

# Les spectromètres



# Les spectromètres

La diffusion des neutrons thermiques par la matière condensée est gouvernée par les lois de conservation (moment cinétique, énergie, moment magnétique, ...) appliquées au système global (diffuseurs + neutrons). Le rôle du spectromètre est de mesurer, pour chaque neutron envoyé dans l'échantillon, la variation de ces différentes quantités après diffusion.

Dans leur très grande majorité, les spectromètres installés autour d'une source continue, telle que le réacteur Orphée, seront tous basés sur les mêmes principes :

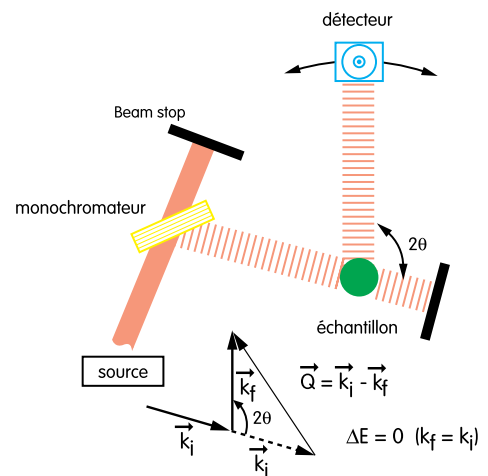
- préparer, afin d'en « bombarder » l'échantillon, un faisceau de neutrons ayant tous une même direction de propagation  $\vec{k}_i$ , une même énergie  $E_i$  et, dans le cas d'un faisceau polarisé, un même état de spin  $\vec{\sigma}_i$  ;
- mesurer, après diffusion par l'échantillon, la proportion de neutrons qui ont une direction de propagation  $\vec{k}_f$ , une énergie  $E_f$  et, éventuellement, leur état de spin  $\vec{\sigma}_f$  .

Les différentes classes de spectromètres que nous allons maintenant brièvement décrire diffèrent essentiellement par la nature et le nombre des paramètres finaux que l'on mesure, par la technique utilisée ou encore par la gamme des valeurs ( $\vec{k}, E$ ) pour laquelle ils ont été optimisés.

## 1 - Les diffractomètres

Cette classe d'appareils mesure le nombre de neutrons ayant subi, du fait de l'interaction avec les diffuseurs de l'échantillon, un changement de direction de propagation  $2\theta = (\vec{k}_f, \vec{k}_i)$ .

Un faisceau parallèle et monochromatique (longueur d'onde  $\lambda_0$ ) est envoyé sur l'échantillon. Le détecteur est mobile sur un cercle centré sur l'échantillon. Chaque position du détecteur définit une direction de propagation des neutrons émergents, faisant un angle  $2\theta$  avec la direction initiale. L'intensité enregistrée mesure le nombre de neutrons ayant échangé un moment cinétique  $|\vec{Q}| = |\vec{k}_i - \vec{k}_f| = \frac{4\pi}{\lambda_0} \sin \theta$  (en supposant la diffusion purement élastique).

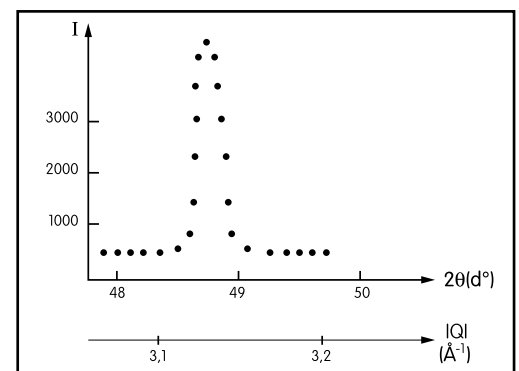


Représentation schématique d'un diffractomètre.

- Les directions où la diffusion est intense (pics de Bragg) sont reliées à « l'ordre à longue distance de la structure moyenne » : un réseau de plans atomiques séparés par une distance ( $d$ ) fera apparaître un maximum d'intensité dans la direction  $2\theta = 2 \arcsin \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$ .

Dans le cas d'un cristal (réseau périodique à 3 dimensions  $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ ), les directions de Bragg sont données par les vecteurs du « réseau réciproque » :  $\vec{Q} \equiv \vec{G} \equiv h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$

Les intensités relatives de la succession des pics ( $h, k, l$ ) permettent de déterminer la position de tous les atomes dans la maille élémentaire.



Courbe d'intensité diffusée  $I = f(2\theta)$ , mesurée par le détecteur lorsqu'il traverse une direction de Bragg.

- Les écarts à l'ordre parfait se traduisent, selon leur nature, par différentes modifications de la répartition angulaire des neutrons diffusés :

Dans un alliage  $A_3 B$  bien cristallisé, la répartition sur chaque site des atomes A (●) et B (●) peut être plus ou moins aléatoire (ordre ou désordre chimique) :

