

DIFFRACTOMÈTRE AVEC CRYOSTAT

FICHE N° 2491

PRÉSERVER
SAUVEGARDER
VALORISER

Période de fabrication : 2000-2024
Fabricant : fabricant non renseigné
Domaines : Matériaux, Physique
Sous-domaines : Cristallographie
Organisme : Université de Lorraine
Ville : Vandoeuvre-lès-Nancy
Modèle :
Matériaux :

Description

Ce diffractomètre a été conçu par les équipes de laboratoire de cristallographie de Nancy en collaboration avec le laboratoire de cristallographie de Grenoble. Son assemblage avec un cryostat a fait l'objet de publications. L'objectif est d'étudier des cristaux soumis à de basses températures (entre 4 Kelvin et 300 Kelvins). Le froid est donc entretenu grâce à un flux d'hélium. L'échantillon est examiné sous toutes ces faces grâce à un système de détection 2D couplé à un dispositif ingénieux : la tête goniométrique a été remplacée par un aimant, qui entraîne de façon indirecte un autre aimant placé sur le porte-échantillon. Cela permet d'avoir seulement deux axes de rotation pour avoir accès à toutes les données cristallographiques. Le tube à rayons X permet d'avoir les coordonnées atomiques et toutes les informations nécessaires. Cet ensemble a été notamment utilisé, au stade du test, pour analyser des peptides. A l'époque de l'inventaire, ce dispositif n'était plus en fonction, pour des raisons financières.

Utilisation

Ce diffractomètre a été construit et utilisé à la Faculté des Sciences de Nancy, au laboratoire de cristallographie (LCM 3B).



CONSIGNES D'UTILISATION Kappa Apex

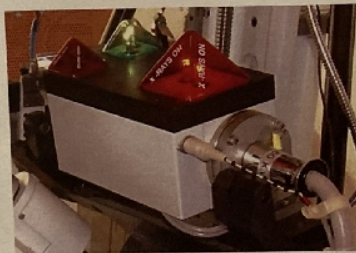
1. Signalisations lumineuses :

Pyramide verte allumée = Shutter fermé – goniomètre sous tension

Pyramide rouge « X-ray on » allumée = générateur sous tension, le tube émet des RX

Pyramide rouge « shutter open » allumée et pyramide verte éteinte = un faisceau de RX sort de la gaine du tube et arrive sur l'échantillon. Possible uniquement si les portes sont fermées.

Pyramides verte ET rouge allumées = défaut de sécurité par exemple, mauvaise fermeture des portes ou problème de sécurité sur le shutter



2. Fonctionnement des sécurités de l'appareil :

L'appareil de mesure est hermétiquement fermé par des parois en plexiglas plombé. Pendant l'opération de centrage de l'échantillon portes ouvertes, aucun faisceau ne sort du collimateur. A aucun moment le faisceau n'est accessible par l'opérateur. Une ouverture inopinée des portes de l'appareil pendant la mesure entraîne instantanément une fermeture du collimateur. La commande des fenêtres d'ouverture du faisceau X est électromécanique sur tous les appareils et l'actionnement manuel est impossible.

Cette sécurité peut être déverrouillée par une clé. Ces clés de déverrouillage sont en possession de la PCR et inaccessibles pour le reste du personnel. Le déverrouillage des sécurités permet d'effectuer les opérations de réglage du faisceau réalisées par l'ingénieur en charge du service qui se trouve être la PCR. Le déverrouillage des sécurités des portes entraîne le clignotement d'une pyramide rouge dans la cage de l'appareil.

CONSIGNES DE SECURITE

Protection des travailleurs contre les dangers des rayonnements ionisants. Information-
Articles R.4451-23, R.4451-51 et R.4451-52 du Code du travail

GENERATEUR DE RAYONS X, Diffractomètre Bruker KappaAPEX

Anticathode : Molybdène ou Cuivre

Haute tension max : ~~50 kV~~ 50 kV

Courant maximum : 35 mA

Cet appareil est soumis sur le plan de la radioprotection aux contrôles réglementaires annuels qui doivent être effectués par un organisme agréé et notés sur le document de suivi.

