



La dispersion du rayonnement X: cristaux et réseaux



P. Jonnard

Laboratoire de
Chimie Physique – Matière et Rayonnement
Université Pierre et Marie Curie - CNRS

Plan

- Cristaux
 - Cristaux - principe
 - Multicouches
 - Multicouches gravées
- Réseaux
 - Réseaux - principe
 - Réseaux à pas variable
 - Zone de Fresnel



Plan

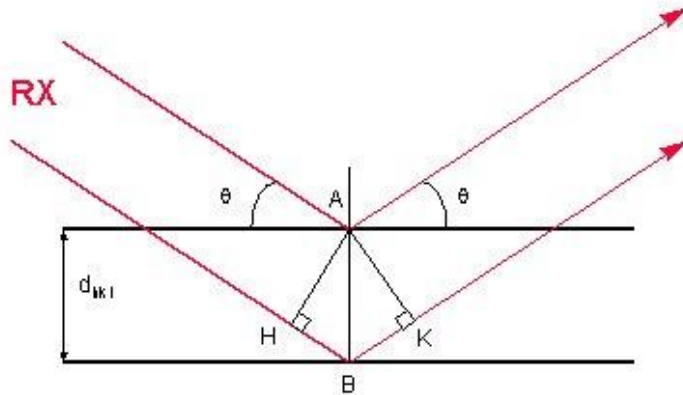
- Cristaux
 - Cristaux - principe
 - Multicouches
 - Multicouches gravées
- Réseaux
 - Réseaux - principe
 - Réseaux à pas variable
 - Zone de Fresnel

Rappels

- **Diffraction du rayonnement X** (années 1910)

Laue, Bragg, ...

Loi de Bragg $p\lambda = 2d \sin\theta$



- p : ordre de diffraction
- λ : longueur d'onde (0.01 – 10 nm)
- d : distance réticulaire
- θ : angle **d'attaque**

- **Expérience WDS** = goniométrie = mesure de θ

λ connu : détermination de d

d connu : **détermination de λ**



diffraction des rayons X

spectroscopie X

- **WDS** (wavelength dispersive spectrometry)

Spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

Spectromètres à cristaux

- Gamme spectrale déterminée par **distance réticulaire**
 $d \leq 1.2 \text{ nm}$ $\lambda \leq 2.5 \text{ nm}$ $E \geq 500 \text{ eV}$

- Résolution spectrale limitée par **élargissement exp**

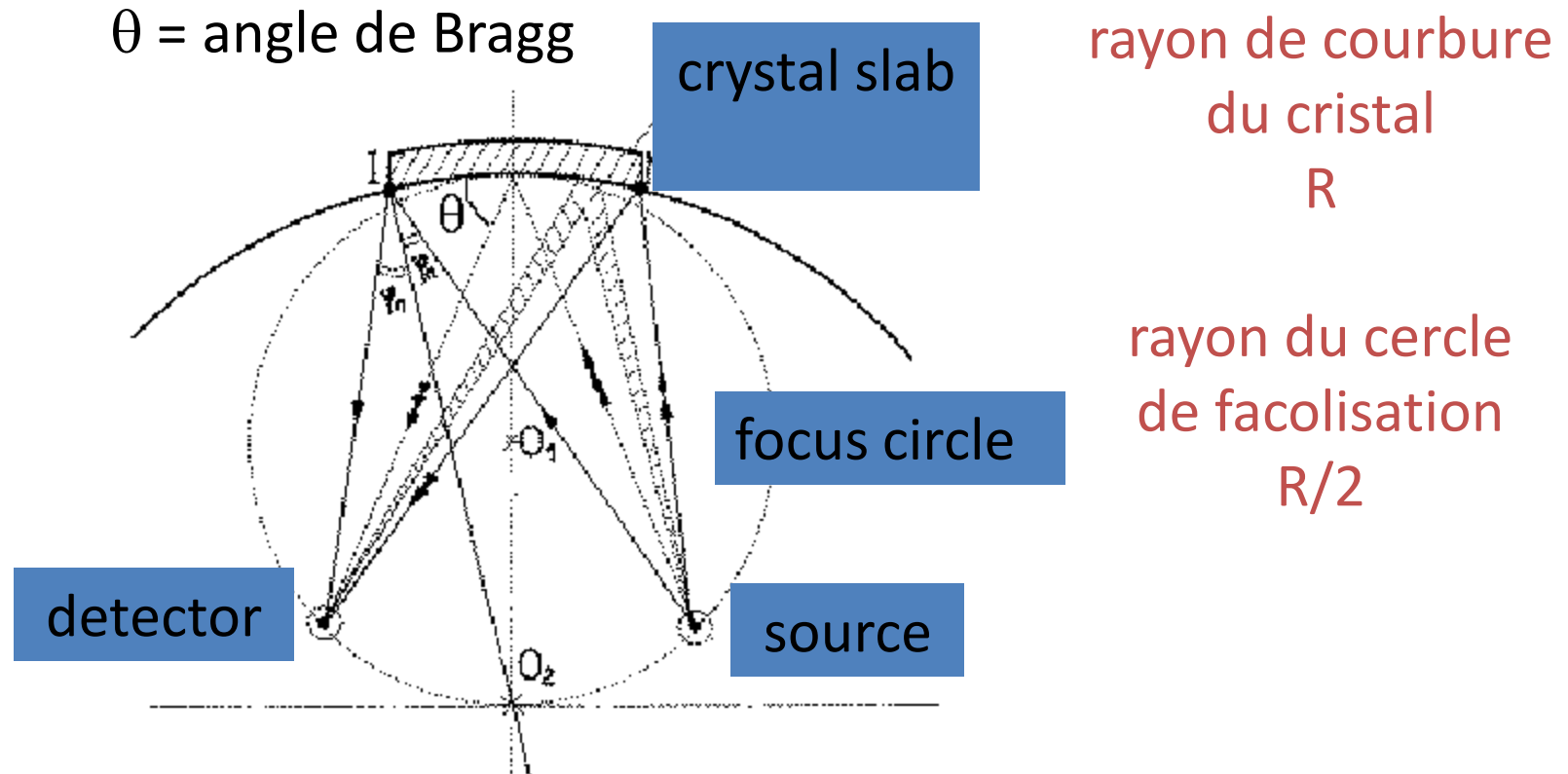
dû à - ouverture (dimension) du cristal
 - largeur de la courbe de diffraction

varie avec - angle de Bragg

En général $\Delta E / E > 1000$

Dispersive element	crystal
Wavelength	< 2.5 nm
Photon energy	> 500 eV
Diffraction pattern	< 0.1°

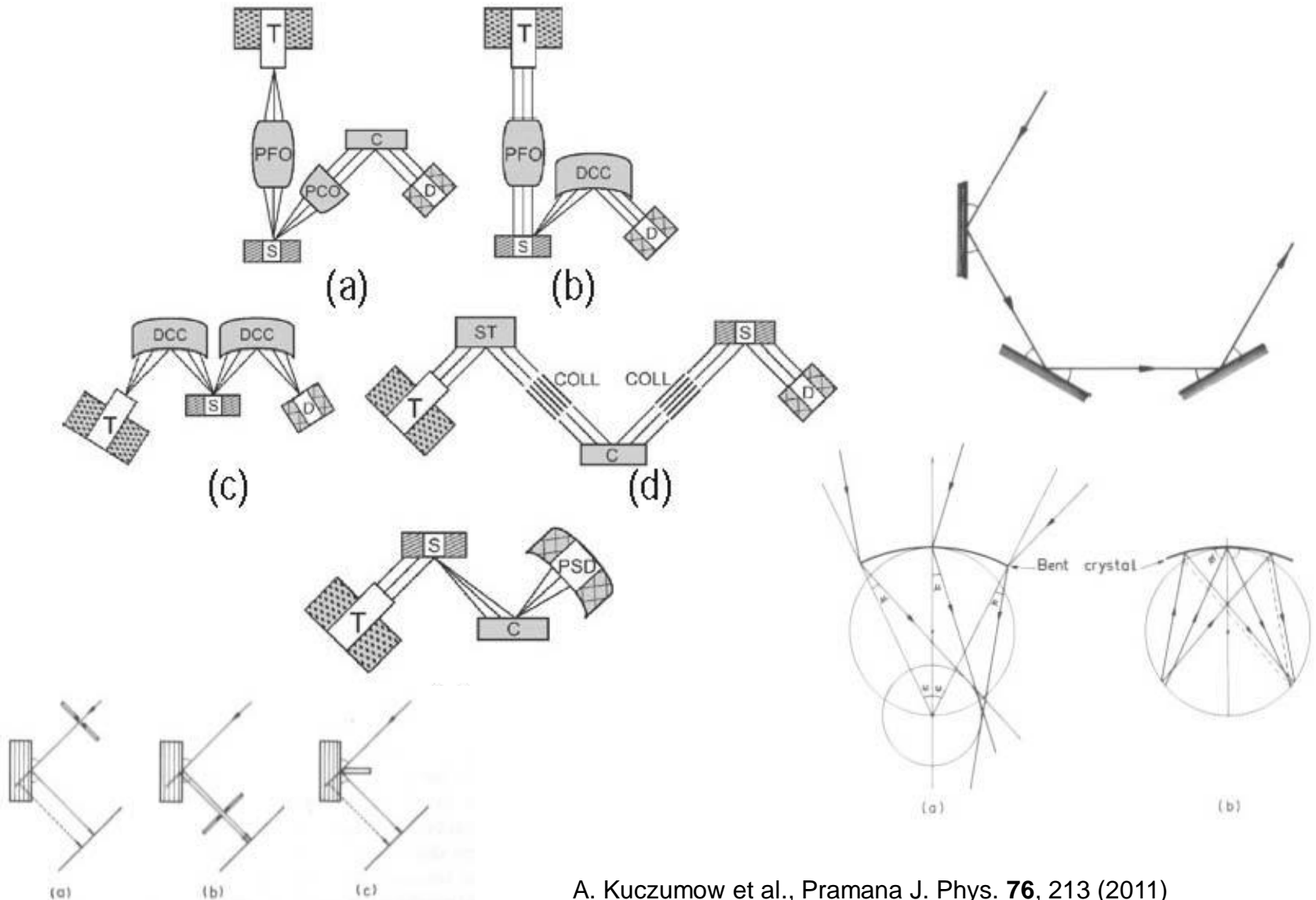
Spectromètres de type Johann



Spectromètres à **cristaux courbés**: (focalisation – luminosité)
Johann, Johansson, von Hamos, sphérique, ...

Spectromètres à **cristaux plans**:
simple, double, parallèle, ...

