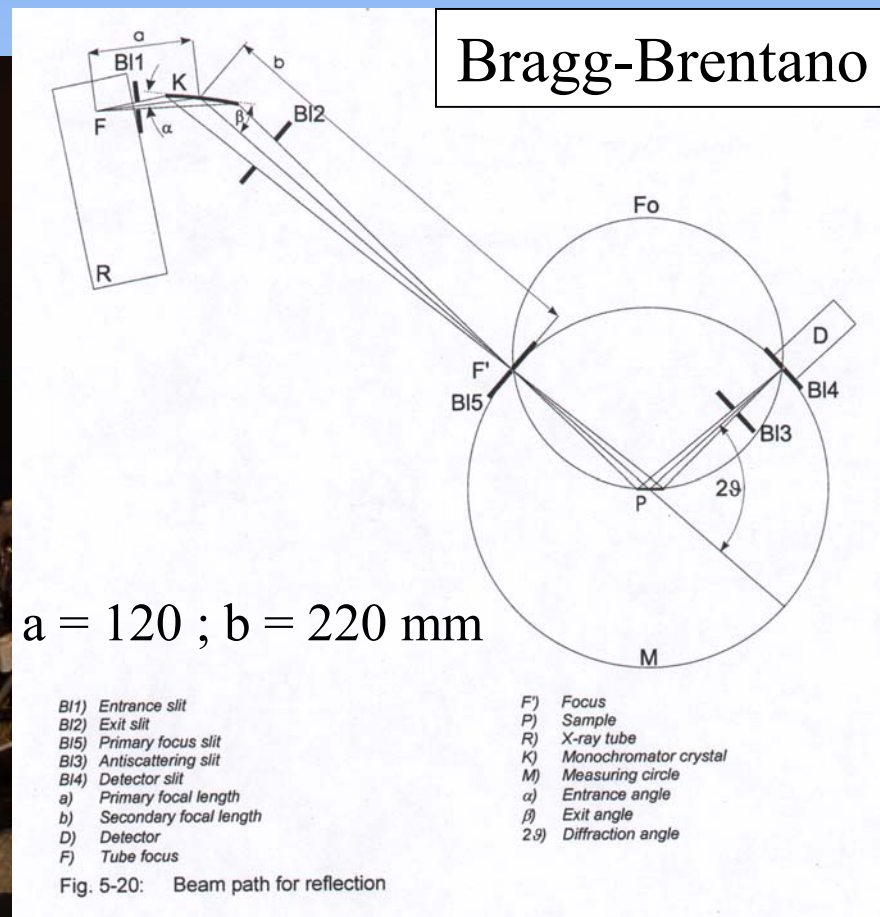
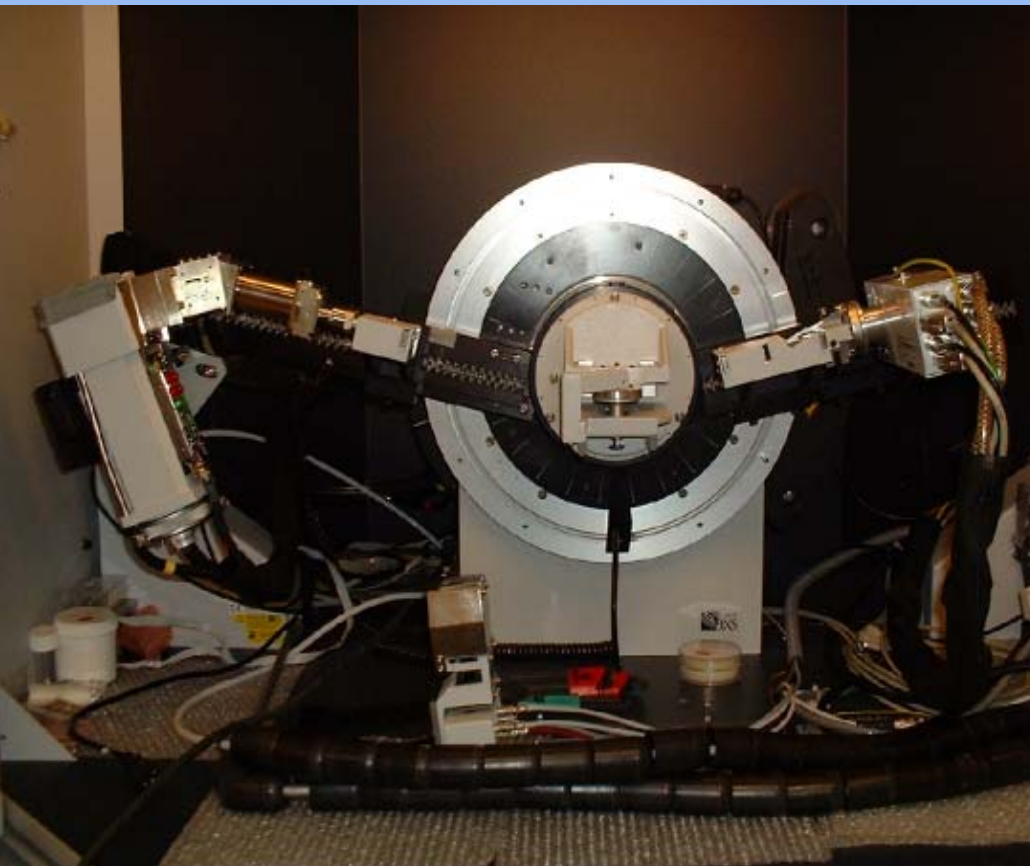