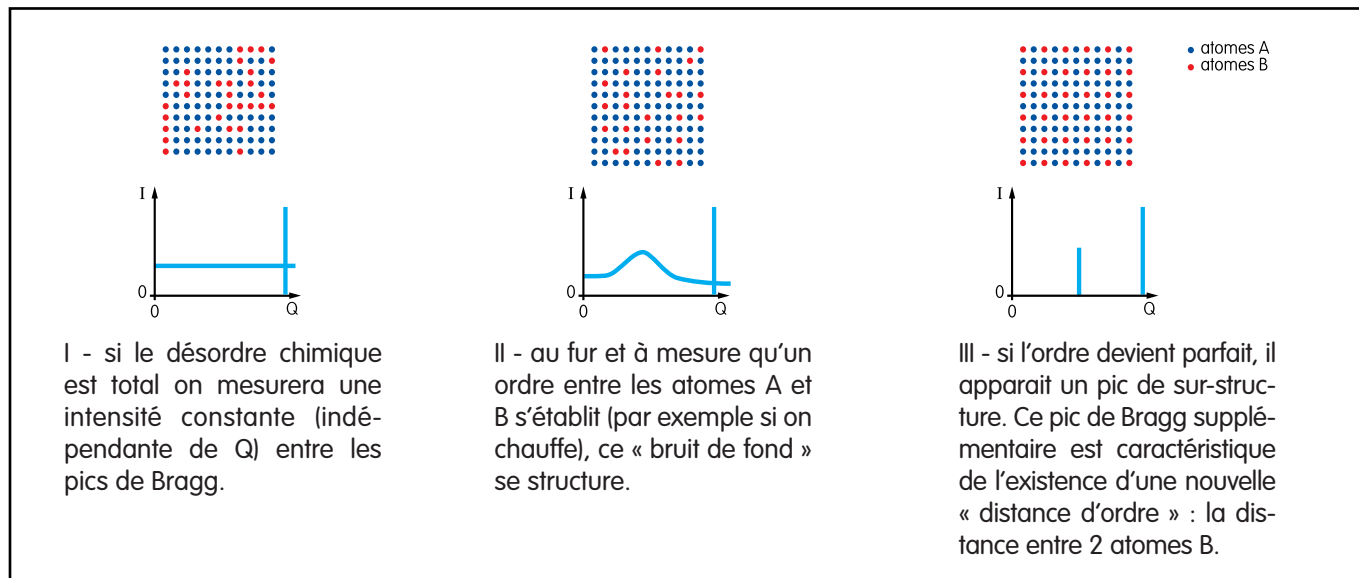
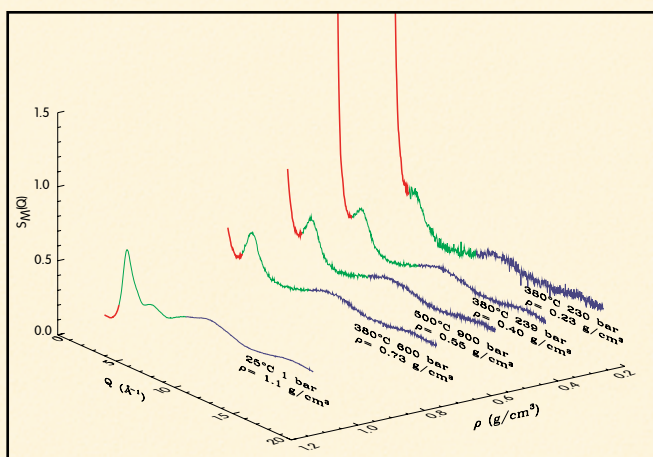


Schéma des diagrammes de diffraction d'un alliage  $A_3 B$  bien cristallisé. Influence du désordre chimique.

### L'eau supercritique

Dans le plan (Pression-Température), la transition liquide-gaz se produit en des points (P, T) bien définis. Cette transition n'existe que en deçà du point critique ( $P_c, T_c$ ) ; ainsi, partant de l'état liquide, un changement de température et de pression contournant le point critique permet d'obtenir un gaz sans avoir traversé la courbe d'ébullition. Dans cette région du plan ( $P > P_c ; T > T_c$ ) on parlera de fluide supercritique.

Dans leur état supercritique, les fluides ont souvent des propriétés physico-chimiques nouvelles. Par exemple, l'eau supercritique est extrêmement réactive : elle oxyde la plupart des corps organiques, produisant par dégradation du gaz carbonique et de l'eau. L'utilisation de cette propriété est envisagée pour le traitement des déchets domestiques.



Facteur de structure de l'eau ( $D_2O$ ) pour différentes températures et pressions. Point critique  $T_c = 371$  °C,  $P_c = 218$  bar,  $\rho_c = 0,36$  g/cm<sup>3</sup>.

L'évolution du facteur de structure, mesuré sur un grand domaine de  $Q$ , conduit à 3 résultats :

- $Q > 5 \text{ \AA}^{-1}$  (dimension moléculaire ; en bleu)
  - les courbes, très semblables, montrent que la structure de la molécule n'est pas modifiée lorsque l'on traverse le point critique.
- $5 > Q > 1 \text{ \AA}^{-1}$  (distances intermoléculaires ; en vert)
  - lorsque la densité diminue, le pic principal s'élargit et se déplace ; les molécules sont moins localisées et leurs distances augmentent.
- $Q < 1 \text{ \AA}^{-1}$  (densité locale ; en rouge)
  - au voisinage du point critique il apparaît une forte diffusion à petit angle produite par les fluctuations de densité (fluctuations critiques).

## □ Diffractomètre 2 axes pour poudres et liquides



Le diffractomètre « poudre » G41 et son multidétecteur 800 cellules

- Une poudre isotrope est constituée de petits cristallites orientés au hasard dans toutes les directions. Le diagramme de diffraction observé ne dépend pas de la direction du faisceau incident. En effet, par rapport à n'importe quel axe, la distribution angulaire des cristallites est, par hypothèse, identique. La diffraction est distribuée uniformément sur des cônes d'axes parallèles au faisceau incident et d'ouverture  $2\theta$ . La mesure du spectre de diffusion (pics de Bragg et/ou diffusion diffuse entre ces pics) se fait en mesurant la distribution des intensités arrivant dans le détecteur lorsqu'il se déplace dans le plan horizontal sur un cercle centré sur l'échantillon (ou de façon plus efficace en utilisant un multidétecteur). Un deuxième axe de rotation, autour du monochromateur, permet de choisir la longueur d'onde incidente  $\lambda_0$ , et donc la gamme de transfert de moment  $Q$  analysée.

Remarquons encore que, si pour chaque cristallite,  $\vec{Q}$  est défini tant en module qu'en direction, l'isotropie de l'échantillon implique que la mesure globale est une moyenne sur toutes les orientations (moyenne de poudre). Le transfert de moment n'est, dans ce cas, défini qu'en module. ( $q = |\vec{Q}|$ ) :

$$I(2\theta) = I(q) = \int_0^{2\pi} I(\vec{Q}) \sin \beta \, d\beta$$

- Dans un liquide, la mesure de la répartition angulaire de l'intensité diffusée permet d'accéder à la fonction de distribution de paire  $g(r)$  qui caractérise l'ordre local des atomes :

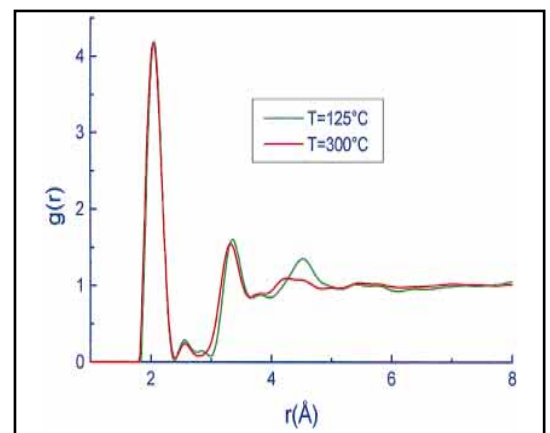
$$g(r) = 1 + \frac{1}{2\pi^2 \rho_0} \int_0^\infty q^2 [I(q) - I(\infty)] \frac{\sin qr}{qr} \, dq$$

