

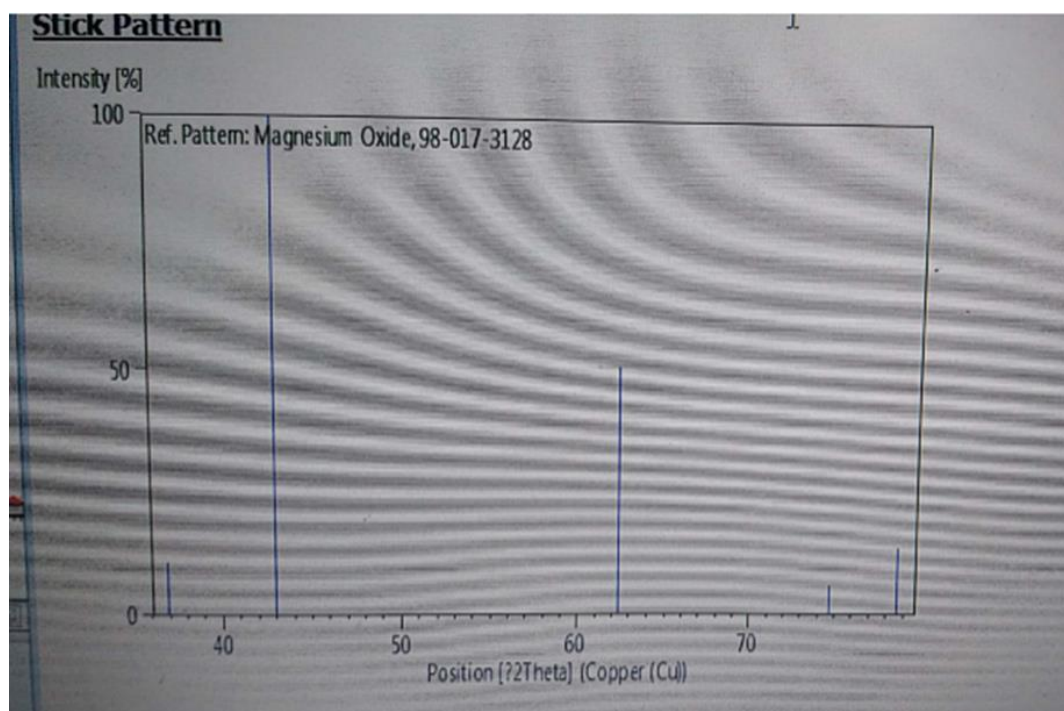
Selected Candidate: 98-017-3128

No.	Ref. Code	Sc	Compound Name	Chemical Formula	Scale Factor	Displacement [°2...
1	ICSD 98-017-3128	51	Magnesium Oxide	Mg ₁ O ₁	0,775	0,000
2	ICSD 98-006-0692	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,856	0,000
3	ICSD 98-010-4844	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,753	0,000
4	ICSD 98-006-4929	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,753	0,000
5	ICSD 98-004-4927	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,753	0,000
6	ICSD 98-006-0492	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,753	0,000
7	ICSD 98-015-8103	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,749	0,000
8	ICSD 98-015-9367	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,749	0,000
9	ICSD 98-015-9368	51	Periclase	Mg ₁ O ₁	0,750	0,000
10	ICSD 98-064-2714	50	Magnesium Oxide	Mg ₁ O ₁	0,862	0,000

<u>Name and formula</u>	
Reference code:	98-017-3128
Compound name:	Magnesium Oxide
Common name:	Magnesium Oxide
Chemical formula:	Mg ₁ O ₁
<u>Crystallographic parameters</u>	
Crystal system:	Cubic
Space group:	F m -3 m
Space group number:	225
a (?):	4,2100
b (?):	4,2100
c (?):	4,2100
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm ³):	3,58
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	74,62
Z:	4,00

Peak list						
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,43064	36,953	11,1
2	0	0	2	2,10500	42,931	100,0
3	0	2	2	1,48846	62,331	51,2
4	1	1	3	1,26936	74,723	6,2
5	2	2	2	1,21532	78,666	14,1

Structure						
No.	Name	Elem.	X	Y	Z	Biso
1	O1	O	0,50000	0,50000	0,50000	0,7896
2	Mg1	Mg	0,00000	0,00000	0,00000	0,7896



III.2. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du ZnO

III.2.1. Diffractogrammes expérimental du ZnO

La figure ci-dessous (figure III-1) représente le diffractogrammes DRX des nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO) synthétisées par le procédé Sol-gel, puis calcinées à la température 450°C [1]. À partir de ce résultat, nous avons observé l'apparition d'un ensemble de pics de diffraction qui seront identifiés par la suite à l'aide du logiciel High Score plus.

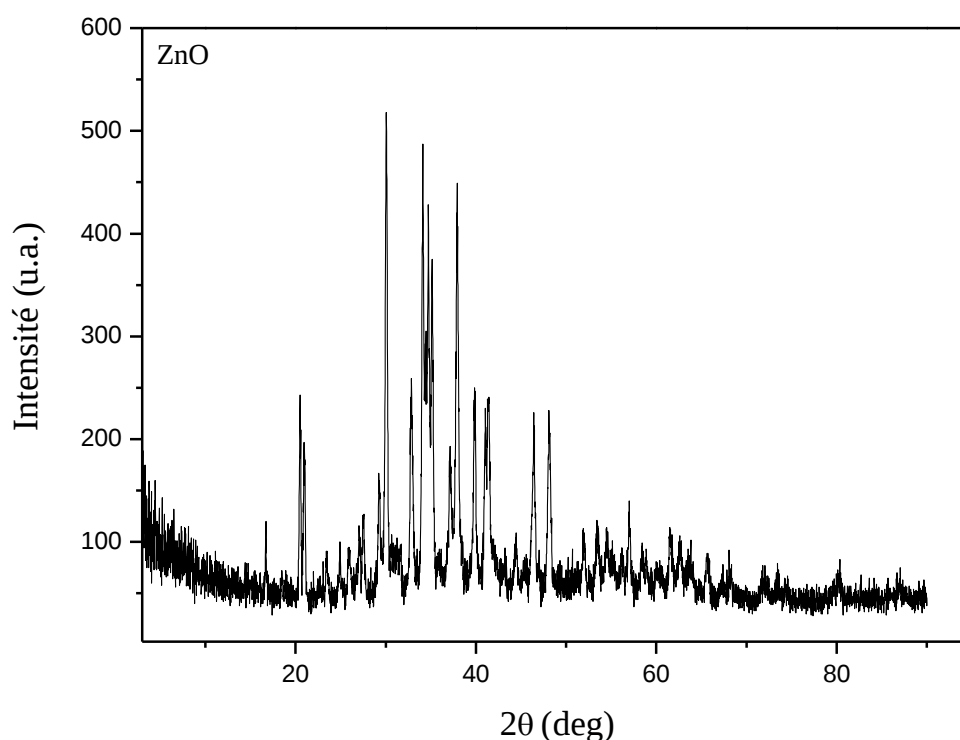


Figure III-1 : Diffractogrammes DRX expérimental du ZnO NPs.

III.2.2. Analyse par le logiciel High Score plus

Pour une meilleure identification des pics de diffraction obtenus pour les nanoparticules d'oxyde de zinc, nous avons procédé à l'utilisation de la plate-forme d'analyse quantitative et qualitative de diffractogrammes DRX (High Score plus). L'analyse par ce logiciel nous a permis de classer notre échantillon parmi les matériaux cristallins, de système hexagonal (selon la carte JCPDS : 98-016-6356).

Les plans (hkl) présentent dans ce diffractogrammes correspondent aux angles de diffraction (2θ) comme suite :

32.63° (010), 35.12° (002), 37.19° (011), 48.70° (012), 58.23° (110), 68.37° (020), 79.25° (022).

Les constant de réseau sont :

$$a = b = 3.16\text{\AA}, c = 5.10\text{\AA} \text{ et } \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$$

De group de symétrie : P_{63mc}

La figure ci-dessous (Figure III-2), représente la carte JCPDS (98-016-6356) pour les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO), obtenus après l'utilisation de la plateforme High Score plus. Cette figure illustre avec précision la présence de douze pics de diffraction à propos ce matériau.

