

Méthode de Guinier

Résumé

La méthode Guinier, entre 1950 et 1980, a pour objectif l'étude cristallographique des matériaux cristallins. Elle repose sur la diffraction des rayons X par un solide pulvérulent. C'est la deuxième génération de chambre de diffraction, dotée d'un monochromateur, après les chambres de Debye Scherrer.

Le faisceau de rayons X, issu du tube en contact avec la chambre de Guinier [Fig.1] est représenté en rouge sur la figure 1 : il rentre par une fente rectangulaire avant de frapper un monochromateur (1), qui n'est autre qu'un monocristal. Selon la nature de l'antiscatter du tube à rayons X, on sélectionne la raie $K\alpha$ en effectuant un réglage grossier (2) puis plus fin (3) du monochromateur. Il faut savoir qu'il n'est pas toujours possible de séparer les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ de l'anode. Ces réglages permettent dans certains cas de sélectionner la raie $K\alpha_1$ et de s'affranchir de la raie $K\alpha_2$ moins intense, afin d'obtenir un faisceau monochromatique. Les réglages (9) et (4) de la fente permettent quant à eux de faire varier la largeur du faisceau. Un écran, où l'on a disposé une couche de sulfure de zinc, qui s'abaisse avec une poignée (7), va permettre de visualiser la section du faisceau et ainsi de pouvoir l'ajuster. Le réglage (5) va permettre, dans un premier temps, avant positionnement de l'échantillon au faisceau incident d'impacter le film puis de cacher cette partie du film afin de ne pas agrandir la marque lors de l'analyse après positionnement de l'échantillon. La marque causée par l'impact constituera l'origine et va permettre, lors du dépouillement du film, de pouvoir réaliser des mesures grâce à une règle graduée en Angström. Sur un porte-échantillon on dispose au maximum 4 échantillons. L'échantillon se présente sous forme de poudre. Il est disposé sur un adhésif sur le porte échantillon. Un moteur, qui possède un couple important, déplace le porte échantillon de haut en bas devant le faisceau incident et permet ainsi d'explorer plus de cristaux. Un film photographique est placé sur la paroi latérale interne d'un demi-cylindre. Sur ce film on distingue tout à fait à gauche la marque du faisceau incident et à droite la marque du faisceau diffracté [Fig.3]. Enfin le réglage (8) permet d'incliner le dispositif complet et une vis sans fin, à sa base, permet son ajustement vertical. Une mise sous-vide améliore l'intensité du faisceau ainsi que les résultats finaux par rapport aux analyses réalisées sous air ambiant, l'air absorbant les rayons X. Cette analyse sous-vide présente aussi l'avantage de protéger l'échantillon s'il est hygroscopique.

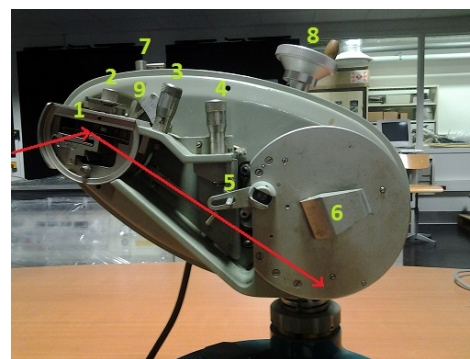


FIGURE 1. Chambre de Guinier-De Wolf

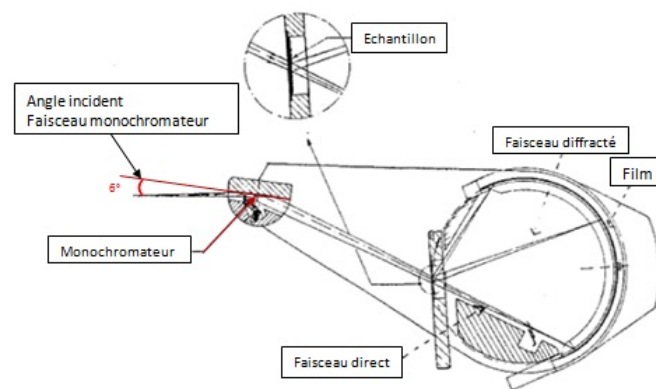


FIGURE 2. Schéma de principe de la chambre de Guinier

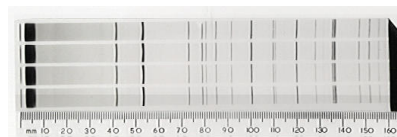


FIGURE 3. Film de Guinier-De Wolf