

# Diffusion des rayons X et des neutrons aux petits angles

*C. Levelut, Laboratoire Charles Coulomb, UMR 5521,  
département CVN, Université Montpellier II*

- ✿ Petits angles : 5-500 nm
  - colloïdes, émulsions, particules, milieu poreux, nanomatériaux, couches minces....,
- ✿ angles plus petits que la diffraction de Bragg  $\Leftrightarrow$   
distances plus grandes que distances entre atomes
- ✿ Échantillon sous toute forme (solide, liquide..)
- ✿ Désordonné, ou partiellement ordonné
- ✿ hétérogénéités non périodiques qui fluctuent (agitation thermique)

longueur de diffusion de l'échantillon :

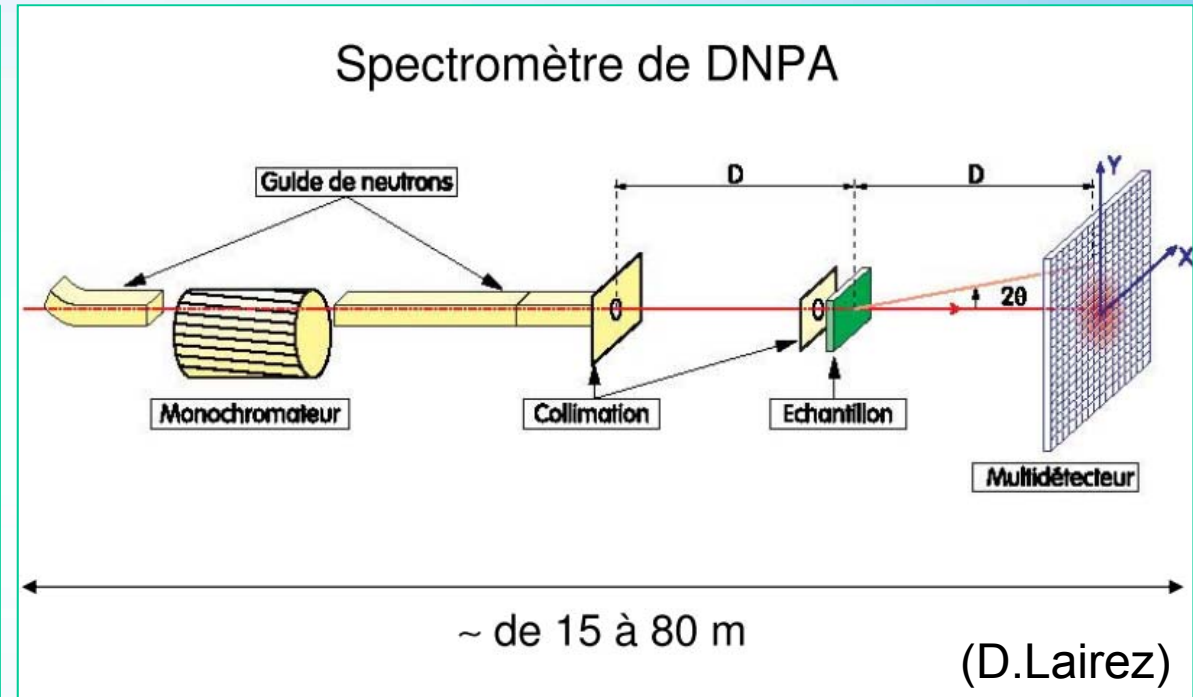
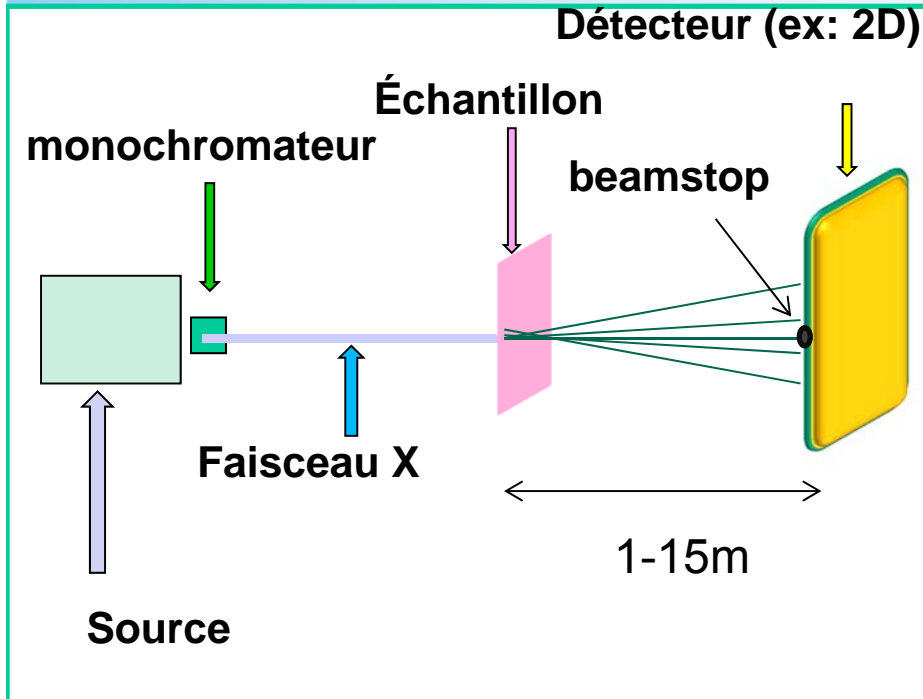
$$\rho = \sum \rho_i(r) b_i$$

longueur de diffusion d'un élément  $b_i$   
densité locale de diffuseurs  $\rho_i(r)$  ( $\text{m}^{-3}$ )

	RX	neutrons
interaction	electrons	nucléaire
élément	Augmente avec Z	Non monotone avec élément et isotope, >0 ou <0
Angle de diffusion	$\sin(2\theta)/\lambda$	Pas de dépendance angulaire
échantillon	mince (ex:100 $\mu\text{m}$ pour cuivre)	Peut être épais ou en environnement complexe
$\lambda$ (Å)	0,4-3	1
E pour $\lambda=1\text{Å}$	12 keV	82meV

# Mesures: en transmission

- Collection près du faisceau direct: instrument spécifique



- RX : Épaisseur  $\Leftrightarrow$  longueur d'absorption  $1/\mu$

- $\sim 100 \mu\text{m}$  à  $\lambda=1.54\text{\AA}$  (tube au cuivre : montage laboratoire)
- $\sim 1\text{mm}$  à  $\lambda=0.7\text{\AA}$  (18keV, synchrotron)
- Verres Si, Al, P ... comptages longs

# Mesures RX sur synchrotron

- cinétique, traitements thermiques
- Intensités absolues (faisceau stable, contenu dans l'échantillon)
- Très petits angles: détecteur loin de l'échantillon, flux intense, détecteur sensible 2D, tubes sous vides



BM26B (ESRF)



D33 (ILL)

## Neutrons

- échantillons épais, environnement complexe
- Sensibilité différente en fonction des atomes

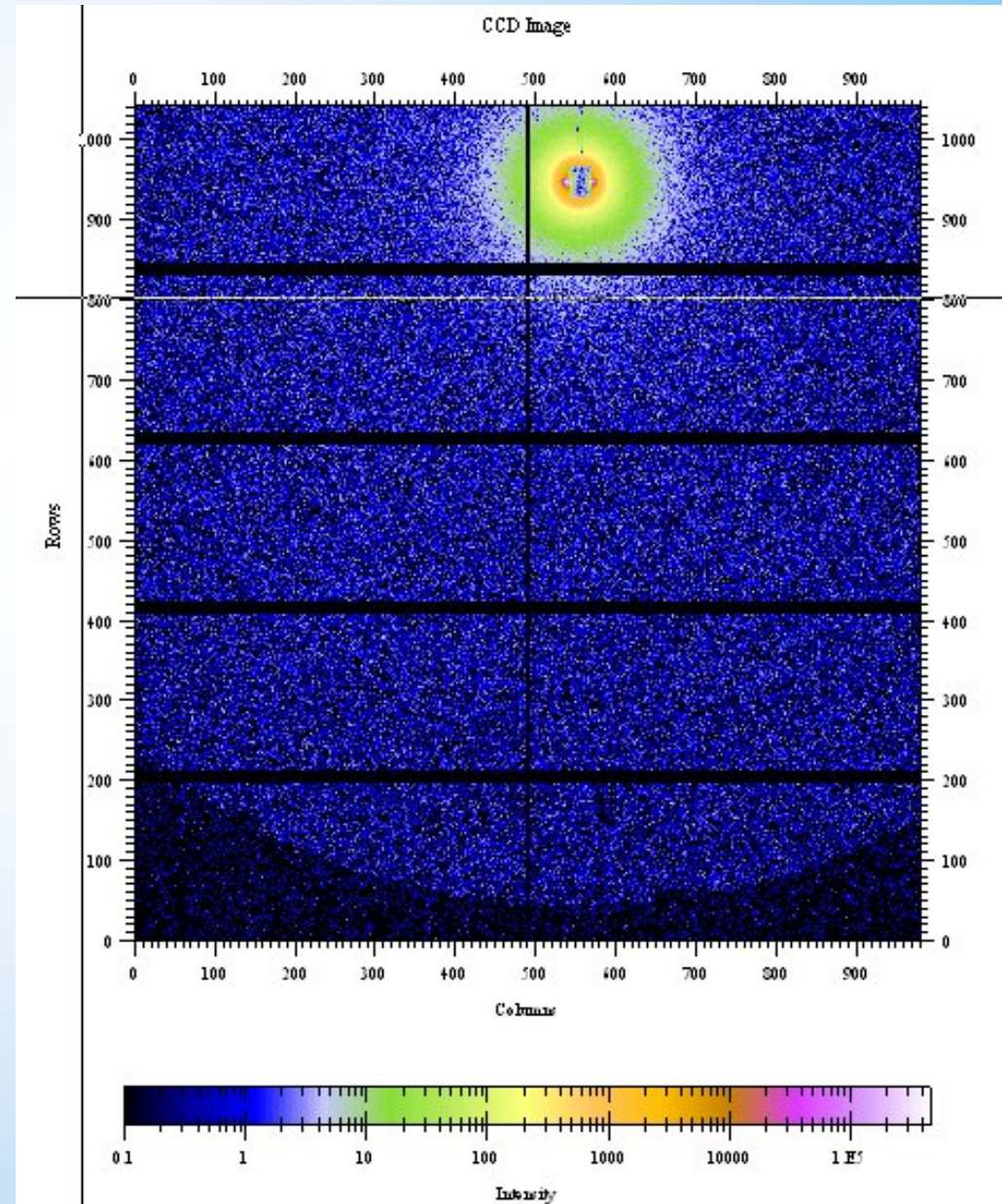
# Traitement des données

- ✿ Correction par l'absorption
- ✿ Correction du fond (cellule vide), éventuellement du « dark »

$$I_s(q) = \frac{I_{S+B}}{\mu_{S+B}} - \frac{I_B}{\mu_B} - I_D$$

- ✿ Intégration radiale (masque, beamstop)
- ✿ Calibration en q (standard avec distance connue)
- ✿ Intensité absolue: échantillon de référence (ex eau, compressibilité/intensité connue)

*Guinier, Bull. Soc. Franç. Min. Crist. 90 (1969) 445)*



## Dans les verres à l'échelle nanométrique:

- ✚ nombreuses caractéristiques structurales à l'échelle nanométriques.
- ✚ Les premières études par SAXS sur des verres remontent aux années 1950 . trois échelles principales d'organisation.

