

CHAMBRE DE DIFFRACTION X À HAUTE TEMPÉRATURE

FICHE N° 719

PRÉSERVER
SAUVEGARDER
VALORISER

Période de fabrication : 1975-1999

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

Domaines : Chimie

Sous-domaines : Cristallographie

Organisme : Université de Bourgogne

Ville : Dijon

Modèle :

Matériaux : Alumine, Acier inoxydable, Béryllium, Platine, Quartz

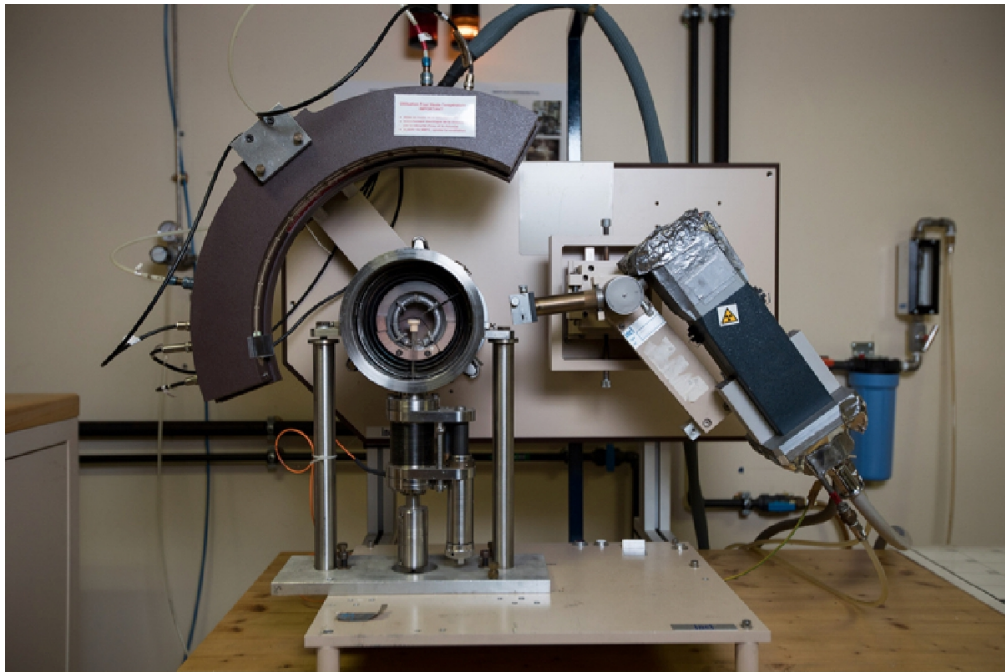
Description

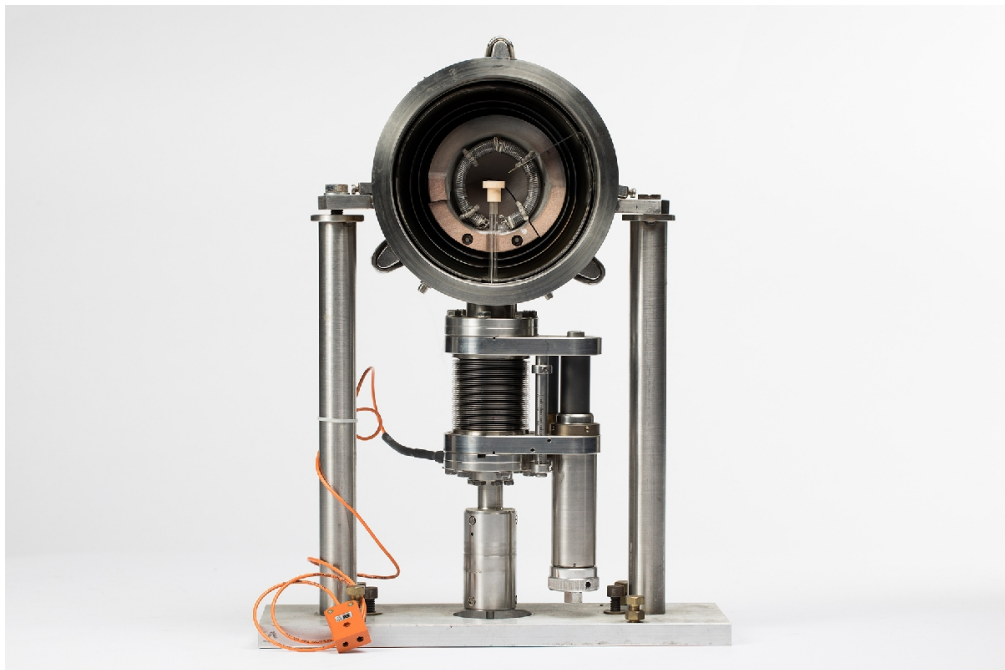
Ce prototype fabriqué au sein du Laboratoire de Recherche sur la Réactivité des Solides par Norbert Gérard a été conçue en trois parties : une virole centrale et deux éléments cylindriques identiques disposés de part et d'autre de la virole centrale. La virole centrale liée au bâti, et alignée dans l'axe du goniomètre, comporte sur sa partie supérieure une fenêtre rectangulaire cylindrique d'une largeur de 12 mm et dont l'angle d'ouverture est de 184°. Elle permet le passage des rayons incident et diffracté et l'obtention d'un domaine angulaire de plus de 80°. La fenêtre est fermée par une plaque de Béryllium de 0,3 mm d'épaisseur afin de supprimer la porosité au vide moléculaire. Cette fenêtre est collée sur la virole et pressée par un serre flanc. Ce dispositif de centrage comporte également le porte-échantillon en alumine frittée, une tige support du porte-échantillon en quartz percée en son centre afin de permettre le passage du thermocouple, un dispositif étanche micrométrique de translation, un dispositif étanche micrométrique de rotation et un thermocouple de mesure débouchant dans la cavité du porte-échantillon.