✓ Goniomètre $\theta-\theta$: l'échantillon plat est fixe \rightarrow environnement échantillon complexe utilisable aisément (chambres en température, de réaction, cellule électrochimique etc.)



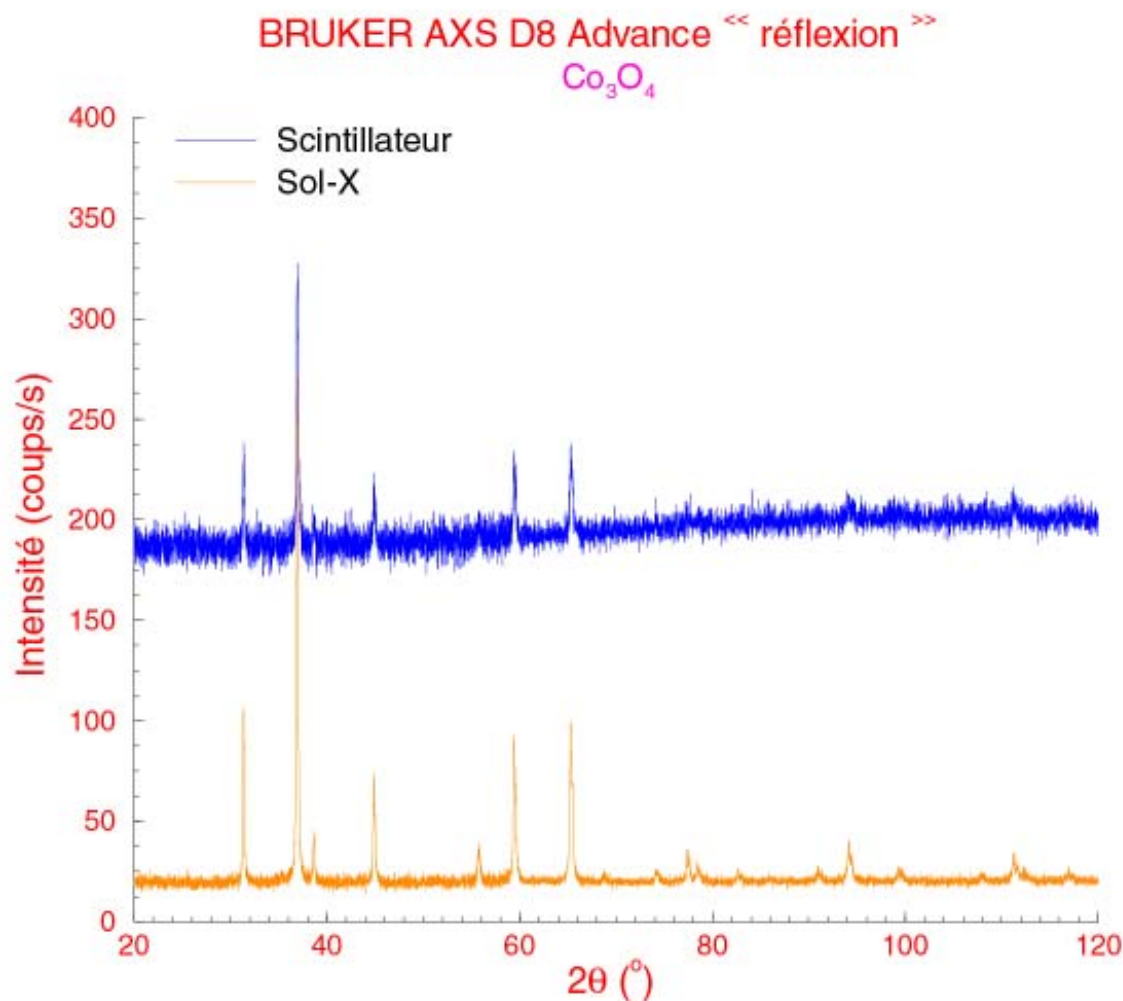
✓ Détecteur Sol-X



- Ponctuel
- Basé sur 1 élément à l'état solide en Si(Li) refroidi à -90°C (effet Peltier)
- A dispersion en énergie → suppression du bruit de fond de la fluorescence (échantillon avec Mn, Fe, Co)
- **Par rapport au scintillateur :**
 - Même optique secondaire (fente anti-diffusion, Soller, fente de détecteur)
 - Même « rendu » (comptages, profils) mais suppression du bruit de fond de la fluorescence... → Sol-X ≡ détecteur ponctuel favori