## @Fluctuations thermiques de densité

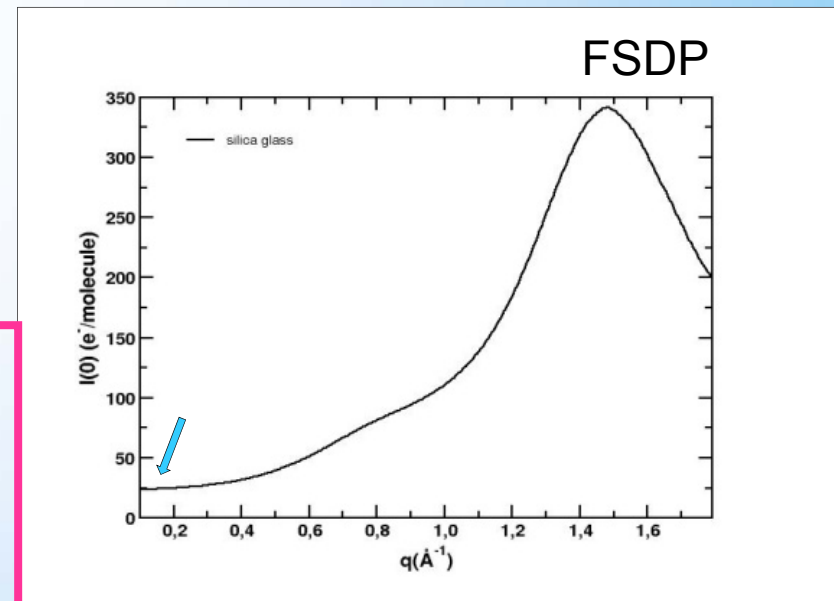
- ✚ Intensité absolue  $q \rightarrow 0$
- ✚  $\lim_{Q \rightarrow 0} I(Q) = k_B T \chi(T)$
- ✚ Liquides  $\leftrightarrow$  compressibilité isotherme
- ✚ Verres:  $f(\text{compressibilité}, T_f)$

Exemple : silice

dans un cube de 20Å de côté, (8000 Å )

$$\frac{\langle \Delta \rho^2 \rangle}{\rho_0} \approx 1\%$$

(20Å)<sup>3</sup>  $\Leftrightarrow$  176 molécules SiO<sub>2</sub>  $\mp$  2



## @Fluctuations thermiques de concentration

✚ systèmes vitreux chimiquement complexes (verres multicomposants)

✚ 10-15 Å pour les borates alcalins

✚ 20-30 Å pour les silicates alcalins

✚ 10-12 Å pour les borosilicates et borogermanates.

*Takahashi, Appl. Phys. Lett. 95 (2009) 071909*

*Titov Sov. J. Glass Phys. Chem. 7(1991)44*

*Vasilevskaye Fiz Khem Stekla 6 (1980)51*

*Golubkhov, Glass Phys. Chem 37 (2011) 252*

## @ Fluctuations supercritiques

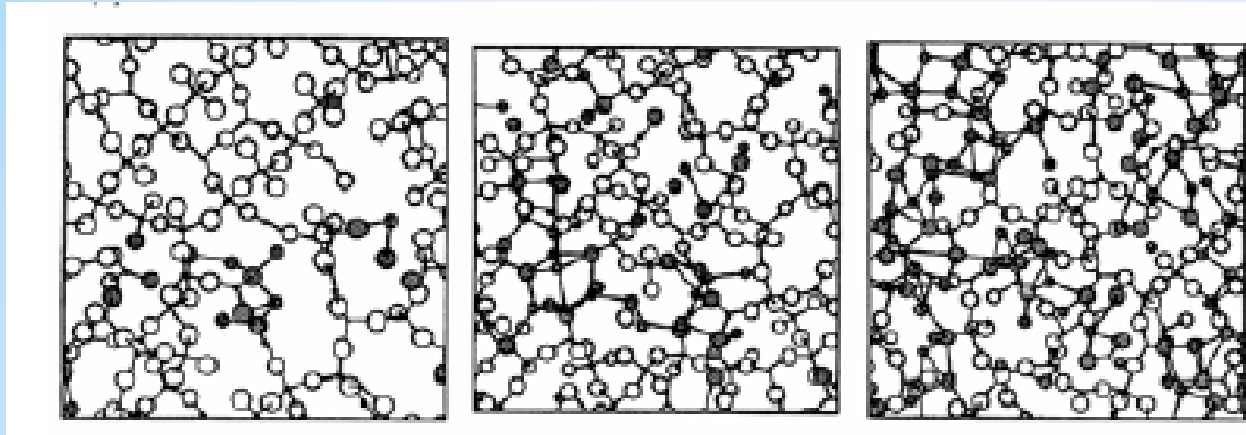
- inhomogénéités de plus grandes tailles
- 300-400 Å dans les borosilicates
- 30-100 Å dans les aluminoborate de plomb
- origine et caractère cristallin ?
- souvent associées à un phénomène de séparation de phases.

*Golubkhov Sov. J. Glass. Phys. Chem. 7 (1981) 272*  
*Golubkhov Sov. J. Glass. Phys. Chem. 18 (1997)*  
*Porai-Koshits , J. Non-Cryst. Solids, 49, 143-156.*



## ④ Microségrégation des cations

Modified random network (Greaves)



(see Fig. 12). (c) MD simulations of  $(\text{Na}_2\text{O})_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$  glasses [36]. In these sections, Na's and NBO's are shown shaded. With the modifier content increasing from left to right,  $x = 0.05$ , 0.2 and 0.3 and microségrégation is evident, even in the most dilute case. Channels become

established above the percolation threshold  $x = 0.16$  [27].

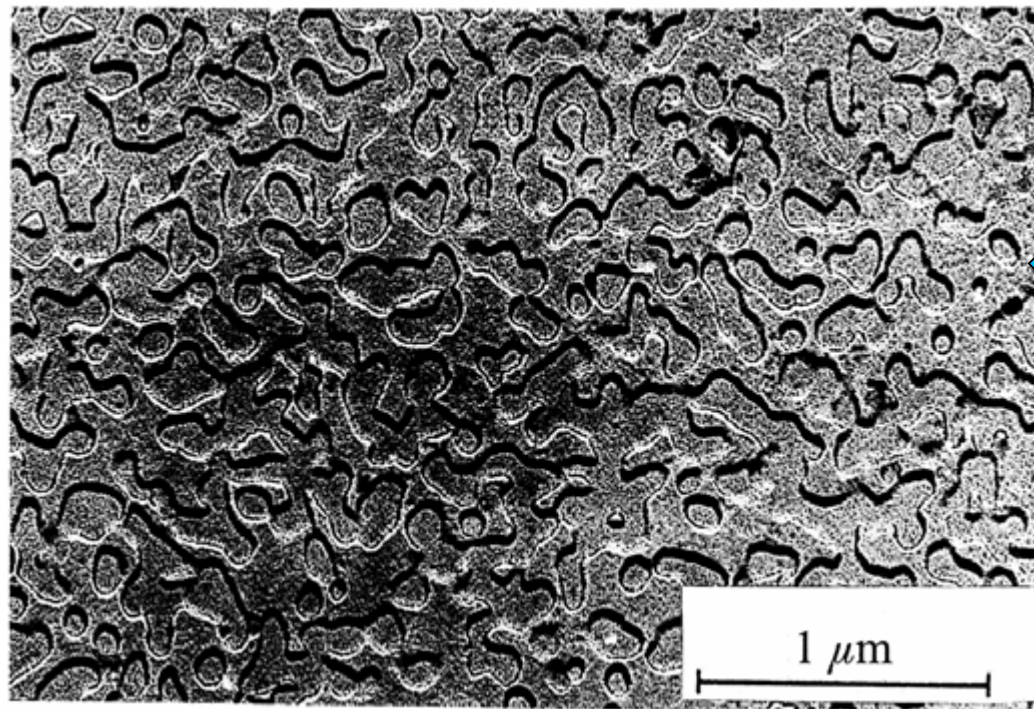
Alcalins présents dans des « Canaux » : statiques ou dynamiques ?



Greaves, *JNCS* 222 (1997) 13  
Huang, *J. Phys. Chem* 93(1990)8180

Pic ou intensité du signal ↑ ?

## ② Séparation de phase, décomposition spinodale

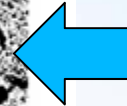


*Porai-Koshits, JNCS 1 (1968) 29*

Séparation de phase dans un verre  
 $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2^{**}$

~100nm → verre opalescent

À plus petite échelle (transparent)



Zarzycki, JNCS 1(1969)215

décomposition spinodale

taille ~130Å dans un verre

$\text{B}_2\text{O}_3\text{-PbO-Al}_2\text{O}_3$

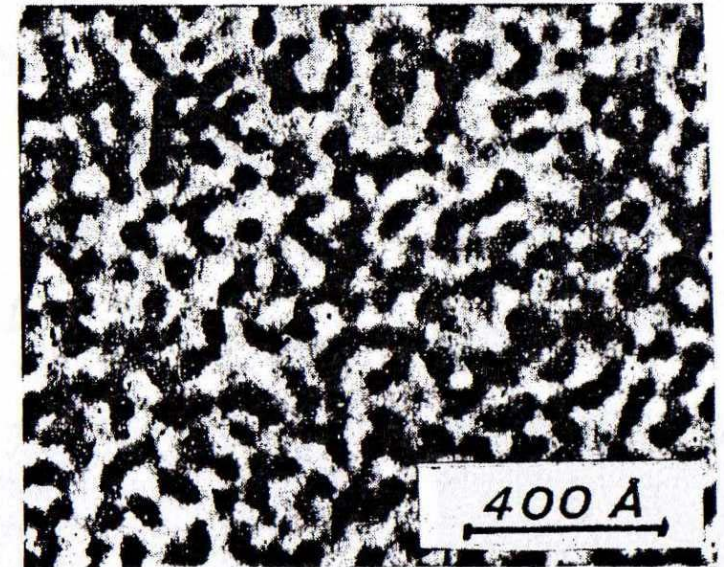
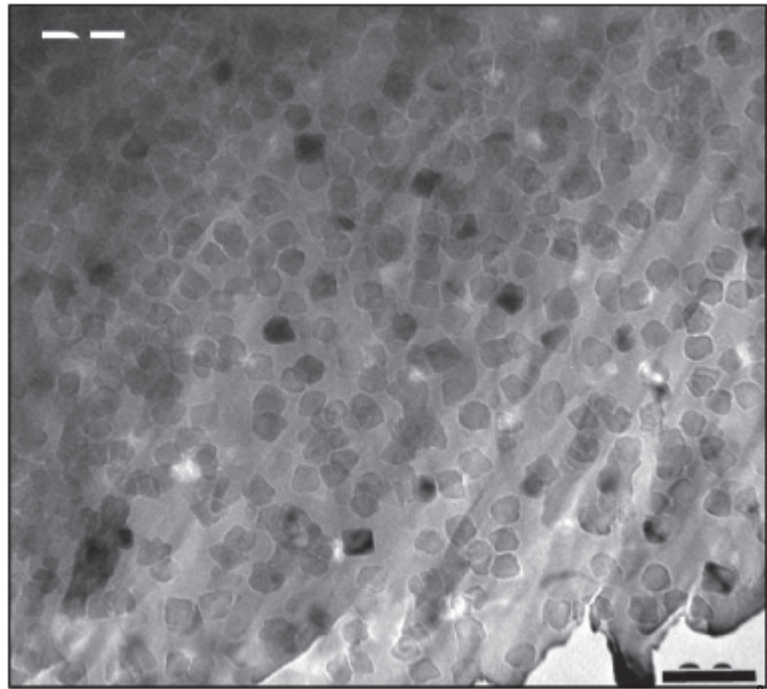


