



## Les appareils de diffraction Rayons X sauvegardés *utilisés à la faculté des sciences et techniques, laboratoire de Cristallographie du SPCTS*

Les appareils de diffraction des rayons X constituent depuis un siècle un matériel de base incontournable dans l'industrie et la recherche faisant appel aux matériaux.

L'enseignement supérieur et la recherche en géologie, chimie, physique, minéralogie, cristallographie et biologie disposent, depuis longtemps et de plus en plus, d'équipements spécialisés permettant l'identification, l'analyse, la détermination de la structure cristalline et de la microstructure des matériaux de toutes sortes.

*Depuis l'industrialisation des appareils de diffraction des rayons X, en particulier après la dernière guerre, on distingue :*

- *d'une part les appareils destinés à la caractérisation et à l'analyse des matériaux et substances polycristallines*
- *d'autre part ceux destinés à l'étude cristallographique et structurale des matériaux monocristallins (un cristal unique).*

De plus, l'enregistrement du diagramme de diffraction des rayons X permet de distinguer 2 principaux types d'appareillages dans lesquels l'enregistrement se fait

- soit sur un film sensible aux rayons X – on parle alors de chambre (ou caméra) de diffraction. Après diffraction et développement de la pellicule, on observe un ensemble de taches provoquées par l'impact du rayonnement dont on peut mesurer la position avec une simple règle étalonnée et l'intensité avec un densitomètre. Le vocabulaire utilisé est analogue à celui de la photographie : chambre ou caméra, film, collimateur, ouverture, etc...
- soit sur un compteur dans lequel le rayonnement X diffracté est transformé en signal électrique selon l'angle de balayage - on parle de **diffractomètre**. Le vocabulaire utilisé est le même que celui des électriciens et des spécialistes de spectrographie optique : signal, raies, enregistrement, etc...

Le développement de nouveaux types de détecteurs très efficaces et bien résolus (caméras CCD, détecteurs d'état solide...) a rendu obsolète depuis 15-20 ans l'utilisation de films, de même que, pour la photo classique, l'utilisation de détecteurs CCD et autres.

L'enseignement supérieur et la recherche en géologie, chimie, physique, minéralogie, cristallographie et biologie disposent, depuis longtemps et de plus en plus, d'équipements spécialisés permettant l'identification, l'analyse, la détermination de la structure cristalline et de la microstructure des matériaux de toutes sortes.

Depuis l'industrialisation des appareils de diffraction des rayons X, en particulier après la dernière guerre, on distingue :

- d'une part les appareils destinés à la caractérisation et à l'analyse des matériaux et substances polycristallines
- d'autre part ceux destinés à l'étude cristallographique et structurale des matériaux monocristallins (un cristal unique).

## 1. Appareils pour caractériser les poudres

### a) 1<sup>e</sup> génération 1916-1960 : Chambres Debye-Scherrer

La chambre de Debye-Scherrer fut inventée en 1916 par les physiciens Peter Debye et Paul Scherrer. C'est à Göttingen en Allemagne que la collaboration des deux physiciens commença et mena, entre autres, à la publication de leur article sur le comportement des domaines de diffraction des rayons X pour des particules dont l'orientation est aléatoire<sup>1</sup>. C'est dans cet article qu'ils énoncent les principes de base de la méthode d'analyse de diffraction par l'utilisation d'une chambre de Debye-Scherrer.

Cette méthode a radicalement changé la façon d'analyser la structure des cristaux à très haut degré de symétrie et a ouvert la porte vers des méthodes qui ont permis l'analyse des métaux et des polycristaux. C'est aussi grâce à cette méthode que, deux ans plus tard, ils pourront définir le facteur de structure atomique.

Chambre de Debye-Scherrer  
Siemens 1940-1950

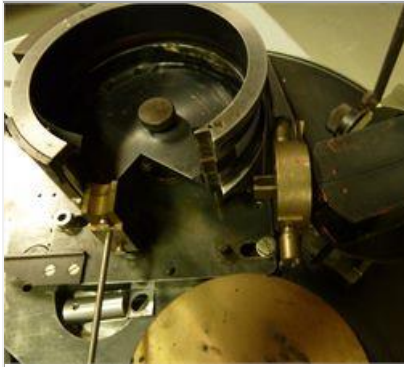


Chambre de Debye-Scherrer  
Siemens (vue dessous)



Chambre de Debye-Scherrer  
Siemens

Chambre de Debye-Scherrer



Chambre de Debye-Scherrer (détail)



Chambre de Debye-Scherrer



Chambre de Debye-Scherrer (sans la cloche de confinement en verre)

