

# Restauration de spectre en diffraction de rayon X en dispersion d'énergie

Ferréol Soulez  
CCQ --- CNDRI

Charles Crespy  
CNDRI

Valérie Kaftandjian  
CNDRI

Philippe Duvauchelle  
CNDRI

## Diffraction des rayons X

Diffraction des matériaux cristallins :

Loi de Bragg

$$2d \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) = n \frac{hc}{E}$$

Angle de diffraction  
Distance inter-réticulaire entre deux plans du cristal  
Ordre (entier)  
Longueur d'onde

Deux types de diffractomètres :

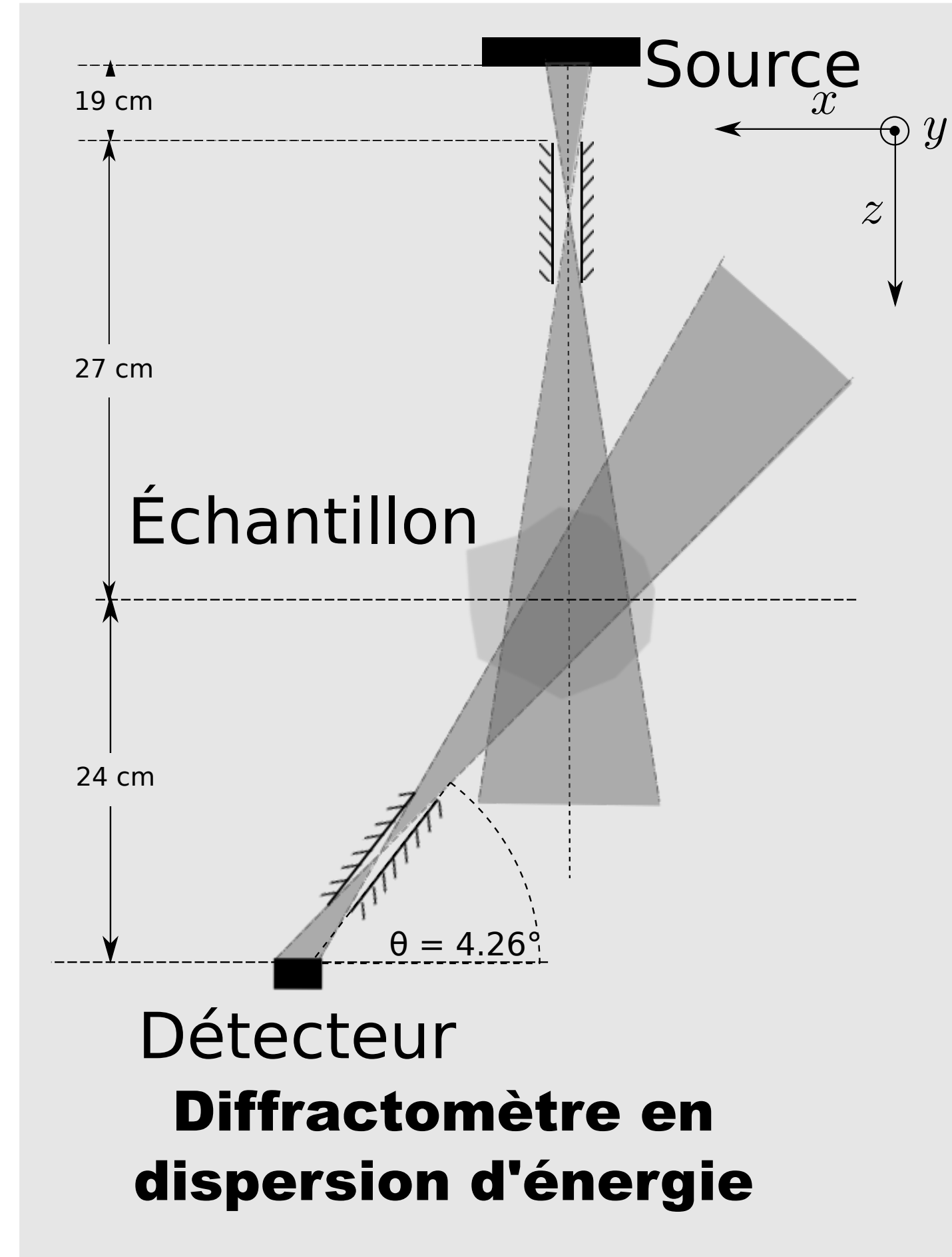
- ADXRD: énergie fixée, dispersion en angle,
- EDXRD: angle fixé, dispersion en énergie.

Le spectre caractérise le cristal

Applications :

- Étude des paramètres cristallins (cristallographie),
- Identification des composés par comparaison avec une base de données,
- Étude des contraintes appliquées à un cristal.