Le démontage de tout ou partie de l'appareil est formellement interdit à toute personne non habilitée. Seul le personnel du service et Bruker-Axs est autorisé à intervenir sur la machine.

Toute tentative de modification ou de suppression des mécanismes de sécurité constitue une faute grave.

En cas d'anomalie de fonctionnement, il faut arrêter le générateur et prévenir la PCR.

En cas d'arrêt prolongé, la remise en service doit être effectuée en présence de la PCR.

En cas d'incendie de l'appareil ou dans le local, mettre hors service la machine en utilisant l'arrêt du générateur par le commutateur à clé ou en coupant l'alimentation générale du boîtier électrique situé sur le mur de gauche (voir plan ci-joint). Téléphoner au service de la faculté des sciences (postes 84 344/84 343). Toute utilisation ultérieure sera subordonnée à l'accord écrit de la PCR.

En cas de vol ou de dégradation volontaire, prévenir :

ASN (EST) Division de Strasbourg : 03 88 25 92 92

Numéro vert d'urgence et incidents en radioprotection : 0800 804 135

Astreinte IRSN 24h/24h : 06 07 31 56 63

Autres numéros :

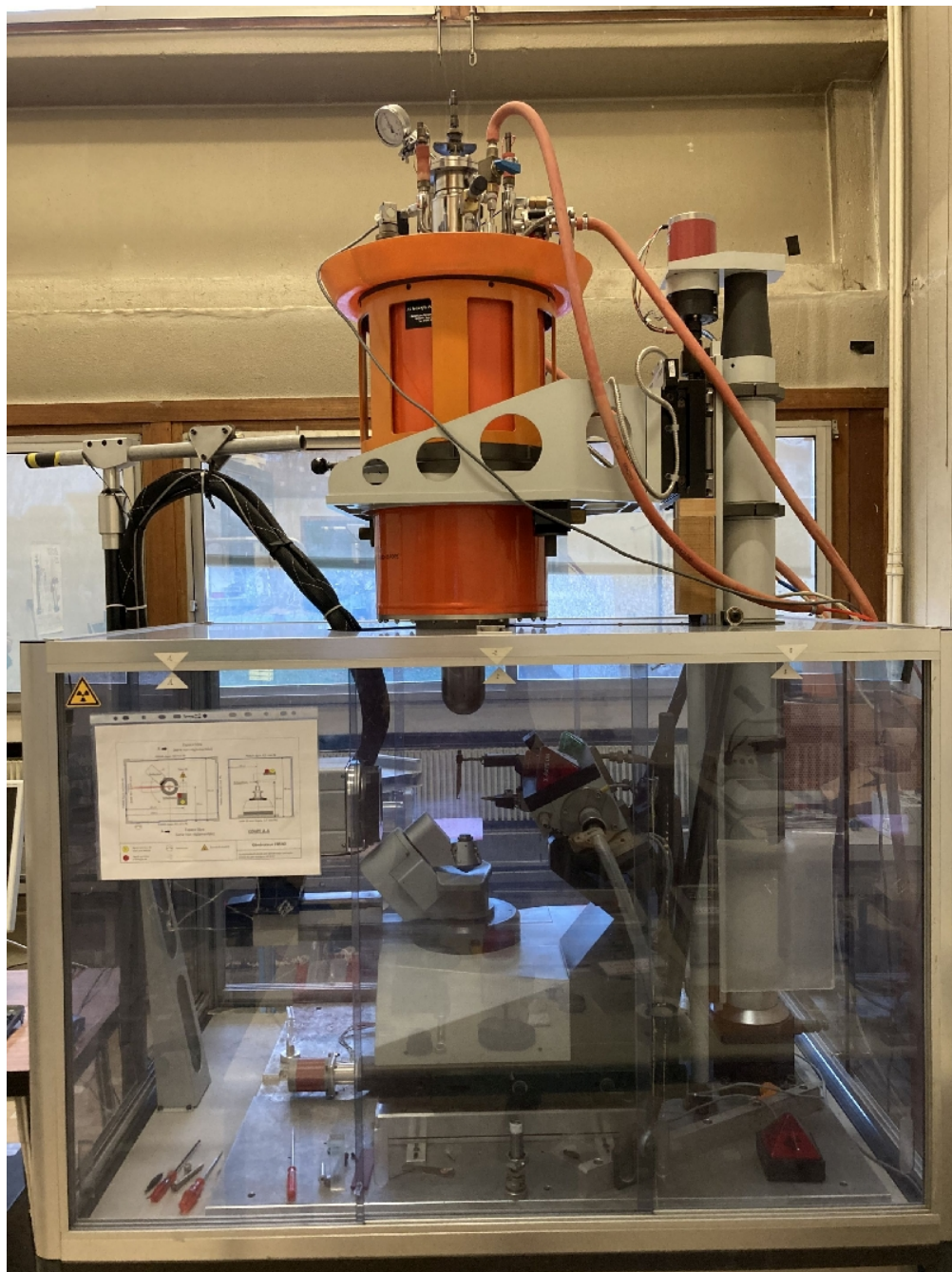
Pompier : 18

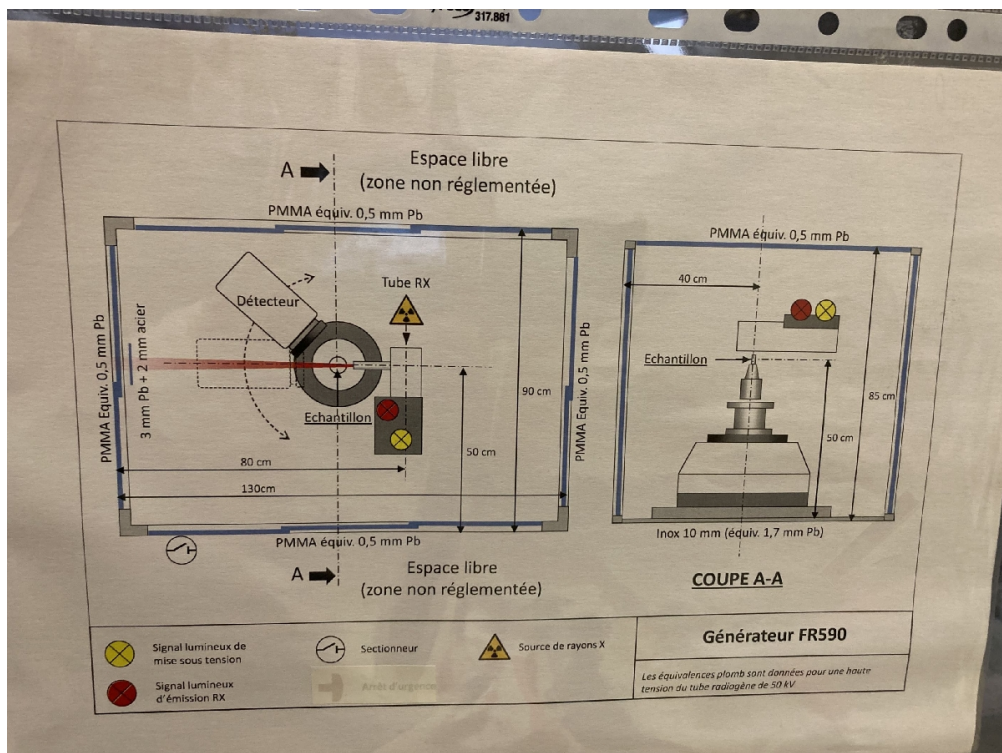
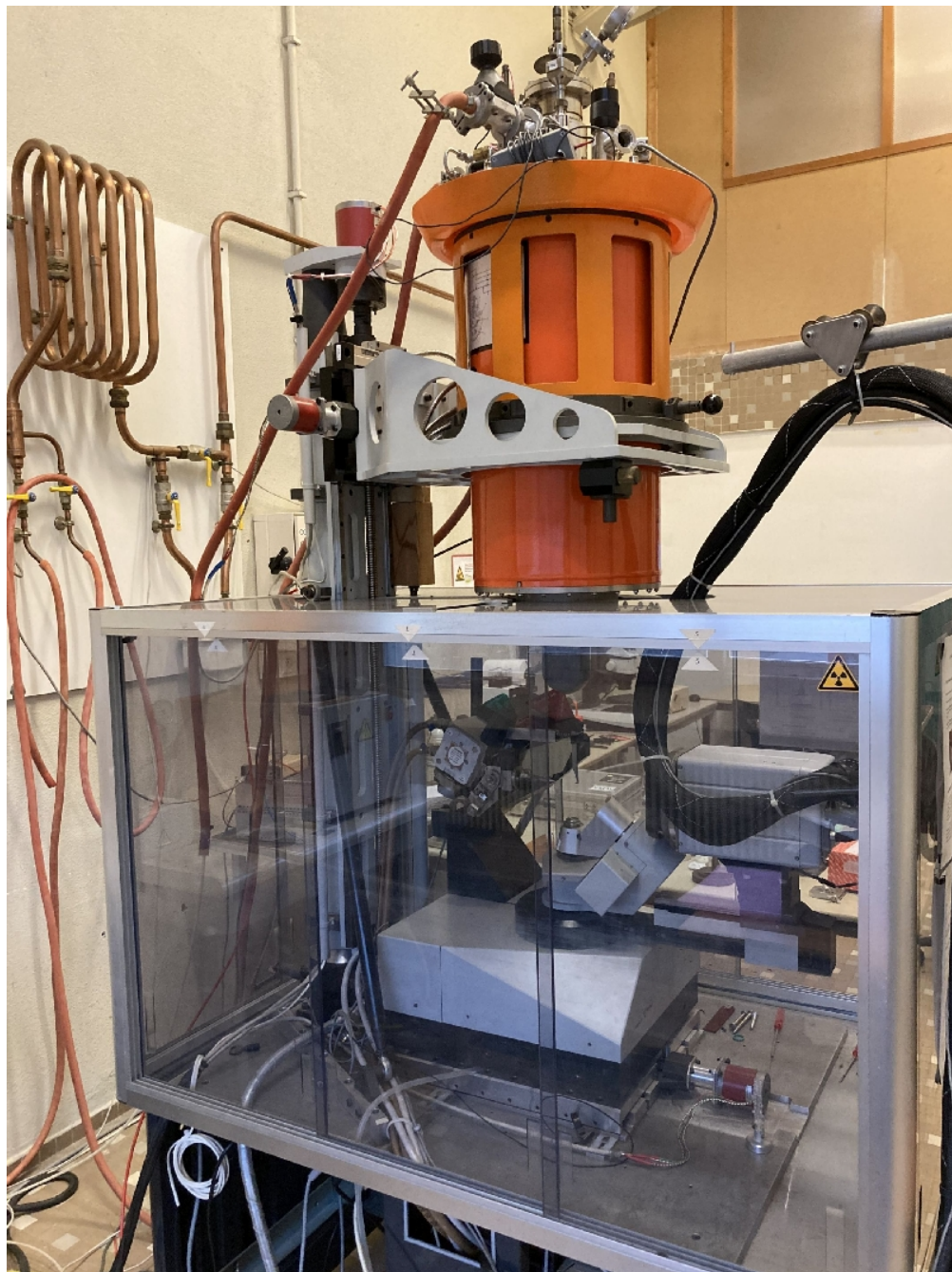
SAMU : 15

Responsable technique du service/PCR : Emmanuel Wenger : 06 15 25 58 83

Médecin du travail : Dr. Lydie Mayeux : 03 83 68 52 09

Service hygiène et sécurité de l'université de Lorraine : 06 45 14 57 85





X-ray diffraction between 4K and 300K on a 4-circle diffractometer equipped with a 2D detector.