$\rho_0$  = densité moyenne

$I(\infty)$  = intensité diffusée pour  $q$  très grand

*Le soufre liquide présente, vers 160° C une discontinuité qui affecte de nombreuses propriétés : viscosité, densité, chaleur spécifique...*

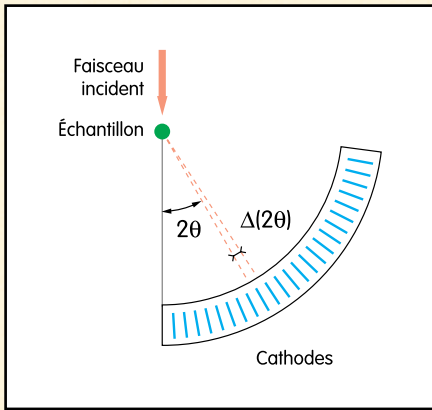
*Les  $g(r)$  à 125 et 300°C montrent la disparition d'un pic de corrélation autour de 4,5 Å. Ces résultats sont bien rendus dans un modèle où le soufre liquide, constitué d'anneaux  $S_8$  à basse température, se transforme en un liquide de longues chaînes  $S_n$  au-dessus de 160° C.*



Transition de polymérisation du soufre liquide.

## Multidétecteur « Banane »

Il permet de mesurer, en un seul comptage, la distribution de l'intensité diffusée dans un large secteur angulaire.



Dans le volume compris entre 2 portions de cylindres concentriques (axe commun perpendiculaire au plan de diffusion et passant par l'échantillon), on a disposé une série de N cathodes séparées par un angle  $\Delta(2\theta)$ . Ce volume est rempli par du gaz détecteur ( $\text{BF}_3$  ou  $^3\text{He}$ ). Une électronique adaptée repère, pour chaque neutron détecté, le numéro de la cathode d'où provient l'impulsion électrique associée (voir § détecteur). Le contenu de la case « n », qui représente le nombre de neutrons diffusés dans l'angle  $n \times \Delta(2\theta)$  est alors incrémenté d'une unité.

3 types de multidétecteurs « Banane » existent au LLB :

$N = 400$  cellules sur 80 degrés  $\Rightarrow \Delta(2\theta) = 12$  min d'angle

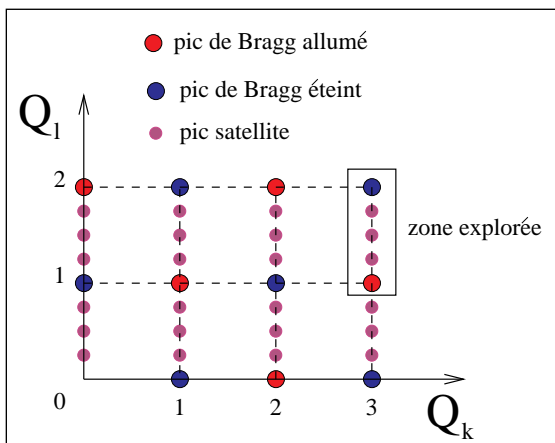
$N = 800$  cellules sur 80 degrés  $\Rightarrow \Delta(2\theta) = 6$  min d'angle

$N = 640$  cellules sur 128 degrés  $\Rightarrow \Delta(2\theta) = 12$  min d'angle

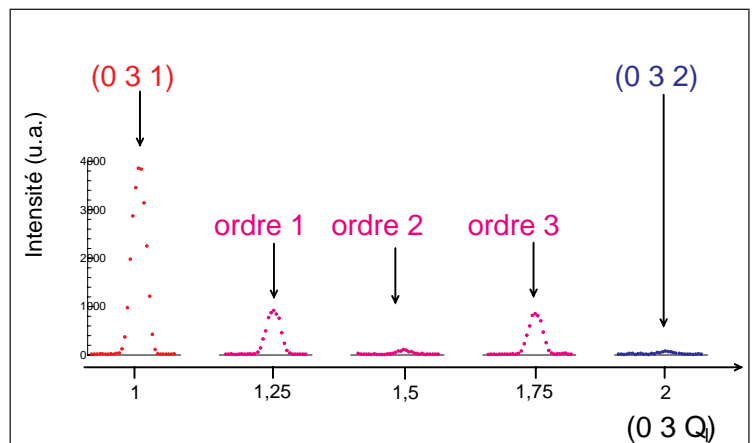
## □ Diffractomètre 4 cercles pour monocristaux

Lorsque l'échantillon est un monocristal, l'orientation de ses axes cristallins par rapport aux directions  $\vec{k}_i$ ,  $\vec{k}_f$  devient un paramètre fondamental de la mesure. C'est pourquoi, outre l'axe de rotation autour du monochromateur (choix de la longueur d'onde incidente  $\lambda_0$ ) on aura besoin ici de 4 rotations d'axes concourant au centre du plateau échantillon : 3 rotations (angles d'Euler) qui permettent toutes les orientations relatives des axes cristallins par rapport à la direction incidente  $\vec{k}_i$  et 1 rotation du détecteur définissant l'angle de diffusion  $2\theta$ .

Diffractomètre 6T2



Structure modulée du chlorure de calcium et de bêtaïne dihydraté (BCCD).



Balayage en  $\vec{Q}$  le long de  $\vec{c}^*$  entre les pics de Bragg  $(0\ 3\ 1)$  et  $(0\ 3\ 2)$  dans la phase modulée  $\vec{q} = \frac{1}{4}\vec{c}^*$  de BCCD à  $T = 100\text{ K}$  : mise en évidence de pics satellites d'ordre 3 très intenses. La mesure des intensités des pics de diffraction sur monocristal permet d'affiner la structure dans l'espace direct.

## 2 - Les spectromètres pour diffusion inélastique

Lorsque, au-delà de leur « position moyenne », on veut étudier la dynamique des atomes de l'échantillon (ou des moments magnétiques portés par ces atomes), le spectromètre doit mesurer le nombre de neutrons qui ont subi un changement d'énergie  $\hbar\omega$  au cours du processus de diffusion, c'est-à-dire la proportion de particules qui, arrivant dans l'échantillon avec une énergie  $E_i$ , en ressort dans la direction  $\vec{k}_f$  (formant un angle  $\psi$  avec la direction  $k_i$  des neutrons incidents) avec une énergie  $E_f$  (loi de conservation  $\hbar\omega = E_i - E_f$ ). Cependant, il n'existe pas de phénomène physique qui mesure (ou sélectionne) directement l'énergie des neutrons :

neutron = onde  $\rightarrow$  énergie  $\Leftrightarrow$  longueur d'onde  $\lambda$   
 neutron = particule  $\rightarrow$  énergie  $\Leftrightarrow$  vitesse  $V$

Ces 2 visions sont à la base de 2 classes de spectromètres qui mesurent l'inélasticité de la diffusion.