✓ Détecteur Sol-X

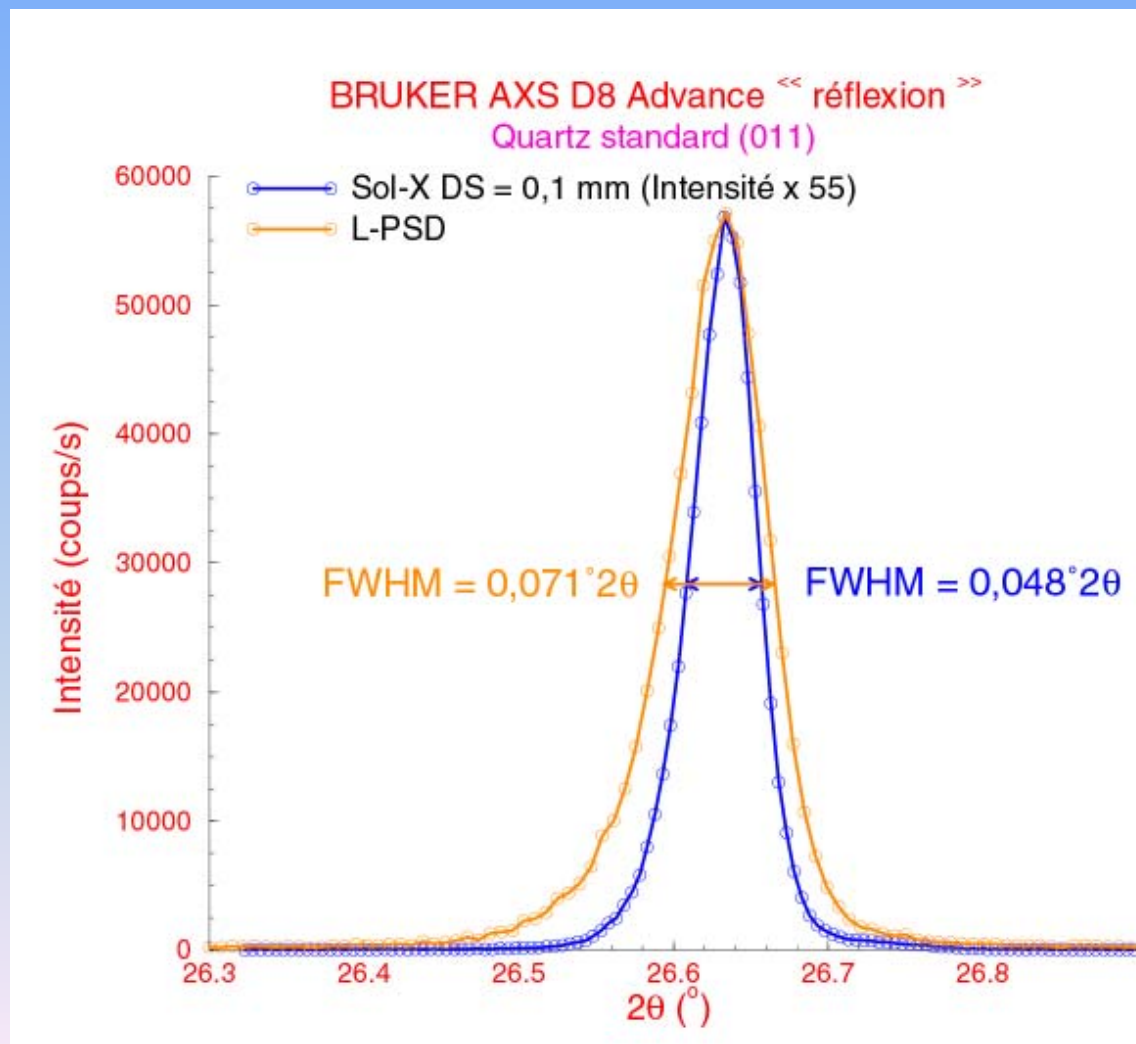
- Co_3O_4 : Sol-X *versus* scintillateur
- Sol-X : suppression du bruit de fond de la fluorescence → rapport signal/bruit ↑ d'1 facteur 6 / scintillateur



✓ Détecteur Braun L-PSD

➤ Quartz standard (011) ;
L-PSD *versus* Sol-X :