**Chambre de Debye-Scherrer  
(conservée par l'IUT – Mesures physiques)**



Diffractogramme



Chambre de Debye-Scherrer



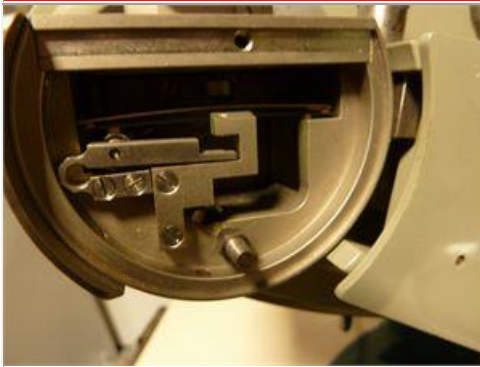
Diffractogramme en cercles concentriques (détail)

## 2<sup>e</sup> génération 1950-1980 : Chambres de Guinier

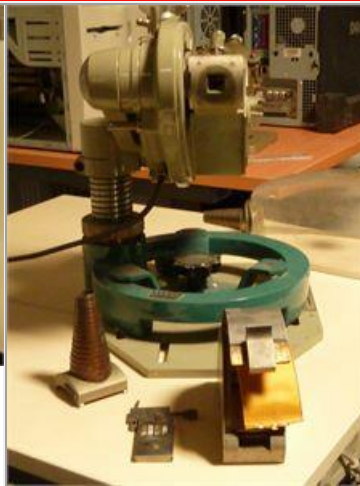
(Inventeur français : André Guinier)

La **chambre de Guinier** sert à identifier des poudres en observant leur spectre de diffraction.

**Chambre de Guinier-De Wolf**  
à monochromateur (une seule longueur d'onde)  
permet d'observer 4 échantillons à la fois-  
Marque Enraf-Nonius (Delft)



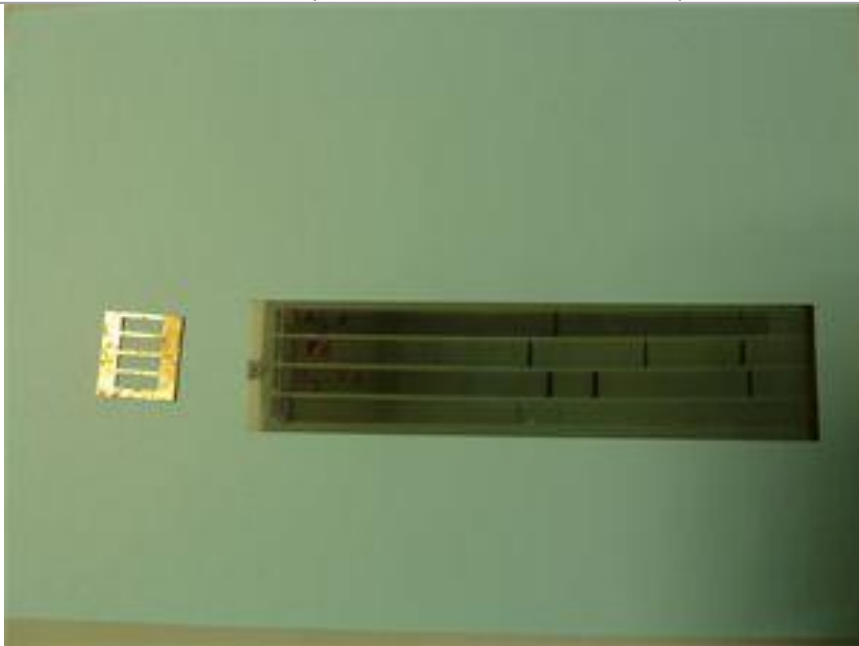
Chambre de Guinier-De Wolff  
(détail)