L'analyse de contrainte par rayons X nécessite un alignement de l'échantillon par rapport au centre du goniomètre et au centre du faisceau incident. Le repérage du point d'intersection est effectué four ouvert par un cathétomètre à 2/100 mm près. Il suffit ensuite d'aligner la hauteur du porte-échantillon grâce au module de translation décrit précédemment en contrôlant cet alignement par visée optique. La mesure de la température est effectuée à l'aide du thermocouple de type S platine-platine rhodienne 10% dont la soudure chaude apparente débouche au centre même de l'échantillon. Les deux carcasses extérieures symétriques ont été usinées à partir d'un tube d'acier inoxydable. Elles sont constituées, en partant de l'extérieur vers l'intérieur d'un système de refroidissement indépendant dont la circulation d'eau se fait au travers de chemises d'eau. Une série d'écrans hémisphériques métalliques viennent compléter ce système de protection thermique. Dans chaque hémisphère, une coupelle en matériau réfractaire comporte à l'intérieur un élément chauffant bobiné et relié aux connexions électriques. L'un des deux hémisphères comporte un thermocouple de régulation. La fenêtre de béryllium du dispositif de centrage est refroidie à l'air. Le caractère original et innovateur de cette chambre d'analyse repose sur son champ d'utilisation large, en particulier dans le domaine de l'adsorption sous haute pression d'un gaz condensable. Elle peut opérer dans des domaines étendus de pression et de température allant de 10⁻⁴ à 10⁴ hPa et de 20° à -350°C. La chambre est placée dans une enceinte extérieures équipée d'une fenêtre hémisphériques-cylindrique en kapton, maintenue sous un vide dynamique de 10⁻⁴hPa pour s'affranchir de toute oxydation du Béryllium et de toutes émanations éventuelles de gaz condensable, est installée sur le goniomètre à axe horizontal muni d'un compteur à localisation courbe INEL CPS 120. Le dispositif est connecté à une ligne de vide d'une part et d'autre part à une réserve de gaz.