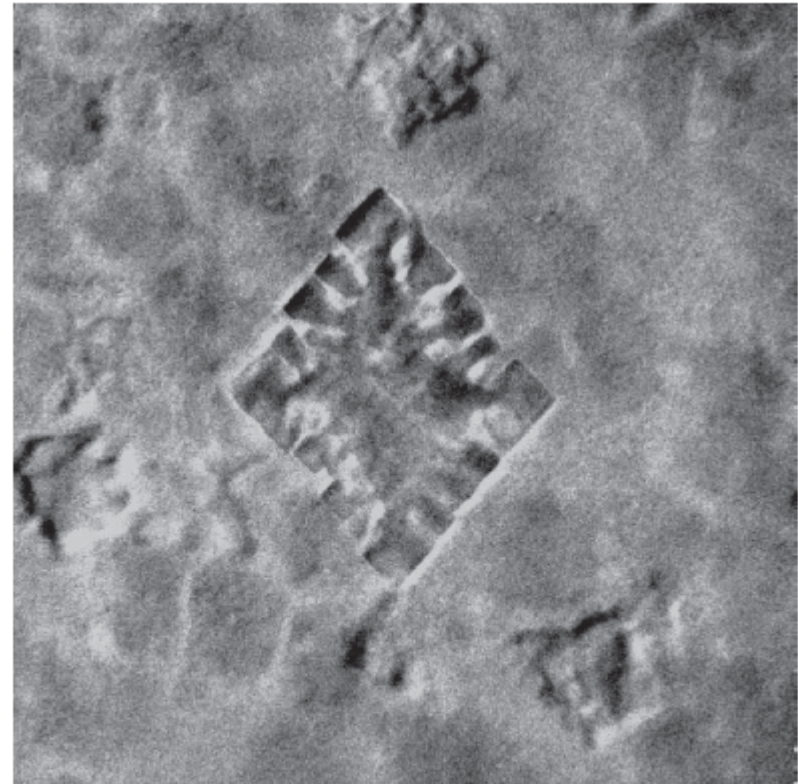
Fig. 10. Determination of a spinodal wavelength from an electron micrograph. (a) Transmission electron micrograph showing a spinodal decomposition texture from which a diffraction grating was prepared. (b) Corresponding Fraunhofer diffraction spectrum obtained from this grating ( $\lambda = 5461 \text{ \AA}$ ). (c) Photometric trace across the diffraction ring. From ref. 5.

## © Nucléation, cristallisation homogène ou hétérogène



TEM micrograph of a cordierite glass ceramic.  
Spinel nanocrystallites

*Bras, Crystal Growth & design 9 (2009)1297*

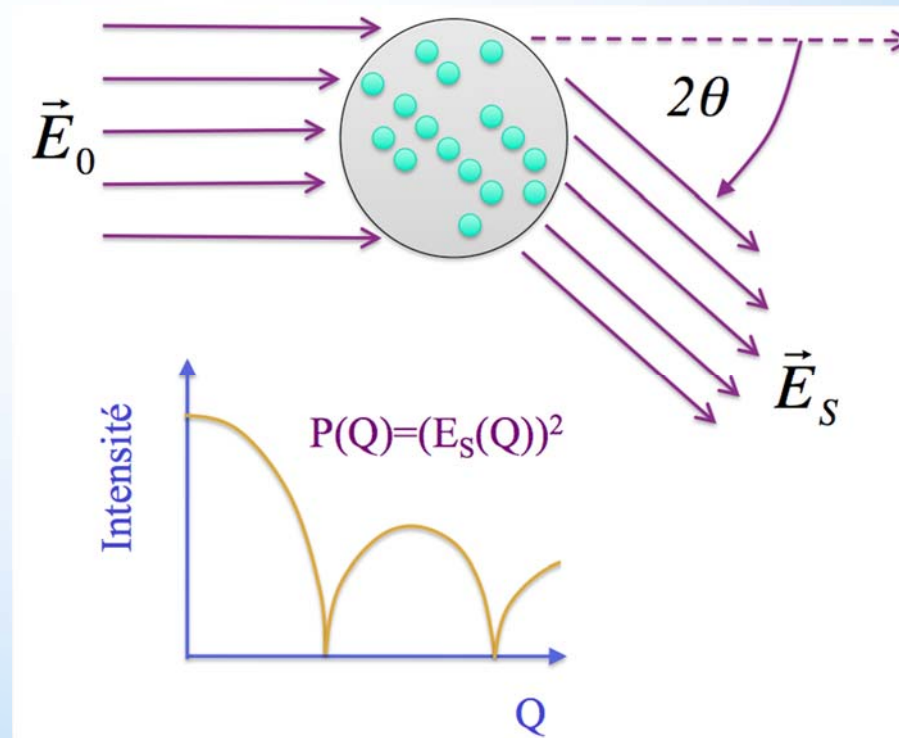


**Figure 3.** Anomalous large spinel crystal. The particle diagonal is about 1500 Å. Diffraction on all parts of the crystallite give the same orientation and confirm a near spinel structure with a unit cell of about 8 Å. The lighter parts are amorphous which gives the impression that it is a kind of dendritic growth.

# Définitions: Facteur de forme $P(q)$

- ◆ Diffusion d'une particule
- ◆ Interaction entre toutes les ondes envoyées par tous les atomes de la particules
- ◆ Collection de particules identiques et éloignées les unes des autres (distances grandes par rapport à  $\lambda$ ) échantillon dilué

$$\lim_{q \rightarrow 0} P(Q) = 1$$



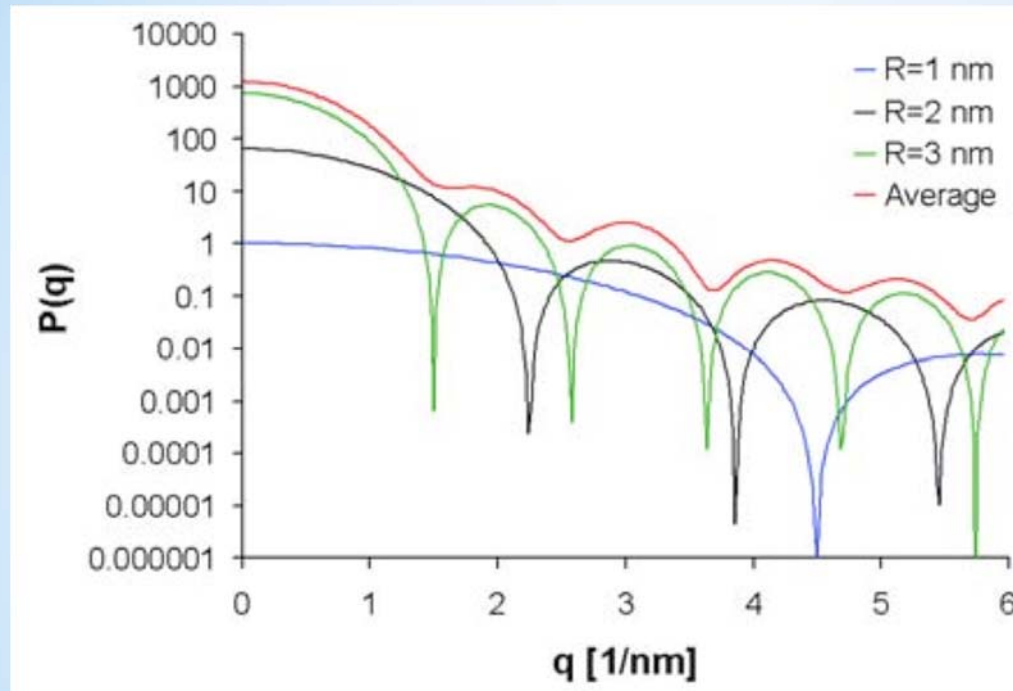
## Exemple: Facteur de forme d'une particule sphérique

$$\begin{aligned}\frac{N}{V_{\text{sphere}}} \int d^3r n(r) e^{iqr} &= \frac{N}{V} \int_r \int_{\theta} r^2 dr \sin \theta d\theta n(r) e^{iqr \sin \theta} \\ &= \frac{N}{V} \int_r r^2 dr e^{iqr} / qr = \frac{N}{V} \frac{1}{q} \int_{r=0}^R r dr e^{iqr} \\ &= \frac{N}{R^3} (\sin qR - qR \cos qR) / q^3\end{aligned}$$

$$P(Q) = 9((\sin qR - qR \cos qR) / (qR)^3)^2$$

# Polydispersité

$P(q)$  = somme de tous les  $P(q)$



- Cas simple d'un échantillon avec 3 tailles de particules.
- Addition de fonctions dont les positions des minimas sont différentes  
⇒ réduction des minimas

*D'après A Practical guide to SAXS, H. Schnablegger  
and Y. Singh, ed Anton Paar, Autriche 2006*

## Définitions: Facteur de structure $S(q)$

- Particules proches (distances  $\sim \lambda$ )
- Interférences cohérentes entre particules voisines
- $I(q) = K S(q) P(q)$



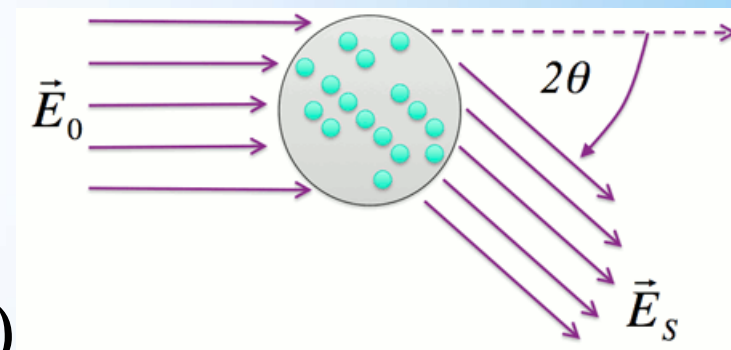
Intensité absolue

# Analyse « indépendante » d'un modèle Rayon de giration (Guinier)

- échantillon dilué
- particules identiques
- limite  $q \rightarrow 0$

Facteur de forme  $\lim_{q \rightarrow 0} qR \ll 1$

$$\begin{aligned} P(Q) &= \sum_i \sum_j \exp(-iqr_i) \exp(+iqr_j) \\ &= \sum_i \sum_j (1 - iqr_i)(1 + iqr_j) \end{aligned}$$



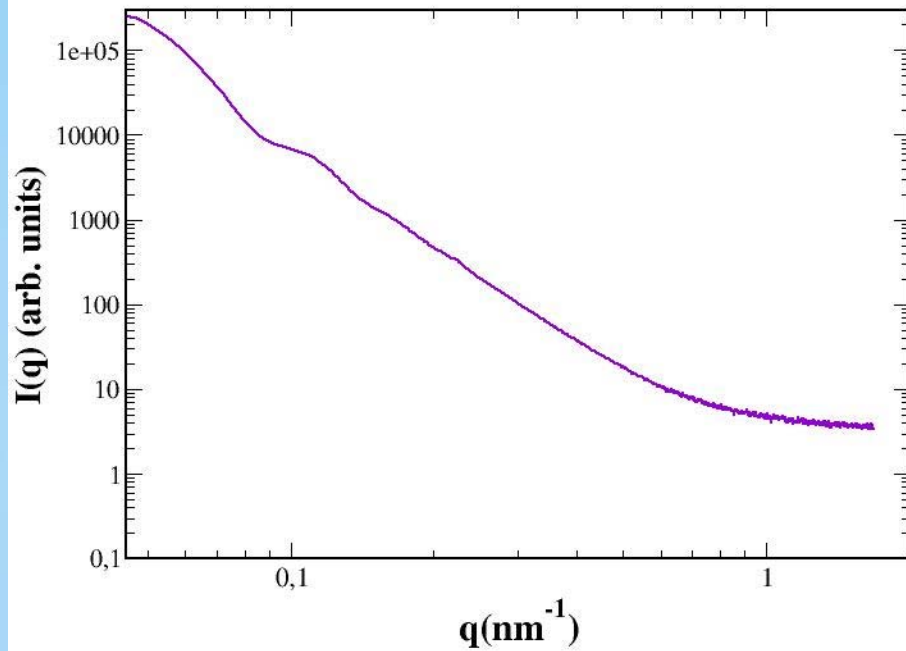
$$P(Q) = 1 - q^2 \frac{R_g^2}{3} \quad \text{avec} \quad R_g = \frac{1}{N} \sum_i r_i^2$$