Spectromètres à cristaux ...



A. Kuczumow et al., *Pramana J. Phys.* **76**, 213 (2011)

Y. Cauchois et al., *Atomic Inner Shell Processes*, Vol. II, p.83 (1975)

Plan

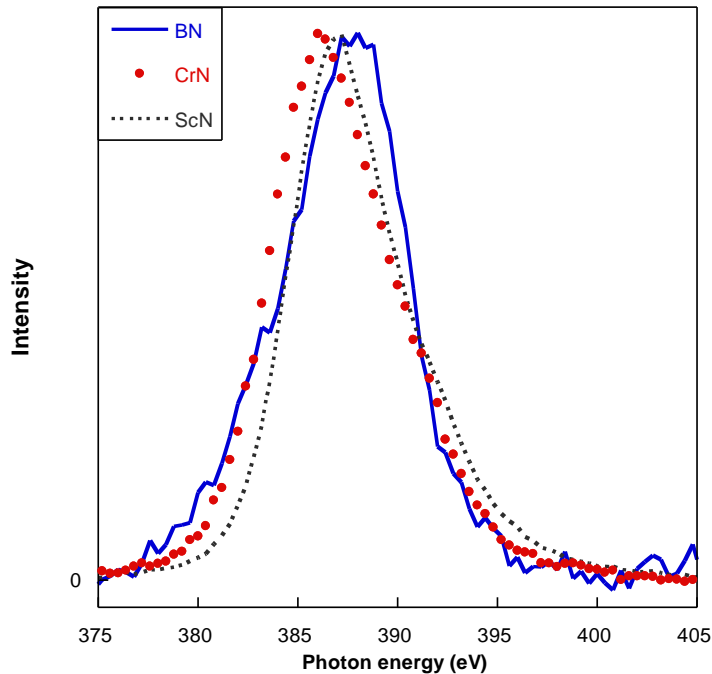
- Cristaux
 - Cristaux - principe
 - Multicouches
 - Multicouches gravées
- Réseaux
 - Réseaux - principe
 - Réseaux à pas variable
 - Zone de Fresnel

WDS et multicouches

Multicouche = cristal artificiel

grandes longueurs d'onde ($\lambda > 1.2$ nm) car d grand
petites énergies de photon ($E < 1000$ eV)

Spectre N K α (2p - 1s) de différents nitrures



états de
valence
occupés N 2p

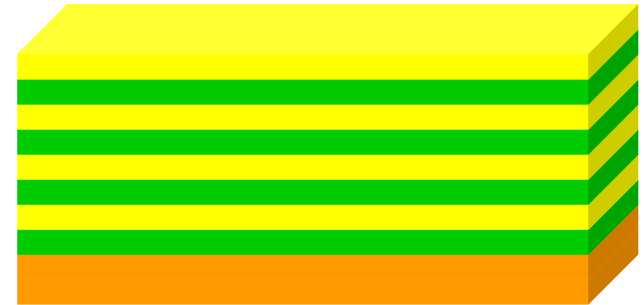


état chimique
des atomes
d'azote

fenêtre de l'eau

Cr/Sc

multicouche périodique



Paramètres importants

Multicouche = alternance périodique d'un matériau **lourd** et d'un matériau **léger**

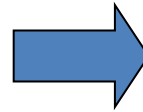
- **Période** $d = d(\text{léger}) + d(\text{lourd})$
détermine le **domaine spectral**
- **Rapport cyclique** $\gamma = d(\text{lourd}) / \text{période}$
conditionne l'efficacité (reflectance)
détermine l'intensité des
ordres de diffraction
- **Exemple** $\gamma = 1/2$ pas d'ordres pairs $p = 2, 4, \dots$
 $\gamma = 1/3$ pas d'ordre $p = 3, 6, \dots$

Plan

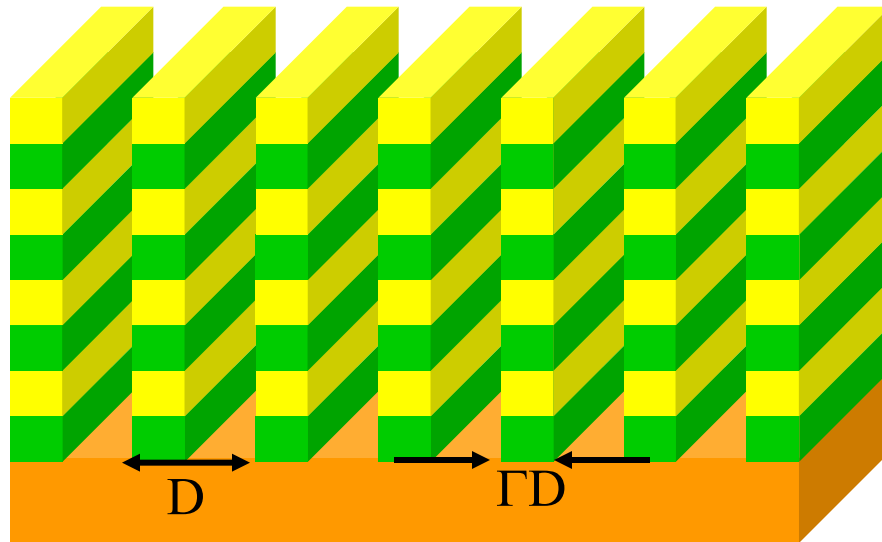
- Cristaux
 - Cristaux - principe
 - Multicouches
 - Multicouches gravées
- Réseaux
 - Réseaux - principe
 - Réseaux à pas variable
 - Zone de Fresnel

Réseaux multicouches

Gravure de la multicouche



Amélioration de la résolution spectrale

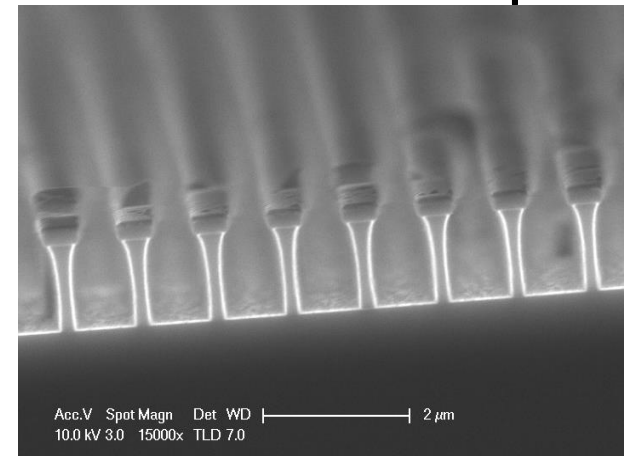


D : grating period ΓD : size of the bar

La **résolution s'améliore** car plus de bi-couches participent à la diffraction

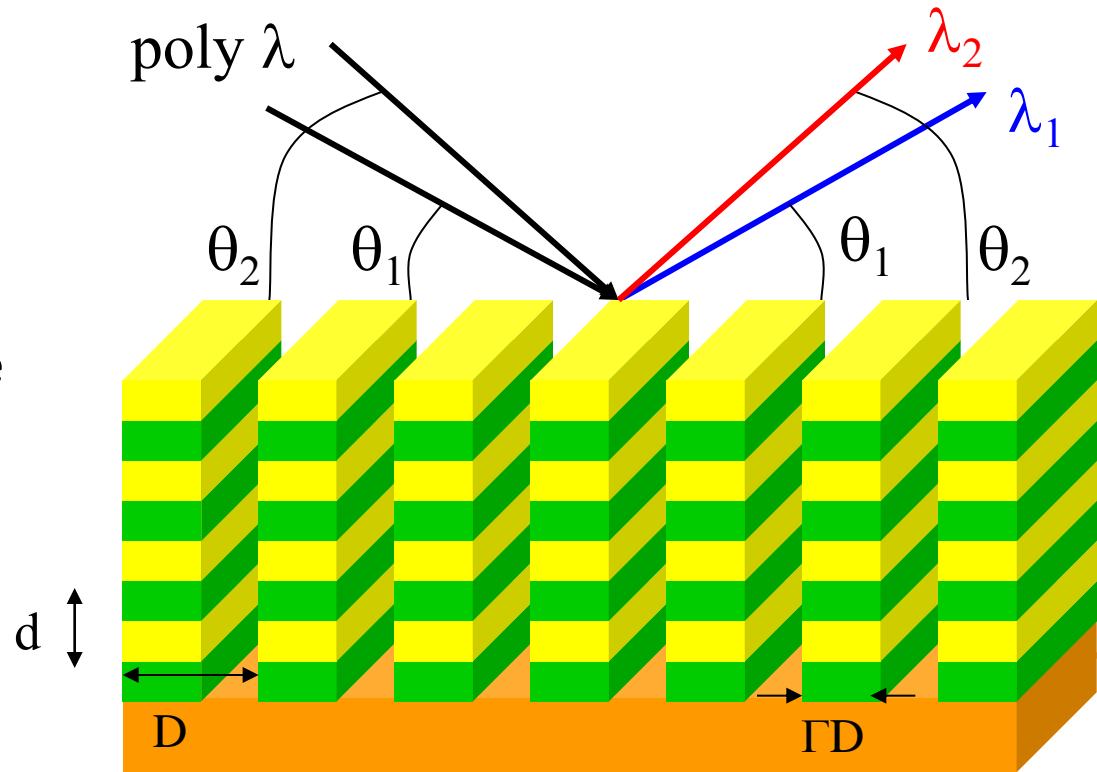
Un facteur ≈ 3 peut être obtenu sur la résolution au détriment d'une perte de réflectivité de plusieurs %