## Dispersion en énergie



**Energy Dispersive X-Ray Diffraction (EDXRD):**  
Mesure du spectre diffracté à angle fixé (petit angle ~3°)

Dispositif:

- Source poly-chromatique (tube à rayon X),
- Détecteur résolu en énergie (au Germanium ou CdTe),
- Systèmes de collimation

Avantages :

- Aucune partie mobile,
- Acquisition rapide

- Observation in situ
- Inspection de sécurité,
- Étude des variations dynamiques des paramètres cristallins

Inconvénients :

- Mauvaise résolution spectrale du détecteur,
- Faible flux des tubes à haute énergie,
- Collimation grossière

Réponse du montage variant en énergie

## Méthode

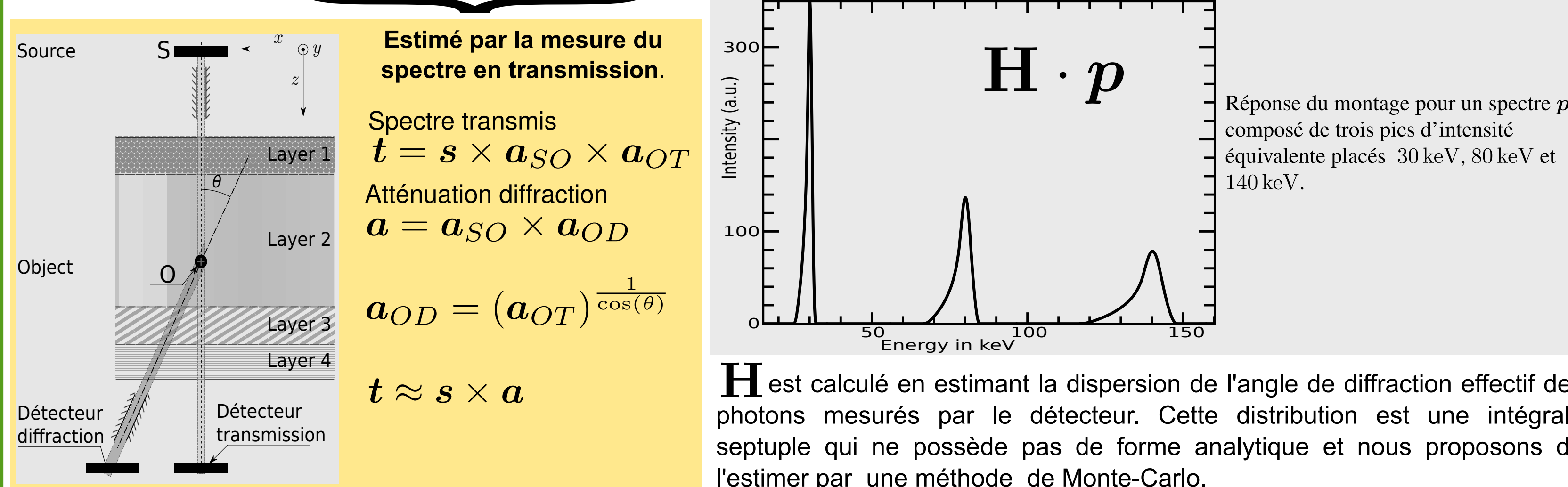
### Modèle de formation des données

Combinaison de deux spectres :

- **p** partie **cristalline**: spectre issu de la diffraction des cristaux,
- **g** partie **continue**: autres phénomènes (diffraction des amorphes, diffusion Compton, diffusions multiples...)

$$y = B \cdot [s \times a \times (H \cdot p + g)] + n$$

Mesures  
Réponse du détecteur (convolution)  
spectre de la source  
atténuation dans l'échantillon  
Opérateur modélisant le flou causé par la mauvaise résolution angulaire du montage. Ce flou varie continuellement avec l'énergie.  
Bruit de comptage + bruit du détecteur



### Approche inverse

Approche MAP

$$f(p, g) = \Phi_{MV}(p, g|y) + \Psi(p) + \Theta(g)$$

Attache aux données

$$\Phi_{MV}(p, g|y) = \sum_k w_k ([B \cdot [t \times (H \cdot p + g)]_k - y_k]^2)$$

Poisson  $\approx$  gaussien non stationnaire

$$w_{k,l} \stackrel{\text{def}}{=} \begin{cases} (\gamma \max(y_k, 0) + \sigma_k^2)^{-1} & \text{si } y_k \text{ est mesuré,} \\ 0 & \text{sinon.} \end{cases}$$

$\gamma$  : facteur de quantification ( $e^-$  / bit)  
 $\sigma_k^2$  : variance bruit détecteur.

Régularisation

- **p** partie **cristalline**: nombre réduit de distance inter-réticulaire.