⇒ Régime linéaire en  $\log I(q)$  versus  $q^2$



# Application: exemple d'analyse « de Guinier »

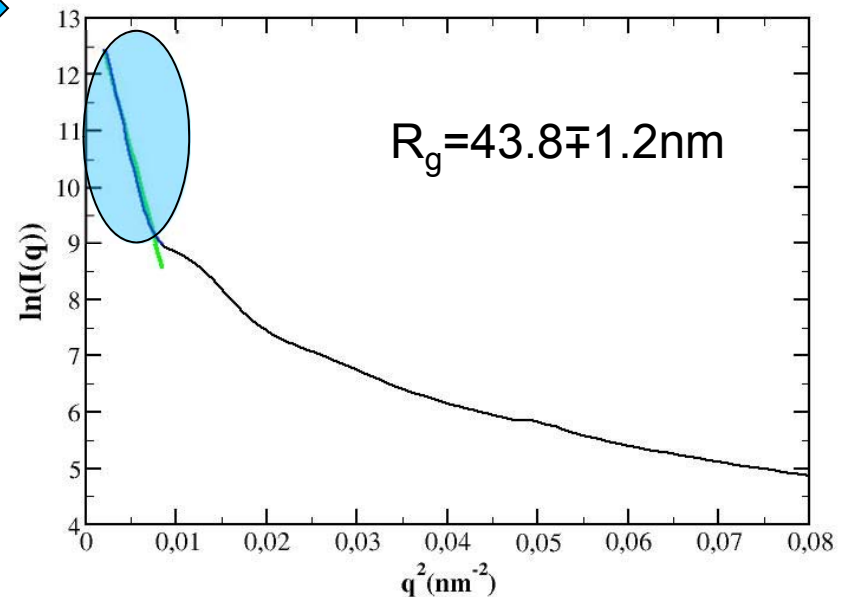
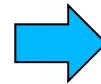
Verre CEA Marcoule 1%Mo 3% Cs  
Traité à 800°C



$$\ln(I(q)) = \ln(a_0) - \frac{R_g^2}{3} q^2$$

Graphique de « Guinier »  $\ln I(q)$  versus  $q^2$

$$\ln(I(q)) = \ln(I(0)) - R_g^2 q^2 / 3 = 13.7 - 621.3 q^2$$



# Analyse de Guinier : limite $q \rightarrow 0$ du facteur de forme pour une sphère

$$P(Q) = 9 \left( (\sin qR - qR \cos qR) / (qR)^3 \right)^2$$

$$P(Q) = \frac{9}{(qR)^3} \left( (qR - \frac{1}{3!}(qR)^3 + \frac{1}{5!}(qR)^5 - qR + \frac{1}{2!}(qR)^3 \right.$$

$$\left. - \frac{1}{4!}(qR)^5 \right)^2 = 9 \left[ \frac{1}{3} - (qR)^2 \frac{4}{5!} \right]^2 \approx 1 - \frac{(qR)^2}{5}$$

$$P(Q) = \left( 1 - \frac{(qR_g)^2}{3} \right) \quad \text{avec}$$

$$R_g^2 = \frac{3}{5} R^2$$

$$R = \sqrt{5/3} R_g$$

Exemple précédent:

$$R_g = 43.8 \pm 1.2 \text{ nm} \Rightarrow R = 56.5 \pm 1.5 \text{ nm}$$

Particules sphériques

# Exemples de rayons de Guinier, $R_g$ , pour différentes formes de particules

Géométrie de la particule	$R_g^2$
Sphère de rayon $R$	$\frac{3R^2}{5}$
Coquille sphérique de rayon $R_1 > R_2$	$\frac{3 R_1^5 - R_2^5}{5 R_1^3 - R_2^3}$
Ellipse de semi-axes $a$ et $b$	$\frac{a^2 + b^2}{4}$
Ellipsoïde de semi-axes $a$ , $b$ et $c$	$\frac{a^2 + b^2 + c^2}{5}$
Prisme de côté $A$ , $B$ et $C$	$\frac{A^2 + B^2 + C^2}{12}$
Cylindre de rayon $R$ et de longueur $l$	$\frac{R^2}{2} + \frac{l^2}{12}$

## Références:

- ✚ Lelong G., Price D. L., Saboungi M.-L. (2011) "Scattering techniques" In: Kanellopoulos N. (Ed.), Nanoporous Materials: Advanced Techniques for Characterization, Modeling, and Processing, CRC Press INC, pp. 3-52.
- ✚ Glatter O., Kratky O. (1982) "Small angle x-ray scattering." New-York, Academic Press.
- ✚ Glinka C. (2000) "SANS From Dilute Particle Systems." In, NCNR Summer School

# Analyse « indépendante » d'un modèle : Régime de Porod

• Aux grands angles, loi de Porod

$$I(q) \approx \frac{K_p}{q^4} (+B)$$

• Rem: fentes linéaires:  $q^{-4} \rightarrow q^{-3}$

• « Porod plot »

$$q^4 I(q) = K_p + Bq^4$$

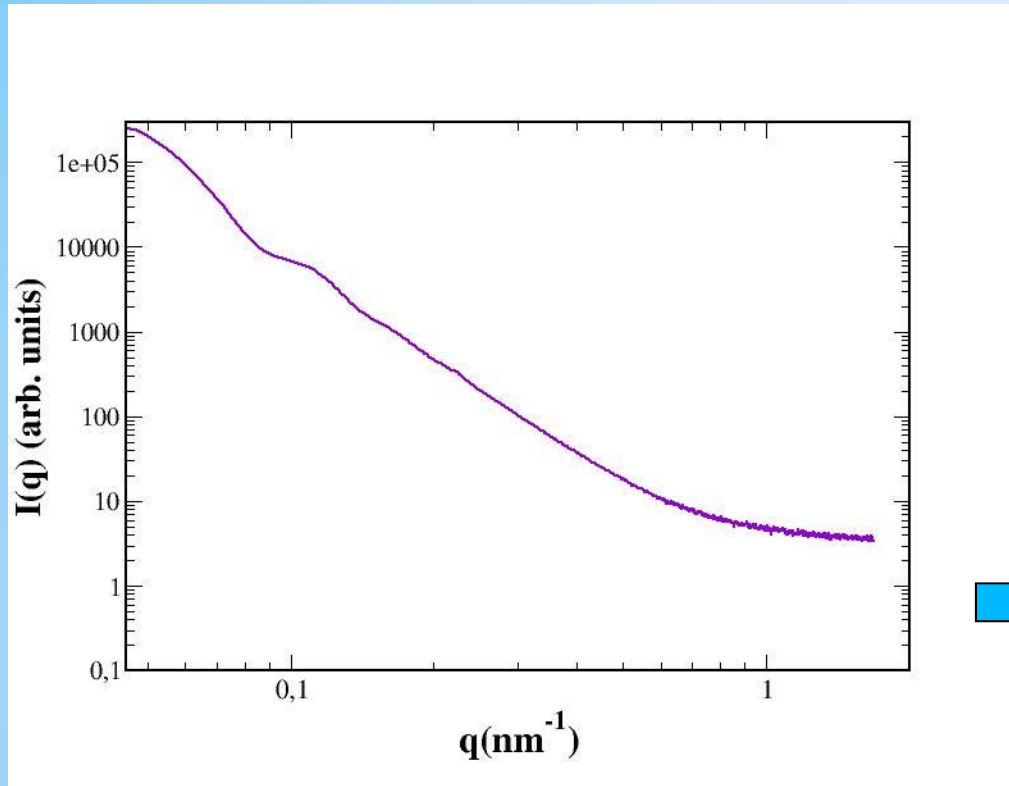
Fond  $\Leftrightarrow$  pente dans le graphe de Porod

• Invariant  $Q_p$  
$$Q_p = \int_0^{\infty} q^2 I(q) dq$$

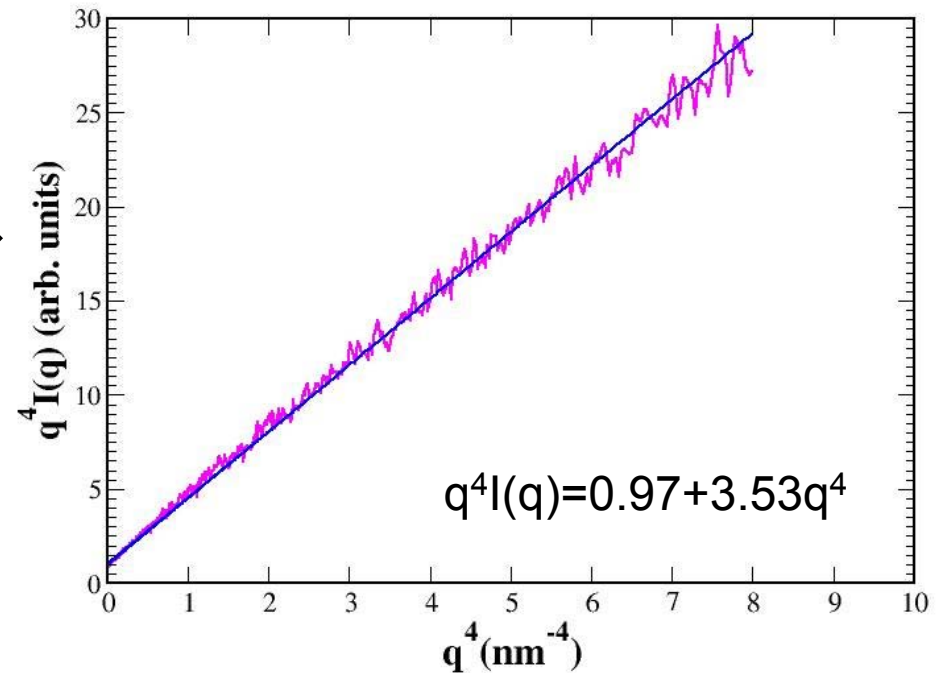
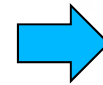
• Surface sur volume 
$$\frac{S}{V} \propto \frac{K_p}{Q_p}$$

• Volume de Porod 
$$V_p = \frac{2\pi^2}{Q_p} I(0)$$

# Application: exemple d'analyse « de Porod »



Verre CEA Marcoule 1%Mo 3% Cs  
Traité à 800°C



$$V_p = \frac{2\pi^2}{Q_p} I(0)$$

Guinier

Sphère  $\Rightarrow$

$$V_p = \frac{4\pi}{3} R_p^3$$

$$R_p = 49.4 \pm 3.4 \text{ nm}$$

imprécision

- Invariant  $Q_p$  (bornes  $\lim_{q \rightarrow 0}$  et  $\lim_{q \rightarrow \infty}$ )
- Ordonnée à l'origine