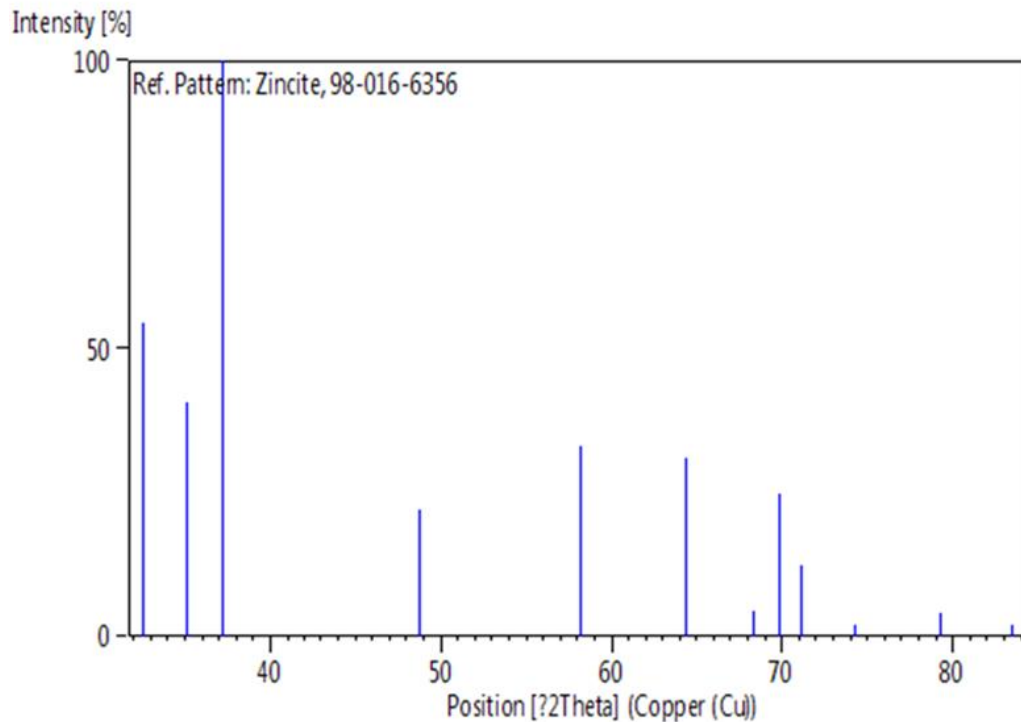


Figure III-2 : Carte JCPDS du ZnO.

La figure ci-dessous (Figure III-3), présente l'identification de l'ensemble des pics de diffraction obtenus expérimentalement avec ceux de références (carte JCPDS) obtenus à l'aide du logiciel High Score plus. Cette comparaison confirme la présence d'une seule phase cristallographique pour notre oxyde. Ces résultats montrent aussi la bonne pureté des nanoparticules étudiées ici (les pics non identifiés correspondent à la présence de quelques traces d'impuretés, qui peuvent être identifiés par d'autres techniques de caractérisation).

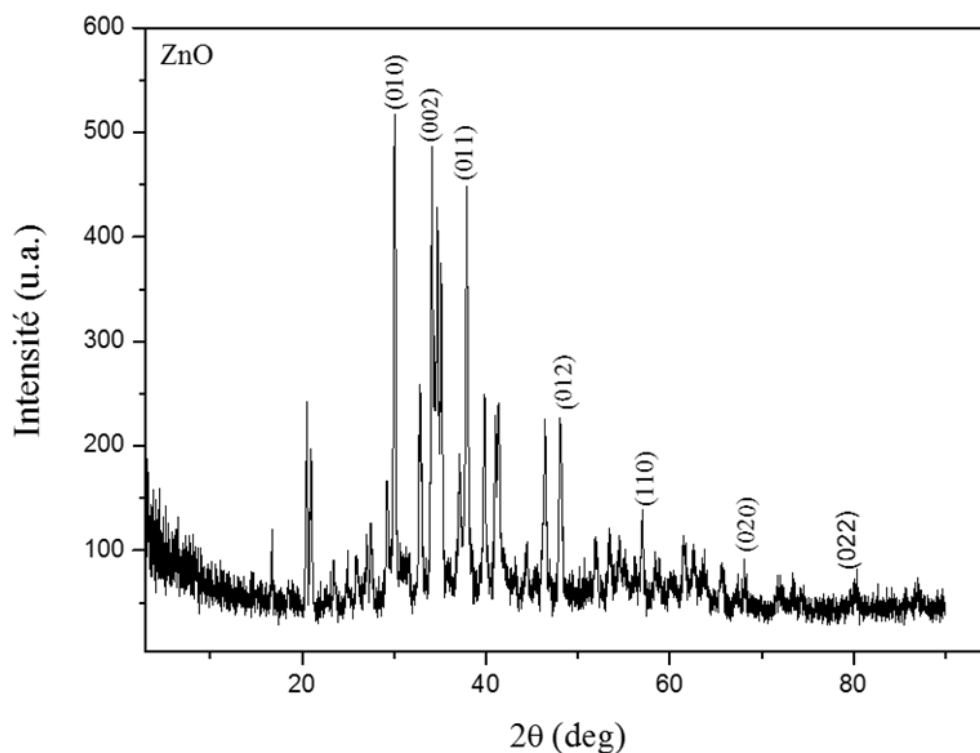


Figure III-3 : Diffractogrammes DRX du ZnO analysé par le logiciel High Score plus

III.2.3. Paramètres cristallographiques du ZnO

Le tableau ci-dessous (Tableau III-1), récapitule quelques paramètres cristallographiques obtenus après l'analyse par le logiciel High Score Plus.

Système cristallin	Hexagonal
Groupe spatial	P_{63mc}
Densité calculée (g /cm³)	6.10
Paramètres de la maille	$a = 3.16 \text{ \AA}$
	$b = 3.16 \text{ \AA}$
	$c = 5.10 \text{ \AA}$
	$\text{Alpha} = 90^\circ$
	$\text{Bêta} = 90^\circ$
	$\text{Gamma} = 120^\circ$

Tableau III-1 : Paramètres cristallographiques du ZnO

III.3. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du MgO

III.3.1. Diffractogrammes expérimental du MgO

La figure ci-dessous (figure III-4) représente le diffractogrammes DRX des nanoparticules l'oxyde de magnésium (MgO) synthétisées par le procédé Sol-gel, puis calcinées à la température 600°C [2]. À partir de ce résultat, nous avons observé l'apparition d'un ensemble de pics de diffraction qui seront identifiés par la suite à l'aide du logiciel High Score plus.

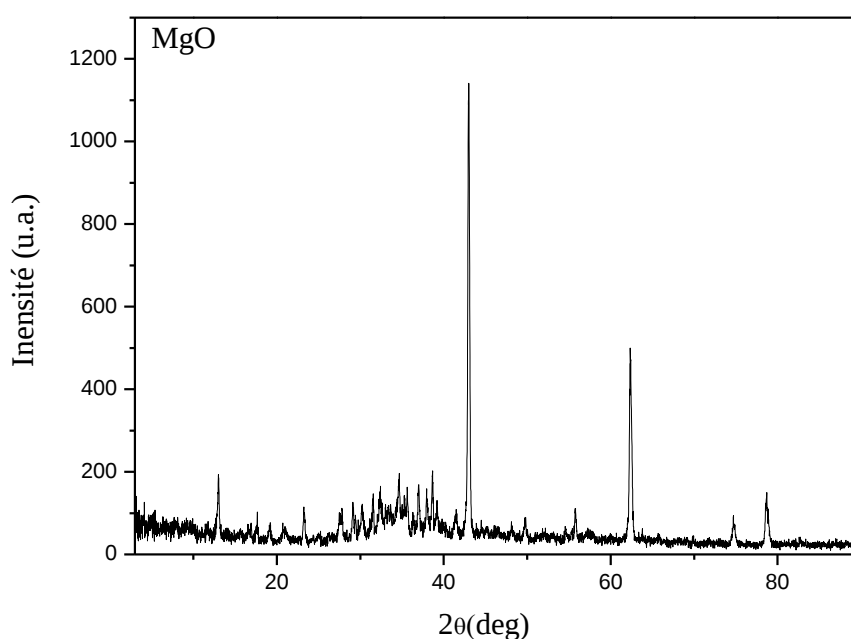


Figure III-4 : Diffractogrammes DRX expérimental du MgO NPs.