Gravure avec les procédés de la microélectronique



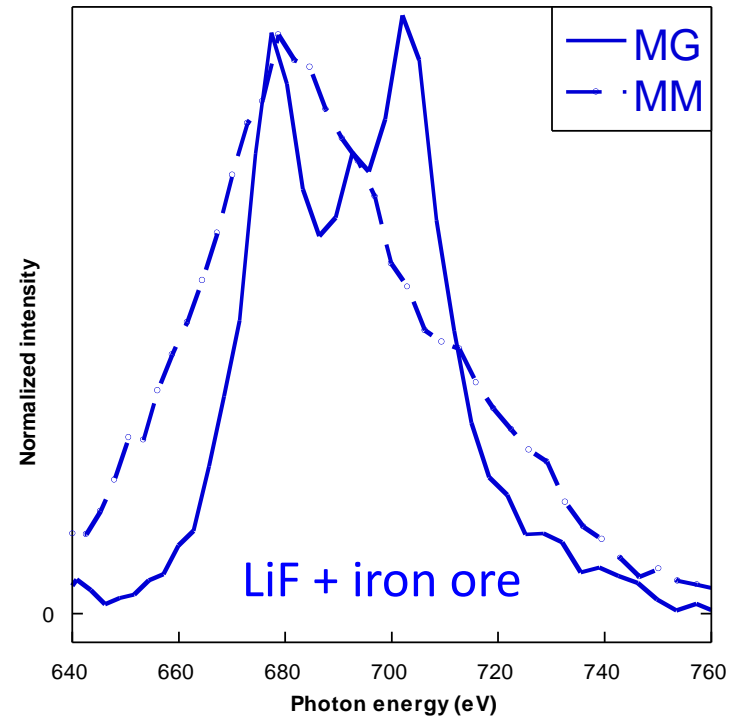
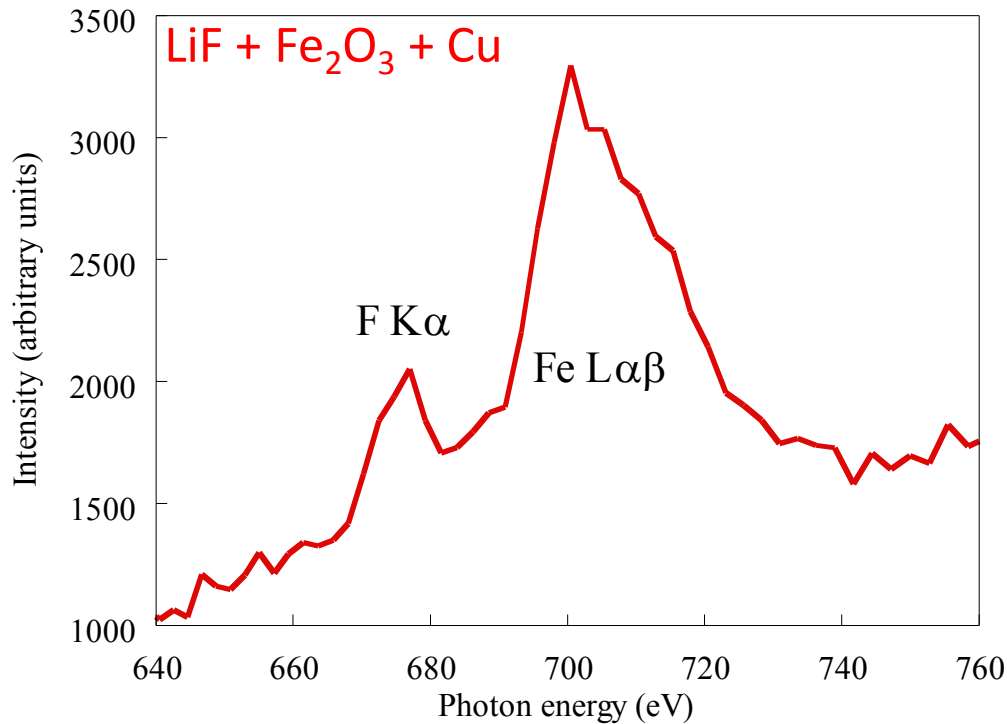
Utilisation des multicouches

d : période de la multicouche
 D : période du réseau
 ΓD : dimension de la barre
 $1 - \Gamma D$: dimension du sillon



Seule la structure multicouche est utilisée
pour disperser le rayonnement

Comparaisons



$$E(\text{Fe L}\alpha) - E(\text{F K}\alpha) = 28 \text{ eV}$$

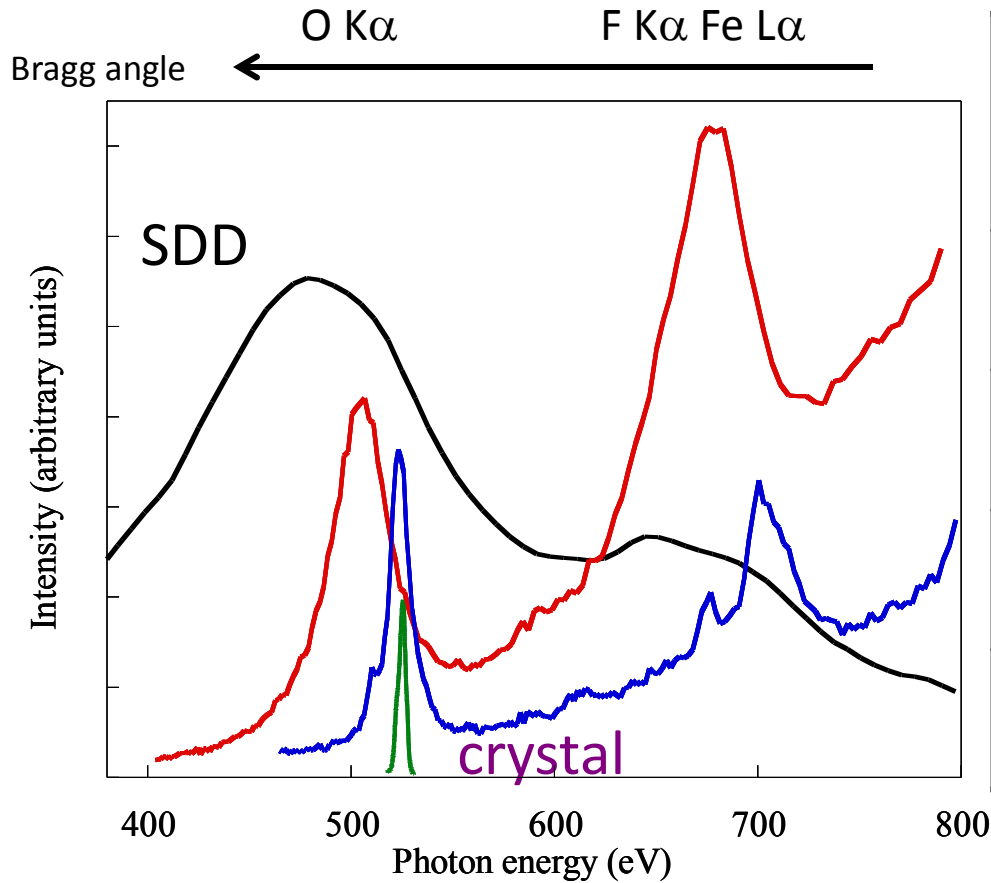
résolu

$$E(\text{Fe L}\beta) - E(\text{Fe L}\alpha) = 13 \text{ eV}$$

non résolu

Mo/B₄C
period 6 nm

Comparaisons multicouches-critaux-EDS



	FWHM O K α (eV)
SDD	116
MM	31
MG	11
Crystal	4.7



Plan

- Cristaux
 - Cristaux - principe
 - Multicouches
 - Multicouches gravées

- Réseaux
 - Réseaux - principe
 - Réseaux à pas variable
 - Zone de Fresnel

Réseaux de diffraction

Conçus pour les **rayons X ultra-mous**: $E < 500$ eV; $\lambda > 2.5$ nm

Emissions K des éléments légers, Li (Z=3) O (Z=8)

Emissions L des éléments jusqu'à V (Z=23)

Emissions M des éléments jusqu'à Rh (Z=45)

Emissions N ...

Faible **largeur des niveaux de cœur**: résolution améliorée

Al(1s) 0,37 eV Al(2p) 0,04 eV

- grande absorption: **faible épaisseur analysée**
- manque de paramètres fondamentaux précis:
quantification difficile