Chambre de Guinier-De  
Wolff avec porte-film et  
porte échantillon



Chambre de Guinier-De  
Wolff avec capot de  
confinement en plexiglas



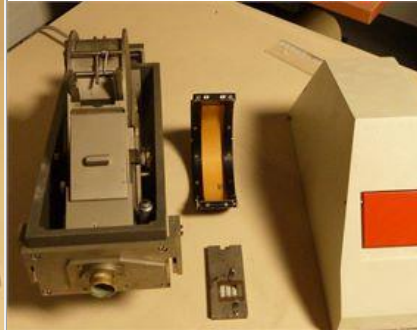
Diffractogramme de 4 échantillons



**Chambre de Guinier-Hägg** (scandinave)  
plus sécurisée et plus récente



Chambre de Guinier-Hägg



Chambre de Guinier-Hägg avec capot, porte film et porte-échantillon



Chambre de Guinier-Hägg de profil

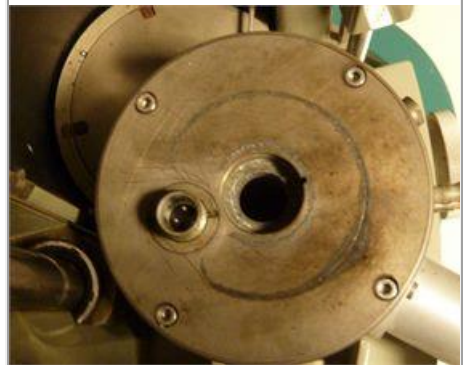
**Chambre de Guinier-Lenné**  
Nonius  
comportant un four 1000° qui permet d'observer les poudres à différentes températures



Chambre de Guinier-Lenné



Chambre de Guinier-Lenné

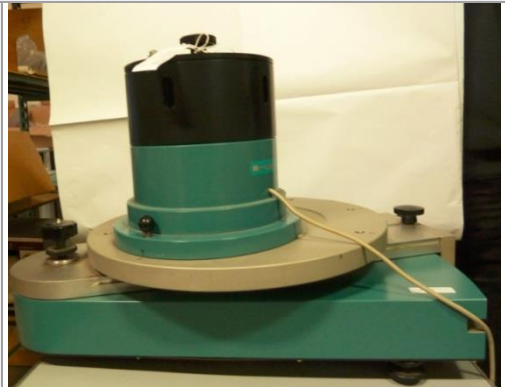
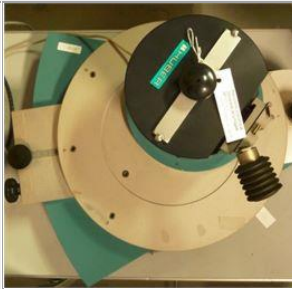


Chambre de Guinier-Lenné  
(vue aérienne)

## Chambre de Guinier Huber



Chambre de Guinier Huber  
(détail)



### 3e génération: diffractomètres à poudre 1960- ...

Le **diffractomètre** a pour fonction d'étudier les matériaux polycristallins.

Il est composé d'un goniomètre qui permet une rotation simultanée d'un échantillon plan de poudre (d'un angle  $\theta$ ) et d'un détecteur (d'un angle  $2\theta$ ). Il comporte un collimateur et un tube à rayons X. Il est relié à un enregistreur.

L'échantillon est irradié par un faisceau de rayons X qui peut être monochromatique, ce qui provoque la diffraction des rayons x par les plans atomiques de l'échantillon. Ces réflexions sont alors collectées à travers un système de fentes et analysées par un détecteur. Le détecteur mesure l'intensité du rayonnement X émis par la poudre cristalline à différents angles de rotation. L'acquisition des résultats se fait par une unité de contrôle et le traitement des diagrammes de diffraction des Rayons X ou **diffractogrammes**.

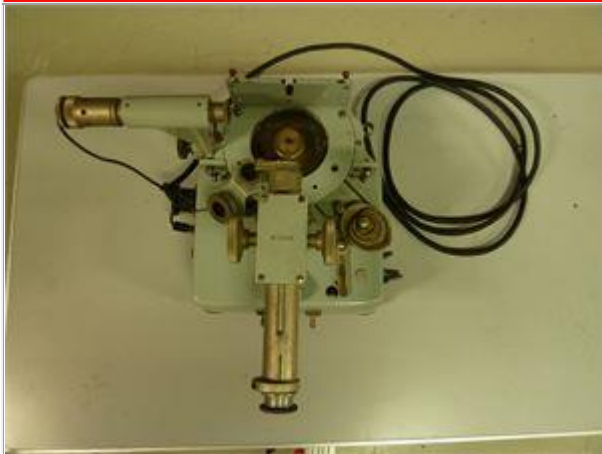
Les résultats s'affichent sous forme de pics de diffraction dont la position, l'intensité et la largeur permettent l'**identification** des substances cristallines. Ce diffractomètre est placé dans une cage en verre ou plexiglas pour éviter les rayonnements diffusés dangereux. A partir de 1980, les diagrammes de diffraction sont numérisés, ce qui permet un traitement informatisé et l'utilisation massive de bases de données.