III.3.2. Analyse par le logiciel High Score plus

Pour une meilleure identification des pics de diffraction obtenus pour les nanoparticules l'oxyde de magnésium, nous avons procédé à l'utilisation de la plate-forme d'analyse quantitative et qualitative de diffractogrammes DRX (High Score plus). L'analyse par ce logiciel nous a permis de classer notre échantillon parmi les matériaux cristallins, de système Cubique (selon la carte JCPDS : 98-017-3128).

Les plans (hkl) présentent dans ce diffractogrammes correspondent aux angles de diffraction (2θ) comme suite :

36.95°(111), 42.93°(002), 62.33°(022), 74.72°(113), 78.66°(222)

Les constant de réseau sont :

$$a = b = c = 4.21\text{\AA} \text{ et } \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

De group de symétrie : F_{m3m}

La figure ci-dessous (Figure III-5), représente la carte JCPDS (98-017-3128) pour les nanoparticules l'oxyde de magnésium (MgO), obtenus après l'utilisation de la plateforme High Score plus. Cette figure illustre avec précision la présence de douze pics de diffraction à propos ce matériau.

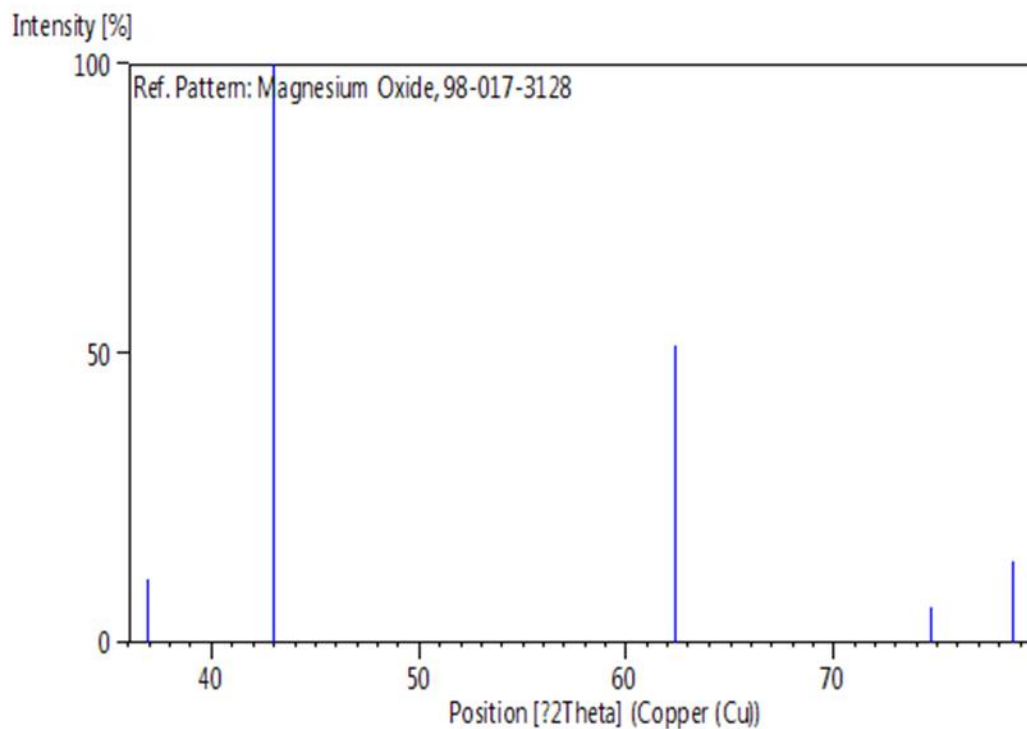


Figure III-5: Carte JCPDS du MgO.

La figure ci-dessous (Figure III-6), présente l'identification de l'ensemble des pics de diffraction obtenus expérimentalement avec ceux de références (carte JCPDS) obtenus à l'aide du logiciel High Score plus. Cette comparaison confirme la présence d'une seule phase cristallographique pour notre oxyde. Ces résultats montrent aussi la bonne pureté des nanoparticules étudiées ici (les pics non identifiés correspondent à la présence de quelques traces d'impuretés, qui peuvent être identifiés par d'autres techniques de caractérisation).

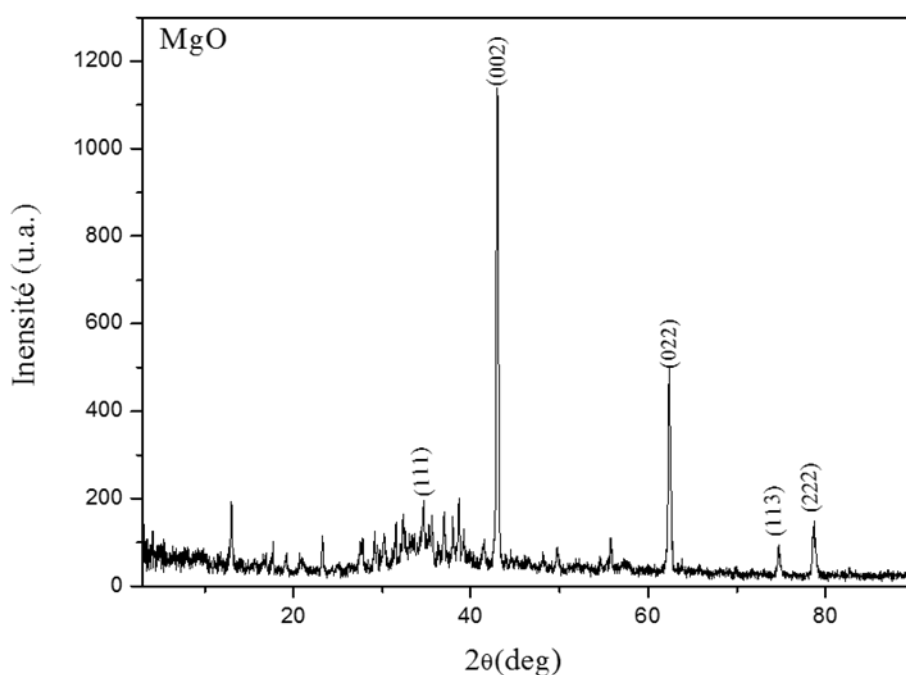


Figure III-6 : Diffractogrammes DRX du MgO analysé par le logiciel High Score plus

III.3.3. Paramètres cristallographiques du MgO

Le tableau ci-dessous (Tableau III-2), récapitule quelques paramètres cristallographiques obtenus après l'analyse par le logiciel High Score Plus.

Système cristallin	Cubique
Groupe spatial	F_{m3m}
Densité calculée (g /cm³)	74.62
Paramètres de la maille	$a = 4.21\text{\AA}$
	$b = 4.21\text{\AA}$
	$c = 4.21\text{\AA}$
	$\text{Alpha} = 90^\circ$
	$\text{Bêta} = 90^\circ$
	$\text{Gamma} = 90^\circ$

Tableau III-2 : Paramètres cristallographiques du MgO

III.4. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du Fe_3O_4

III.4.1. Diffractogrammes expérimental du Fe_3O_4

La figure ci-dessous (figure III-7) représente le diffractogrammes DRX des nanoparticules d'oxyde de fer (Fe_3O_4) synthétisées par le procédé Sol-gel, puis calcinées à la température 150°C et 250°C [3]. À partir de ce résultat, nous avons observé l'apparition d'un ensemble de pics de diffraction qui seront identifiés par la suite à l'aide du logiciel High Score plus.