Loi des réseaux

Periodicité latérale

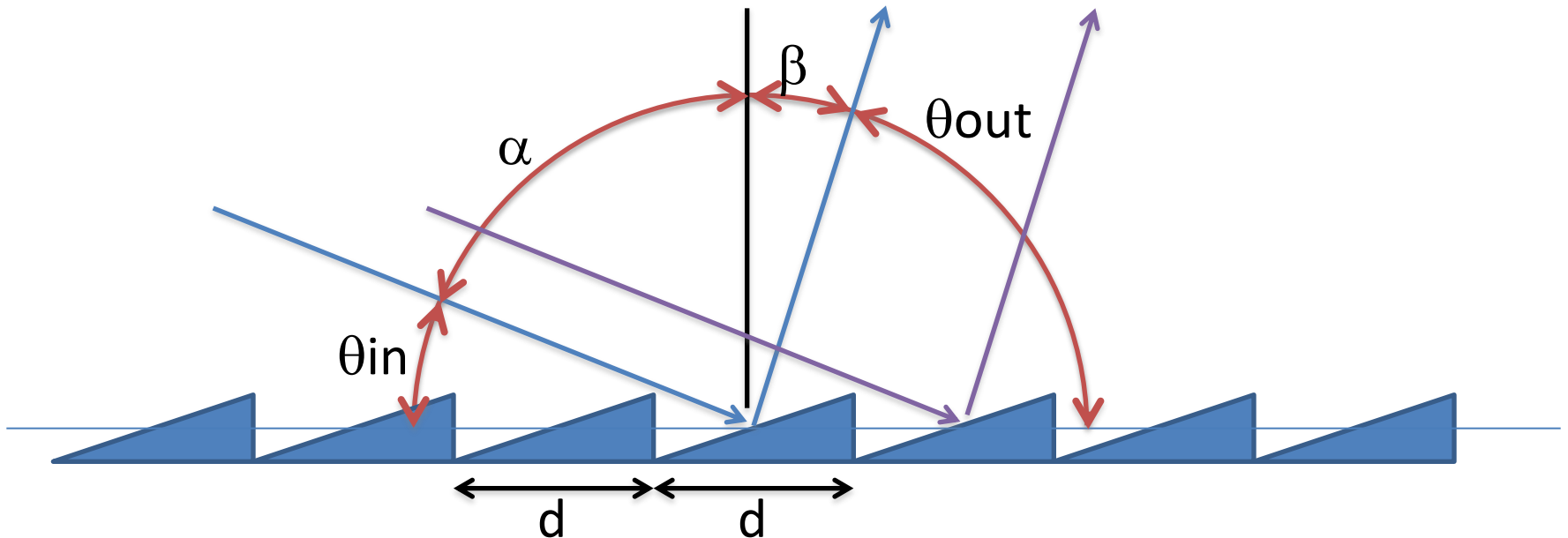
$\theta_{in} \neq \theta_{out}$

Loi des réseaux: $n\lambda = d(\cos\theta_{in} - \cos\theta_{out})$

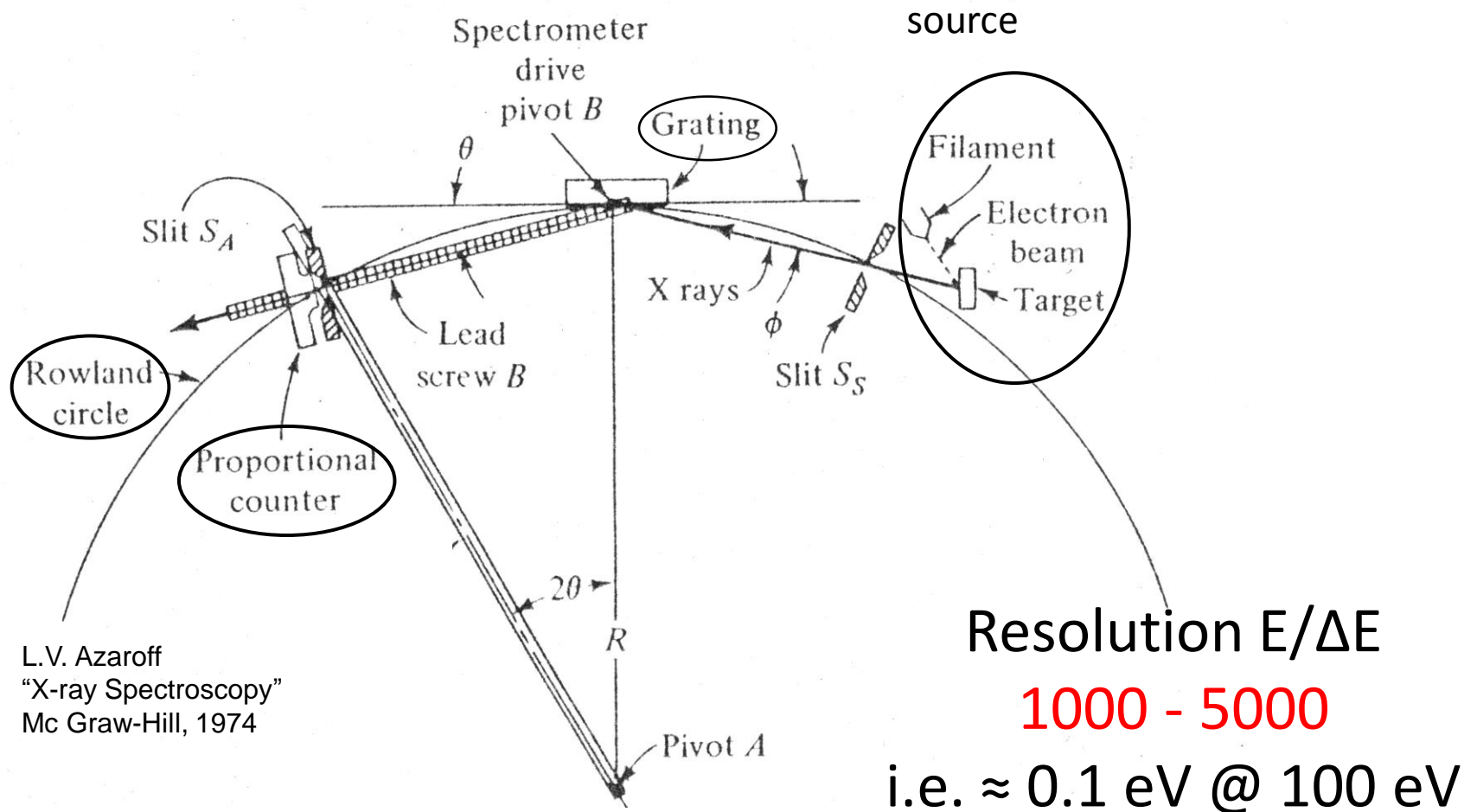
ou

$n\lambda = d(\sin\alpha - \sin\beta)$

(équivalent de la loi de Bragg)



Spectromètre à réseau

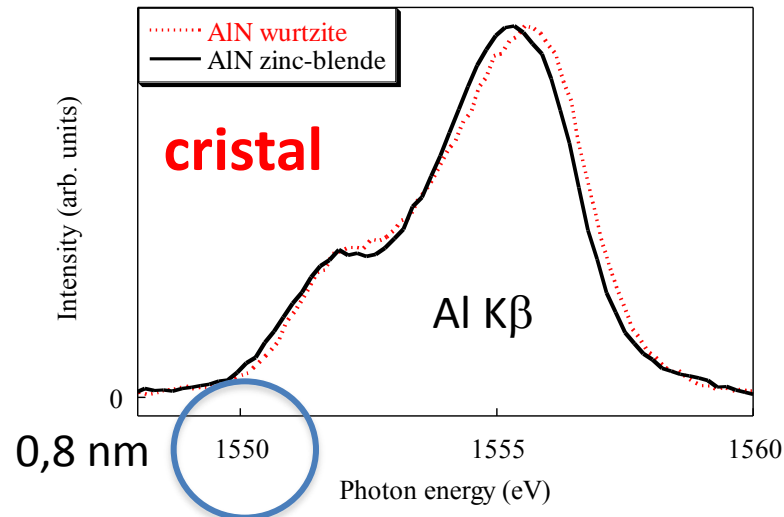
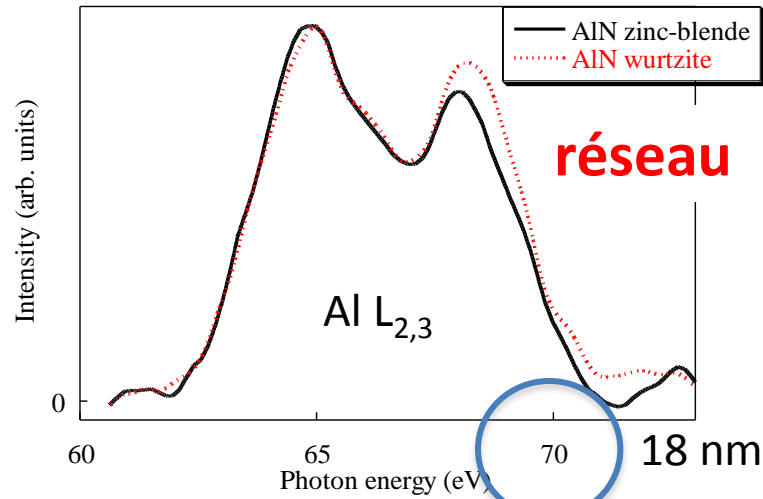


Réseau courbé

Rotation du détecteur
pour changer la longueur d'onde

Exemple

AlN



Plan

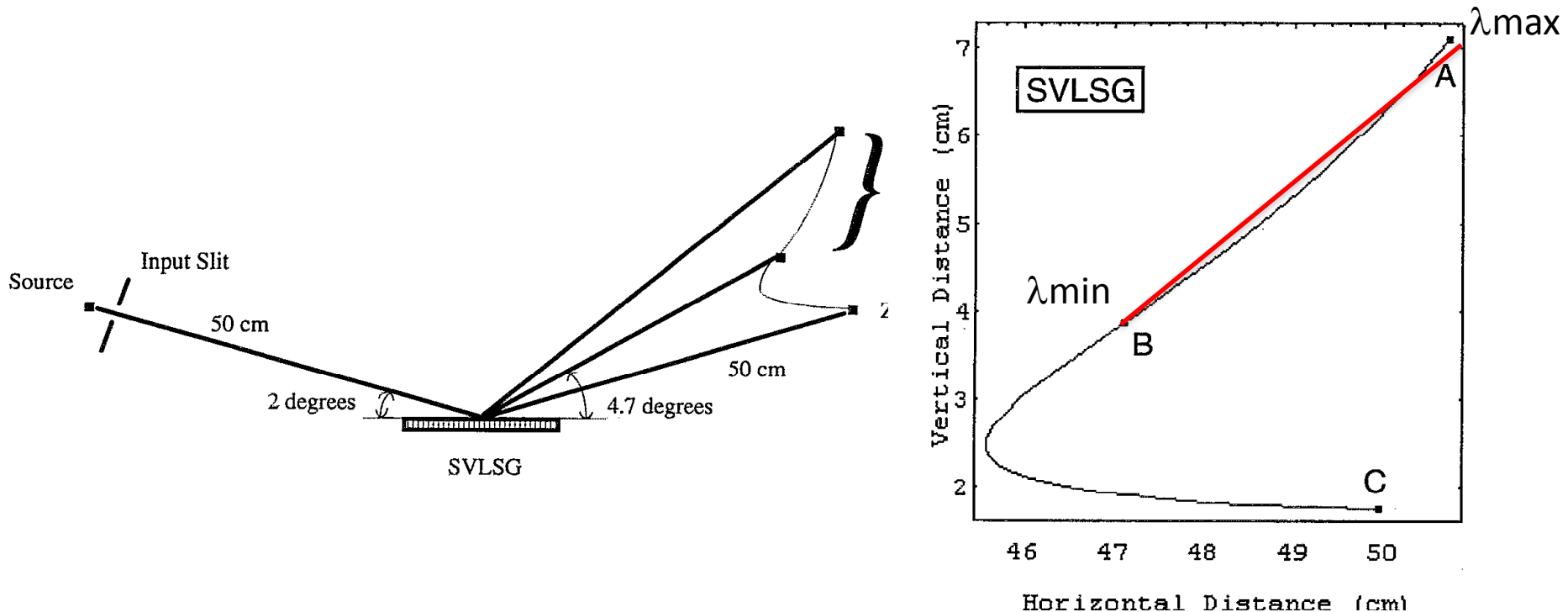
- Cristaux
 - Cristaux - principe
 - Multicouches
 - Multicouches gravées