R. Argoud¹, P. Fertey², P. Bordet¹, J. Reymann² and C. Lecomte²

¹ Laboratoire de Cristallographie, UPR CNRS 5031, B.P. 166, 38 042 Grenoble Cedex, France
² Laboratoire de Cristallographie et Modélisation des Matériaux Minéraux et Biologiques, UMR CNRS 7036, Faculté des Sciences, B.P. 239, 54 505 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France.
 contact: pfertey@cm3b.u-nancy.fr



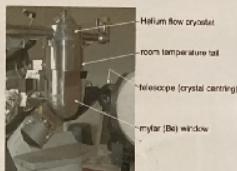
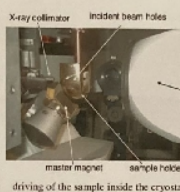
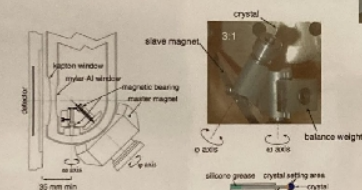
A new low-temperature system for X-ray studies down to 4K has been developed. This new device has been specially designed to fit on a four circle diffractometer equipped with 2D detector. The principle of this new device is presented below. It has been inspired from the cryostat developed for a point-detector four circle diffractometer⁽¹⁾. The sample holder has been settled in a provisional helium flow cryostat to test the performances and accuracy.

Basic principle:

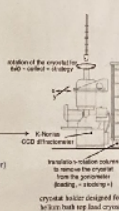
crystal mounted on a holder magnetically coupled to the diffractometer

This coupling is achieved by mounting a master magnet in place of the usual goniometer head. This magnet drives a slave magnet fixed on the crystal holder⁽²⁾ and therefore the crystal is indirectly oriented by the master magnet. Due to the 2D detection process, only two rotation axes are in principle needed to collect the whole accessible crystallographic data, simplifying the design of the sample holder

→ only ϕ and ω rotations retained; χ angle fixed closed to 45°



The tails of the cryostat (room-temperature, liquid nitrogen and sample tails) have been specially designed⁽³⁾ to set the distance as close as possible from the sample to ensure the largest solid angle of detection.



no direct mechanical binding between the crystal and the goniometer, easy sample alignment (rotations of the cryostat)

- adaptable to any 4-circle-diffractometer equipped with 2D detector,
- adaptable to different type of cryostats (continuous flow, helium bath, closed cycle cooler) and T < 4.2 K expected,
- adaptable to atmosphere-controlled cells, pressure cells (P ~ few dozens bars)...

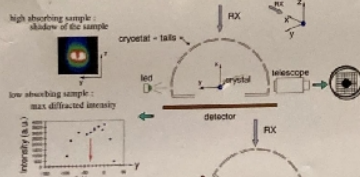
Data collection strategy:

fixed χ ($\approx 45^\circ$)
 ω scans at different values of ϕ to improve the completeness adjustable crystal-to-detector distance (min = 35 mm)

here, the data collection strategy was:
 $\lambda = \lambda_{CuK\alpha}$ 0.8 nm collimator
 $\phi = 20^\circ$ and 140° ($\omega = 200^\circ$ to 135°)
 $\phi = 50^\circ$ and 130° ($\omega = 130^\circ$ to 100°)
 30 s, 1 frame, 1 duration scan

Centering of the crystal:

- in the xz plane → telescope
- in the y direction → « shadow » of the sample / max diffracted intensity



Collecting at non-zero theta values:

Structure refinement:

$Y_2Fe_2O_{12}$ (1 a 3 d)

	55 K	300 K	300 K (ref ⁽⁴⁾)
unique reflections	169	252	252
data/test./param	168/0/16	237/0/18	242/0/18
R _{int}	1.31	1.14	1.16
R ₁ (I > 2 σ)	4.61%	4.41%	4.04%

	55 K	300 K	300 K (ref ⁽⁴⁾)
a Å	12.502(18)	12.510(2)	12.479(2)
b Å	12.502(18)	12.510(2)	12.479(2)
c Å	12.502(18)	12.510(2)	12.479(2)

Atomic coordinates (×10³):

Fe(1): 16 a; Fe(2): 24 d; Y: 24c	
O: 16 a; 24 d; 24 c	

Thermal parameters (Å² × 10³):

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
Fe 1	220	220	220	0	0	0
Fe 2	220	220	220	0	0	0
Y	220	220	220	0	0	0
O	220	220	220	0	0	0