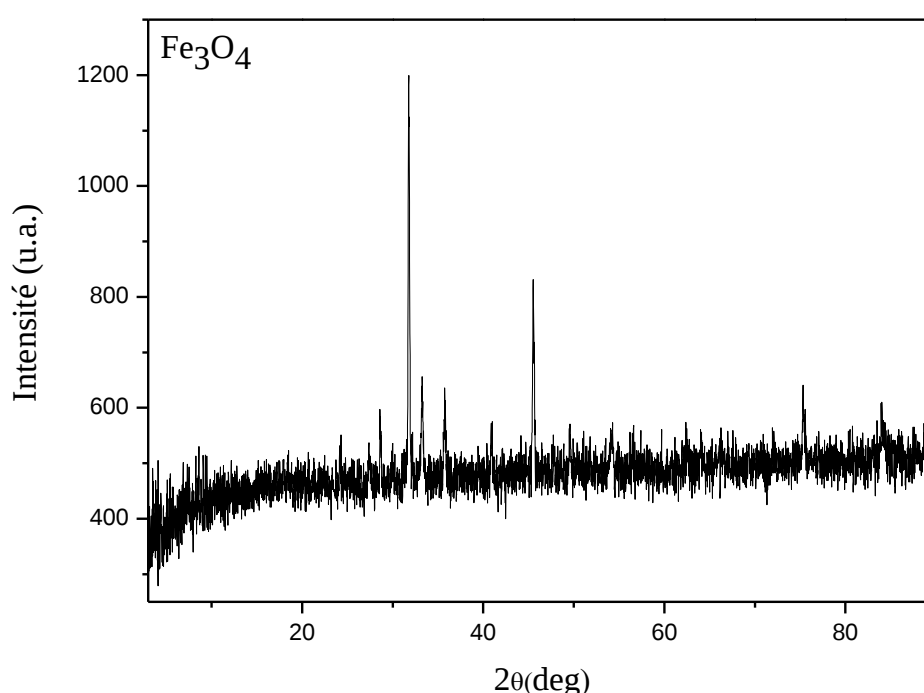


Figure III-7 : Diffractogrammes DRX expérimental du Fe_3O_4 NPs.

III.4.2. Analyse par le logiciel High Score plus

Pour une meilleure identification des pics de diffraction obtenus pour les nanoparticules d'oxyde de fer, nous avons procédé à l'utilisation de la plate-forme d'analyse quantitative et qualitative de diffractogrammes DRX (High Score plus). L'analyse par ce logiciel nous a permis de classer notre échantillon parmi les matériaux cristallins, de système Cubique (selon la carte JCPDS : 98-015-8505).

Les plans (hkl) présentent dans ce diffractogrammes correspondent aux angles de diffraction (2θ) comme suite :

18.45°(111), 30.36°(022), 35.60°(113), 47.47°(004), 53.94°(224), 75.77°(226)

Les constant de réseau sont :

$$a = b = c = 8.32\text{\AA} \text{ et } \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

De group de symétrie : F_{d3m}

La figure ci-dessous (Figure III-8), représente la carte JCPDS (98-015-8505) pour les nanoparticules d'oxyde de fer (Fe_3O_4), obtenus après l'utilisation de la plateforme High Score plus. Cette figure illustre avec précision la présence de douze pics de diffraction à propos ce matériau.

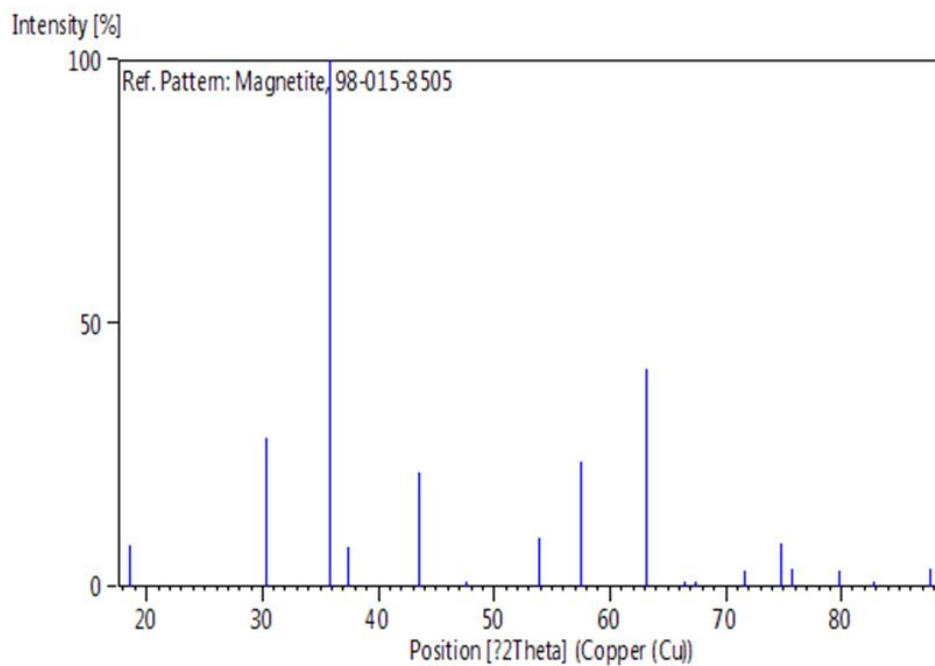


Figure III-8 : Carte JCPDS du Fe_3O_4 .

La figure ci-dessous (Figure III-9), présente l'identification de l'ensemble des pics de diffraction obtenus expérimentalement avec ceux de références (carte JCPDS) obtenus à l'aide du logiciel High Score plus. Cette comparaison confirme la présence d'une seule phase cristallographique pour notre oxyde. Ces résultats montrent aussi la bonne pureté des nanoparticules étudiées ici (les pics non identifiés correspondent à la présence de quelques traces d'impuretés, qui peuvent être identifiés par d'autres techniques de caractérisation).

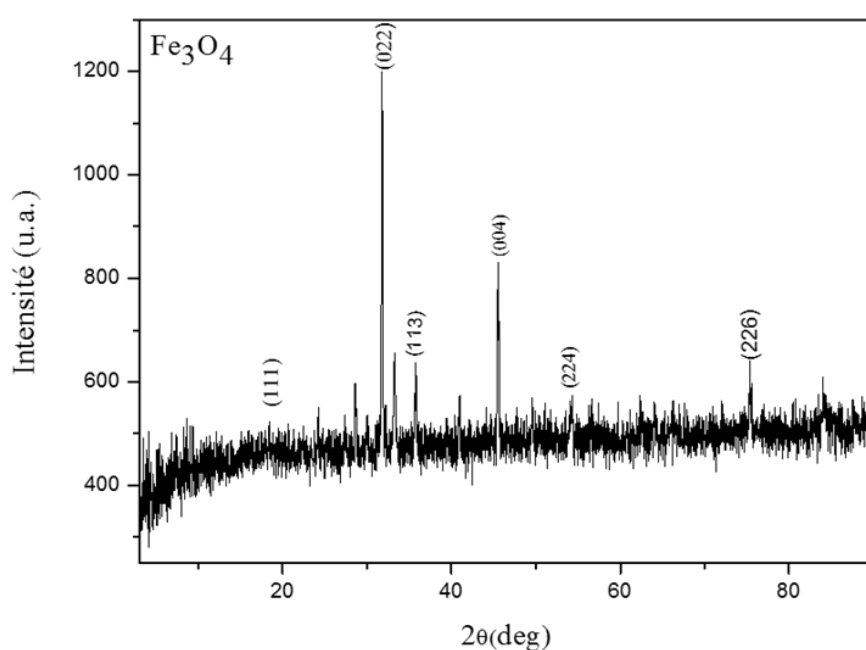


Figure III-9 : Diffractogrammes DRX du Fe₃O₄ analysé par le logiciel High Score plus

III.4.3. Paramètres cristallographiques du Fe_3O_4

Le tableau ci-dessous (Tableau III-3), récapitule quelques paramètres cristallographiques obtenus après l'analyse par le logiciel High Score Plus.

Système cristallin	Cubique
Groupe spatial	F_{d3m}
Densité calculée (g/cm^3)	5.34
Paramètres de la maille	$a = 8.32\text{\AA}$
	$b = 8.32\text{\AA}$
	$c = 8.32\text{\AA}$
	$\text{Alpha} = 90^\circ$
	$\text{Bêta} = 90^\circ$
	$\text{Gamma} = 90^\circ$

Tableau III-3 : Paramètres cristallographiques du Fe_3O_4

III.5. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du Yb_2O_3

III.5.1. Diffractogrammes expérimental du Yb_2O_3

La figure ci-dessous (figure III-10) représente le diffractogrammes DRX des nanoparticules L'oxyde d'Ytterbium(Yb_2O_3) synthétisées par le procédé Sol-gel, puis calcinées à la température 1000°C [4]. À partir de ce résultat, nous avons observé l'apparition d'un ensemble de pics de diffraction qui seront identifiés par la suite à l'aide du logiciel High Score plus.