- Réseaux
 - Réseaux - principe
 - Réseaux à pas variable
 - Zone de Fresnel

Spectromètre à champ plan

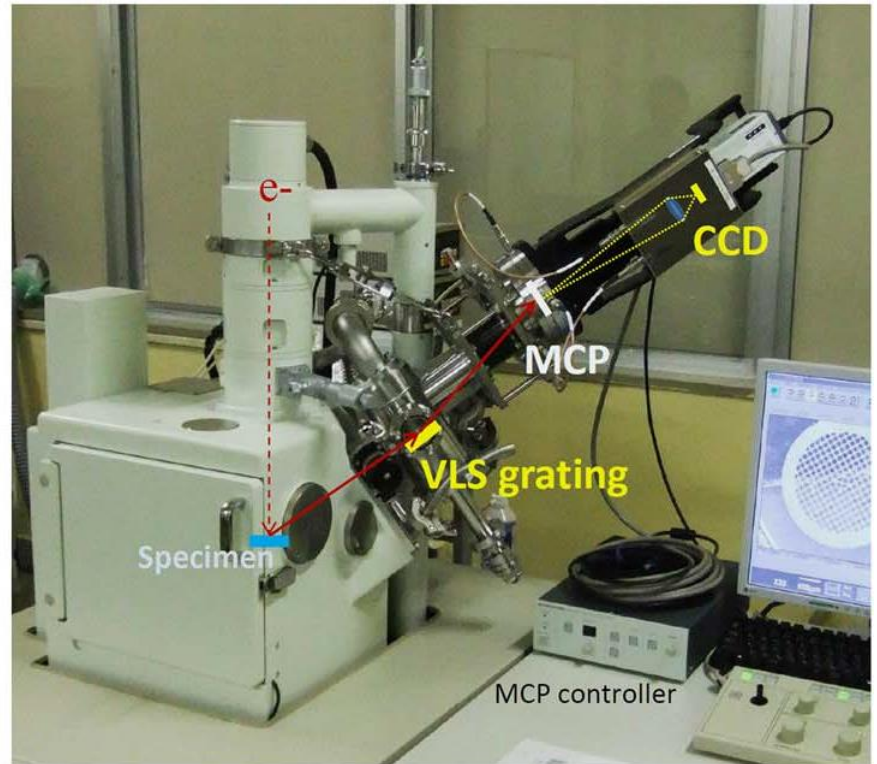
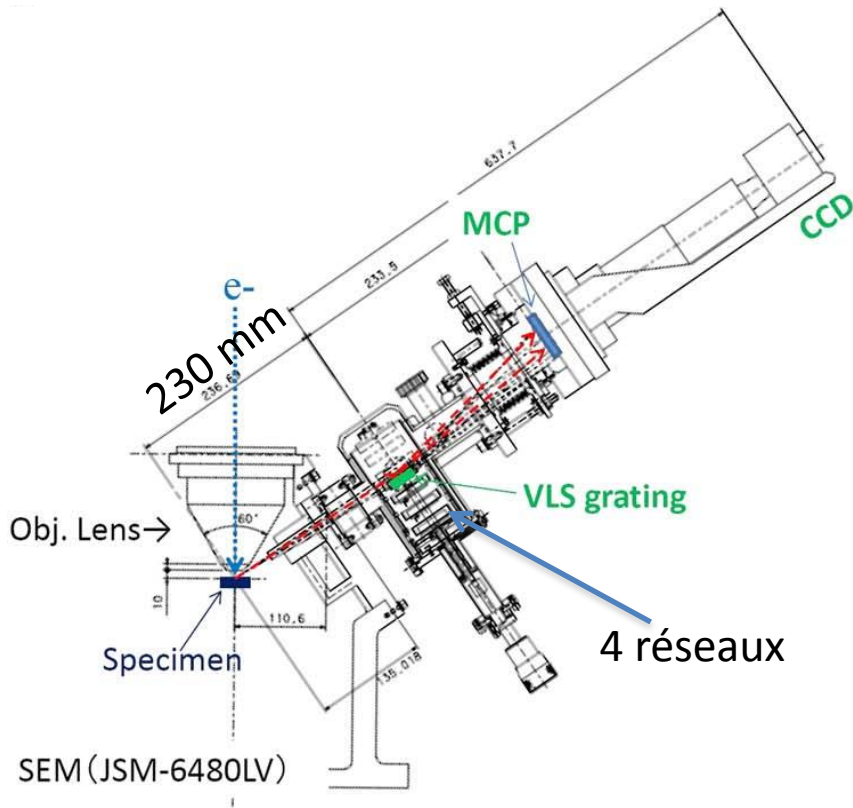
Eviter le balayage angulaire

- Utiliser un **pas variable**
- Chaque λ trouve localement un « bon » d
- Variation du d calculée pour focaliser les λ sur une ligne
- Acquisition spectre avec un détecteur linéaire

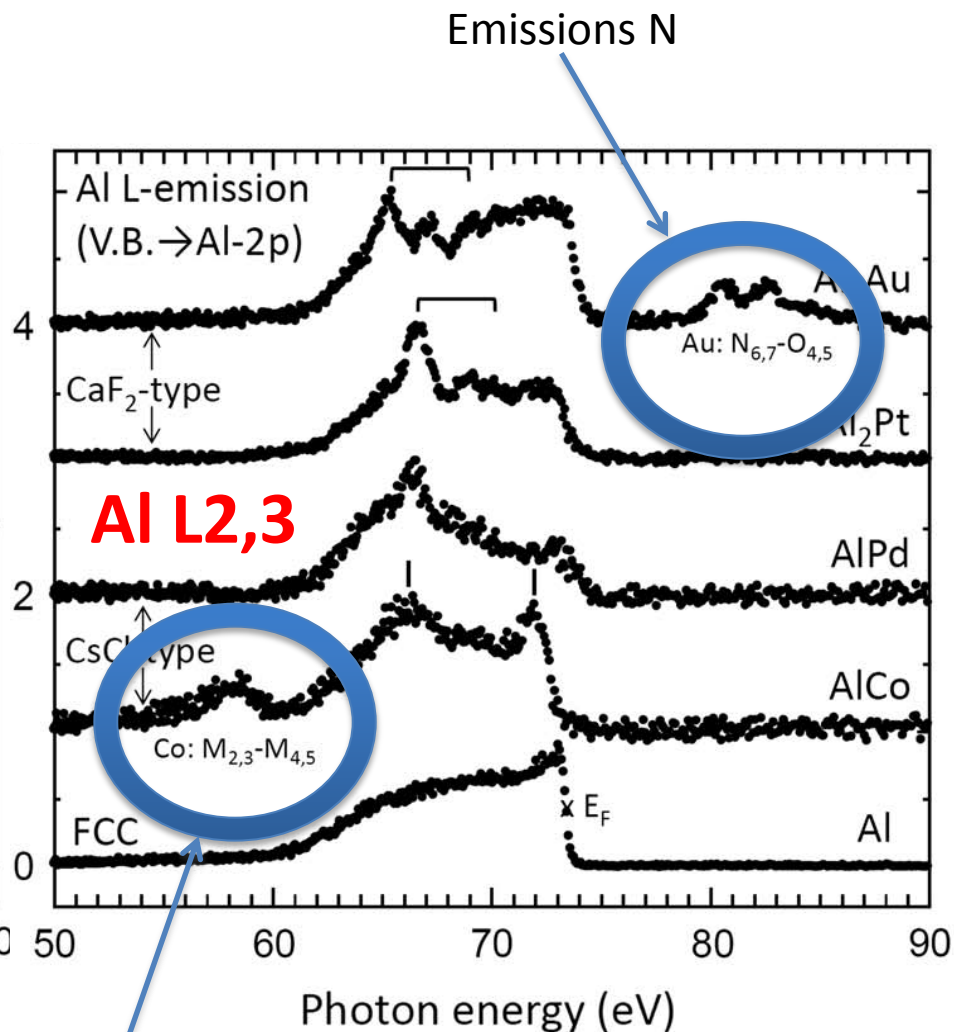
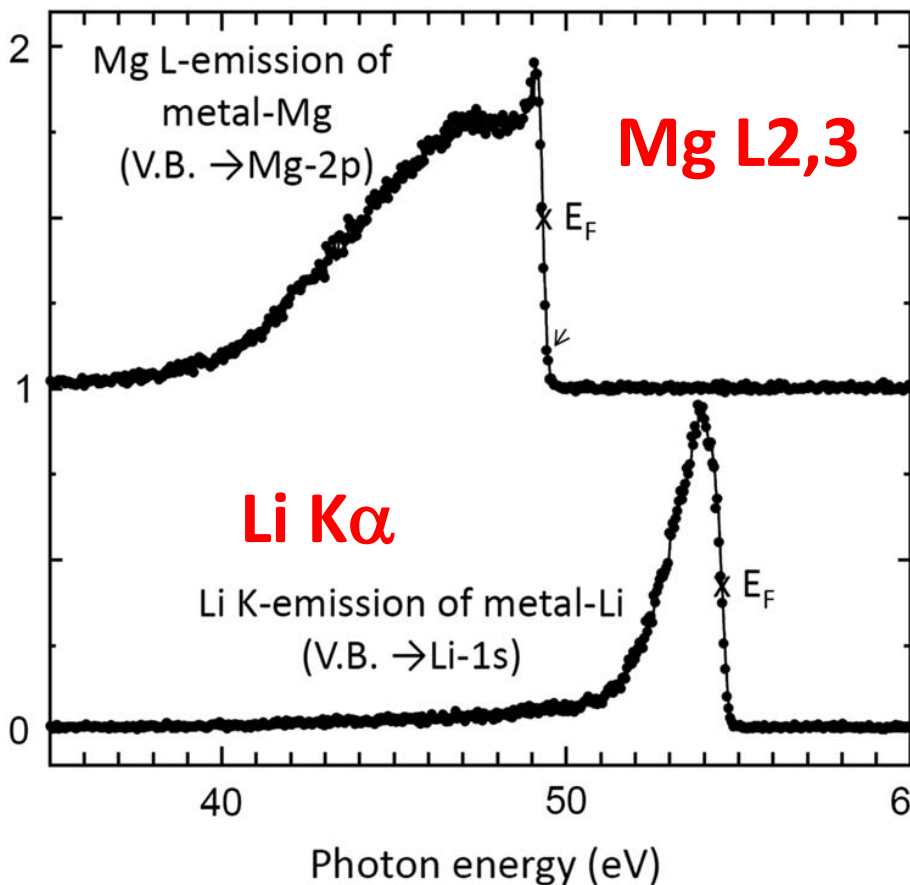


Design

- Un miroir peut être insérer entre l'échantillon et le réseau pour augmenter l'angle solide de collection
- CCD rayons X peut remplacer MCP + CCD
- Un pompage supplémentaire est nécessaire pour la MCP