### □ Le spectromètre à 3 axes

Avant l'échantillon, les neutrons d'une énergie choisie sont sélectionnés puis, leur énergie après diffusion est mesurée par la longueur d'onde.

Le faisceau incident, parallèle et monochromatique  $\lambda_0$ , est produit par réflexion de Bragg sur un monocristal (monochromateur). La variation de  $\lambda_0$  est obtenue par rotation de l'ensemble du spectromètre (angle  $m$ ) autour de l'axe vertical passant par le monochromateur (1<sup>er</sup> axe).

L'analyse de l'intensité diffusée se fait en fonction de l'angle  $\psi$  mesuré autour de l'axe vertical passant par l'échantillon (2<sup>ème</sup> axe). Enfin, dans cette direction  $\psi$ , l'énergie des neutrons est analysée par un second monocristal et un détecteur mobile en rotation (angle  $a$ ) autour de l'axe vertical correspondant (3<sup>ème</sup> axe).

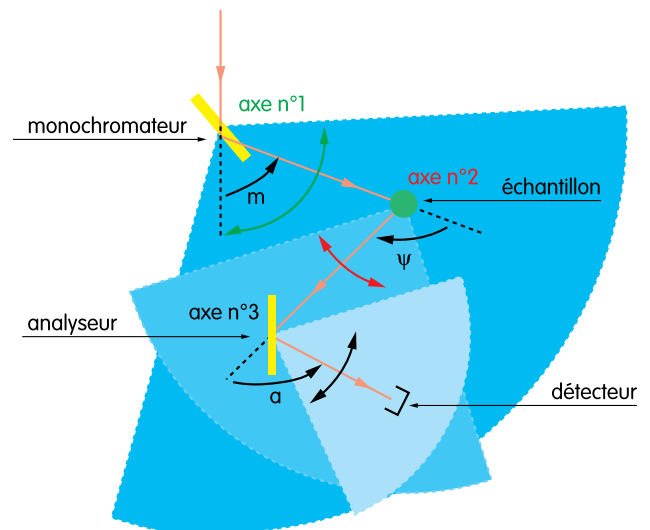


Schéma de principe du spectromètre à 3 axes.

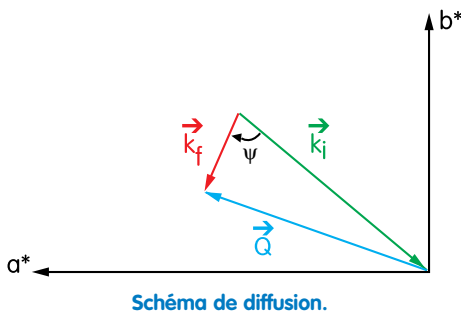


Schéma de diffusion.

L'analyse du schéma de diffusion montre que les degrés de liberté disponibles permettent, si l'échantillon est monocristallin, de se déplacer à volonté dans le plan choisi du réseau réciproque.

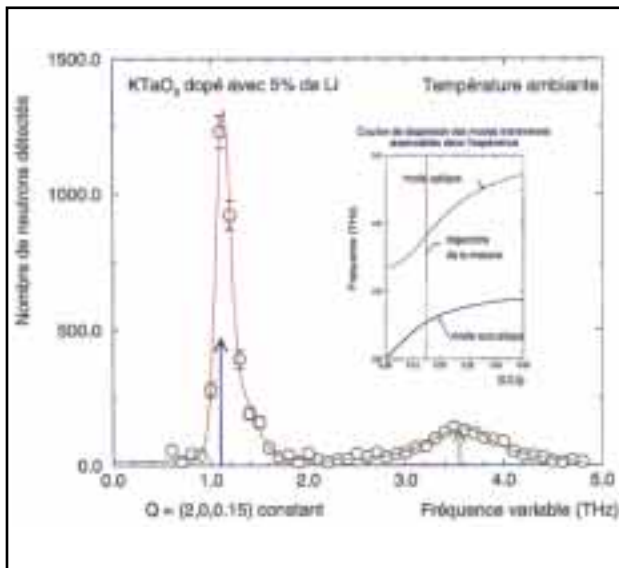
*Le plan  $a^*$ ,  $b^*$  est le plan du réseau réciproque défini par les faisceaux incident et diffusé (plan de diffusion).*



Spectromètre à 3 axes ITI

Selon le cas, on pourra parcourir un chemin à  $\vec{Q}$  constant (mesure de  $S(\vec{Q}=c^{te}, \omega)$ ) ou un chemin à transfert d'énergie constant pour obtenir  $S(\vec{Q}, \omega = c^{te})$ . Ces possibilités sont extrêmement utiles lorsqu'on dispose d'un monocristal du matériau à étudier.

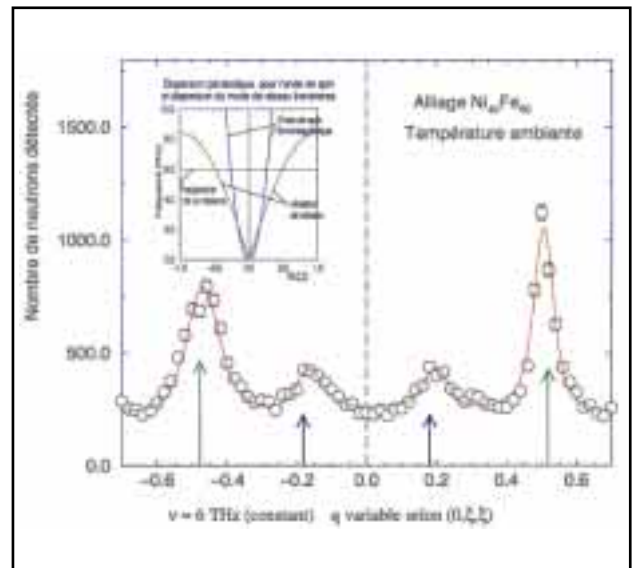
Méthode à  $\vec{Q}$  constant : détermination d'un mode acoustique et d'un mode optique.