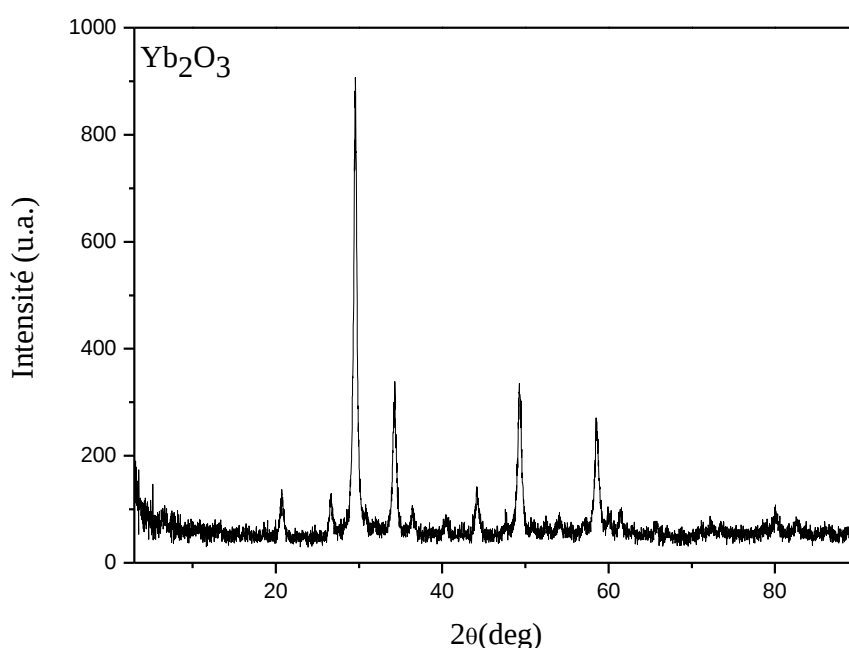


Figure III-10 : Diffractogrammes DRX expérimental du Yb_2O_3 NPs.

III.5.2. Analyse par le logiciel High Score plus

Pour une meilleure identification des pics de diffraction obtenus pour les nanoparticules L'oxyde d'Ytterbium, nous avons procédé à l'utilisation de la plate-forme d'analyse quantitative et qualitative de diffractogrammes DRX (High Score plus). L'analyse par ce logiciel nous a permis de classer notre échantillon parmi les matériaux cristallins, de système Cubique (selon la carte JCPDS : 98-003-9181).

Les plans (hkl) présentent dans ce diffractogrammes correspondent aux angles de diffraction (2θ) comme suite :

20.78°(112), 29.56°(222), 34.27°(004), 44.12°(143), 49.24°(044), 58.49°(226), 79.90°(266)

Les constant de réseau sont :

$$a = b = c = 10,45\text{\AA} \text{ et } \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

De group de symétrie : I_{a-3}

La figure ci-dessous (Figure III-11), représente la carte JCPDS (98-003-9181) pour les nanoparticules L'oxyde d'Ytterbium (Yb_2O_3), obtenus après l'utilisation de la plateforme High Score plus. Cette figure illustre avec précision la présence de douze pics de diffraction à propos ce matériau.

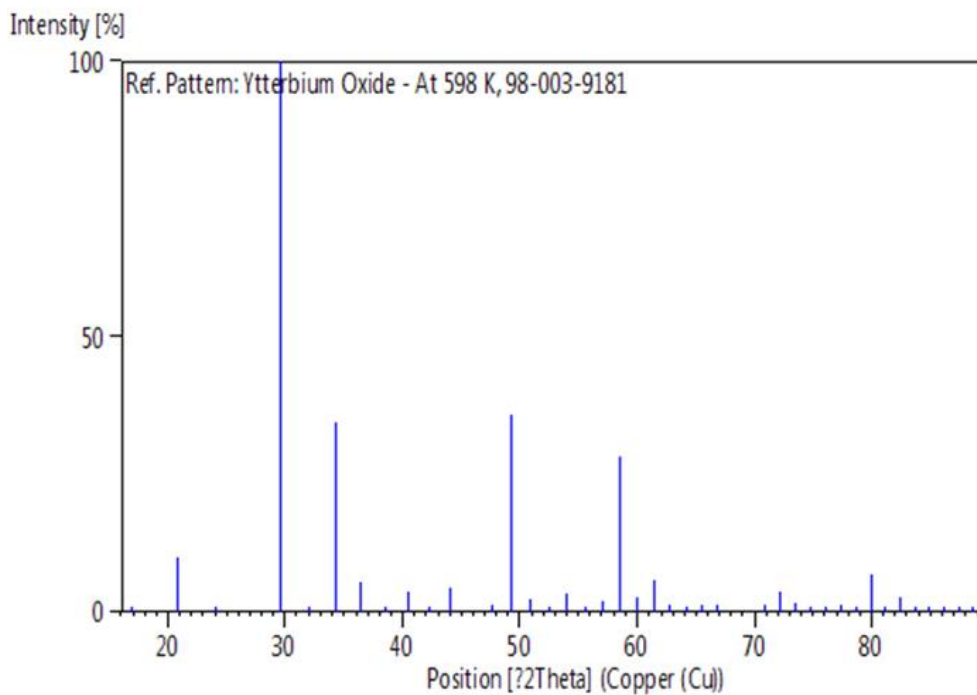


Figure III-11 : Carte JCPDS du Yb_2O_3 .

La figure ci-dessous (Figure III-12), présente l'identification de l'ensemble des pics de diffraction obtenus expérimentalement avec ceux de références (carte JCPDS) obtenus à l'aide du logiciel High Score plus. Cette comparaison confirme la présence d'une seule phase cristallographique pour notre oxyde. Ces résultats montrent aussi la bonne pureté des nanoparticules étudiées ici (les pics non identifiés correspondent à la présence de quelques traces d'impuretés, qui peuvent être identifiés par d'autres techniques de caractérisation).

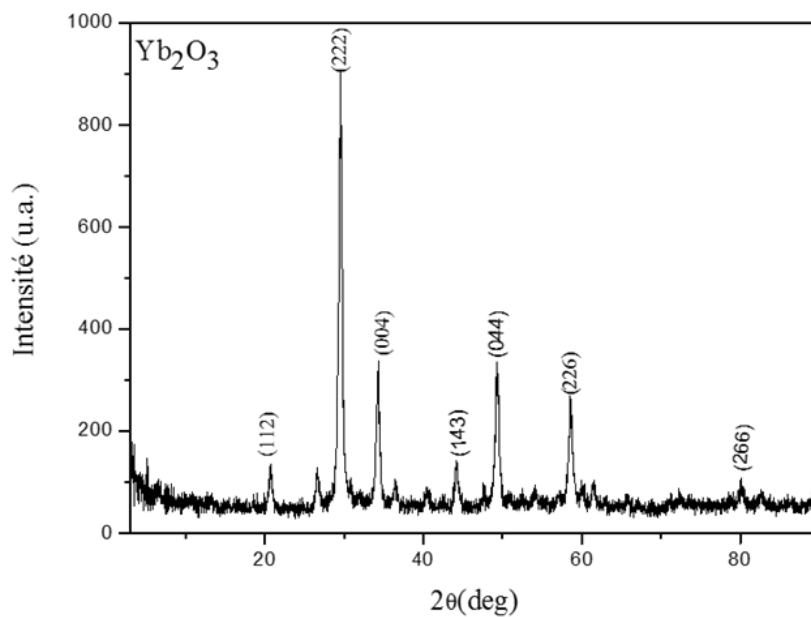


Figure III-12 : Diffractogrammes DRX du Yb_2O_3 analysé par le logiciel High Score plus

III.5.3. Paramètres cristallographiques du Yb_2O_3

Le tableau ci-dessous (Tableau III-4), récapitule quelques paramètres cristallographiques obtenus après l'analyse par le logiciel High Score Plus.