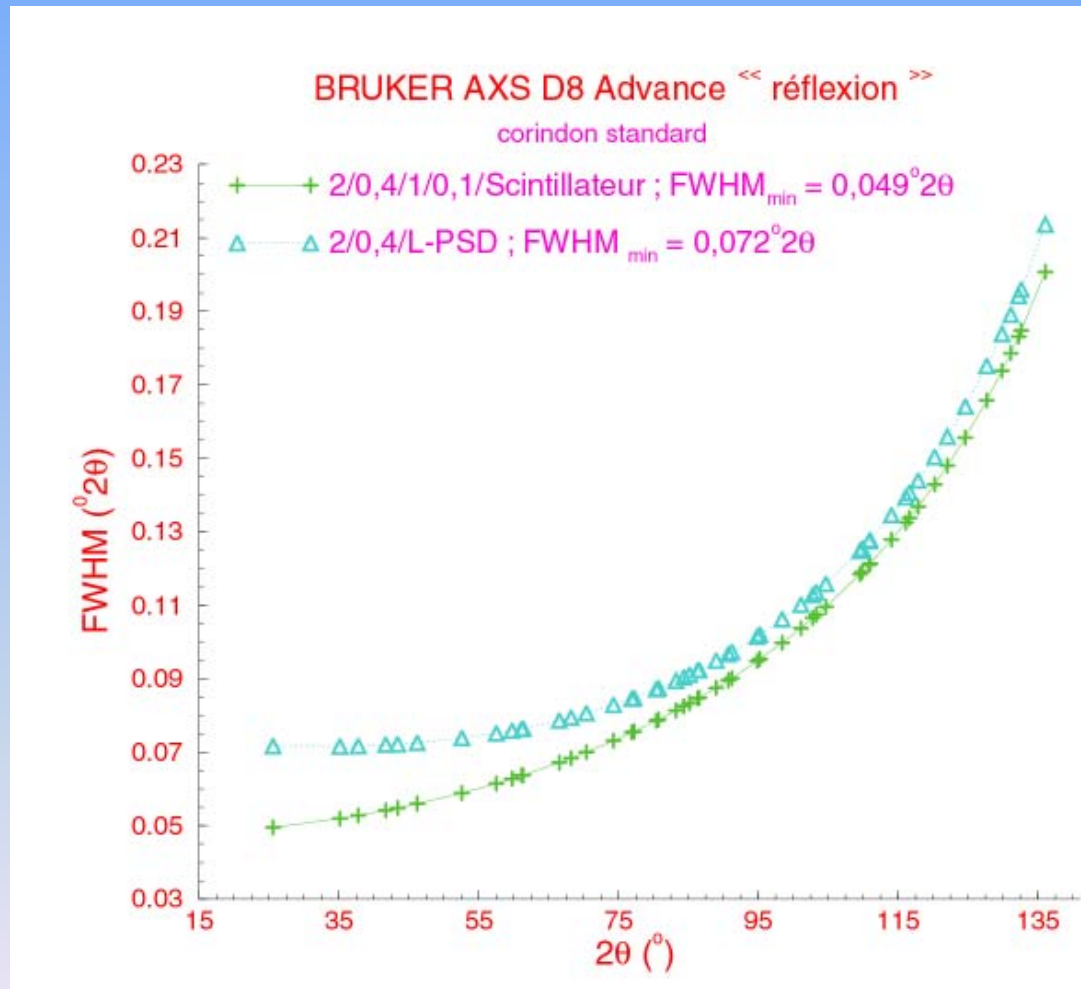
- Intensité (coups•s⁻¹)
55 × + élevée
- $FWHM_{L-PSD}$
($0,071^{\circ}2\theta$) >
 $FWHM_{Sol-X}$
($0,048^{\circ}2\theta$)
- Divergence axiale :
 $asymétrie_{L-PSD} >$
 $asymétrie_{Sol-X}$