Pour mesurer des modes de vibration de réseau d'un cristal, le spectromètre 3-axes permet de sonder l'espace des phases  $(\vec{Q}, \omega)$ .

Des neutrons seront diffusés lorsque la trajectoire de mesure intersecte les courbes  $\omega = f(\vec{Q})$  qui caractérisent la dynamique de réseau du système cristallin. La figure donne un exemple de mesure à  $\vec{Q}$  constant fournissant la détermination de 2 modes (un acoustique et un optique) de polarisation transverse.

Méthode à énergie constante : détermination d'un mode de vibration et d'un mode d'onde de spin.



Lorsque les modes de vibration ont une forte dispersion en fonction de  $\vec{Q}$ , on fait la mesure sur un spectromètre à 3-axes en suivant une trajectoire à énergie (ou fréquence) constante.

La figure donne un exemple qui fournit la détermination simultanée d'un mode de vibration de réseau (flèches vertes) et d'un mode de précession de spin (flèches bleues) dans un alliage ferromagnétique de  $Ni_{40}Fe_{60}$ . La mesure est réalisée en  $+\vec{Q}$  et  $-\vec{Q}$  pour illustrer les effets de résolution instrumentale.

## □ Le spectromètre à temps de vol

C'est la vitesse  $V$ , ou plus précisément le temps  $t$  mis pour parcourir une distance donnée ( $t = \frac{L}{V}$ ) qui va mesurer l'énergie des neutrons avant et après diffusion par l'échantillon.

Le faisceau incident monocinétique ( $V_i$ ) est préparé sous forme de bouffées grâce à un monochromateur à disques. L'instant de passage de la bouffée dans l'échantillon est repéré par la production d'une impulsion électrique synchronisée à l'ouverture du dernier disque. En déclenchant à cet instant un « chronomètre », on mesure le temps mis par chaque neutron pour « voler » de l'échantillon au détecteur situé à la distance  $L$  dans la direction  $\psi$ . Bien évidemment, la mesure se répète à l'identique à chaque bouffée produite par le monochromateur (à chaque tour de roue).

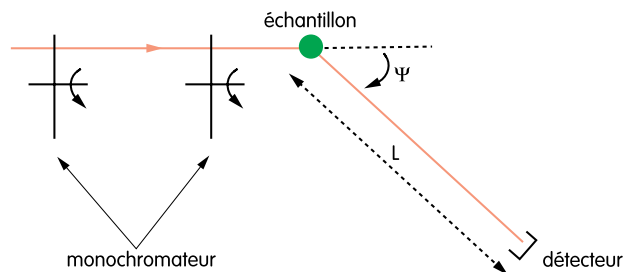


Schéma d'un spectromètre à temps de vol.

Le schéma de diffusion montre que chaque temps d'arrivée dans le détecteur correspond à un transfert de moment  $Q$  différent en module et en direction. Il s'en suit un chemin complexe dans l'espace réciproque de l'échantillon, complexité qui rend souvent inutile, et parfois nuisible, l'utilisation d'un monocristal. Par contre, en mettant de nombreux détecteurs, on mesurera simultanément les transferts inélastiques dans plusieurs directions  $\psi$ .

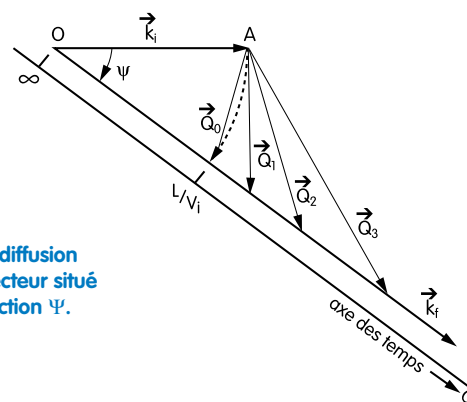
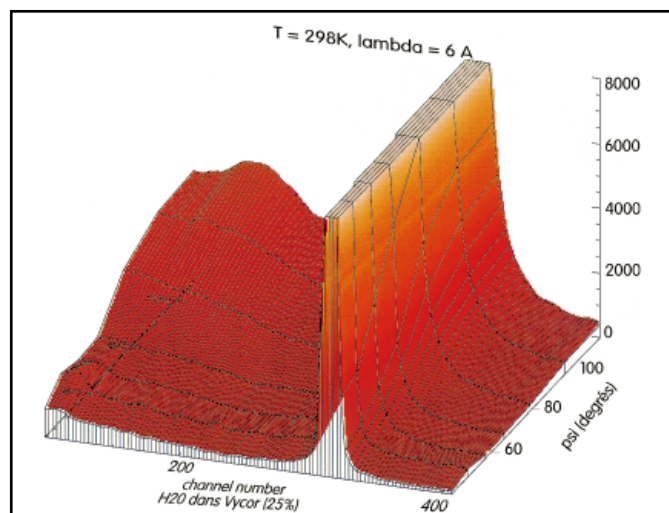


Schéma de diffusion pour le détecteur situé dans la direction  $\psi$ .



Spectre en temps de vol de l'eau confinée.

*Le vycor est un verre de silice de grande porosité correspondant à un réseau de pores cylindriques (diamètre 50Å) interconnectés. Dans ces volumes internes de nombreuses molécules peuvent s'adsorber ; elles y sont alors confinées dans de très petits espaces ; ce confinement influence la dynamique et donc les propriétés thermodynamiques. Le spectre des neutrons diffusés par les molécules d'eau adsorbées dans le vycor est mesuré par temps de vol en fonction de l'angle de diffusion et de l'énergie échangée. L'analyse des composantes quasi-élastiques indique que le modèle de diffusion par saut représentatif de l'eau liquide reste valable. Par contre, le coefficient de diffusion à grande distance est, à 25°C, environ 10 fois plus faible que pour l'eau non confinée ; il reste mesurable à -15°C.*



## □ La mesure de très faibles transferts d'énergie : le spectromètre à « écho de spin »

Le moment magnétique (spin) porté par le neutron offre un moyen de mesurer avec précision de très faibles changements d'énergie intervenus au cours du processus de diffusion.