Système cristallin	Cubique
Groupe spatial	I_{a-3}
Densité calculée (g/cm^3)	9.15
Paramètres de la maille	$a = 10.45\text{\AA}$
	$b = 10.45\text{\AA}$
	$c = 10.45\text{\AA}$
	$\text{Alpha} = 90^\circ$
	$\text{Bêta} = 90^\circ$
	$\text{Gamma} = 90^\circ$

Tableau III-4 : Paramètres cristallographiques du Yb_2O_3

III.6. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du ZnSO_4

III.6.1. Diffractogrammes expérimental du ZnSO_4

La figure ci-dessous (figure III-13) représente le diffractogrammes DRX des nanoparticules sulfate de zinc (ZnSO_4) synthétisées par le procédé Sol-gel, puis calcinées à la température 550°C [5]. À partir de ce résultat, nous avons observé l'apparition d'un ensemble de pics de diffraction qui seront identifiés par la suite à l'aide du logiciel High Score plus.

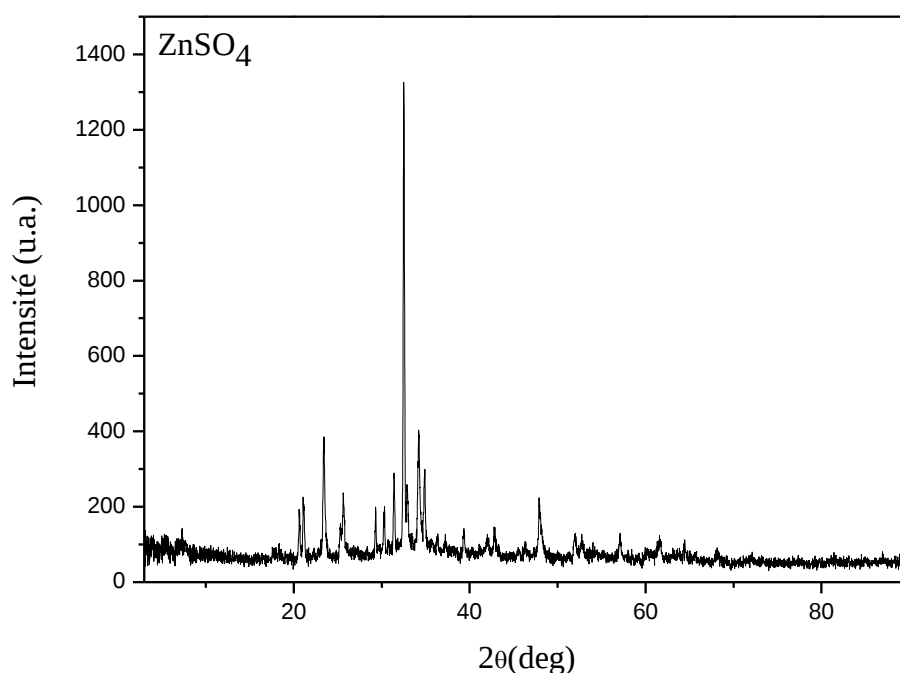


Figure III-13 : Diffractogrammes DRX expérimental du ZnSO_4 NPs.

III.6.2. Analyse par le logiciel High Score plus

Pour une meilleure identification des pics de diffraction obtenus pour les nanoparticules sulfate de zinc, nous avons procédé à l'utilisation de la plate-forme d'analyse quantitative et qualitative de diffractogrammes DRX (High Score plus). L'analyse par ce logiciel nous a permis de classer notre échantillon parmi les matériaux cristallins, de système Cubique (selon la carte JCPDS : 98-000-2457).

Les plans (hkl) présentent dans ce diffractogrammes correspondent aux angles de diffraction (2θ) comme suite :

21.43°(111), 24,79°(002), 35.35°(022), 45.79°(113), 48.85°(004), 63.45°(024)

Les constant de réseau sont :

$$a = b = c = 7.176\text{\AA} \text{ et } \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

De group de symétrie : F_{-43m}

La figure ci-dessous (Figure III-14), représente la carte JCPDS (98-000-2457) pour les nanoparticules sulfate de zinc (ZnSO_4), obtenus après l'utilisation de la plateforme High Score plus. Cette figure illustre avec précision la présence de douze pics de diffraction à propos ce matériau.

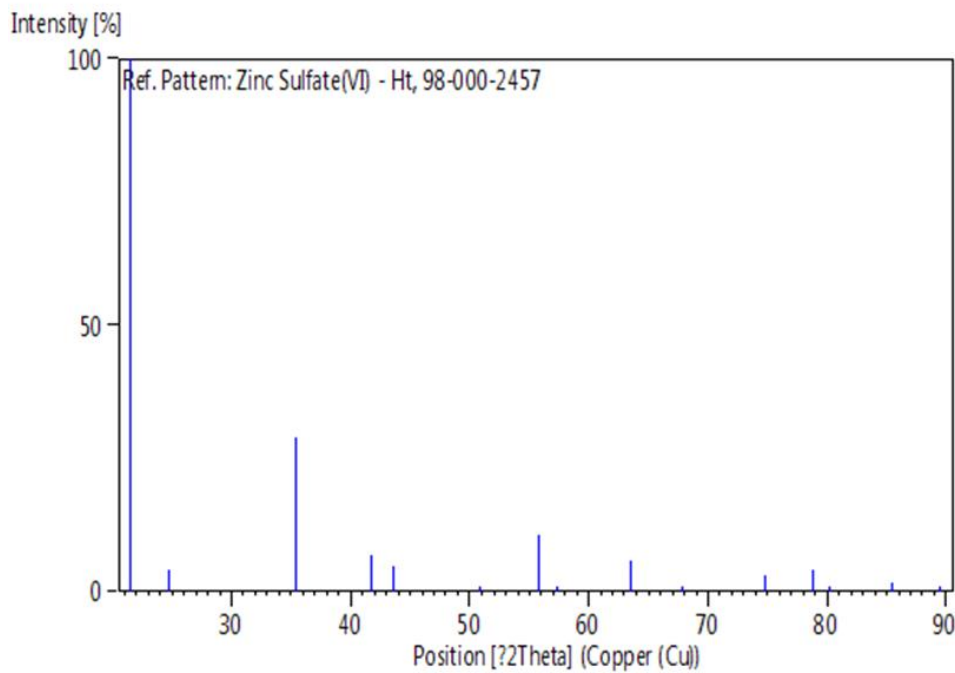


Figure III-14 : Carte JCPDS du ZnSO_4

La figure ci-dessous (Figure III-15), présente l'identification de l'ensemble des pics de diffraction obtenus expérimentalement avec ceux de références (carte JCPDS) obtenus à l'aide du logiciel High Score plus. Cette comparaison confirme la présence d'une seule phase cristallographique pour notre oxyde. Ces résultats montrent aussi la bonne pureté des nanoparticules étudiées ici (les pics non identifiés correspondent à la présence de quelques traces d'impuretés, qui peuvent être identifiés par d'autres techniques de caractérisation).

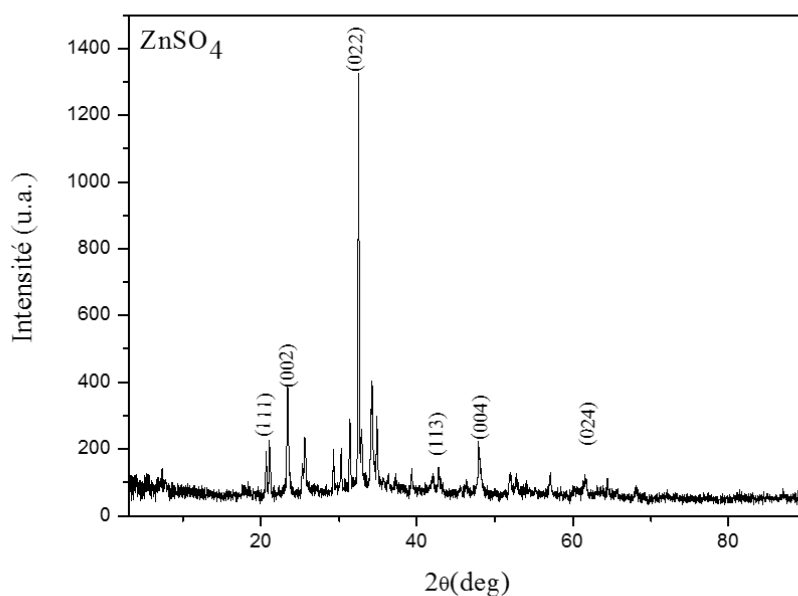


Figure III-15 : Diffractogrammes DRX du ZnSO₄ analysé par le logiciel High Score plus

III.6.3. Paramètres cristallographiques du ZnSO_4

Le tableau ci-dessous (Tableau III-5), récapitule quelques paramètres cristallographiques obtenus après l'analyse par le logiciel High Score Plus.