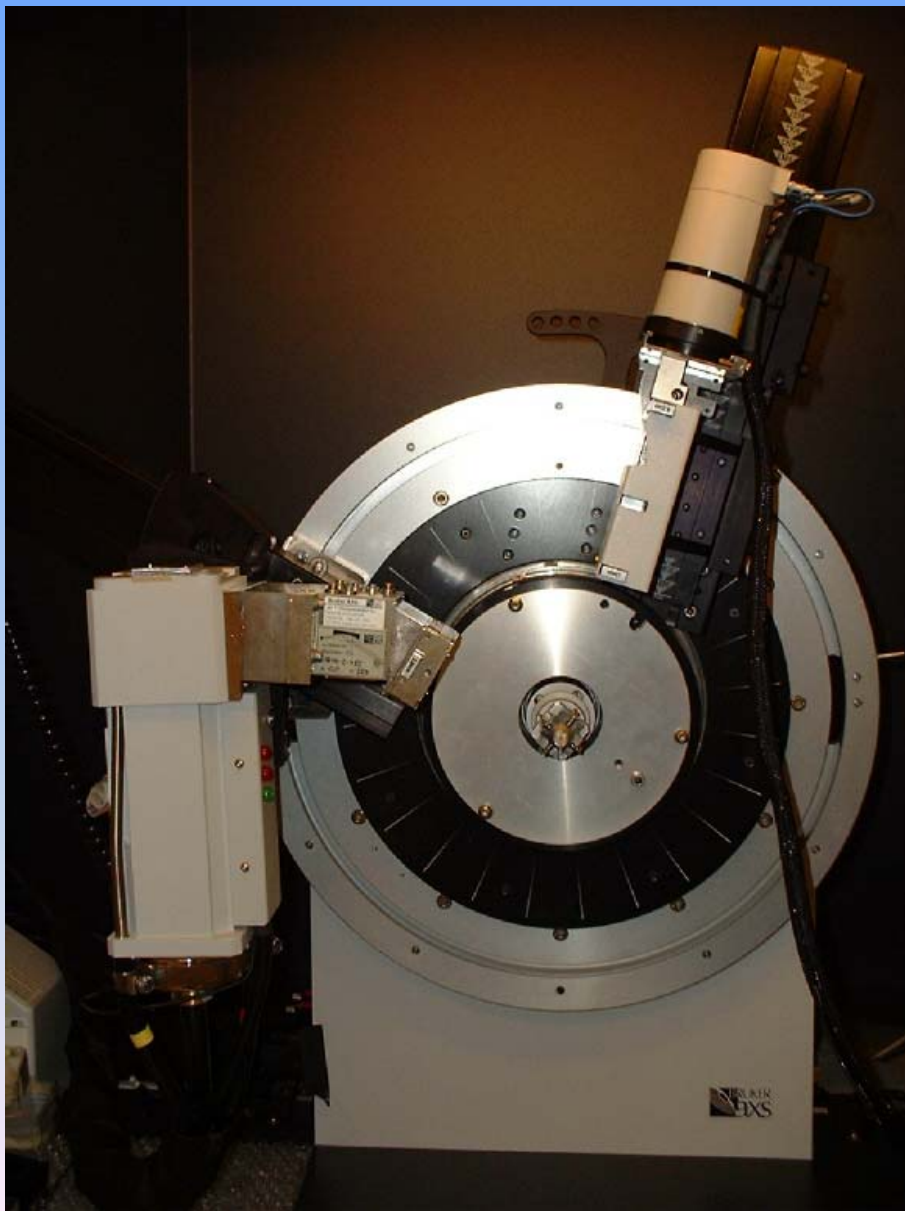


✓ Adapté pour échantillon :

- « Suffisamment » absorbant (sinon effet de transparence)
- Disponible en quantité « suffisante » ($V > 50 \text{ mm}^3$)
- Insensible à l'air

Rq. : minimiser le phénomène d'orientation préférentielle → utilisation d'un porte-échantillon à remplissage arrière



