

CELLULE BASSE TEMPÉRATURE ET HAUTE PRESSION POUR DIFFRACTION X

FICHE N° 71

PRÉSERVER
SAUVEGARDER
VALORISER

Période de fabrication : 1950-1974

Fabricant : Laboratoire Réactivité des Solides UMR-CNRS 513 ; Norbert Gérard

Domaines : Chimie

Sous-domaines : Chimie organique, Cristallographie, Chimie inorganique

Organisme : Université de Bourgogne

Ville : Dijon

Modèle :

Matériaux : Béryllium, Plastique Mylar, marque déposée, Acier inoxydable, Cuivre, Chromel alumel

Description

Cette cellule pour diffractométrie de rayons X à basse température et haute pression a été conçue et fabriquée par Norbert Gérard, au sein du Laboratoire de Recherche sur la Réactivité des Solides de l'université de Dijon. Elle est constituée d'un cylindre de 6 cm de profondeur et de 2 cm de diamètre pour un volume total de 10 cm³. Le très petit diamètre de la cellule permet de réduire les distances parcourues par les faisceaux des rayons X dans l'atmosphère de la cellule. Dans ces conditions la réduction de l'intensité de la diffraction due à son absorption par des molécules de gaz, sous une pression de 30 bars, est de l'ordre de 20%. La cellule a été usinée en acier inoxydable. Sa face avant a été dessinée afin d'être compatible avec la connexion de la pompe à vide Leybold NW 32, à l'aide d'un joint en aluminium. La cavité de forme hémicylindrique qui forme l'intérieur de la chambre a été obtenu par électro-érosion. Les faisceaux de diffraction passent à travers une grande fente de 16 mm, perpendiculaire à l'axe de la cellule, composée de 2 fenêtres superposées en Mylar et en Béryllium qui assurent l'étanchéité à l'air de la cellule et sa résistance à la pression tout en permettant le passage résiduel des rayons x. Le porte-échantillon en cuivre électrolytique est constitué d'une tige épaisse terminée par un plateau. Ce porte-échantillon est introduit au centre de la cellule et fixé face à la fenêtre. Un anneau conique en Teflon assure l'étanchéité et l'isolation thermique entre la cellule et la porte-échantillon. La partie de la tige à l'extérieur de la cellule est refroidie grâce à un échangeur thermique à alcool thermorégulé et refroidit à son tour l'échantillon. La température de l'échantillon est mesurée par un thermocouple Chromel-Alumel fixé dans la cavité de l'axe du porte-échantillon. Le plateau de ce dernier est placé dans l'axe du goniomètre Thêta-Thêta de diffraction des rayons X. Un système de vis sans fin permet à la cellule d'être positionnée par rotation de façon à ce que l'échantillon soit en phase avec les faisceaux de rayons X en Thêta-Thêta.

Utilisation

La principale caractéristique de cette cellule est sa petite taille, qui réduit l'absorption des rayons X, par les gaz de l'atmosphère sous pression. Cette cellule a été conçue pour permettre des températures allant de 0° à -60°C et à des pressions allant du vide à une pression de 30 bars. La cellule a été conçue et fabriquée par Norbert Gérard, au sein du Laboratoire de Recherche sur la Réactivité des Solides de l'université de Dijon, afin d'étudier les conditions de formation de l'Éthylène d'Hydrate de clathrate.

Dans ces conditions expérimentales, la cellule unitaire d'éthylène d'hydrate de clathrate a pu être déterminée, confirmant la classification faite par Von Stackelberg et Muller en 1954.

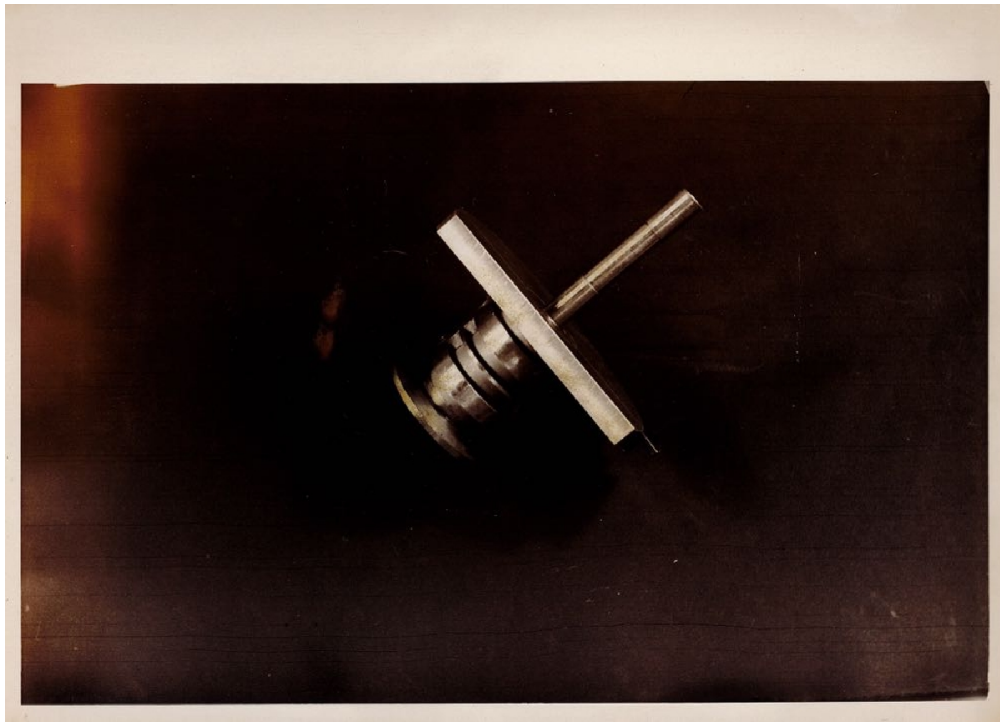
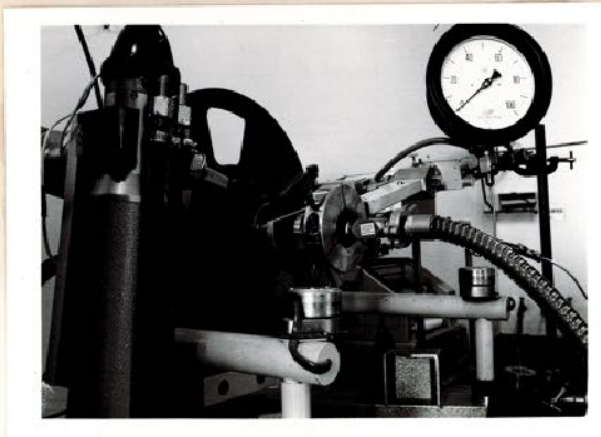