Système cristallin	Cubique
Groupe spatial	F_{-43m}
Densité calculée (g/cm^3)	2.90
Paramètres de la maille	$a = 7.17\text{\AA}$
	$b = 7.17\text{\AA}$
	$c = 7.17\text{\AA}$
	$\text{Alpha} = 90^\circ$
	$\text{Bêta} = 90^\circ$
	$\text{Gamma} = 90^\circ$

Tableau III-5 : Paramètres cristallographiques du ZnSO_4

III.7. Analyse du diffractogrammes expérimental DRX du MgAl_2O_4

III.7.1. Diffractogrammes expérimental du MgAl_2O_4

La figure ci-dessous (figure III-16) représente le diffractogrammes DRX des nanoparticules Oxyde de d'aluminium (MgAl_2O_4) synthétisées par le procédé Sol-gel, puis calcinées à la température 800°C [6]. À partir de ce résultat, nous avons observé l'apparition d'un ensemble de pics de diffraction qui seront identifiés par la suite à l'aide du logiciel High Score plus.

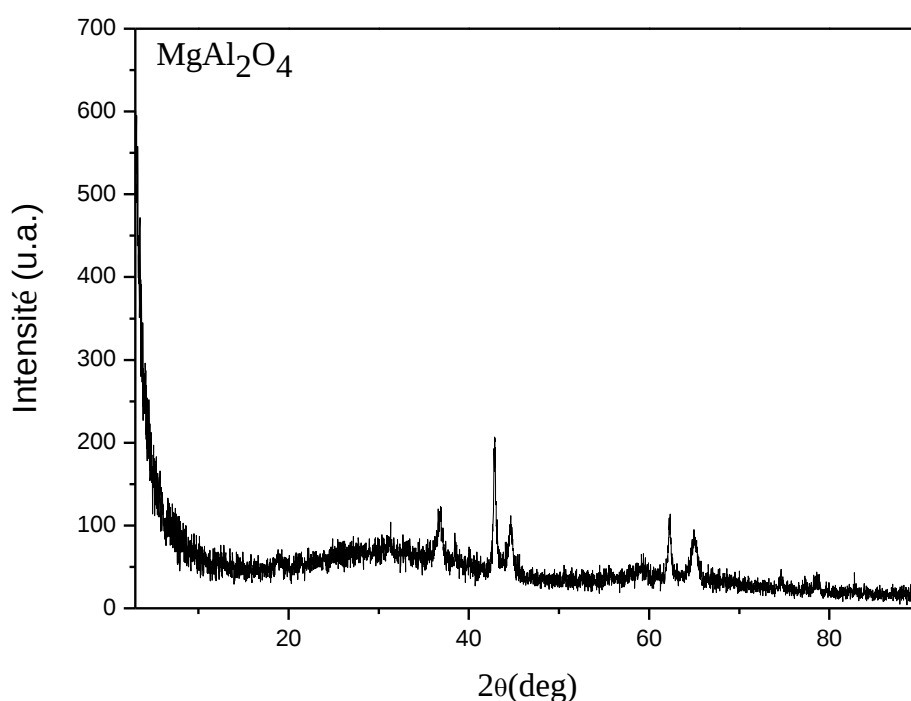


Figure III-16 : Diffractogrammes DRX expérimental du MgAl_2O_4 NPs.

III.7.2. Analyse par le logiciel High Score plus

Pour une meilleure identification des pics de diffraction obtenus pour les nanoparticules Oxyde de d'aluminium, nous avons procédé à l'utilisation de la plate-forme d'analyse quantitative et qualitative de diffractogrammes DRX (High Score plus). L'analyse par ce logiciel nous a permis de classer notre échantillon parmi les matériaux cristallins, de système Cubique (selon la carte JCPDS : 98-009-1369).

Les plans (hkl) présentent dans ce diffractogramme correspondent aux angles de diffraction (2θ) comme suite :

$$31.05^\circ(022), 36.59^\circ(113), 44.49^\circ(004), 64.74^\circ(044)$$

Les constantes de réseau sont :

$$a = b = c = 8,10\text{\AA} \text{ et } \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

De groupe de symétrie : F_{d3m}

La figure ci-dessous (Figure III-17), représente la carte JCPDS (98-009-1369) pour les nanoparticules Oxyde de d'aluminium ($MgAl_2O_4$), obtenus après l'utilisation de la plateforme High Score plus. Cette figure illustre avec précision la présence de douze pics de diffraction à propos ce matériau.

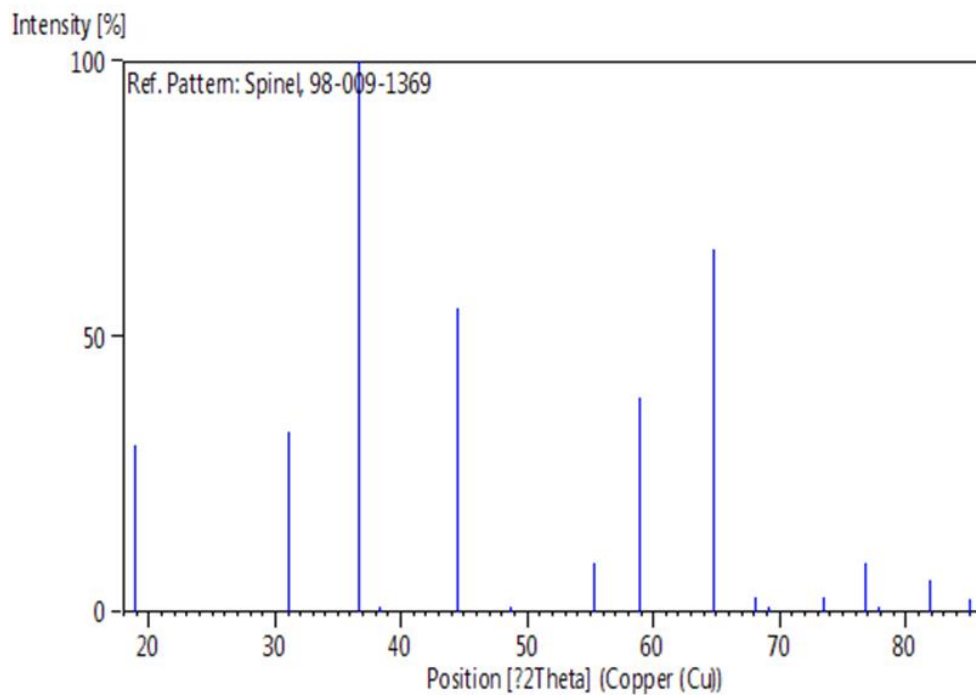


Figure III-17 : Carte JCPDS du $MgAl_2O_4$

La figure ci-dessous (Figure III-18), présente l'identification de l'ensemble des pics de diffraction obtenus expérimentalement avec ceux de références (carte JCPDS) obtenus à l'aide du logiciel High Score plus. Cette comparaison confirme la présence d'une seule phase cristallographique pour notre oxyde. Ces résultats montrent aussi la bonne pureté des nanoparticules étudiées ici (les pics non identifiés correspondent à la présence de quelques traces d'impuretés, qui peuvent être identifiés par d'autres techniques de caractérisation).

