



**Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses
Cité scientifique de Lille, du 2 au 6 juillet 2012**

TD au choix – Diffraction des Rayons X (durée 1^h30)

Coordinateur : Frédéric Capet, Pascal Roussel

Frederic.capet@ensc-lille.fr, UCCS / ENSCL Bât C7, 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex

Ce TD vise à présenter d'une manière générale la diffraction des Rayons X (DRX). La DRX reste une technique de choix pour l'identification et la caractérisation structurale des matériaux cristallisés. Le TD s'articulera autour d'une présentation du matériel implanté dans l'Unité de Catalyse et Chimie du Solide (UCCS) et des différentes analyses possibles avec ce genre d'équipement.

Le Plateau de Diffraction des Rayons X (PTRX) de la Fédération Chevreul dispose de 10 appareils dédiés à l'étude par DRX de matériaux cristallisés : monocristaux, composés polycristallins, que ce soit sous forme de poudre ou d'élément massif, et enfin, couches minces déposées sur un substrat. Six de ces appareils sont implantés à l'UCCS :

- 1- Un diffractomètre D8 A25 (Bruker AXS) dédié à l'étude d'échantillons **polycristallins pulvérulents** à température *ambiante*. Il est équipé d'un *détecteur linéaire rapide* de type Lynxeye et d'un *robot-passeur* à 90 positions.
- 2- Un diffractomètre D8 Advance (Bruker AXS) dédié à l'étude d'échantillons **polycristallins pulvérulents** à haute température (1200°C) et sous flux gazeux non-corrosif (vide, gaz inertes). Il est équipé d'un détecteur rapide de type Vantec et d'une chambre HT de type Anton Paar HTK1200N .
- 3- Un diffractomètre D8 Advance (Bruker AXS) dédié à l'étude d'échantillons **polycristallins pulvérulents** à haute température (900°C) et sous flux gazeux « corrosif » ou non (vide, H₂, O₂, H₂O). Il est équipé d'un détecteur rapide de type Lynxeye et d'une chambre réactive de type Anton Paar XRK900.
- 4- Un diffractomètre X8 APEX II (Bruker AXS) à 4 cercles dédié à l'étude de composés **monocristallins**. Il est équipé d'un détecteur bidimensionnel CCD 4K. Il permet la résolution de structures cristallines à l'ambiante à basse température (100K) et à haute température (jusqu'à 1000°C).
- 5- Un diffractomètre DUO APEX II (Bruker AXS) 4 cercles dédié à l'étude d'échantillons **monocristallins** à l'ambiante et à basse température (100K). Il est

équipé d'un détecteur bidimensionnel CCD 4K et de 2 μ -sources (Mo et Cu)

- 6- Un diffractomètre à anode tournante (9kW) de type SMARTLAB (Rigaku) dédié à l'étude de composés **polycristallins massifs ou pulvérulents et couches minces**. Il est équipé de 7 cercles, de 2 détecteurs (ponctuel et linéaire), d'une chambre hautes températures (1100°C) amovible et d'un certain nombre d'optiques permettant de travailler en réflexion ou en transmission, en basse, haute, voire très haute résolution. Toutes ces différentes optiques permettent de réaliser des mesures de diffraction "classique" mais également des mesures en incidence rasante, de la réflectométrie, des mesures de stress, de figures de pôles, de texture, des cartographies de l'espace réciproque, des rocking curves, etc..., tout ceci en fonction de la température et sous atmosphère contrôlée.

Suite à la description des machines, des exemples d'utilisation et de traitement de données seront présentés. On insistera en particulier sur l'identification des phases cristallines dans un mélange inconnu, leur quantification, la possibilité d'obtenir des informations sur la microstructure des poudres (taille de cristallite, micro-contrainte) et sur les possibilités de chaque instrument.