Classification
Physics Abstracts
16.35 — 23.40

Diffractomètre θ - θ avec monochromateur, obtenu par transformation d'un diffractomètre θ , 2θ

J. Didelon (***), J. P. Emeraux (*), G. Bodez (**) et C. Gleitzer (*)

(*) Laboratoire de Chimie du Solide (¹), Service de Chimie Minérale,
Université de Nancy I, Case Officielle n° 140, 54037 Nancy Cedex, France.

(**) I.U.T., Département de Génie Mécanique, 54600 Villers lès Nancy, France

(***) Présente adresse : INSERM, Atelier Régional SCR3,
Plateau de Brabois. 54500 Vandœuvre, France.

(Reçu le 15 septembre 1978, révisé le 16 novembre 1978, accepté le 24 novembre 1978)

Résumé. — En faisant tourner de $-\theta$ la table support d'un goniomètre θ , 2θ à axe horizontal, on obtient un montage équivalent à θ - θ , tout en conservant le goniomètre commercial et le monochromateur. La réalisation comprend un moteur, une transmission par boîte de vitesses et friction et un support réglable pour le tube.

Abstract. — Thanks to a $-\theta$ rotation of the table bearing the θ , 2θ goniometer with horizontal axis, we obtain an apparatus equivalent to θ - θ , while keeping the commercial goniometer and the monochromator. The realization includes a motor, a transmission with a gear-box, a driving friction and an adjustable stand for the tube.

1. Introduction. — Les diffractomètres θ - θ à axe horizontal présentent pour l'utilisateur divers avantages qui découlent du fait que l'échantillon est fixe et situé dans un plan horizontal :

— possibilité de montages où l'échantillon peut être rendu solidaire d'un appareil de mesure (ATG, ATD...) [1];

— étude de liquides ou de matériaux susceptibles de fondre en cours d'expérience si l'on opère avec un four (et inversement étalonnage de ce four par utilisation de points fixes solides-liquides) [2];

— amélioration des valeurs des intensités diffractées par un échantillon polycristallin dans la mesure où, s'il présente des orientations préférentielles, elles peuvent être évitées en grande partie du fait qu'il n'est plus nécessaire de le tasser pour le faire tenir sur une paroi verticale.

C'est pourquoi diverses réalisations de diffractomètres θ - θ ont été décrites qui sont basées sur le fait que le tube à rayons X et le compteur se déplacent symétriquement par rapport à l'échantillon, avec la géométrie classique du montage à parafofocalisation de Bragg-Brentano. Ces déplacements, qui se font dans un plan vertical, doivent assurer une égalité aussi

parfaite que possible entre l'angle d'incidence et l'angle de réflexion. Cette condition est réalisée par une synchronisation des mouvements à l'aide de deux moteurs, ou mieux d'un seul muni par exemple de pignons adéquats [1, 3, 4, 5, 6]. Une autre possibilité consiste à utiliser un losange articulé commandé par un système vis-écrou; l'avantage est que tube et compteur se déplacent à une vitesse $d(\sin \theta)/dt$ constante, directement reliée au module du vecteur de diffusion ce qui est commode pour les liquides ou solides amorphes [2, 7].

Le montage proposé ici diffère des précédents dans son principe qui est néanmoins très simple. Il a l'avantage de conserver une partie du dispositif commercial usuel θ , 2θ avec, en particulier, la qualité avec laquelle le constructeur assure un rapport angulaire correct. Il conserve également le monochromateur.

2. Principe et réalisation. — Si l'on considère un goniomètre classique, muni des mouvements θ , 2θ respectivement pour l'échantillon et le compteur, il suffit que la table support soit animée d'un mouvement $-\theta$ pour que l'échantillon reste fixe dans l'espace. Si l'axe du goniomètre est horizontal, et par conséquent le plan de la table vertical, on peut fixer le plan du porte-échantillon dans une position hori-

(¹) Associé au C.N.R.S.

zontale, et, quel que soit le domaine angulaire exploré (limité comme d'habitude à environ $(5-75^\circ \theta)$), l'échantillon conservera sa position initiale.