En effet, plongé dans un champ magnétique  $H$ , ce spin tourne autour du champ (précession de Larmor) avec une vitesse angulaire  $\Omega = \gamma H$  ( $\gamma$  = rapport gyromagnétique  $\simeq 2.10^8$  rd/s.T). Utilisée comme un chronomètre, cette rotation est intéressante à double titre :

- En comptant le nombre de tours, on connaît avec précision le temps passé par le neutron dans le champ magnétique. Si le neutron parcourt l'axe d'un solénoïde de longueur  $L$  (bobine de précession) parcouru par un courant (qui crée le champ) on en déduit sa vitesse  $V$ .
- Chaque neutron porte sa propre « horloge » qui se déclenche lorsqu'il pénètre dans la bobine et s'arrête lorsqu'il en ressort.



Le spectromètre à « écho de spin » MESS.

Les longs cylindres qui se trouvent avant et après l'échantillon sont les bobines de précession. Elles sont identiques mais créent des champs magnétiques de sens opposés. Si au cours de la diffusion le neutron ne change pas de vitesse, son spin tourne de  $N_1$  tours avant l'échantillon et  $-N_1$  après ; à la sortie il aura donc exactement la même orientation qu'à l'entrée (écho). Par contre si la vitesse change, l'orientation du spin sera différente. En mesurant cette orientation on peut détecter un changement de vitesse très faible ( $\Delta V/V_0 \simeq 10^{-5}$ ).

## 3 - Les réflectomètres

Dans un chapitre précédent nous avons mentionné que tout milieu est caractérisé, du point de vue de la propagation d'une onde, par un indice  $n$  (dont la valeur dépend de la nature de l'onde). Dans le cas de la propagation des neutrons, on peut montrer que cet indice ne dépend que de la **densité de longueur de diffusion** du matériau, c'est-à-dire du produit de sa densité ( $\rho$ ) par la longueur de diffusion moyenne ( $b_{coh}$ ) des différentes espèces atomiques présentes  $n = 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} \rho b_{coh}$

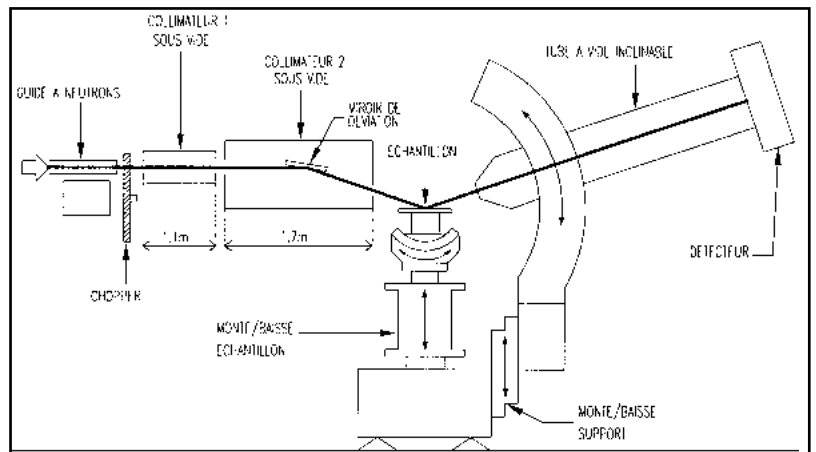


Schéma du réflectomètre à temps de vol DESIR (G5 bis).

Remarquons tout de suite que dans un matériau, même dense et constitué d'atomes ayant une longueur de diffusion importante, l'indice  $n$  reste toujours très voisin de 1 pour la gamme des longueurs d'onde disponible ; par exemple pour

le nickel :  $\lambda = 10\text{\AA} \Rightarrow \frac{\lambda^2}{2\pi} \rho b_{coh} \approx 10^{-4}$ .

Les lois qui régissent le passage de l'onde d'un milieu d'indice  $n_1$  à un milieu d'indice  $n_2$  (par exemple à travers la surface de séparation entre le vide, ou l'air, où se propage le faisceau incident ( $n_1 = 1$ ), et le matériau « échantillon ») sont les mêmes que celles de la lumière, connues depuis le 19<sup>ème</sup> siècle (Fresnel, Maxwell). En particulier il y a toujours apparition d'un **faisceau réfléchi**.

Si  $n_2 < 1$ , il existe un angle critique  $\theta_c$  tel que pour  $\theta < \theta_c$  on a **réflexion totale**.  $\theta_c \sim \frac{\lambda}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\rho_2 b_2}$

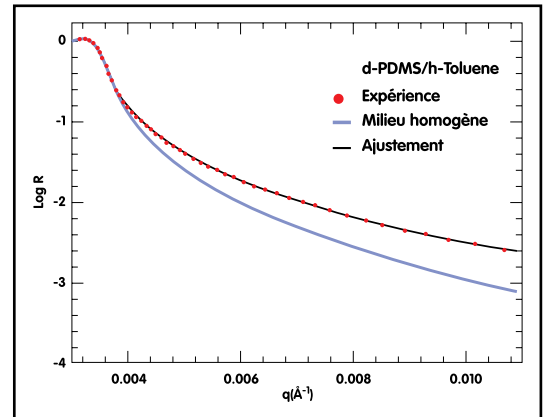
Pour  $\theta > \theta_c$  le faisceau se décompose en un faisceau réfracté et un faisceau réfléchi. La répartition de l'intensité entre ces 2 composantes dépend de l'angle d'incidence  $\theta$  et de la variation  $n_2(z)$  de l'indice avec la distance  $z$  à l'interface.

- Si le milieu est homogène ( $n_2(z) = C^{te}$ ) l'intensité réfléchie est donnée par la formule de Fresnel :

$$I_r = I_0 \left| \frac{1-x}{1+x} \right|^2 ; x = \sqrt{1 - \left( \frac{q_c}{q} \right)^2} ; q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \theta$$

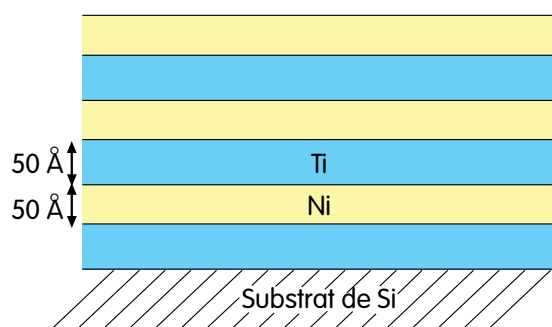
- Si  $\frac{dn_2}{dz} \neq 0$  (gradient d'indice) on mesurera un écart à cette distribution. En fonction d'hypothèses sur la forme analytique de  $n_2(z)$ , différentes courbes théoriques peuvent être calculées et comparées au résultat expérimental.