Structure refinement:

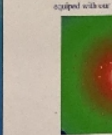
$Li_2C_2O_4$ (P 2₁ 2₁ 2₁)

sample size = 0.10 × 0.10 × 0.20 mm³

$\mu = 0.3$ mm⁻¹

→ Comparison between the structure of this sample, refined with two sets of data:

- 1° set collected on a Bruker Smart CCD equipped with the Heine Oxford Cryosystem cryostat at 30 K (R_{int} = 1.16%)
- 2° set collected on a K-CCD Nucleon equipped with our device at 30 K (R_{int} = 1.16%)



K-CCD Nucleon frame: 1° oscillation around 30 K, 1 duration.

	30 K	30 K
data/test./param	168/0/16	168/0/16
unique reflections	169	169
data/test./param	168/0/16	168/0/16
R _{int}	1.31	1.31
R ₁ (I > 2 σ)	4.61%	4.61%

perfect agreement (within 2 σ) of the atomic coordinates and anisotropic thermal parameters between the two sets.

$Y_2Fe_2O_{12}$ as a test sample:

→ cubic → nearly equivalent reflections

spherical (0.18 mm diameter)

→ 11.8 mm³



X-ray diffraction between 4K and 300K on a 4-circle diffractometer equipped with a 2D detector.

R. Argoud¹, P. Fertey², P. Bordet¹, J. Reymann² and C. Lecomte²

¹ Laboratoire de Cristallographie,
UPR CNRS 5031, B.P. 166, 38 042 Grenoble Cedex, France.

² Laboratoire de Cristallographie et Modélisation des Matériaux Minéraux et Biologiques,
UMR CNRS 7036, Faculté des Sciences, B.P. 239, 54 506 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France.

contact: pfertey@lem3b.u-nancy.fr



Laboratoire de Cristallographie et Modélisation des Matériaux Minéraux et Biologiques - UMR CNRS 7036

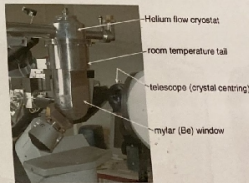
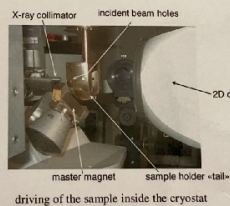
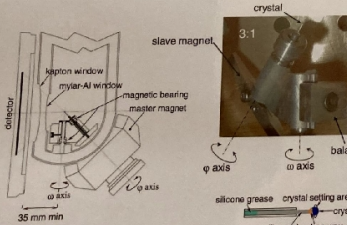
A new low-temperature system for X-ray studies down to 4K has been developed. This new device has been specially designed to fit on a four circle diffractometer equipped with 2D detector. The principle of this new device is presented below. It has been inspired from the cryostat developed for a point-detector four circle diffractometer⁽¹⁾. The sample holder has been settled in a provisional helium flow cryostat to test the performances and accuracy.

Basic principle:

crystal mounted on a holder magnetically coupled to the diffractometer

This coupling is achieved by mounting a master magnet in place of the usual goniometer head. This magnet drives a slave magnet fixed on the crystal holder⁽²⁾ and therefore the crystal is indirectly oriented by the master magnet. Due to the 2D detection process, only two rotation axis are in principle needed to collect the whole accessible crystallographic data, simplifying the design of the sample holder