Le matériel de base qui a servi pour cette transformation est le goniomètre C de la Compagnie Générale de Radiologie (devenue Jobin Yvon-Instruments S.A.) avec monochromateur avant. Il comporte 6 vitesses : $\omega = 1 ; 0,5 ; 0,25 ; 0,10 ; 0,05 ; 0,025^\circ \theta/\text{min}$. La table doit donc être équipée d'un moteur et d'une boîte de vitesses lui permettant de tourner à $-\omega$. Néanmoins il y a lieu de noter qu'une imperfection dans cette rotation ne se répercute pas sur la qualité du diagramme de diffraction mais seulement sur l'horizontalité de l'échantillon.

La table est un plateau circulaire en alliage d'aluminium AV4GT de 1 m de diamètre et 20 mm d'épaisseur. Elle est percée de 3 trous servant à fixer le goniomètre (avec une certaine latitude de réglage) et d'une série de trous permettant, selon la nature du rayonnement utilisé, de positionner approximativement le support du tube (car sa distance au goniomètre varie comme λ pour un monochromateur donné).

Le goniomètre étant fixé au centre de la table, il faut pour faire les réglages usuels que le support du tube soit doté de 3 degrés de liberté. Ceux-ci sont obtenus en X et en Y par 2 chariots croisés perpendiculaires entre eux ; leur rotation permet d'obtenir le déplacement en Z ; ces 3 mouvements restent parallèles à la table. Il faut de plus un axe de rotation en Z. Le tube porte le support du monochromateur comme dans un montage classique. L'ensemble est équilibré par un contre-poids diamétralement opposé sur la table.

Le moteur d'entraînement de la table est du type motoréducteur synchrone à 2 sens de marche. L'arbre tourne à 3 tours/min. Avec une puissance active de 3,5 W, et malgré la masse à mettre en mouvement (plus de 100 kg) il est largement assez puissant. Il transmet son effort à la table par l'intermédiaire de la boîte de vitesses et d'une friction, d'une broche et d'un flasque.

La constance de l'horizontalité du plan de l'échantillon dépend, dans la pratique, de la qualité de la réalisation ci-dessus, en particulier de la torsion que peut prendre l'arbre de la friction, et du jeu des pignons, arbres et cages à roulement. On peut calculer que, pour un couple moyen attendu de l'ordre de 1 mN

et pour la plus grande vitesse de rotation du goniomètre, l'erreur angulaire maximale sera d'environ 1° .

La figure 1 représente l'ensemble de l'installation.

Fig. 1. — Vue d'ensemble de l'installation :

- au centre le goniomètre est muni d'un four en position ouverte,
- à droite le tube, vertical, laisse voir à sa gauche le monochromateur, et en dessous le support orientable,
- en bas à gauche on distingue le bloc de plomb qui sert de contre-poids au tube.

[Comprehensive view of the apparatus :

- in the center : the goniometer is provided with a furnace,
- on the right : the tube, vertical, lets see on its left the monochromator, and under the mobile support,
- on the left down, one can see the lead lump used as counterweight for the tube.]

Les opérations de réglage et d'alignement du monochromateur et du goniomètre se font dans l'ordre inverse des montages habituels puisque l'embase du goniomètre est fixée en premier au centre de la table. Il est nécessaire pour faire ces réglages de pouvoir mettre le plateau de la table en position horizontale et donc de prévoir un dispositif de basculement et fixation.

Remerciements. — Les auteurs remercient Monsieur le Professeur Hertz, Chef du Département du Génie Mécanique de l'I.U.T., ainsi que MM. David et Boudot pour leurs contributions à la réalisation de l'appareil.

Bibliographie

- [1] GERARD, N., *J. Phys. E Sci. Inst.* **5** (1972) 524.
- [2] BIZID, A., BOSIO, L., CORTES, R. et DEFRAIN, A., *Bull. Soc. Fr. Mineral. Cristallogr.* **100** (1977) 9.
- [3] BLACK, P. et CUNDALL, J., *Acta Crystallogr., Danem.*, **19** (1965) 807.
- [4] CAUSER, R., ISHERWOOD, S., ORTON, B. et STREET, R., *J. Phys. E Sci. Inst.* **4** (1971) 354.
- [5] ANDONOV, P., *Revue Phys. Appl.* **9** (1974) 907.
- [6] STEFFEN, B., *Phys. Rev. B*, **13** (1975) 3227.
- [7] KAPLOW, R. et AVERBACH, B., *Rev. Sci. Instrum.* **34** (1963) 579.