Intensité réfléchie à l'interface air-solution PDMS dans du toluène.



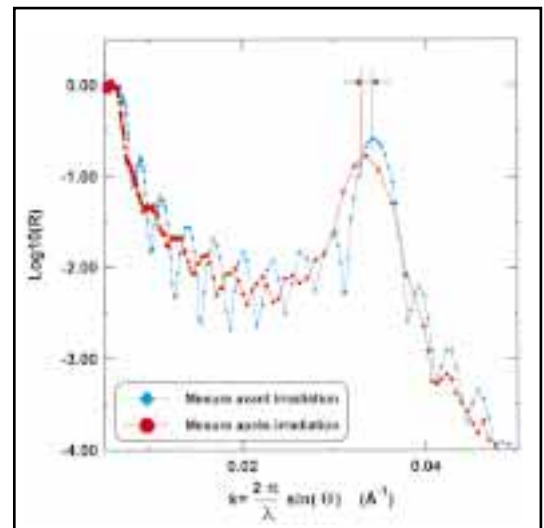
L'écart à la courbe « milieu homogène » est un effet de gradient de concentration des molécules de polymère au voisinage de la surface. La prédiction théorique  $\varnothing(z) = z^{-4/3}$  est très bien vérifiée ( $\varnothing(z)$  = concentration en polymère).

- Pour une structure en couches, l'indice subira des variations brutales (marches d'escalier) se traduisant par une série de pics dans la partie décroissante de l'intensité réfléchie. Ces pics sont la conséquence d'interférences entre les différents rayons réfléchis par la succession des interfaces. Leur nombre et leurs écarts permettent de mesurer l'épaisseur des couches et la qualité des interfaces (rugosité, interdiffusion...).



Multicouche composée de 10 bicouches Ni/Ti sur silicium.

Traitement : irradiation aux neutrons thermiques sous une fluence de  $6 \cdot 10^{19} \text{ n.cm}^{-2}$ .



Courbe de reflectivité de la multicouche mesurée avant et après irradiation.

Le déplacement du pic est caractéristique d'un gonflement des couches. La baisse de son intensité est caractéristique de l'augmentation (entre 5 à 30Å) de la rugosité entre couches.

## 4 - Les spectromètres pour « diffusion aux petits angles » (DPA)



Spectromètre PAXE.

Conçus pour caractériser des objets de grande taille (1 à 50 nm) ces spectromètres mesurent la quantité de neutrons qui ont été diffusés « vers l'avant », c'est-à-dire issus de processus ayant mis en jeu de très petits transferts de moment cinétique.

Pour ce faire ils vont réunir 2 spécificités : un faisceau incident très bien collimaté et de grande longueur d'onde  $\lambda_0$  ; un détecteur étendu (plan) et situé à grande distance de l'échantillon (entre 1 et 7 m).

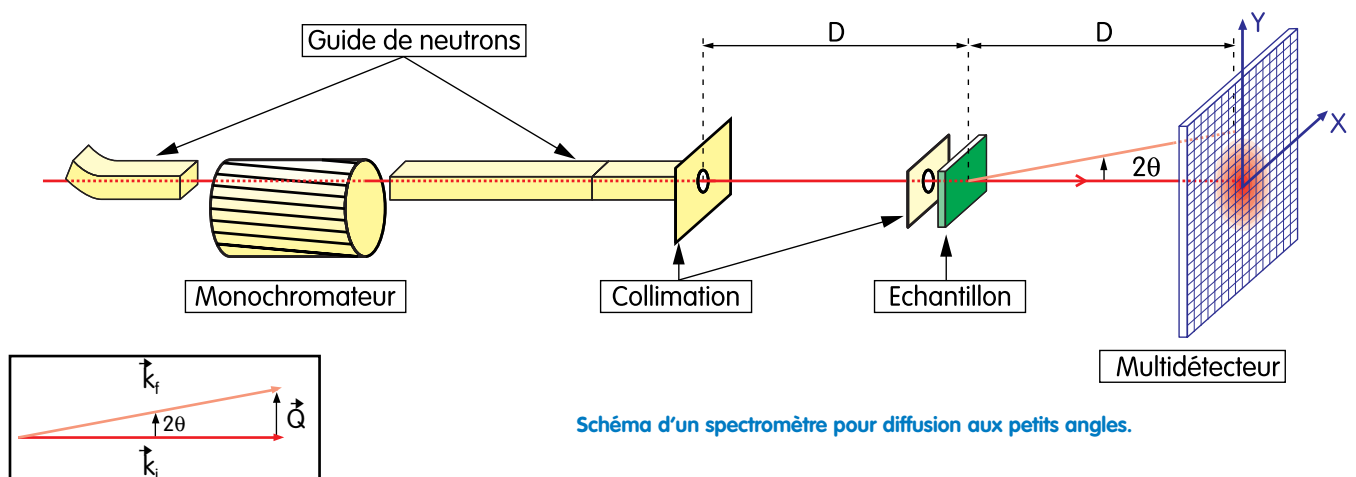


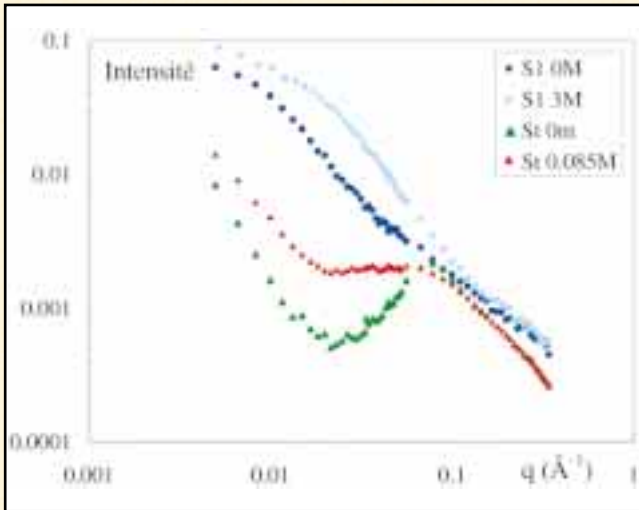
Schéma d'un spectromètre pour diffusion aux petits angles.

Schéma de diffusion.