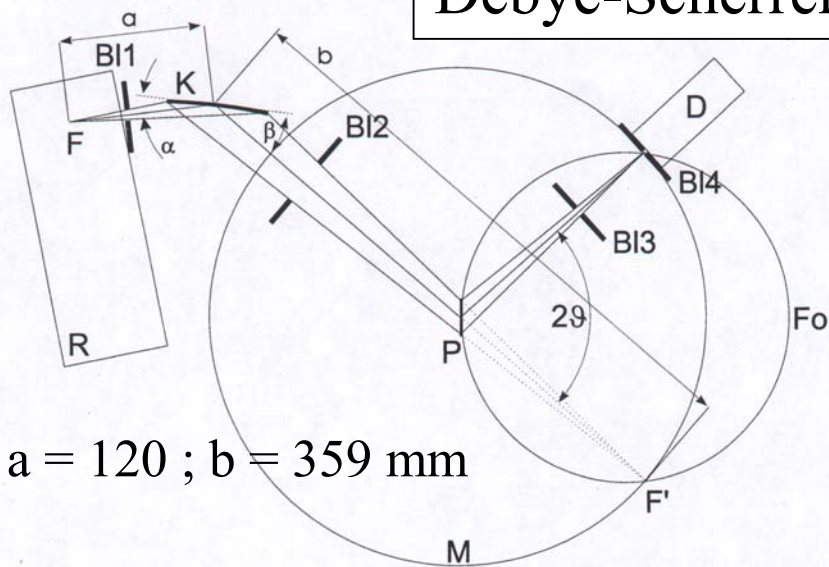


- ✓ Goniomètre $\theta-2\theta$: le tube est fixe
- ✓ 1 détecteur ponctuel : scintillateur
- ✓ 2 porte-échantillons :
 - Capillaire
 - Feuille (peu utilisé)
- ✓ Mesures à température ambiante (mais en principe « soufflette » chaude ou froide utilisable sur capillaire)