## 2. Appareils pour caractériser les structures cristallines sur monocristaux

### a) Chambre d'observation des cristaux

C'est l'étape préparatoire de réglage avant d'utiliser la chambre de diffraction Weissenberg

Chambre d'observation des cristaux  
vers 1940



Chambre d'observation et de réglage des cristaux (vue aérienne)



Chambre d'observation et de réglage des cristaux

### b) Chambres de Weissenberg

Chambre de Weissenberg  
UNICAM  
(très rare en France)



Chambre Weissenberg UNICAM





**Chambre de Weissenberg**  
(avec connexion caméra)  
**NONIUS**  
(Delft, Holland)



Chambre de Weissenberg  
avec connexion pour caméra



Chambre de Weissenberg  
Nonius



Chambre de Weissenberg

**Chambre de Weissenberg**  
**STOE**



Chambre de Weissenberg  
STOE



Chambre de Weissenberg  
STOE (détail)

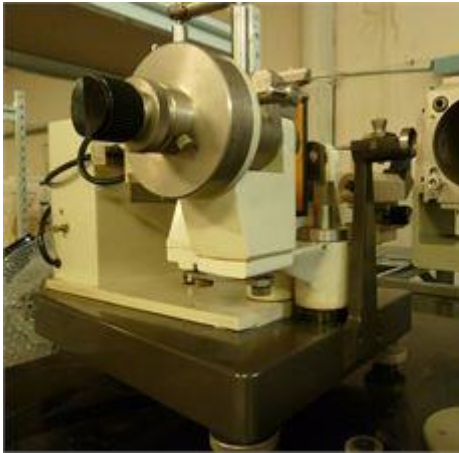


Chambre de Weissenberg STOE  
avec le dispositif DRX

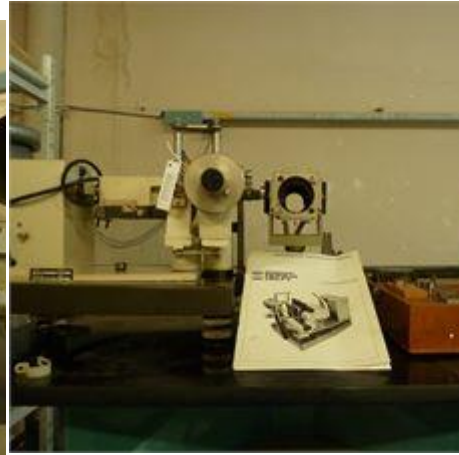


### c) Chambre de Précession de Büerger

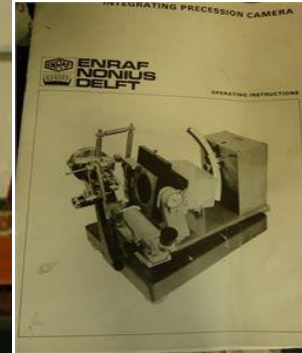
*La cassette porte-film suit un mouvement de précession (changement graduel d'orientation de l'axe de rotation), ce qui permet d'obtenir sur le film une image non déformée du réseau réciproque de diffraction des Rayons X*



Chambre de précession de Büerger



Vue générale avec boîte d'accessoires

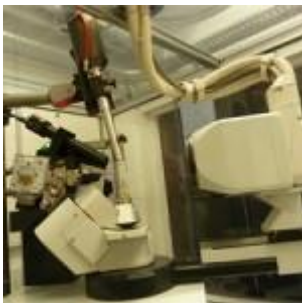


Notice Enraf Nonius

### d) Diffractomètres automatiques 4 cercles

*Les diffractomètres pour monocristaux ont pour but essentiel la détermination des structures cristallines inconnues de nouveaux matériaux dans la mesure où l'on peut isoler des monocristaux de taille convenable ( $>0.05$  mm). Ils présentent plusieurs possibilités de mouvement angulaire du monocristal : 3 dans les premiers modèles (CAD3 NONIUS par exemple) et 4 dans les modèles actuels (KAPPA-CCD NONIUS-BRÜKER). Ces 4 mouvements ( $\theta$   $\chi$   $\psi$   $\omega$ ) permettent au cristal de prendre pratiquement n'importe quelle orientation.*

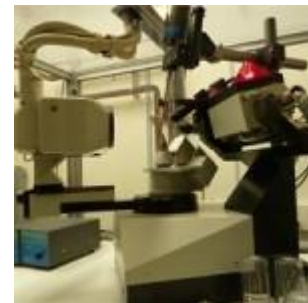
#### Diffractomètre utilisé aujourd'hui dans le laboratoire SPCTS au Centre Européen de la Céramique



Diffractomètre automatique Nonius kappa-CCD(détail)



Diffractomètre automatique Nonius Kappa-CCD



Diffractomètre automatique Nonius Kappa-CCD