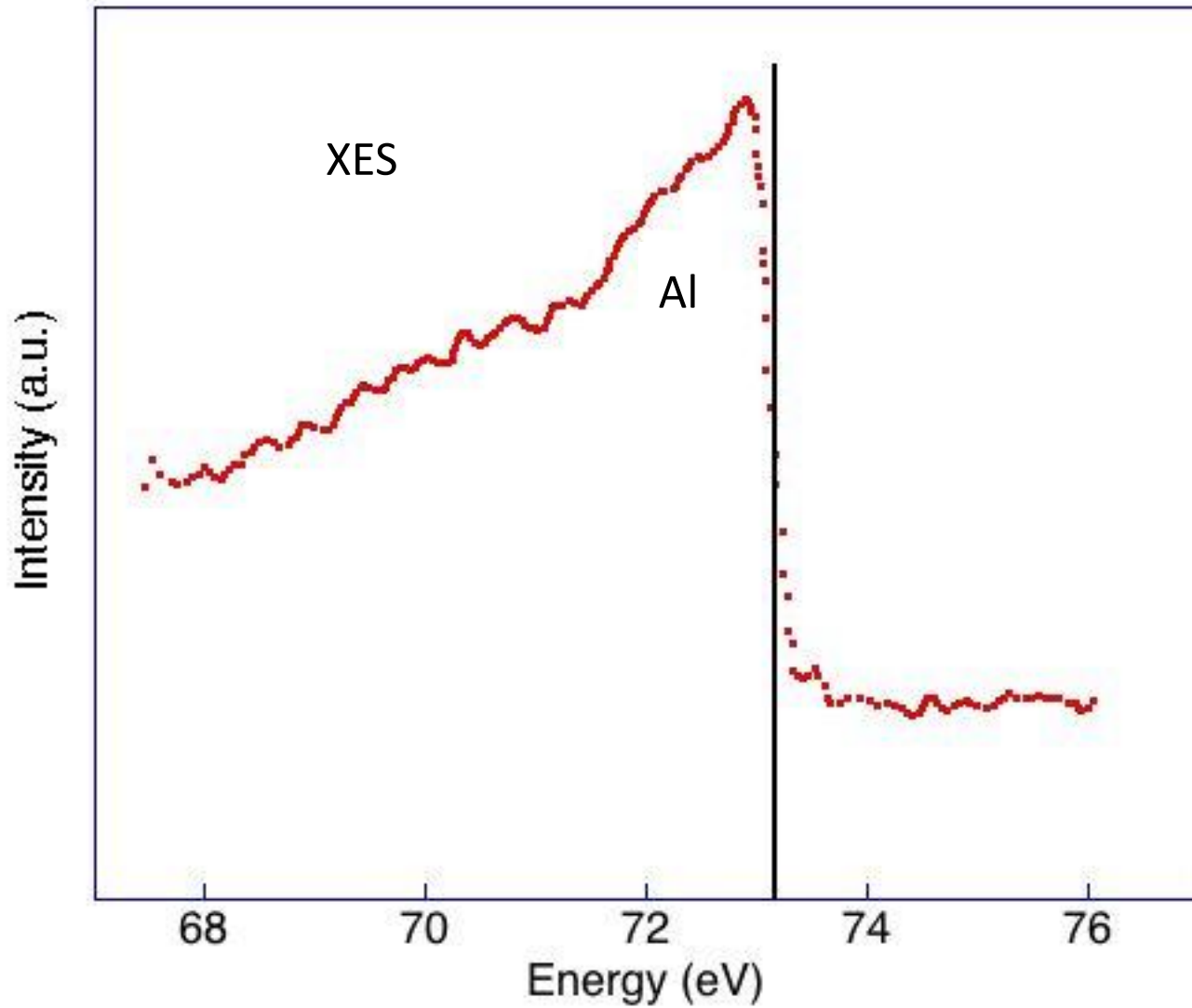


Exemples

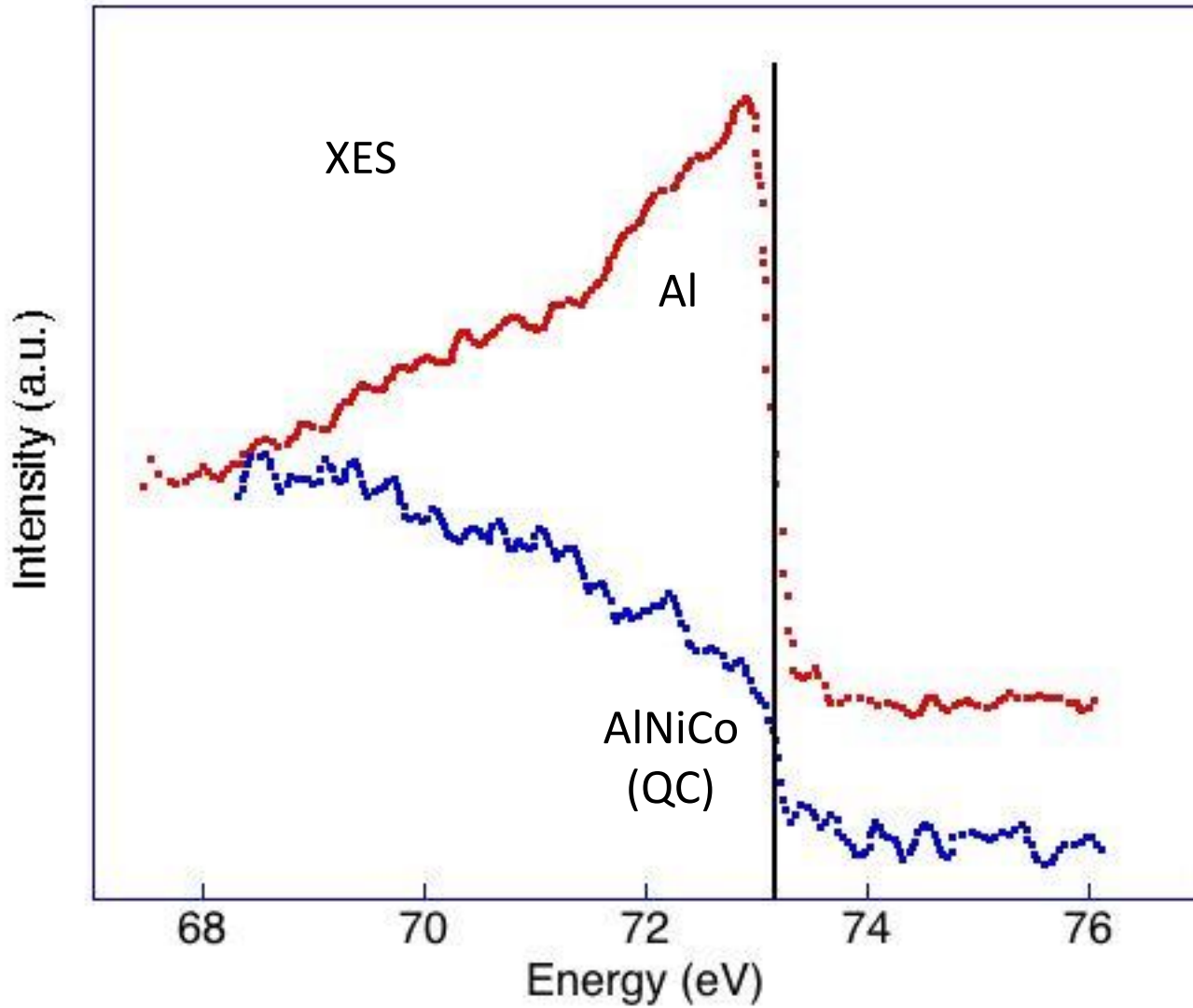


Emissions M
des métaux de transition 3d

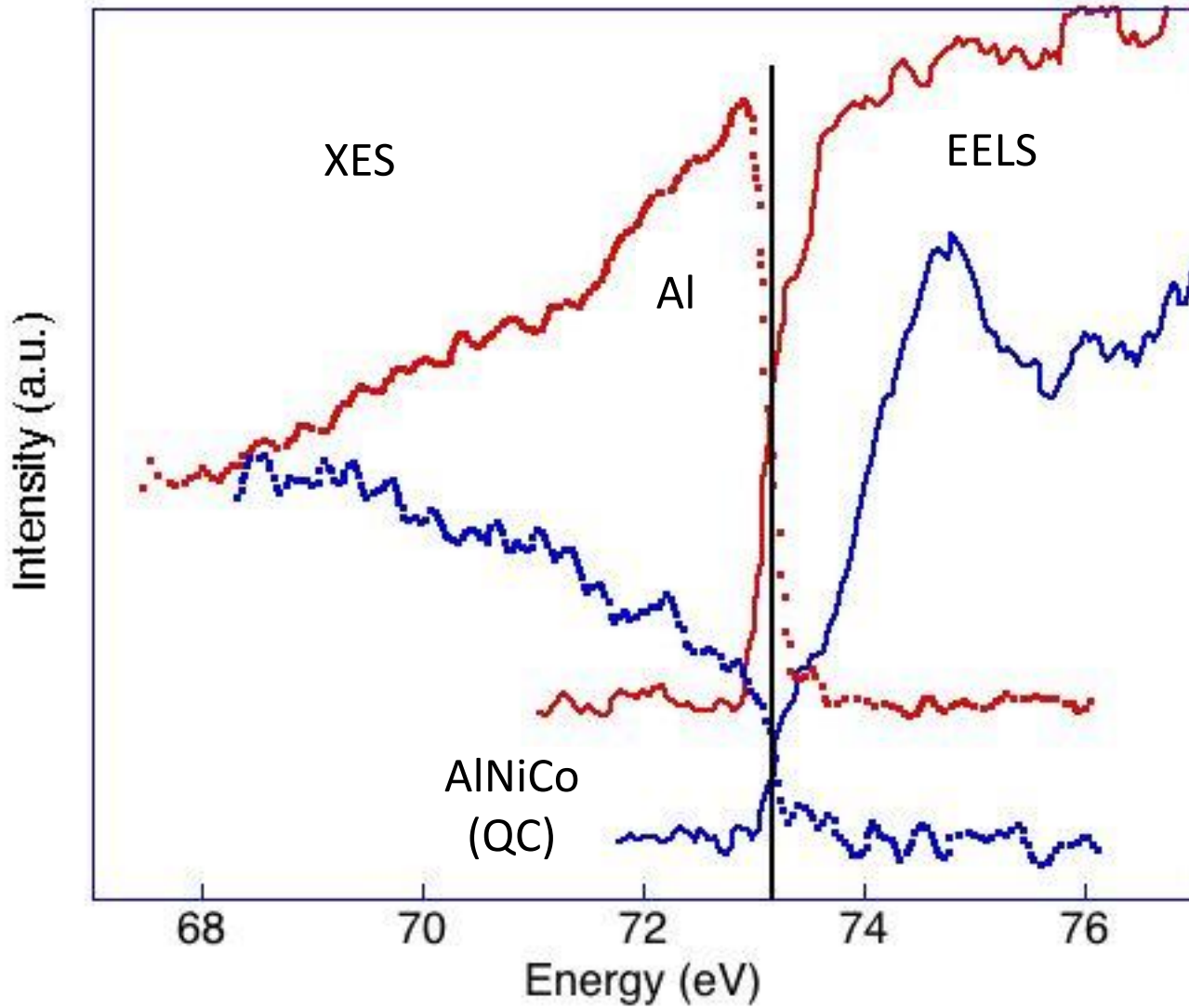
Example



Example



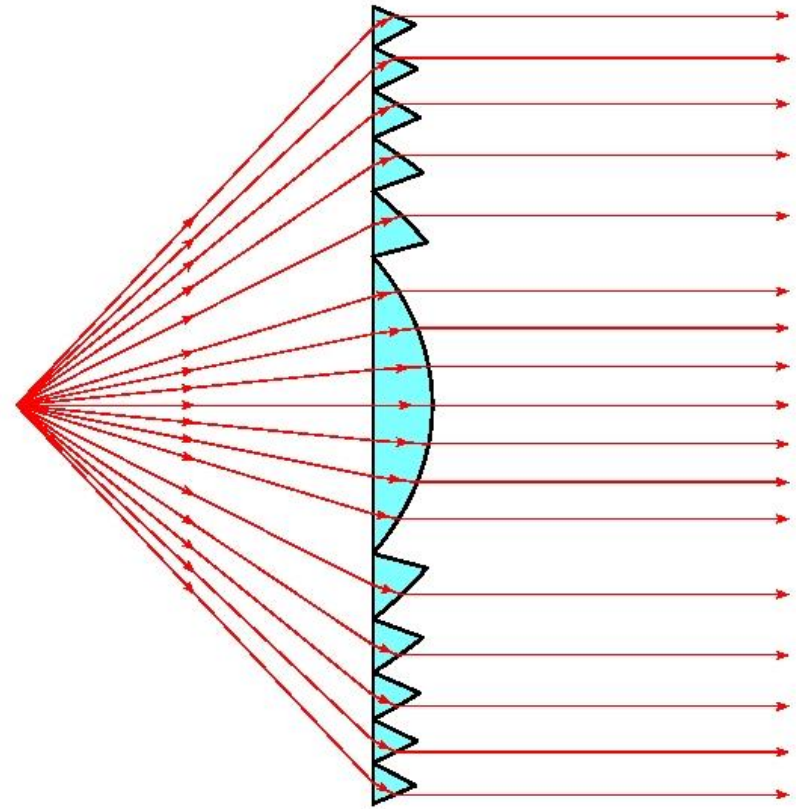
Example



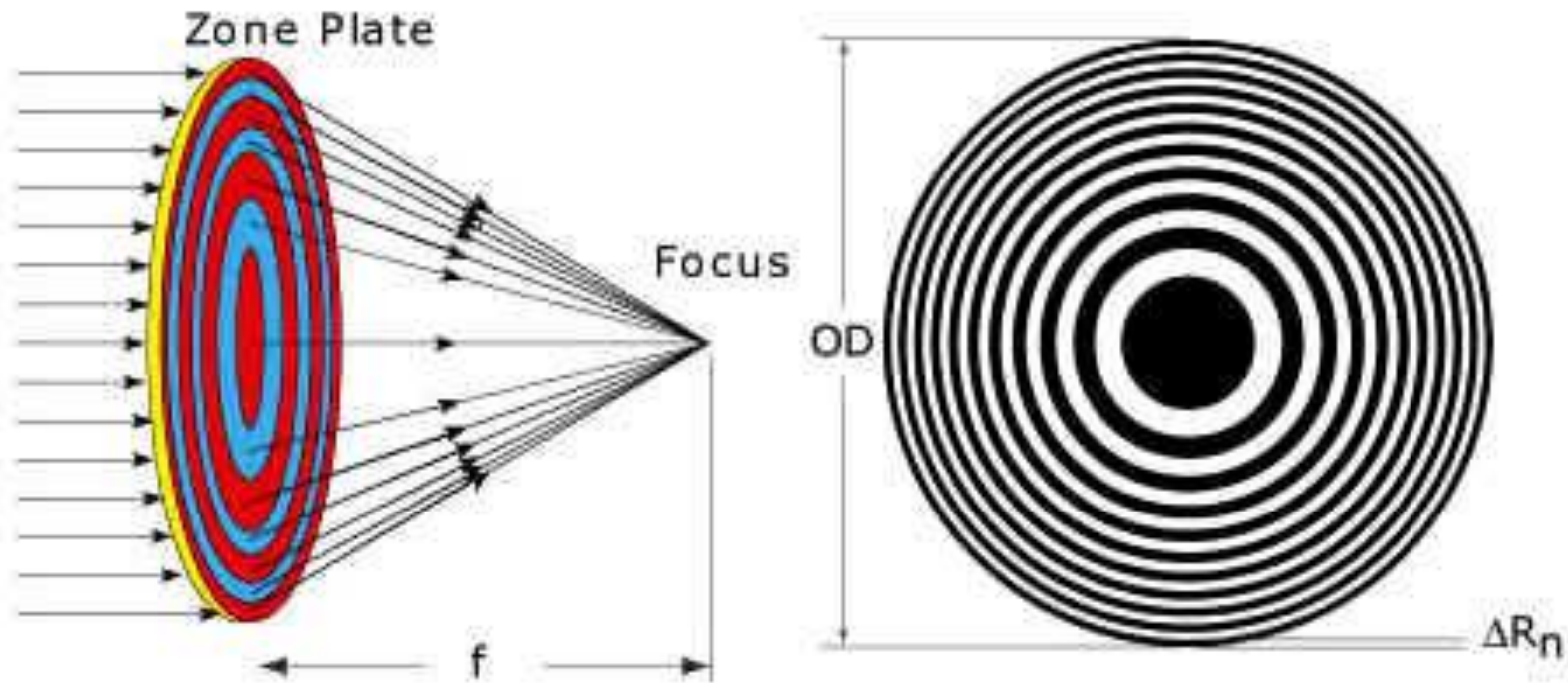
Plan

- Cristaux