→ only ϕ and ω rotations retained; χ angle fixed closed to 45°

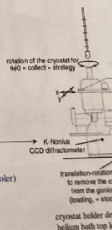


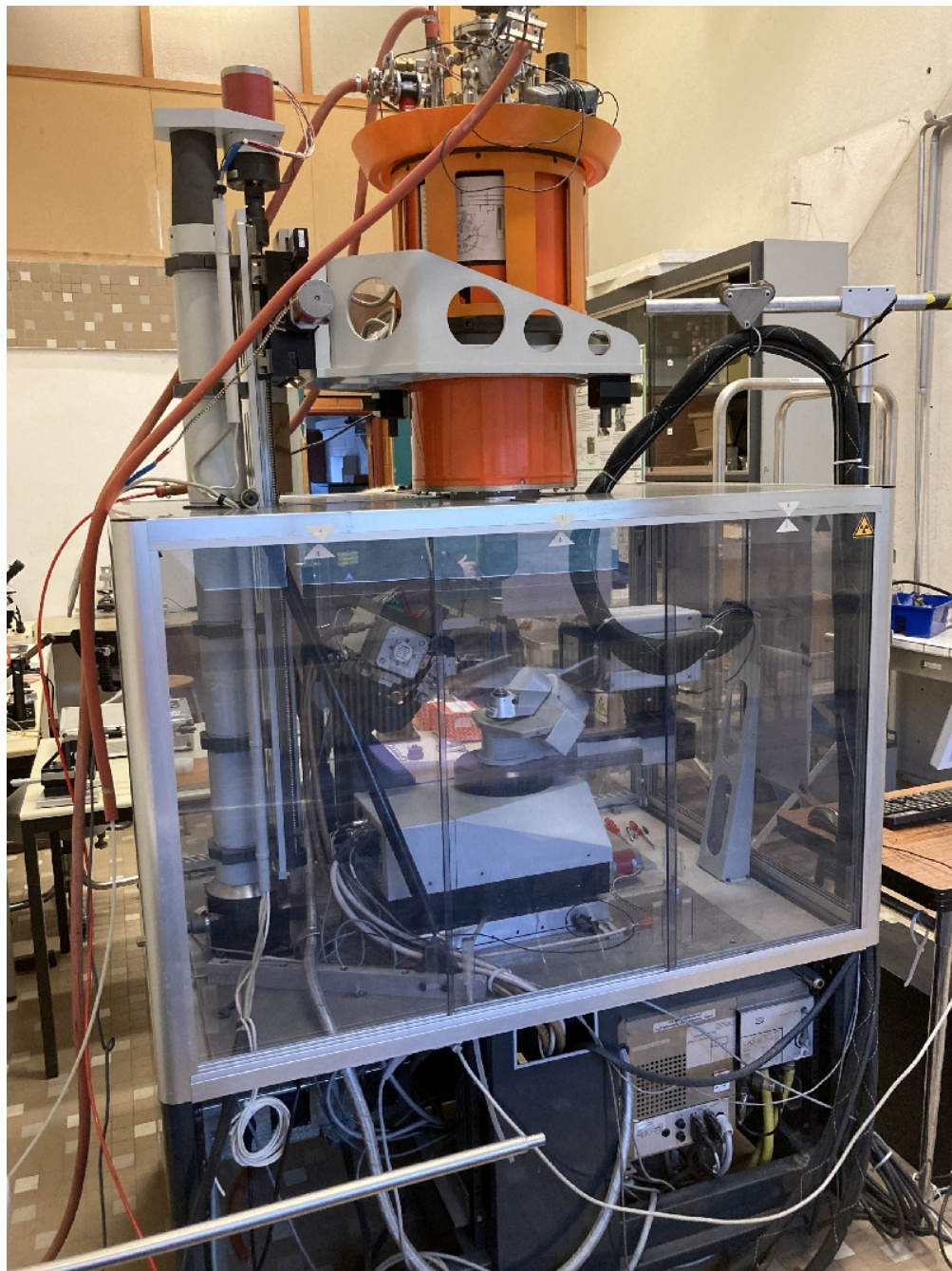
The tails of the cryostat (room-temperature, liquid nitrogen and sample tails) have been specially designed⁽³⁾ to set the detector as close as possible from the sample to ensure the largest solid angle of detection.