✓ Adapté pour échantillon :

- « Faiblement » absorbant
- Sujet à de l'orientation préférentielle
- Disponible en faible quantité ($V \sim 3 \text{ mm}^3$)
- Sensible à l'air

Debye-Scherrer



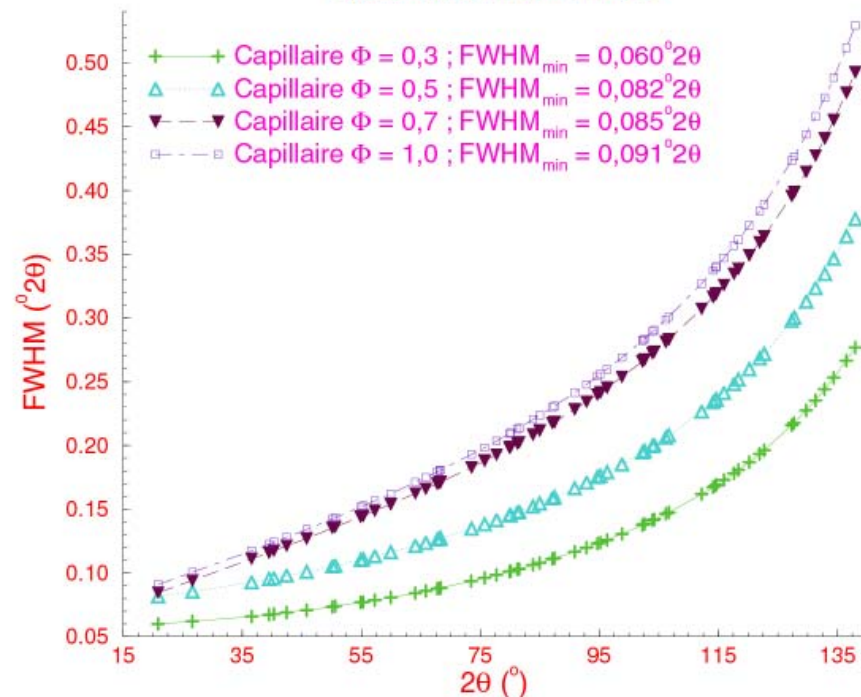
$a = 120 ; b = 359 \text{ mm}$

- | | |
|---------------------------|--------------------------------|
| BI1) Entrance slit | P) Sample |
| BI2) Exit slit | R) X-ray tube |
| BI3) Antiscattering slit | K) Monochromator crystal |
| BI4) Focus detector slit | M) Measuring circle |
| a) Primary focal length | Fo) Focusing circle |
| b) Secondary focal length | α) Entrance angle |
| E) Detector | β) Exit angle |
| F) Tube focus | 2 θ) Diffraction angle |

Fig. 5-14: Beam path for transmission

BRUKER AXS D8 Advance « transmission »

quartz ; fentes : 2/1/0,1 mm ; SC



- ✓ Mesures à température ambiante :
 - Enregistrement de qualité « Rietveld » :
 - D8 Advance « réflexion » + Sol-X + spinner : 2 à 3 jours
 - D8 Advance « transmission » : 3 à 6 jours
 - Enregistrement rapide (caractérisation, études cinétiques *in situ*) :
 - D8 Advance « réflexion » + L-PSD : 45 minutes
 - D8 Advance « transmission » : impossible pour l'instant

- ✓ Mesures en température : D8 Advance « réflexion »
 - Enregistrement de qualité « Rietveld » : 2 à 3 jours
 - $16\text{ K} < T < 350\text{ K}$: Sol-X + cryostat He
 - $77^\circ\text{C} < T < 450^\circ\text{C}$: Sol-X + TTK 450
 - Enregistrement rapide (études cinétiques *in situ*) : 45 minutes
 - $16\text{ K} < T < 350\text{ K}$: L-PSD + cryostat He
 - $77^\circ\text{C} < T < 450^\circ\text{C}$: L-PSD + TTK 450

Contacts : O. Hernandez/W. Paulus