FIGURE 14

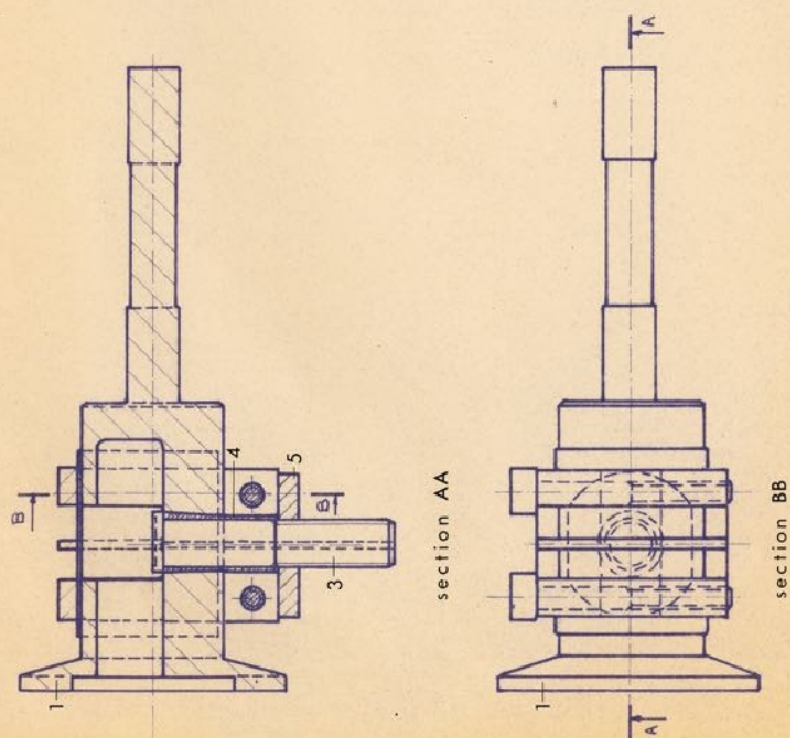
Cellule diffraction X adaptée au goniomètre θ, θ .



Cellule ouverte

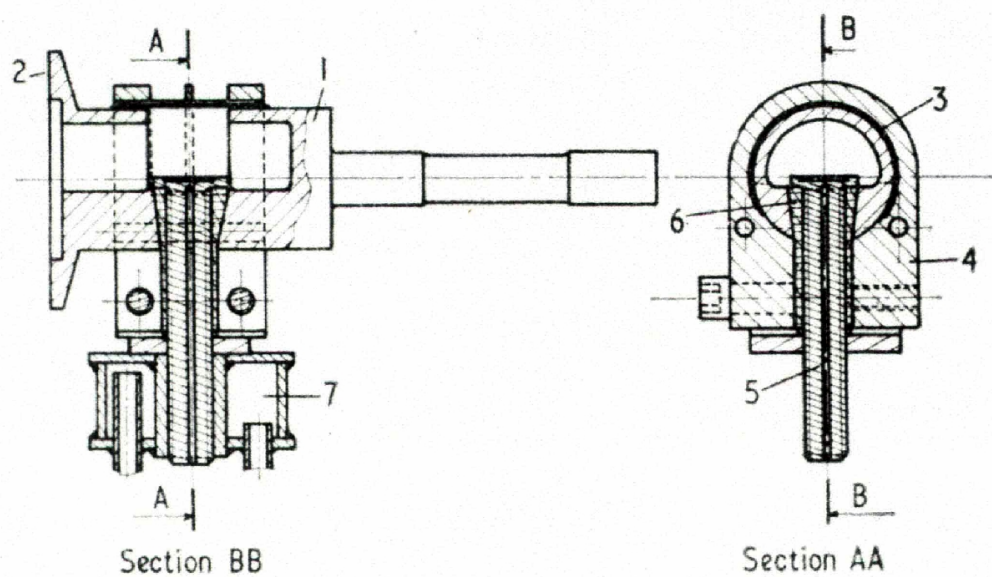


Cellule fermée



section transversale

FIGURE 13



Pour nous citer :

Base de la Mission nationale de sauvegarde et de valorisation du patrimoine scientifique et technique contemporain, PATSTEC, Cellule basse température et haute pression pour diffraction X (Laboratoire Réactivité des Solides UMR-CNRS 513 ; Norbert Gérard), <https://www.patstec.fr/ressources/objets/detail?id=17946>, consulté le 2026-07-29