

Diffraction de poudre

La technologie d'un coup d'œil

Les solides sont souvent composés de microcristaux qu'il est difficile d'étudier en utilisant les techniques standards de cristal unique. La technique de la diffraction de poudre permet d'analyser des structures de tels matériaux dans une large gamme de conditions, par exemple, pendant la chauffe ou le refroidissement, ou sous diverses conditions atmosphériques. Les positions, les intensités et les formes des pics de diffraction des poudres révèlent des informations concernant la structure microscopique et l'état de contrainte d'un échantillon; elles peuvent être utilisées pour identifier les substances qui sont présentes dans un mélange, même complexe. De telles informations sont cruciales pour comprendre les propriétés et le comportement des matériaux.

Les plus de l'ESRF

A l'ESRF, la ligne de lumière de diffraction de poudre fournit des données très précises même à haute résolution, avec le choix d'une grande variété de longueurs d'onde, ce qui permet d'étudier des matériaux complexes et hautement absorbants. En outre, un changeur d'échantillons automatique permet l'étude d'une série d'échantillons rapidement et efficacement. Enfin, les utilisateurs ont la possibilité de venir à l'ESRF et d'effectuer l'expérience eux-mêmes avec le support du personnel de la ligne ou, pour un petit nombre d'échantillons, peuvent bénéficier de notre service « express ». Il s'agit alors d'envoyer les échantillons à l'ESRF, ce qui élimine donc le besoin de voyager et d'être présent quand les mesures sont réalisées.

“ Nous pouvons voir des choses à l'intérieur de l'échantillon que le client n'imaginait même pas trouver. ”

- Andy Fitch, scientifique responsable d'ID31,
la ligne de lumière de diffraction de poudre à l'ESRF



Champs d'application

Les sociétés pharmaceutiques utilisent régulièrement les techniques de la diffraction de poudre de l'ESRF pour caractériser les composants pharmaceutico-actifs et autres ingrédients faisant partie des formules. Par exemple, pour étudier le polymorphisme et ensuite leur permettre de respecter les exigences réglementaires et protéger leur propriété intellectuelle. **La sidérurgie, l'industrie aérospatiale et automobile, ainsi que d'autres industries métallurgiques** utilisent nos installations afin d'examiner la structure d'alliages, d'effectuer des tests de tension et de fatigue, et de

cette façon d'aider à concevoir des matériaux plus solides et performants. Il y a aussi des applications prometteuses pour étudier des pigments chimiques et les matériaux de haute technologie dans le secteur de l'énergie, par exemple les batteries, le stockage d'hydrogène et les super-conducteurs, ainsi que pour les nano-technologies et autres matériaux liés.

"ID31 me fournit des données d'une qualité que je ne peux obtenir nulle part ailleurs - incomparables !"

- Sanofi-Aventis (Montpellier, France)

"Quand nous venons à l'ESRF, nous sommes toujours satisfaits de l'efficacité de la collecte des données, mais surtout nous apprécions le support technique fantastique que nous recevons ici. Quand nous ne pouvons pas nous déplacer à l'ESRF, nous leur expédions nos échantillons et nous savons qu'ils effectueront des tests d'une manière exhaustive. Dernier point, et pas des moindres, l'ESRF respecte notre propriété intellectuelle. Les sociétés sont vraiment chez elles à l'ESRF et sont libres de développer leurs technologies."

- Formulateur d'un grand groupe pharmaceutique, USA

La diffraction des poudres révèle la structure de cristaux du polymorphe métastable de benzamide.

Le défi : obtenir une structure de cristaux du benzamide métastable, non résolue depuis plus de 170 ans.

Le contexte : La compréhension des influences de facteurs structuraux, thermodynamiques et cinétiques qui contrôlent les processus de cristallisation est importante pour les domaines tels que la pharmacologie, la santé, l'optoélectronique et la chimie fine.

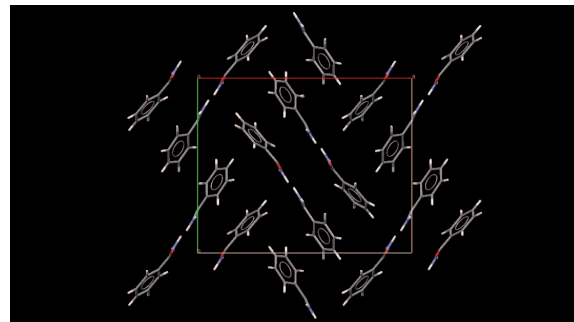
Une Forme II métastable et transitoire de benzamide est connue depuis 1832, mais la structure des cristaux n'avait jamais pu être résolue jusqu'à ce jour.

Le résultat : La structure des cristaux a été résolue à partir des données de diffraction de poudre à haute résolution sur la ligne ID31. De nombreux signaux de diffraction de poudres ont été collectés afin de contrôler la Forme II dans l'échantillon, qui contenait également la Forme I. La structure montre que le polymorphisme provient du désordre d'une des molécules indépendantes de benzamide dans la maille élémentaire, ce qui montre l'équilibre fragile entre la cinétique et la thermodynamique dans l'apparition des polymorphes.

L'apport du synchrotron : Des spectres de diffraction

de poudre à haute résolution collectés rapidement étaient la clé pour résoudre cette structure, avec le contrôle cinétique *in situ* de la température de l'échantillon. La très haute résolution angulaire du diffractomètre d'ID31 a permis d'obtenir des données de haute qualité avec une bonne séparation des pics, ce qui a conduit à la structure finale et détaillée des cristaux.

Références : Blagden et al. *Crystal Growth & Design* 5 (2005), 2218-2224.



La structure de cristaux de la Forme II du benzamide qui montre le dimère moléculaire non centré, a été déterminée à partir des données de diffraction de poudre sur ID31.