 - Cristaux - principe
 - Multicouches
 - Multicouches gravées
- Réseaux
 - Réseaux - principe
 - Réseaux à pas variable
 - Zone de Fresnel

Zone de Fresnel



Zone de Fresnel pour les rayons X

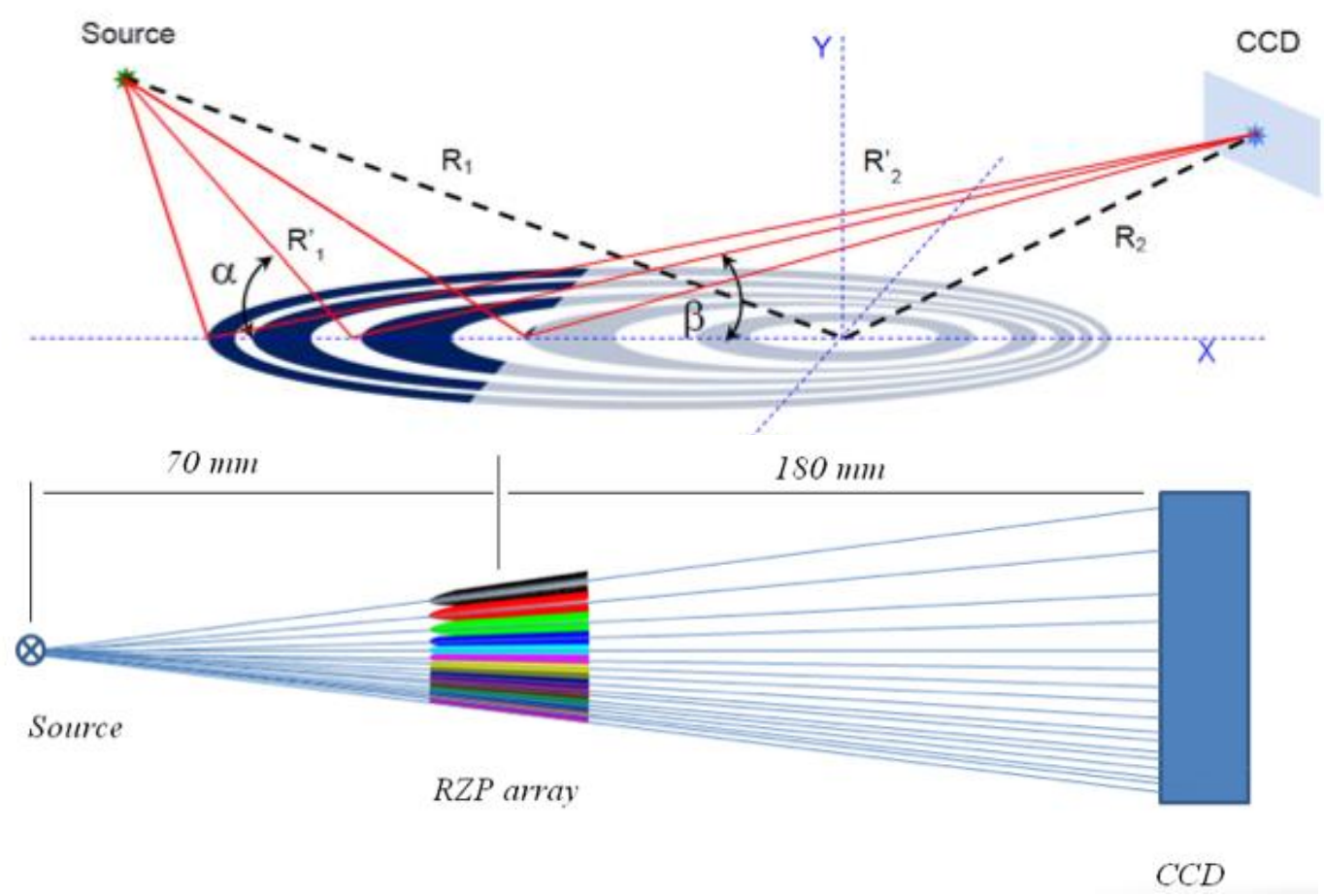


- surtout utiliser pour focaliser le rayonnement
- employer dans les microscope à rayons X