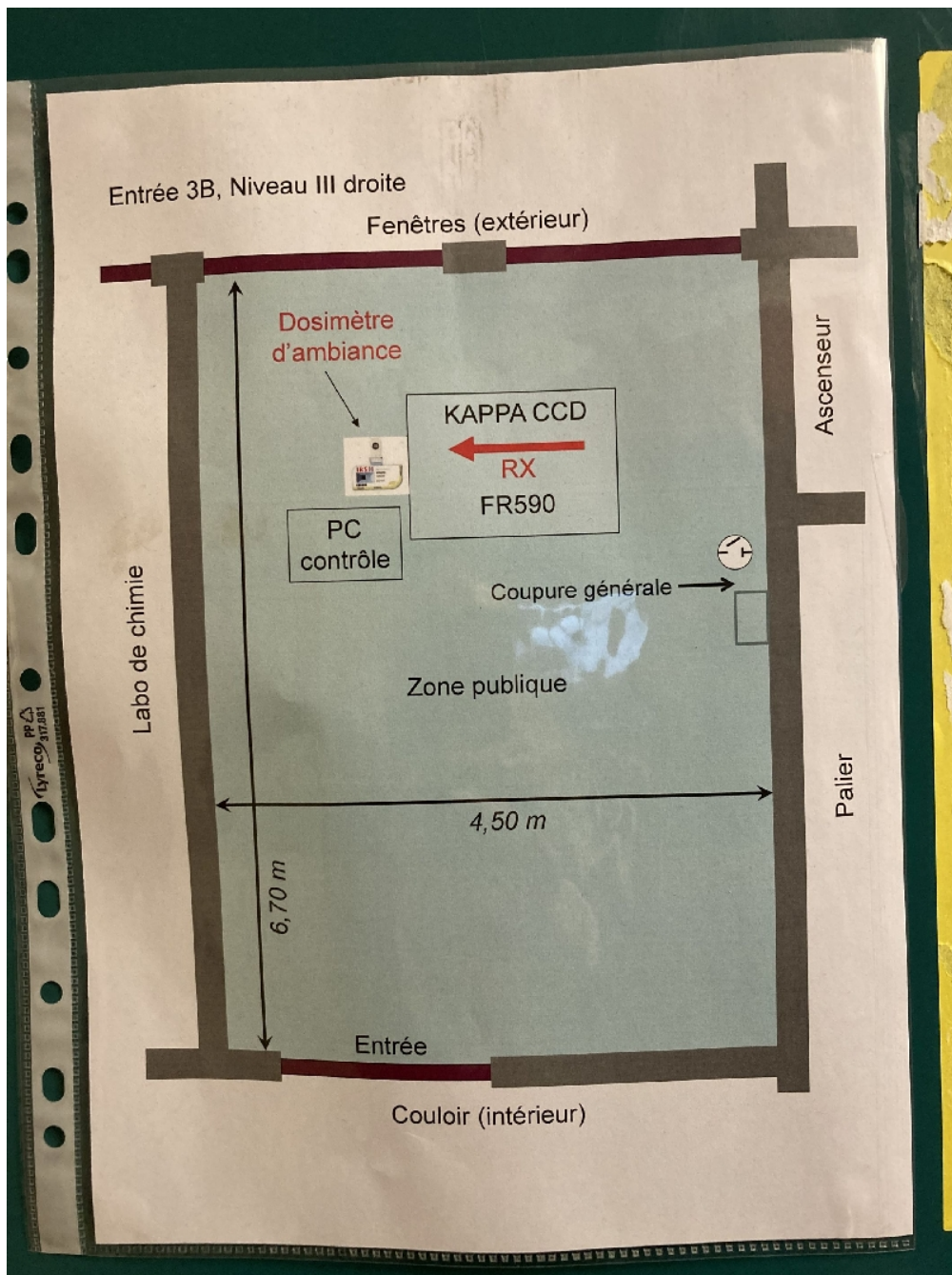
no direct mechanical binding between the crystal and the goniometer,

easy sample alignment (translations of the crystal)

- adaptable to any 4-circle-diffractometer equipped with 2D detector,
- adaptable to different type of cryostats (continuous flow, helium bath, closed cycle cooler) and $T < 4.2$ K expected,
- adaptable to atmosphere-controlled cells, pressure cells (p - few dozens bars),...







Pour nous citer :

Base de la Mission nationale de sauvegarde et de valorisation du patrimoine scientifique et technique contemporain, PATSTEC, Diffractomètre avec cryostat (fabricant non renseigné), <https://www.patstec.fr/ressources/objets/detail?id=21557>, consulté le 2026-07-30