# Exemple : verres $\text{Li}_2\text{O}-2\text{SiO}_2$

Hench et al, *Phys. Chem. Glass.* 12, 58 (1971)

$$R_p = \frac{3}{8\pi(1-V)q^2 I(q)}$$

Modèle sphérique

Gerold, *Phys. Stat. Sol.* 1 (1961) 37)

L. L. HENCH ET AL. : EARLY STAGES OF CRYSTALLISATION IN A  $\text{Li}_2\text{O}-2\text{SiO}_2$  GLASS

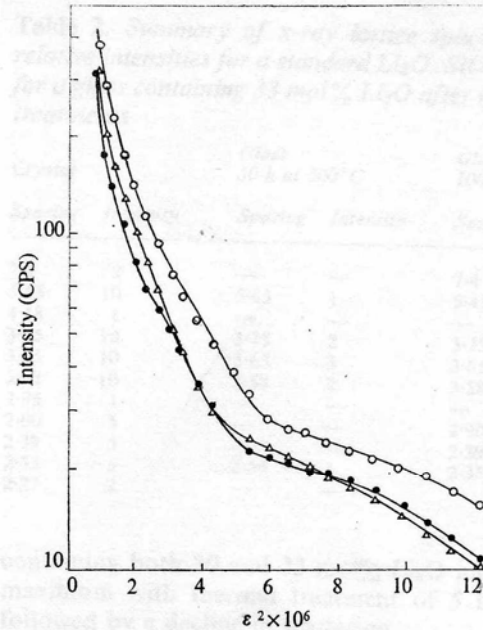


Figure 1. X-ray small angle scattering curves from a glass containing 30 mol%  $\text{Li}_2\text{O}$  as a function of heat treatment at  $500^\circ\text{C}$

△ 2 h  
○ 5 h  
● 10 h

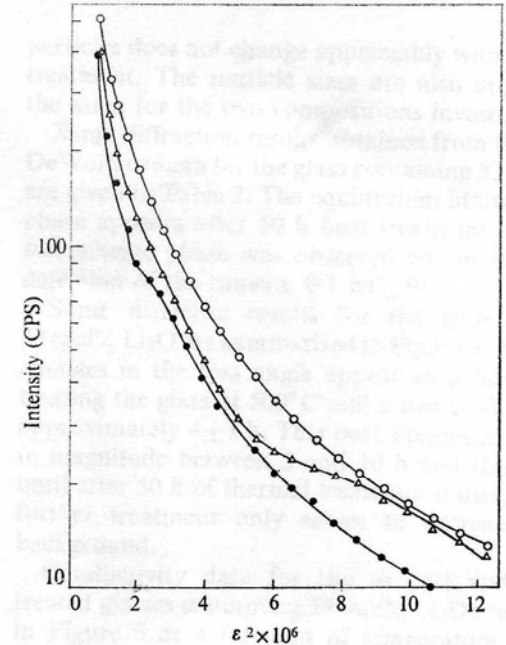


Figure 2. X-ray small angle scattering curves from a glass containing 33 mol%  $\text{Li}_2\text{O}$  as a function of heat treatment

△ 3 h at  $475^\circ\text{C}$   
○ 5 h at  $500^\circ\text{C}$

Heat treatment time (h)	Guinier radius (Å) for glass with 30% $\text{Li}_2\text{O}$	Guinier radius (Å) for glass with 33% $\text{Li}_2\text{O}$	Porod radius (Å) for glass with 30% $\text{Li}_2\text{O}$	Porod radius (Å) for glass with 33% $\text{Li}_2\text{O}$
2	265-302		159	
3		256		152
5	228-272	233	149	196
10	237-312	242	143	194

# Exemple: Facteur de forme d'une sphere aux grands q

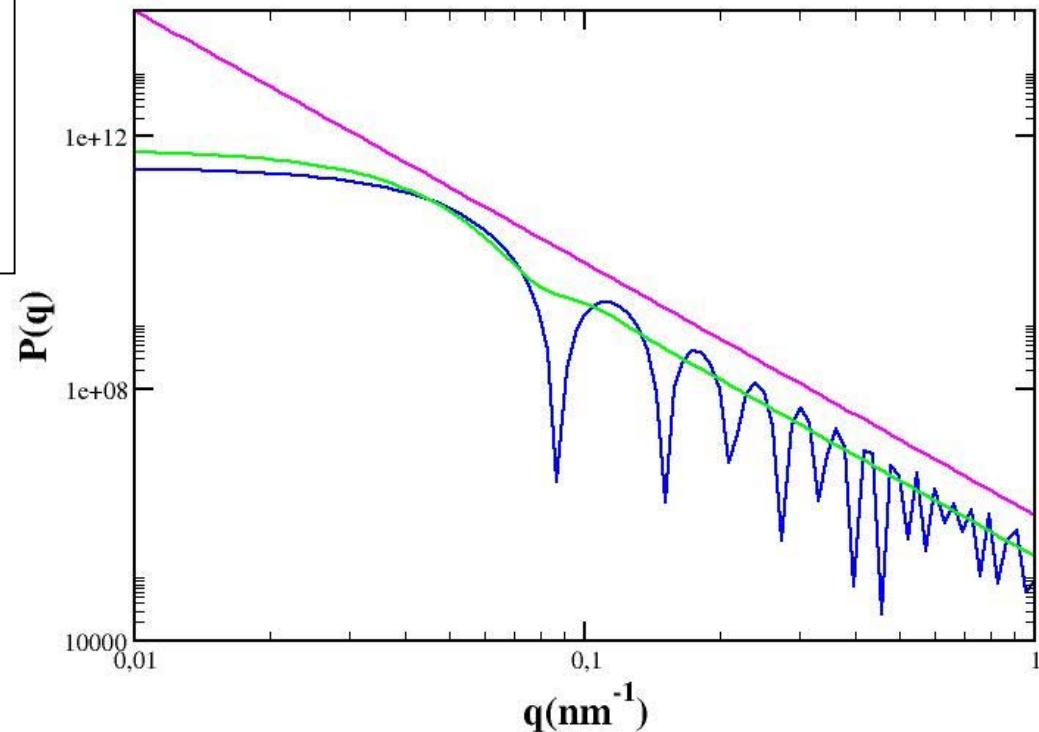
$$qR \gg 1 \quad \cos qR \sim \sin qR \sim 1/\sqrt{2}$$

$$P(Q) = 9((\sin qR - qR \cos qR)/(qR)^3)^2$$
$$= \frac{9}{((qR)^3)^2} \left[ \frac{1}{\sqrt{2}} - \frac{qR}{\sqrt{2}} \right]^2 = \frac{9}{2(qR)^6} (qR)^2 = \frac{9}{2(qR)^4}$$

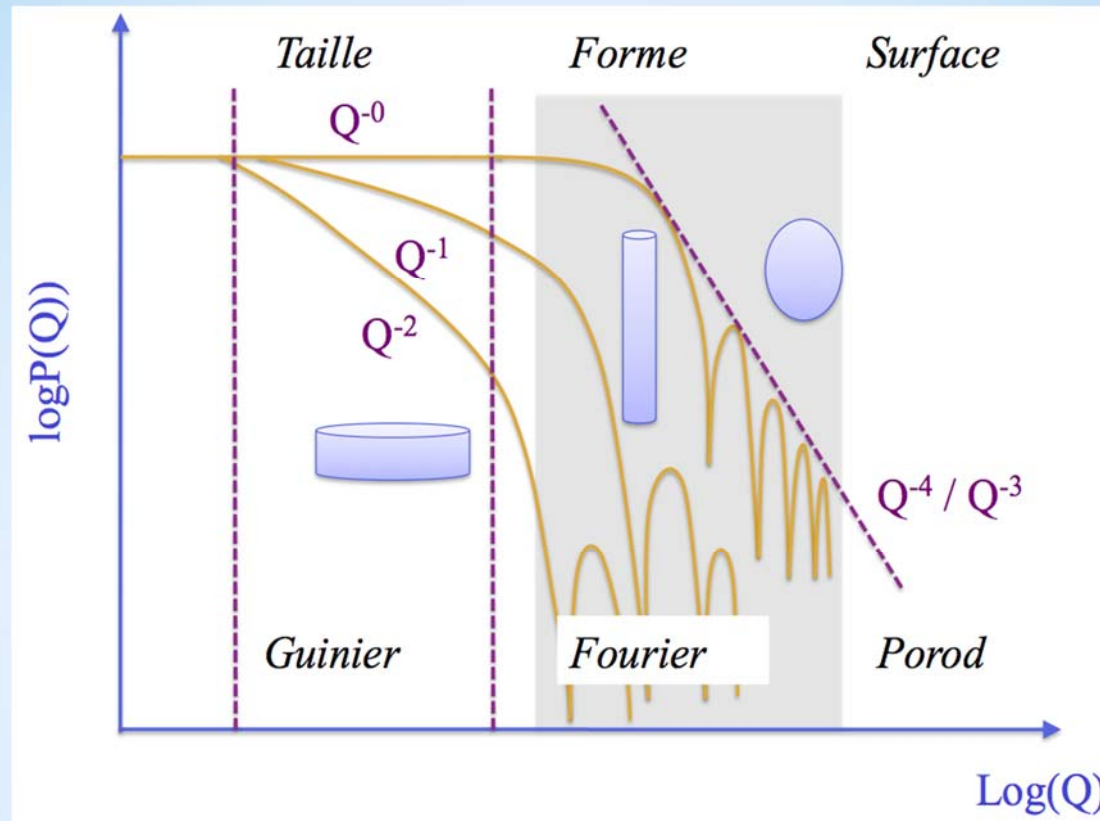
$P(Q) \sim q^{-4}$  aux grands q

- $P(Q)$  pour une sphere  $R=513\text{nm}$
- $P(Q)$  distribution lognormale  $R=51\text{nm}$   
et  $\sigma=0.18$

$$N(r) = \frac{1}{r} \exp\left(-\frac{(\log r - \log R)^2}{2\sigma^2}\right)$$



# Analyse : structure et forme des particules



Comportement schématique des différentes régions en  $Q$  du facteur de forme pour des particules.