→ **A priori de parcimonie**

$$\Psi(p) = \lambda_p \|p\|_1$$

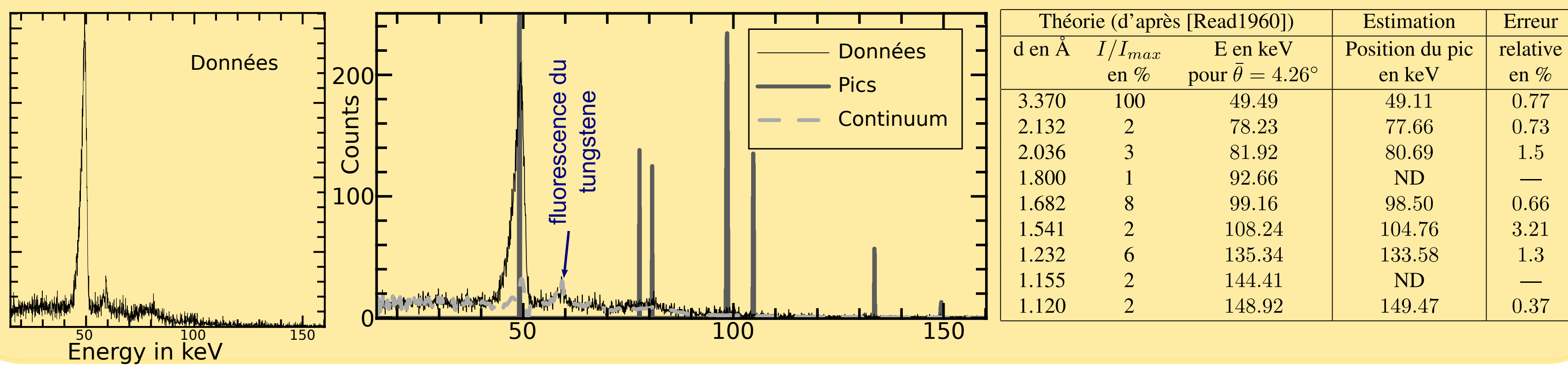
- **g** partie **continue**:

→ **A priori de lissage**

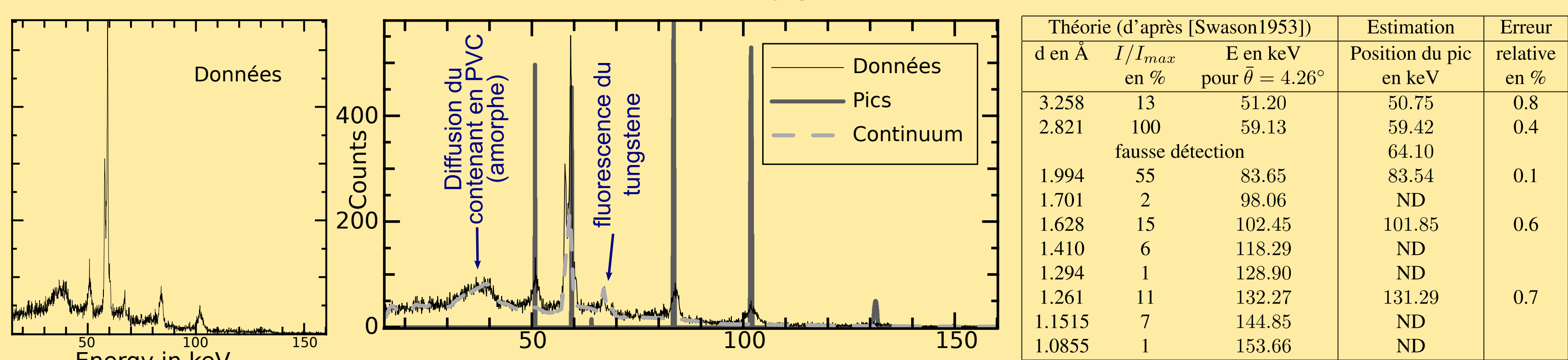
$$\Theta(g) = \lambda_g \|\nabla g\|_2^2$$

## Résultats expérimentaux

### GRAPHITE



### NaCl



## Conclusion & perspectives

Modèle linéaire de formation des données et *a priori* validés sur des données réelles.

Perspectives:

- réglage des hyper-paramètres,
- **auto-calibrage** de la réponse **H**,
- extension pour la **reconstruction 1D, 2D ou 3D** de la carte des paramètres cristallins en utilisant un détecteur matriciel (cf Soulez et col ECNDT 2010.).

## A retenir

- Une **approche MAP** pour l'estimation des spectres de matériaux cristallins en diffraction X en dispersion d'énergie,
- **Extraction des pics** y compris à **haute énergie** (flux < 5 photons),
- **Précision** sur les positions des pics  $\approx$  1%.

Pour cela nous avons défini:

- Un **modèle linéaire** de formation des spectres de diffraction X,
- une méthode d'**estimation de la réponse du montage** par Monte Carlo,
- l'utilisation du **spectre transmis** comme estimation du produit spectre de la source fois atténuation,
- décomposition des spectres en **partie cristalline plus continuum**

F. Soulez, C. Crespy, V. Kaftandjian et P. Duvauchelle, Diffraction peaks restoration and extraction in energy dispersive X-ray diffraction, à paraître dans Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A (2011).

Centre Commun de Quantimétrie

Université Claude Bernard — Lyon 1  
8 av. Rockefeller F-69373 Lyon cedex 08



Laboratoire de Contrôle Non Destructif  
par Rayonnement Ionisants

INSA Lyon — Université de Lyon  
20 av. Einstein F-69621 Villeurbanne cedex