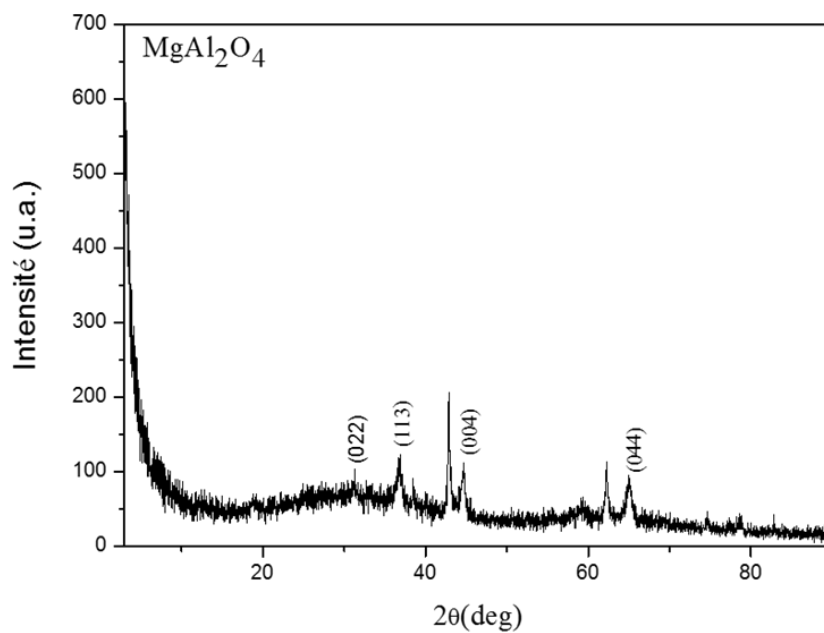


Figure III-18 : Diffractogrammes DRX du MgAl_2O_4 analysé par le logiciel High Score plus

III.7.3. Paramètres cristallographiques du MgAl_2O_4

Le tableau ci-dessous (Tableau III-6), récapitule quelques paramètres cristallographiques obtenus après l'analyse par le logiciel High Score Plus.

Système cristallin	Cubique
Groupe spatial	F_{d3m}
Densité calculée (g/cm^3)	3.55
Paramètres de la maille	$a = 8.10 \text{ \AA}$
	$b = 8.10 \text{ \AA}$
	$c = 8.10 \text{ \AA}$
	$\text{Alpha} = 90^\circ$
	$\text{Bêta} = 90^\circ$
	$\text{Gamma} = 90^\circ$

Tableau III-6 : Paramètres cristallographiques du MgAl_2O_4

III.8. Détermination de la taille moyenne de particules

Dans la deuxième partie de ce travail, nous avons procédé à la détermination de la taille moyenne de particules (D), en utilisant l'équation de Debye-Scherrer. Cette équation est donnée par:

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \times \cos(\theta)}$$

avec :

λ (nm) : est la longueur de rayon x de la raie $K\alpha$ du cuivre ($\lambda = 0.154$ nm)

β (rd) : est la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction.

θ (deg) : est l'angle de diffraction.

Les résultats obtenus pour nos échantillons étudiés sont récapitulés dans les tableaux ci-dessous.

2θ	β (deg)	D (nm)
32	0.278	29.89
35	0.307	27.20
37	0.325	26.57
48	0.481	18.06
58	0.402	22.53
68	0.393	24.85
79	0.183	58.36
$D_{\text{moy}} = 29.62 \text{ nm}$		

Tableau III-7 : Taille moyenne de particules pour le ZnO NPs.

2θ	β (deg)	D (nm)
35	0.201	11.56
42	0.265	32.27
62	0.318	29.39
74	0.376	26.69
78	0.292	35.66
$D_{\text{moy}} = 27.11 \text{ nm}$		

Tableau III-8 : Taille moyenne de particules pour le MgO NPs.

2θ	β (deg)	D (nm)
20	0.402	20.10
29	0.449	18.83
34	0.488	17.05
44	0.367	23.35
49	0.531	16.55
58	0.536	16.50
79	0.183	66.52
$D_{\text{moy}} = 25.55 \text{ nm}$		

Tableau III-9 : Taille moyenne de particules pour le Yb_2O_3 NPs.

2θ	β (deg)	D (nm)
31	0.026	31.96
36	0.685	13.48
44	0.612	14.95
64	0.574	15.63
$D_{\text{moy}} = 19.01 \text{ nm}$		

Tableau III-10 : Taille moyenne de particules pour le MgAl_2O_4 NPs.

2θ	β (deg)	D (nm)
18	0.124	70.16
30	0.275	35.87
35	0.321	29.06
47	0.469	18.89
53	0.411	21.59
75	0.311	34.94
$D_{\text{moy}} = 35.05 \text{ nm}$		

Tableau III-11 : Taille moyenne de particules pour le Fe₃O₄ NPs.

2θ	β (deg)	D (nm)
21	0.36	23.49
24	0.28	35.42
35	0.172	48.44
45	0.249	37.50
58	0.433	21.67
63	0.383	27.09
$D_{\text{moy}} = 32.26 \text{ nm}$		

Tableau III-12 : Taille moyenne de particules pour le ZnSO₄ NPs.

III.9. Conclusion

High Score Plus est un logiciel professionnel utilisé pour le traitement et l'interprétation de données DRX expérimentales. Il se distingue par sa richesse fonctionnelle, son interface conviviale, et sa compatibilité avec les principales bases de données cristallographiques. En résumé, HighScore Plus est un outil de référence pour toute analyse DRX avancée, fiable et soutenu par une large communauté scientifique.

- [1] Srivastava, V., Gusain, D., & Sharma, Y. C. (2013). Synthesis, characterization and application of zinc oxide nanoparticles (n-ZnO). *Ceramics International*, 39(7), 9803–9808.
- [2] Taglieri, G., Daniele, V., & Mondelli, C. (2017). MgO nanoparticles synthesized starting from an innovative one-step process. *Journal of the American Ceramic Society*, 100(12), 5766–5778.
- [3] Indrayana, I. P. T., & Tuny, M. T. (2021). Particles Size and Lattice Strain Effect on the Optical Constants of Fe₃O₄ Nanoparticles. *Indonesian Physical Review*, 4(1), 23–42.
- [4] Unal, F. (2021). Photoluminescence Investigation of Tb Doped Yb₂O₃ Phosphors Produced by Precipitation Method. *Sakarya University Journal of Science*, *25*(4), 1031–1036.
- [5] Ulfa, M., Aziza, H. (2025). Sustainable Development of ZnSO₄·H₂O and ZnO via Gelatin-Based Colloids for Advance Dye Photodegradation. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 20 (2), 221-233.
- [6] Al-Farraj, E. S., & Abdelrahman, E. A. (2024). Efficient Photocatalytic Degradation of Congo Red Dye Using Facilely Synthesized and Characterized MgAl₂O₄ Nanoparticles. *ACS Omega*, 9(5), 4870–4880.

Conclusion générale

Les rayons X et les plateformes d'analyse (comme le logiciel HighScore Plus) constituent un ensemble essentiel au développement des avancées scientifiques et technologiques. Grâce à leur capacité à traverser la matière (un degré de pénétration très élevé), les rayons X sont devenus des outils incontournables pour la caractérisation des matériaux dans divers domaines.

Les oxydes étudiés dans ce travail se distinguent par la richesse de leurs propriétés physico-chimiques, qui leur confèrent un rôle central dans des applications diverses telles que la catalyse, l'électronique, la médecine, ...etc.

Afin d'exploiter pleinement le potentiel de ces matériaux, des plateformes spécialisées tels que le logiciel HighScore Plus permettent une analyse précise et rigoureuse des données de diffraction, facilitant l'identification et l'étude des structures cristallines à l'échelle atomique.

Dans notre travail nous avons analysé qualitativement et quantitativement des données expérimentales de diffraction de quelques oxydes (ZnO , MgO , Yb_2O_3 , MgAl_2O_4 , Fe_3O_4 et ZnSO_4). Cette analyse a été effectuée à l'aide du logiciel High Score plus.

Dans cette étape nous avons identifié les systèmes et les paramètres cristallins de chaque oxyde. La taille moyenne de cristallites a été calculée en utilisant l'équation de Debye-Scherrer. Elle a varié entre 19 nm et 35 nm.