$-2 \leftrightarrow$  lamellaire

$-1 \leftrightarrow$  cylindrique

$0 \leftrightarrow$  sphérique

$<-2 \leftrightarrow$  particules trop grosses

Pente régime de Guinier

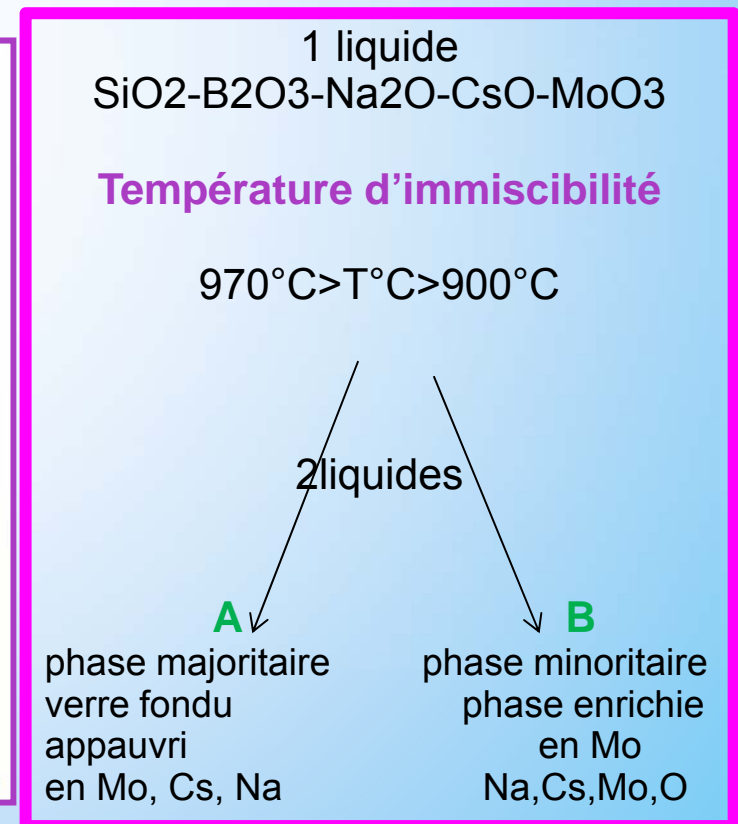
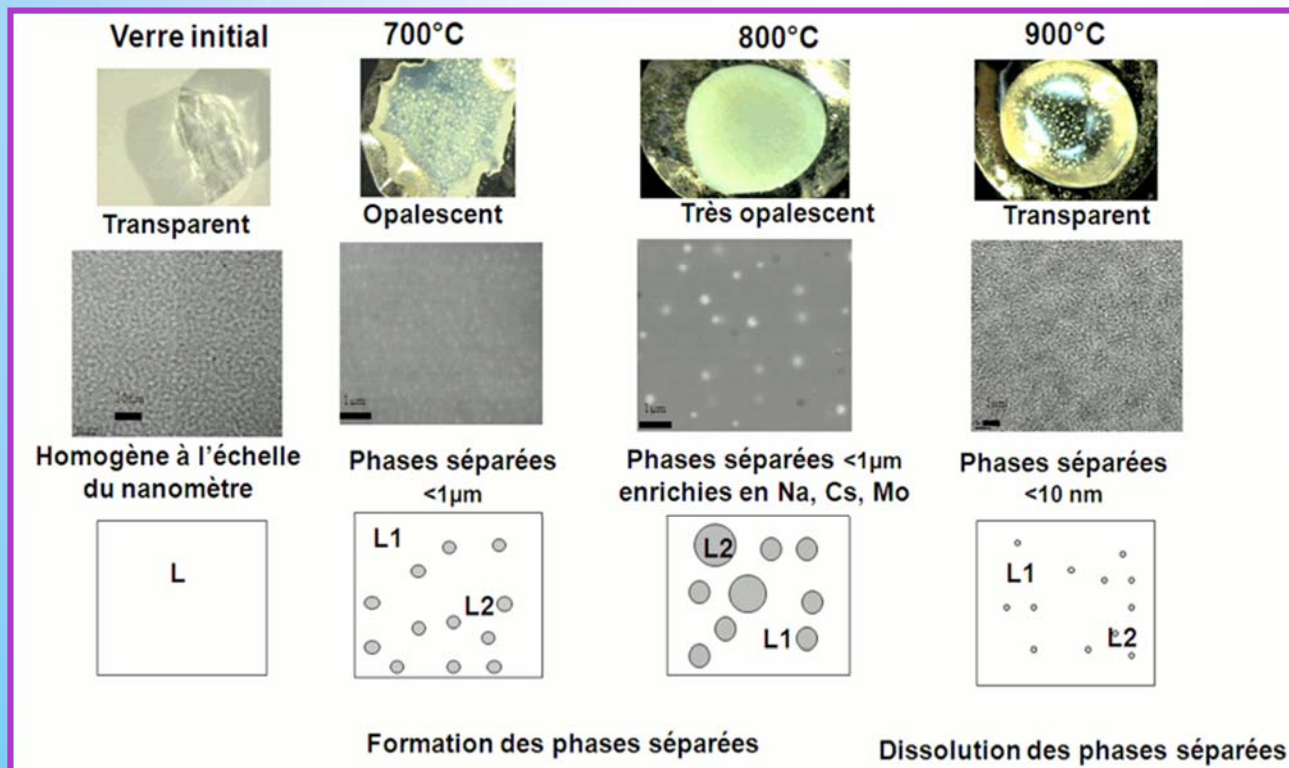


# Exemple : verres $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-Cs}_2\text{O-MoO}_3$

CEA, S. Schuller, B. Penelon, D. de Ligny, S. Kroeker, L. Cormier

problème de **séparation de phase** liquide-liquide lorsqu'on incorpore trop de molybdène (limite de solubilité du Mo) → verre inhomogène

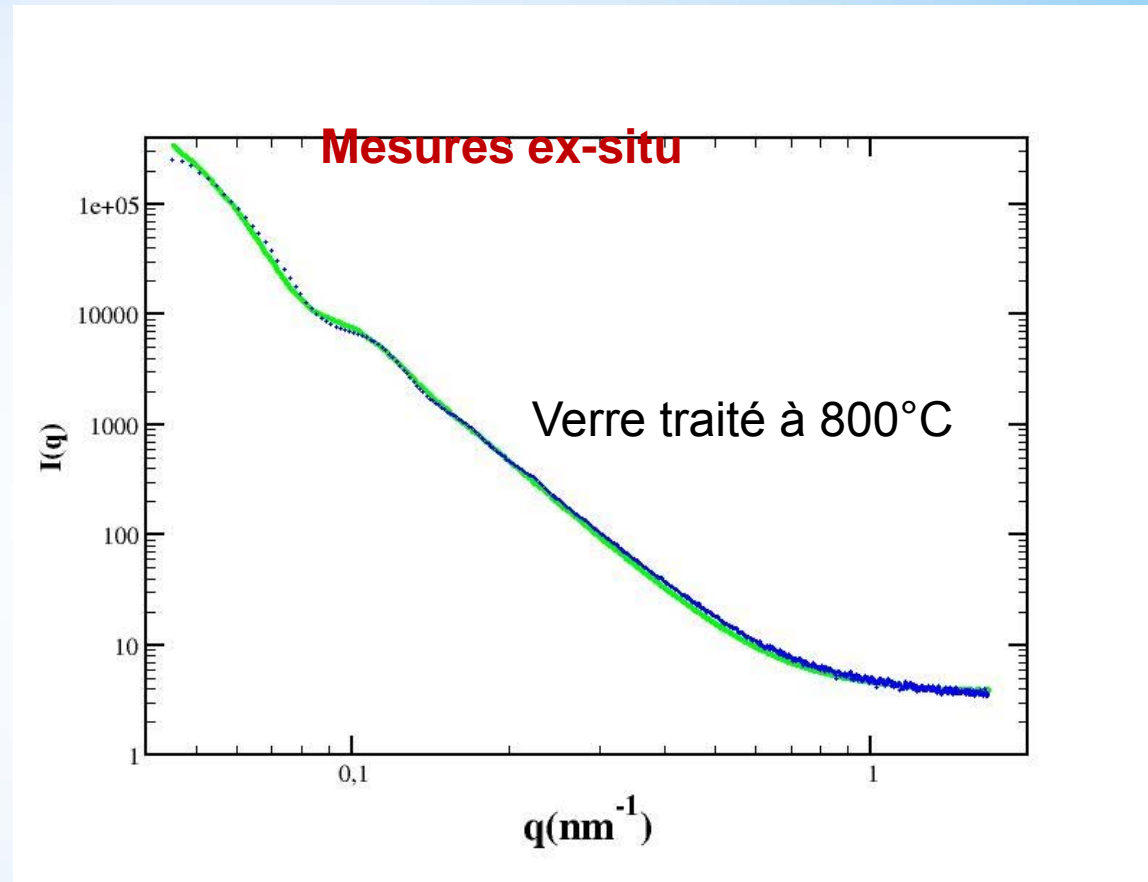
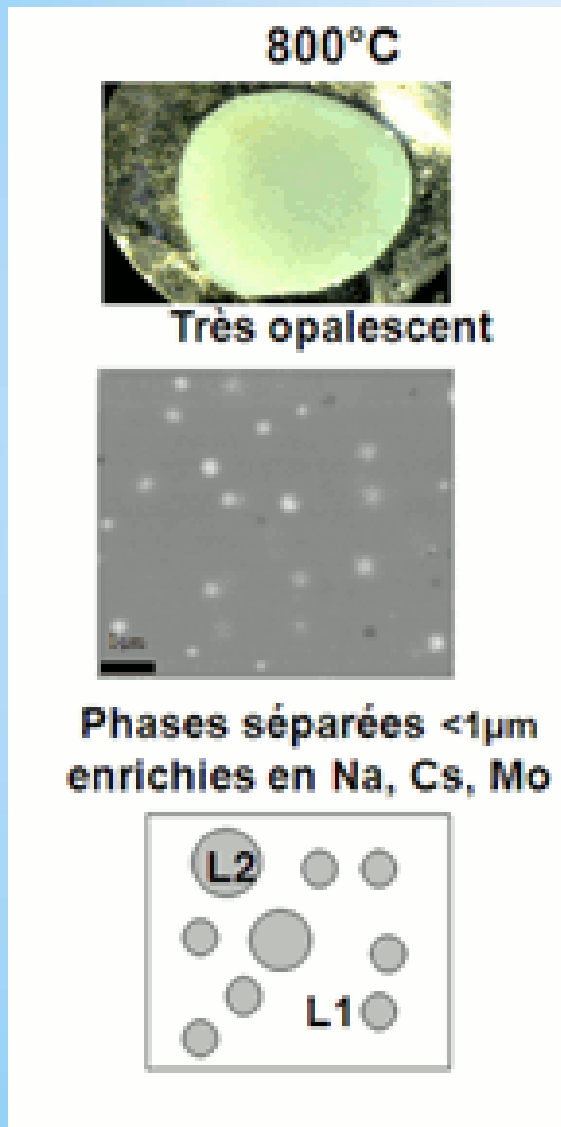
- ✓ phase majoritaire appauvrie en Mo
- ✓ phase minoritaire enrichie en Mo, alcalins et alcalino-terreux



# Exemple : verres $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-Cs}_2\text{O-MoO}_3$

Diffusion des rayons X aux petits angles sur BM26B (ESRF)

$\lambda=0.72\text{\AA}$  distance échantillon -détecteur=7m



Fit avec  $P(q)$  pour une distribution de sphères diluées de rayon  $R=51.34\text{nm}$  avec une distribution lognormale polydispersité 18%