Le point d'impact de chaque neutron détecté est repéré par ses coordonnées  $(X,Y)$  dans un système d'axes orthogonaux lié au détecteur. L'origine des axes étant le point du détecteur où arrive le faisceau incident non dévié, un neutron détecté au point de coordonnées  $(X,Y)$  a subi un transfert de moment :

$$Q = \frac{4\pi}{\lambda_0} \sin \theta \sim \frac{2\pi}{\lambda_0} \frac{\sqrt{X^2 + Y^2}}{D} \quad (\theta \text{ petit}) \quad \text{où } D \text{ est la distance de l'échantillon au détecteur.}$$

## Interaction électrostatique inter et intra chaînes dans un polyélectrolyte en solution



Intensité diffusée par une solution de polyélectrolytes, avec et sans sel ajouté.

Intensité mesurée dans la direction  $\theta$  (en abscisse,  $q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \theta$ ) pour des solutions de polyélectrolytes (polymères chargés dans l'eau, 0.17 mole/litre) :

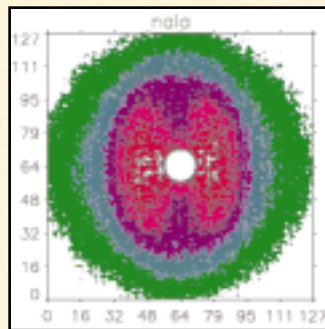
- Si toutes les chaînes sont marquées, on observe une répulsion à une distance caractéristique (maximum dans la courbe des triangles verts), qui est « écrantée » par la forte densité de charges lorsque l'on ajoute du sel (triangles rouges).
- Si la moitié des chaînes est deutériée, l'autre moitié hydrogénée, et que l'on ajuste l'indice du solvant à une valeur moyenne (mélange d'eau lourde et d'eau légère), on mesure directement le signal d'une seule chaîne. En l'absence de sel (cercles bleu foncé), les répulsions étirent la chaîne, son signal décroît donc plus vite avec l'angle. En présence de sel (cercles bleu clair), ces répulsions disparaissent et la chaîne a la même rigidité qu'à l'état neutre.

## Effet de l'étirement dans un matériau composite

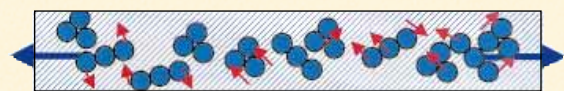
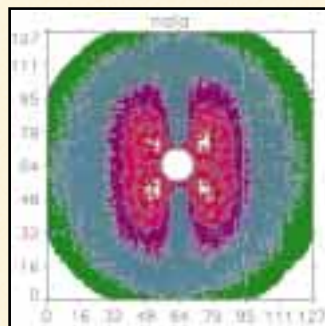


Isotrope

Mise en évidence expérimentale des corrélations entre particules de silice nanométriques dans une matrice polymère sous étirement : carte d'intensité sur un multidétecteur bidimensionnel perpendiculaire au faisceau. Le signal initialement isotrope (anneau) traduit sous élongation le déplacement des particules, ce qui peut permettre de comprendre le renforcement des polymères par des particules dures.



Elongation modérée : déplacement affine des parties dures. (Spectre ci-contre, 2 lobes).



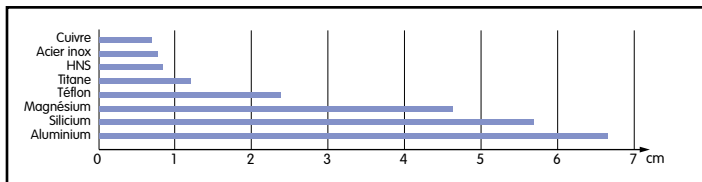
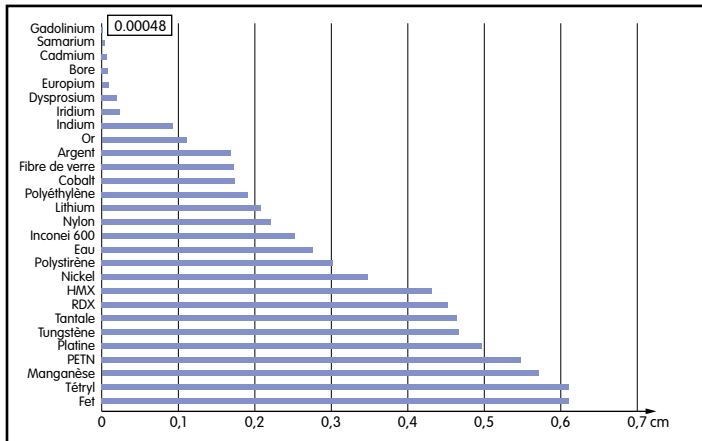
Évitement par cisaillement local. (Spectre ci-contre, 4 lobes).

Observation par DNPA du déplacement mutuel de particules dures dans une matrice polymère étirée.

## 5 - La radiographie aux neutrons

Totalement différente dans ses buts et son principe, la radiographie aux neutrons est une technique d'imagerie directe par transmission.

Un faisceau de neutrons de grande section est envoyé sur l'objet à observer. Un détecteur photographique, sensible aux neutrons, est placé derrière. Après exposition, on obtient une image de la « transparence aux neutrons » moyennée sur toute l'épaisseur de l'objet traversé.



Cette transparence est fonction de la probabilité qu'un neutron traverse l'objet sans « disparaître » du faisceau initial, c'est-à-dire sans être ni absorbé (auquel cas il disparaît complètement) ni diffusé (il est alors dévié de sa trajectoire initiale et n'atteint pas la plaque photo). Elle fait intervenir les interactions neutron-matière dont nous avons évoqué les principales caractéristiques dans un chapitre précédent. En particulier ses différences avec l'interaction rayons X-matière, qui font de l'imagerie neutron une technique complémentaire de l'imagerie RX.

Épaisseur du matériau pour laquelle le faisceau de neutrons thermiques est atténué de 50% ( $\lambda = 1.8 \text{ \AA}$ ).

La technologie spatiale exige des contrôles aussi poussés que possible de certains équipements critiques. Parmi ceux-ci, différents dispositifs faisant appel à la pyrotechnie (explosifs) sont utilisés pour assurer des fonctions essentielles comme la séparation des étages et le largage des satellites. La très grande « visibilité » de l'hydrogène par les neutrons fait de la radiographie aux neutrons une méthode fiable pour détecter, à travers les enveloppes métalliques, d'éventuels défauts dans la mise en place de ces explosifs ou dans le montage final.

**Sur la photo on voit qu'il manque un joint caoutchouc (en noir) dans l'élément de droite.**



Radiographie aux neutrons de vérins pyrotechniques ARIANE (DASSAULT-AVIATION).