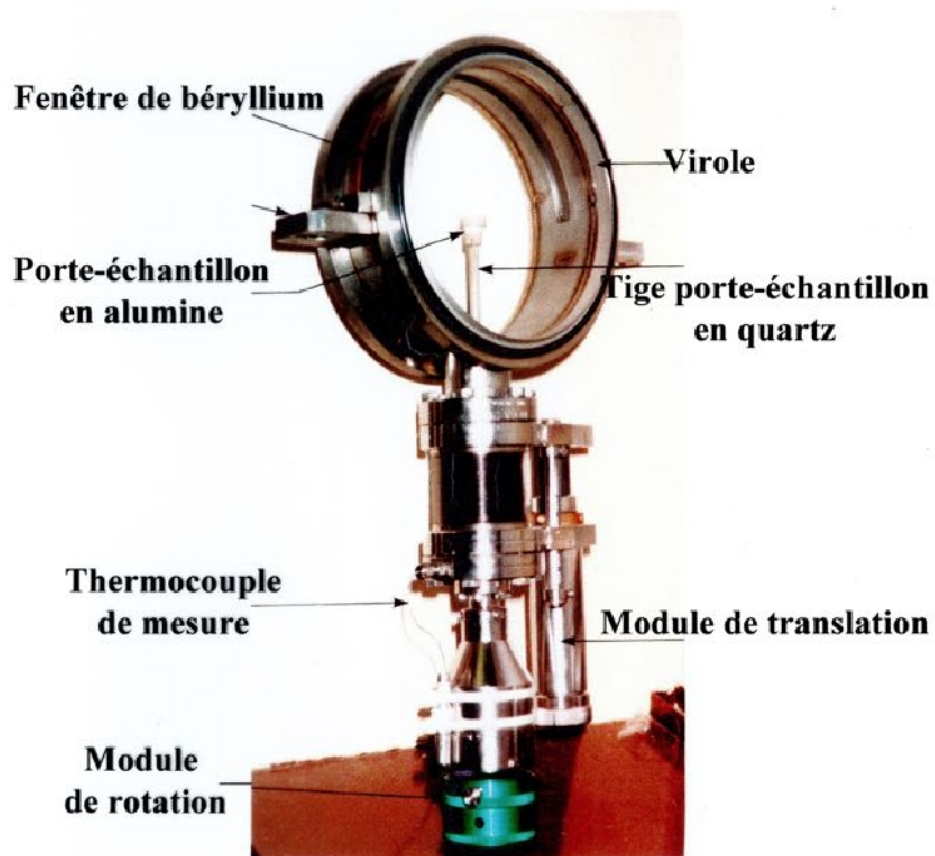
Utilisation

Cette chambre de diffraction X a été conçue et construite au sein du laboratoire de Recherche sur la Réactivité des Solides de l'université de Dijon afin de mener des recherches très larges. Un exemple d'utilisation de la chambre est présenté dans le cas de l'adsorption et de la désorption sous 5x10³ hPa de l'isopentane par la zéolite 5A.

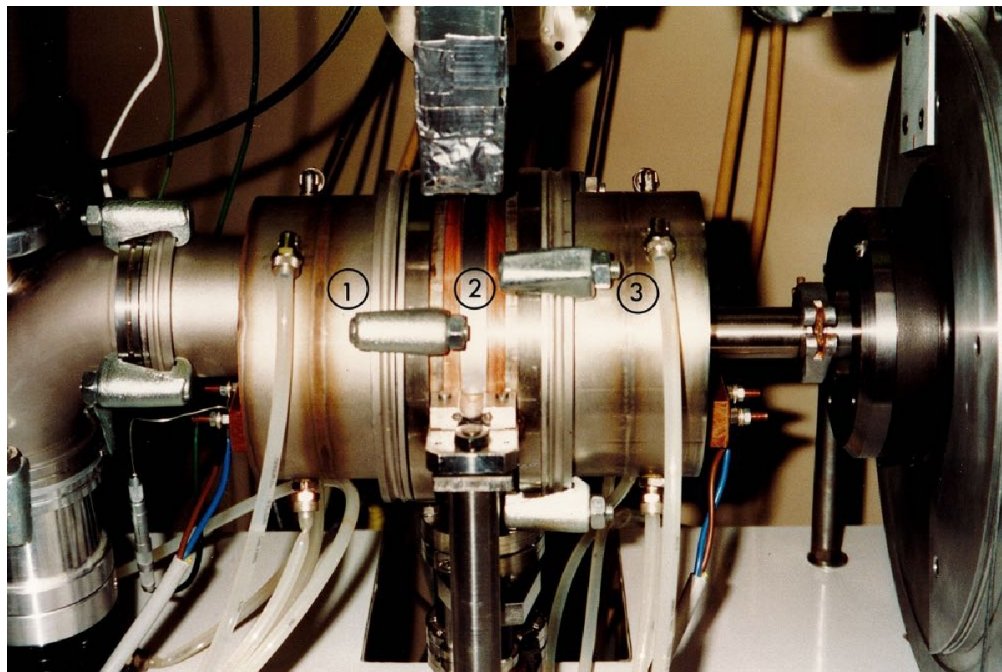




Détermination de contraintes in situ



Dispositif de centrage et porte-échantillon



Pour nous citer :

Base de la Mission nationale de sauvegarde et de valorisation du patrimoine scientifique et technique contemporain, PATSTEC, Chambre de diffraction X à haute température (Laboratoire Réactivité des Solides UMR-CNRS 513 ; Norbert Gérard), <https://www.patstec.fr/ressources/objets/detail?id=18593>, consulté le 2026-07-30