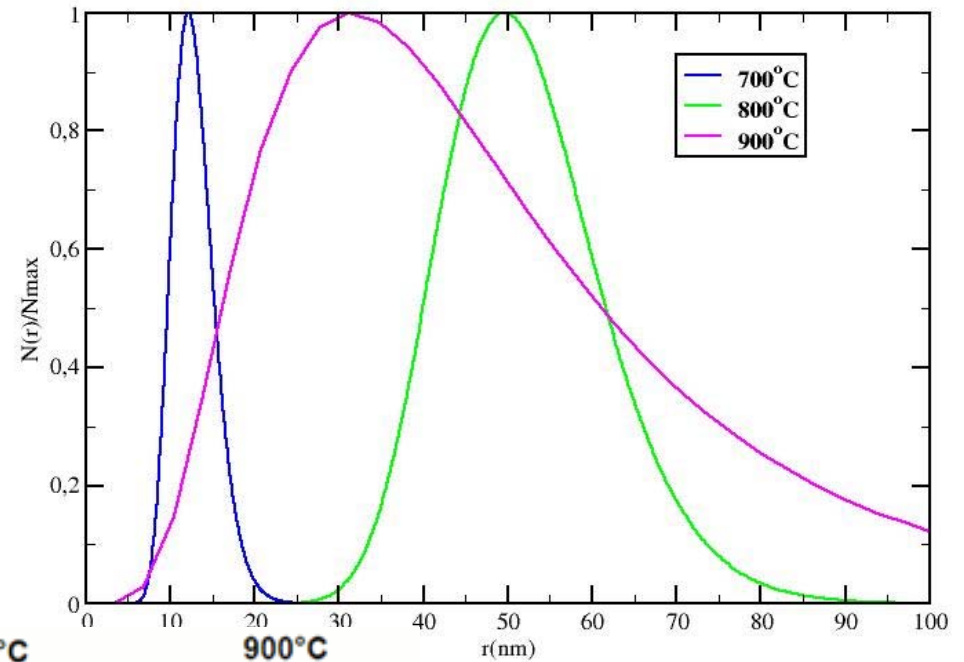
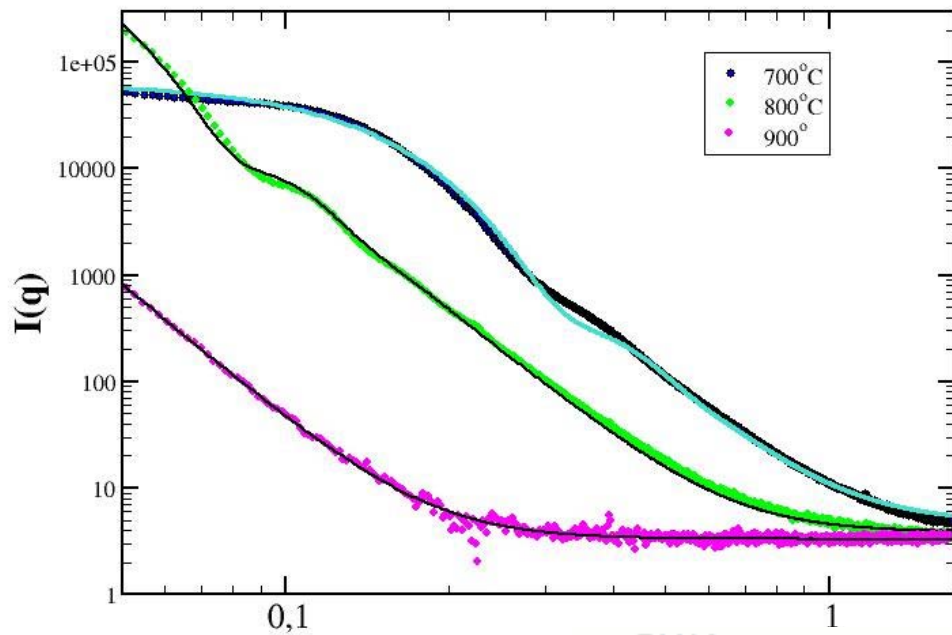
Rappel:

Guinier :  $R=56\text{nm}$   $\Leftrightarrow$   $P(q)$  sphères  $R=51\text{nm}$

Porod  $R=49\text{nm}$

# Exemple : verres $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-Cs}_2\text{O-MoO}_3$

## Mesures ex-situ



$q(\text{nm}^{-1})$

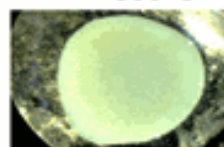
700°C

800°C

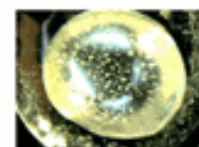
900°C



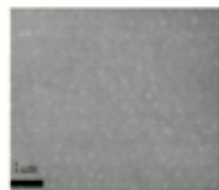
Opalescent



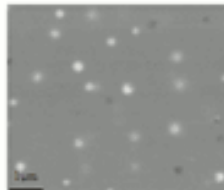
Très opalescent



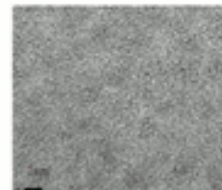
Transparent



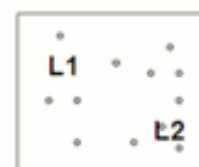
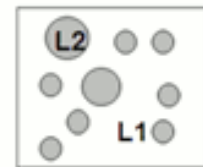
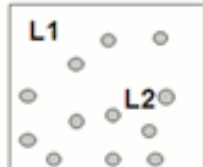
Phases séparées  
<1μm



Phases séparées <1μm  
enrichies en Na, Cs, Mo



Phases séparées  
<10 nm



$\langle R \rangle (\text{nm})$  tiré de  $P(q)$

$R_g$  (nm) analyse Guinier

$R$  (nm) analyse Guinier

$R$  (nm) analyse Porod

900°C

43 (0.56)

$47.9 \pm 1.8 \text{ nm}$

$61.8 \pm 2.3 \text{ nm}$

nm  $47 \pm 4 \text{ nm}$

# Autres exemples d'étude de séparation de phase

## ☀ systèmes MAS, LAS ou ZAS contenant $\text{TiO}_2$ et/ou $\text{ZrO}_2$

Alekseeva JNCS 356 (2010); JNCS 357(2011); Chuvaeva JNCS 243(1999); Golubkov Glass Phys. Chem. 26 (2000); Glass Phys. Chem. 29 (2003); JNCS 345&346 (2004); JNCS 351 (2005)

## ☀ verres alcalins silicatés ou boratés

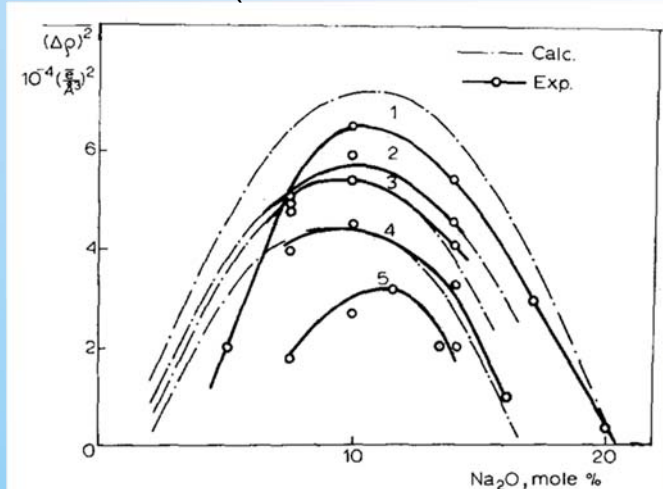
Andreev Disc. Far. Soc. 50(1970); Golubkov JNCS 192 & 193(1995); Döpkins JNCS 64 (1984); Rindone JNCS 49 (1982)

## ☀ système $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$

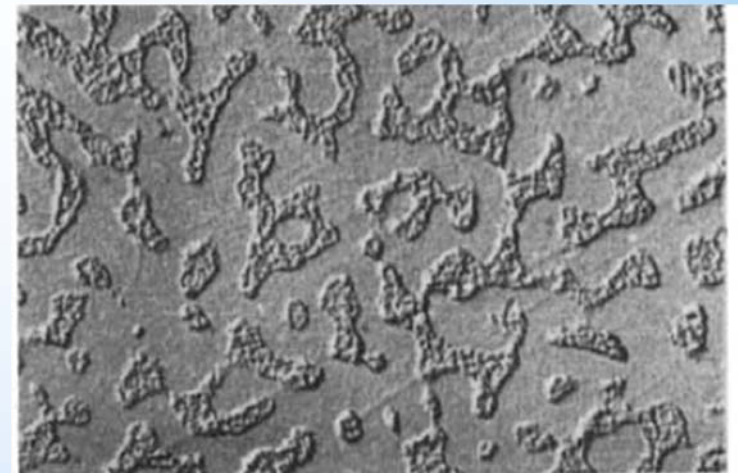
Labarbe P Phys. Chem. Glasses, 29 (1988)

## ☀ Système $\text{SiO}_2$ - $\text{Na}_2\text{O}$

Porai-Koshits JNCS 1 (1968)



SAXS dans un verre 7,5Na<sub>2</sub>O-92,5SiO<sub>2</sub> (1 : 580 °C, 2 : 660 °C, 3 : 685 °C, 4 : 715 °C et 5 : T > T<sub>liquidus</sub>)



microscopie électronique d'un verre 7,5Na<sub>2</sub>O-92,5SiO<sub>2</sub> traité 4h à 836 °C

# Décomposition spinodale

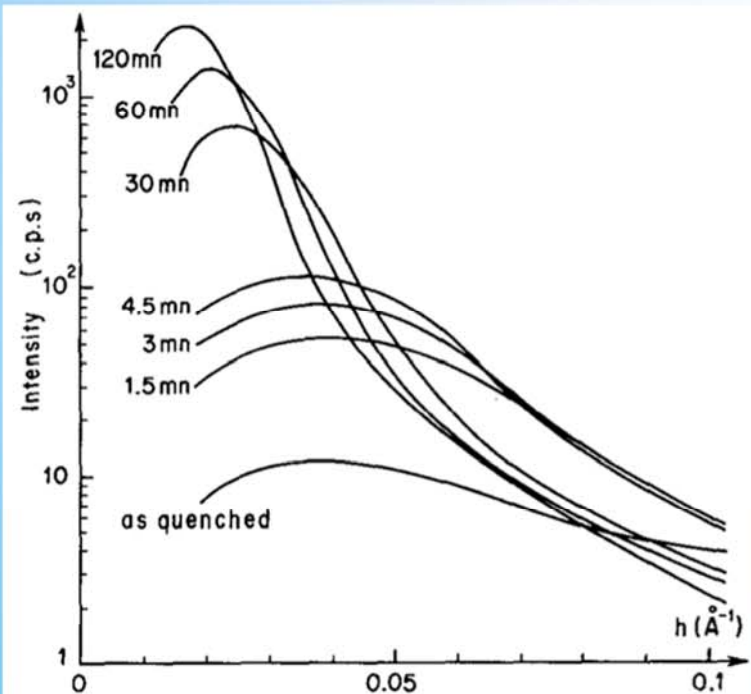
■ verre  $B_2O_3$ -PbO- $Al_2O_3$

■ SAXS en laboratoire avec  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ )

■ bon contraste électronique.

■ premier régime : pic large vers  $Q = 0,05 \text{ \AA}^{-1} \Leftrightarrow$  décomposition spinodale.

■ second régime,  $t > 30 \text{ min}$ , pic vers petits  $Q \Leftrightarrow$  mûrissement d'Ostwald.



SAXS dans un verre  $76B_2O_3$ - $19PbO$ - $5Al_2O_3$   
trempé à partir de  $1160 \text{ °C}$  et traité à  $450 \text{ °C}$  pour  
différentes durées indiquées sur les courbes

# Nucléation / cristallisation

■ Premières mesures SANS dans des verres MAS contenant  $\text{TiO}_2$

↻ longueur de diffusion  $< 0$  de Ti  $\Leftrightarrow$  bon contraste

↻ taille des inhomogénéités, temps d'incubation, rayon des germes critique ( $\sim 9 \text{ \AA}$ ), distance entre particules ( $\sim 900 \text{ \AA}$ ).

*Loshmanov J. Appl. Cryst., 7 (1974); Wright Phys. Chem. Glasses 26 (1985), Wright Nature, 277 (1979)*

■ SAXS dans un verre MAS contenant  $\text{ZrO}_2$  (bon contraste)

↻ séparation amorphe-amorphe avant la formation des premiers cristaux?

*Neilson .Disc. Far. Soc. 50 (1970)*

■ ASAXS (Anomalous SAXS)  $\Leftrightarrow$  sonde préférentiellement certains éléments.