$$\Delta R_n \approx \text{qq } 10 \text{ nm}$$

$$OD \approx \text{qq } 100 \mu\text{m} - \text{qq mm}$$

Zone de Fresnel utilisée comme réseau

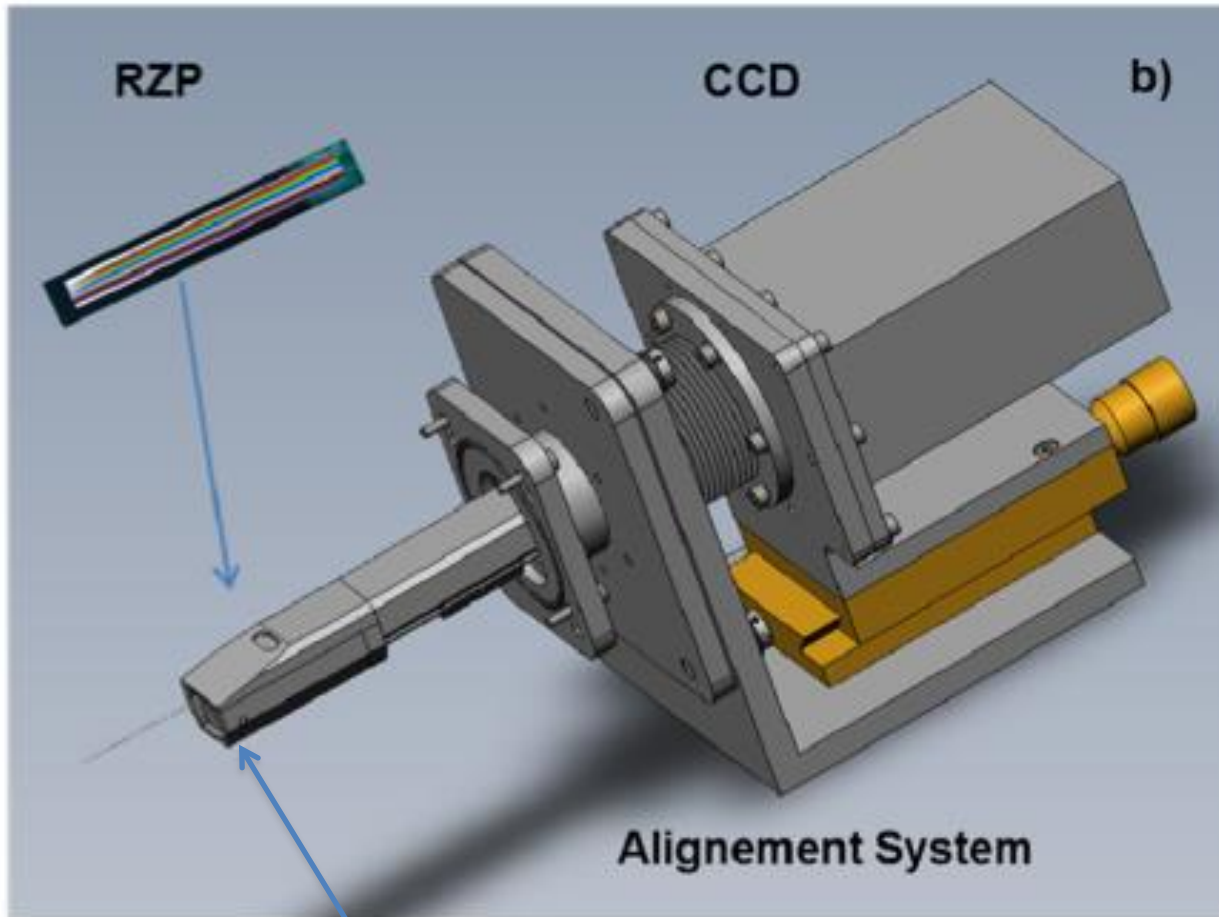


Emission line	Li	Be	B	C	Ca	N	Ti	V	O	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga
E [eV]	54	109	183	277	341	392	452	511	525	573	636	704	775	849	933	1022	1116
Eff in %	3	11	21	8	10	13	16	17	18	19	8	9	9	10	13	15	16

A. Erko, Opt. Exp. 22, 16897 (2014)

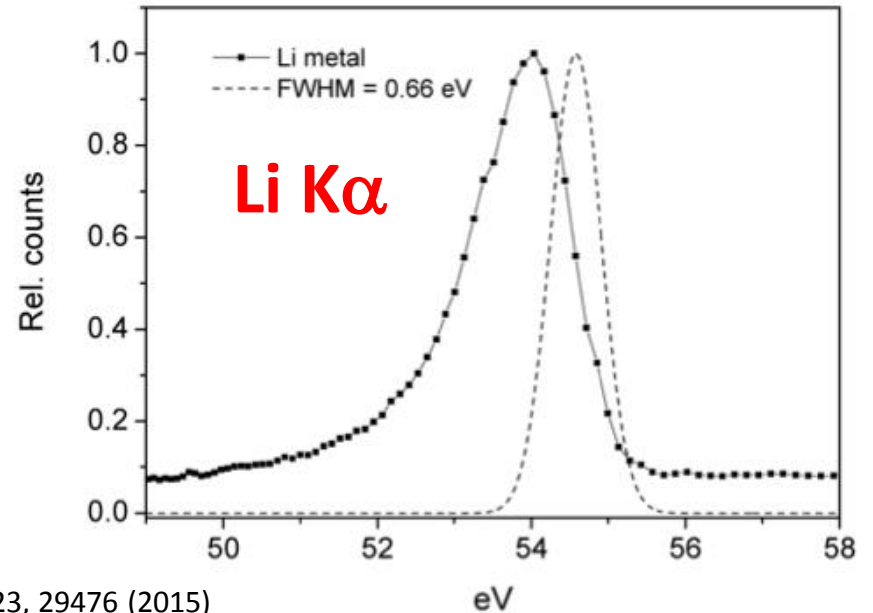
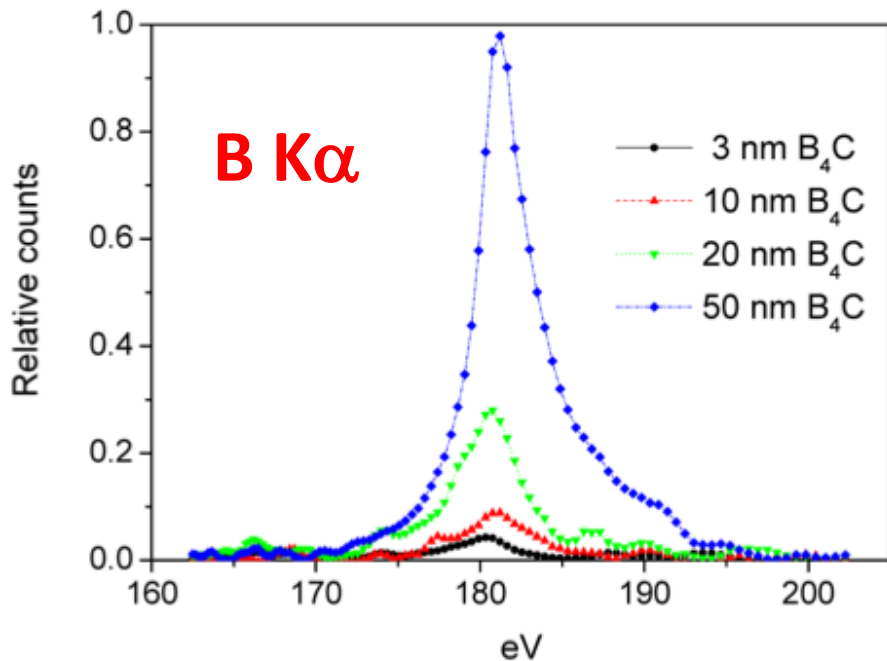
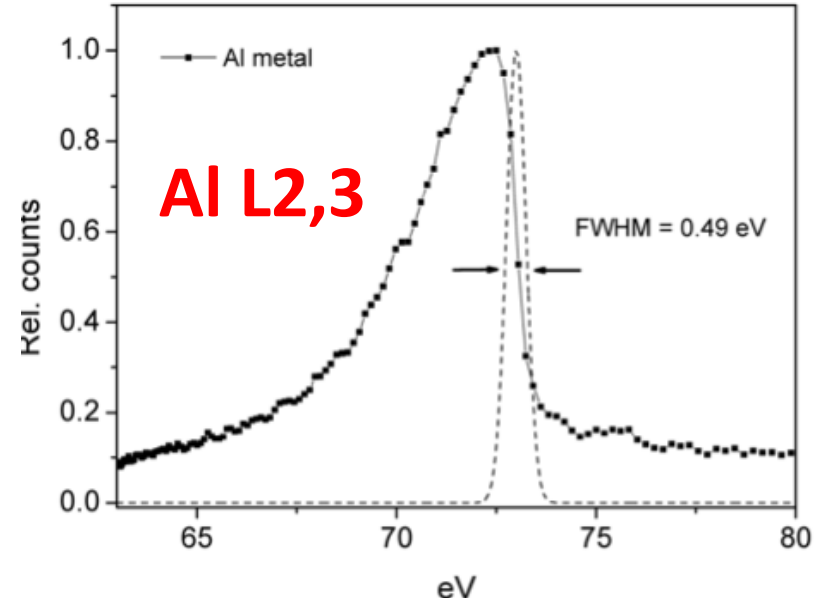
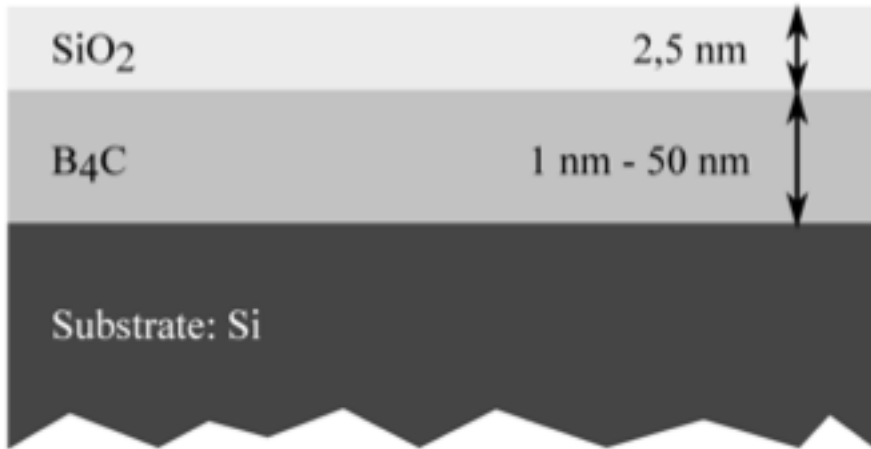
A. Hafner, Opt. Exp. 23, 29476 (2015)

Design



- Gravure avec les procédés de la microélectronique
- Petit donc peut être mis proche de l'échantillon

Examples



Conclusion

Christiane BONNELLE (1930 - 2016)



Carrière

- Directrice du LCPMR, 1979 – 1991
- Doctorat ès Sciences, 1964
- Professeur, 1974
- Bureau du GN-MEBA (G8-ANRT), 19xx – 2004

- Médaille de bronze du CNRS, 1964
- “Man of the Year” Cambridge International Biographical Centre, 1991

Science

- La chimie physique
- La spectroscopie des rayons X

- Rayonnement synchrotron
- Spectre du soleil
- Lanthanides et uraniumides
- Matière condensée
- Instruments et applications