↻ premiers stades de nucléation dans des verres MAS contenant  $\text{TiO}_2$  et  $\text{ZrO}_2$

➤ couche enrichie en  $\text{TiO}_2$  autour des premiers cristaux (mixtes  $\text{TiO}_2/\text{ZrO}_2$ )

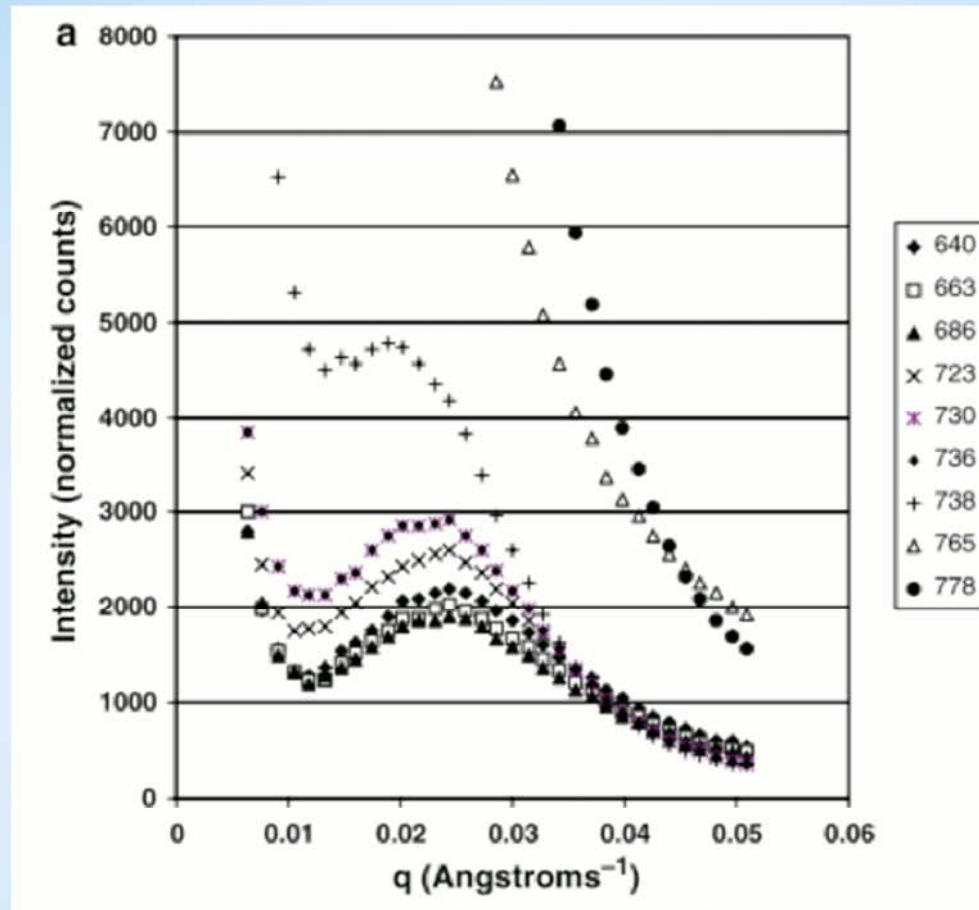
*Lembke Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B, 97 (1995);  
Lembke J. Appl. Cryst., 30 (1997) Lembke J. Phys.  
IV, C8, suppl. Vol. 1 (1993)*

↻ Vitrocéram. 13,6 $\text{Na}_2\text{O}$ -62,9 $\text{SiO}_2$ -8,5 $\text{MnO}$ -15,0 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  avec nanocristaux magnétiques Fe, Mn

➤ concentration  $>$  au coeur; + couche  $\text{SiO}_2$  autour, barrière pour diffusion/ croissance des part.

*Raghuwanshi J. Appl. Cryst. 45 (2012)*

# Nucléation/cristallisation dans un verre $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ par SANS



- Mesures SANS *in situ* dans un four
- Échantillons ~ 1cm
- Pic large  $\Leftrightarrow$  25-27 nm, séparation à courte échelle
- Signal aux petits  $Q \Leftrightarrow$  nucléation
- Cristallisation de fluoroapatite (diffraction)

# Nucléation/cristallisation dans un verre de cordiérite par SAXS

- cristallisation *simultanée* de quartz  $\beta$  et de spinelle  $\text{MgCr}_{2x}\text{Al}_{2(1-x)}\text{O}_4$
- neutrons sensibles aux anions O  $\Leftrightarrow$  SANS pour fluctuations de densité dans le verre et phase quartz  $\beta$

● SAXS  $\Leftrightarrow$  phase spinelle (bon contraste électronique)

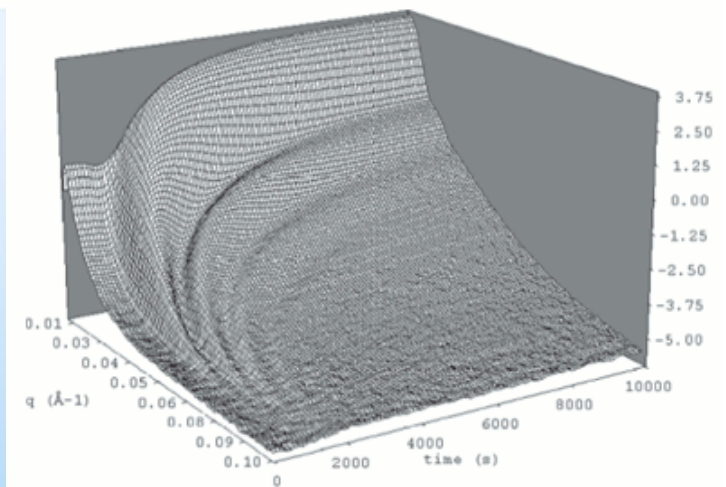
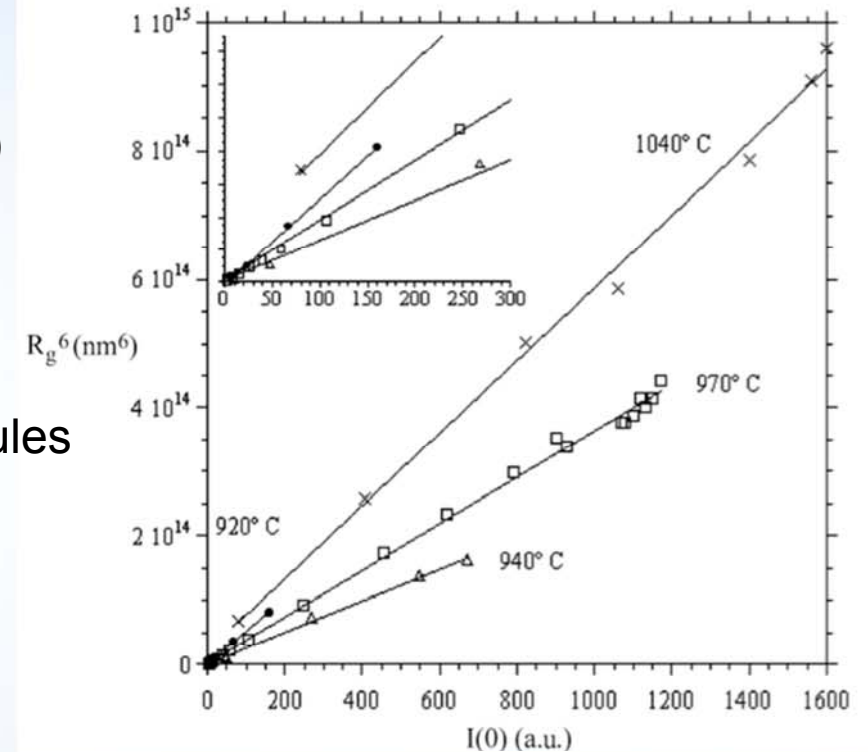
● intensité  $\sim R_g^6 \Leftrightarrow$  nombre constant de particules sphériques, contraste électronique constant :

$$I(0) \sim (\Delta r)^2 N_p R_g^6$$

●  $R_g \sim \sqrt{t} \Leftrightarrow$  processus limité par la diffusion

● minimum secondaire de  $P(Q) \Leftrightarrow$  particules assez monodisperses.

● fraction cristallisée finale  $\sim 4\%$  (Porod)  $\Leftrightarrow$  tous les atomes de chrome sont inclus dans le spinelle.





# Cristallisation : verres dopés avec des cristallites de $\text{CdS}_x\text{Se}_{1-x}$

La taille, la forme, la distribution et la surface des nanocristallites déterminent les propriétés optiques linéaires et non-linéaires des verres dopés

Cristallites, orientations aléatoires, **assez monodisperses**

➔ informations sur la forme

➔ Informations sur la surface

↪ distribution des cordes à grand  $q \rightarrow$  présence d'arêtes (prismes hexagonaux)

$$G(x) \text{ telle que } \int G(x) dx = 1 \text{ et } \gamma(r) = \frac{\int_0^\infty (x-r)G(x)dx}{\int_0^\infty rG(r)dr}$$

$$I(q) = \int_0^\infty \gamma(r) \frac{\sin qr}{qr} 4\pi r^2 dr$$

➔ informations sur la distribution

↪ lognormale meilleure que gaussienne

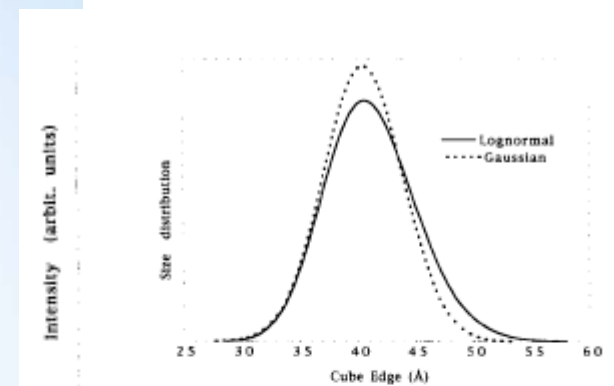


Fig. 4. Size-distribution function. Plain line: logarithmic size distribution deduced from the simulation obtained from the log normal distribution of cubic particles. Dotted line: equivalent Gaussian distribution function (same full width at half-maximum and same maximum value).

Fig. 1  
(b)  
ins  
shc

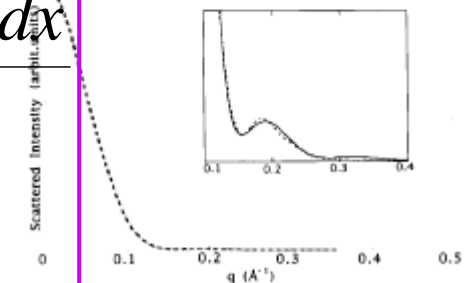


Fig. 5. Measured scattered intensity (plain line) and intensity calculated with a model of cubic shape and the log normal size-distribution function of Fig. 4 (dotted line).

# Conclusion



Sensible à beaucoup de phénomènes

Contient beaucoup d'information: modèle, taille, forme, polydispersité etc

Plusieurs types d'analyse détaillée possibles



Choix de la gamme en  $q$   $\leftrightarrow$  connaître déjà ce qu'on cherche

Taille doit rester dans la bonne gamme: évolution faible ?

Contraste électronique nécessaire

Informations complémentaires requises

Analyse quantitative repose sur un modèle

Difficile d'extraire les détails

Structure moyenne

Résultats ambigus



Expériences sur synchrotron:  $\Leftrightarrow$  avantage : faisceau intense

Mais cristallisation ou faisceau possible (*Martis, Crystal Growth Design 11(1991)2858*),