

UBP - START
Solutions en Techniques d'Analyse
et Ressources Technologiques



Service de Diffraction des rayons X

Institut de Chimie de Clermont-Ferrand ICCF

UMR CNRS : 6296

équipe Matériaux Inorganiques

Bâtiment Chimie 5, Salle 5012

➤ sur Poudre

M. J. Cellier

04 73 40 70 99

M. R. Thirouard

04 73 40 73 38

➤ sur Monocristal

M. L. Jouffret

04 73 40 71 02



Responsable : C. Taviot-Guého 04 73 40 71 04

<http://start.univ-bpclermont.fr/rubrique14.html>

Utilisateurs

- * ICCF et autres équipes de recherche UCA
- * enseignement niveaux L, M & D, Dépt. de Chimie, UFR Chimie
- * prestations extérieures : entreprises, laboratoires secteur privé

Remarques importantes

- * **HORAIRES** : La salle est ouverte de **8h à 17h30** uniquement en semaine.
 - * Toute demande d'analyse doit être **validée par un personnel permanent**
 - * les données d'analyse peuvent être visualisées/récupérées sur un PC utilisateur situé à l'entrée de la salle
- Il est **interdit d'utiliser les PC de pilotage des instruments**

Coûts analyses

l'utilisation des instruments est tarifée sur la base des coûts de maintenance, d'amortissement et de personnel

3 tarifs:

➤ Interne ICCF

3 coûts différents en fonction du type d'analyse (poudre, température ou monocristal)

➤ UCA

établissement de devis

➤ Extérieur

établissement de devis

Equipements

PANalytical X'Pert Pro, diffractomètre sur poudre $\text{Cu K}\alpha_{1,2}$ Dédié aux analyses « classiques »

ACCÈS LIMITÉ – sous la responsabilité de J. Cellier

X PERT 1



X PERT 2

PANalytical X'Pert Pro

Dédié aux analyses en température , Cu $K\alpha_{1,2}$
(+ analyses PDF λ Mo, Ag)

ACCÈS RESTREINT

Toute utilisation soumise à demande auprès de R. Thirouard



ApexII (Bruker), diffractomètre monocristal, 4 cercles Kappa-CCD

ACCÈS RESTREINT

Toute utilisation soumise à demande auprès de L. Jouffret



Diffraction sur poudre

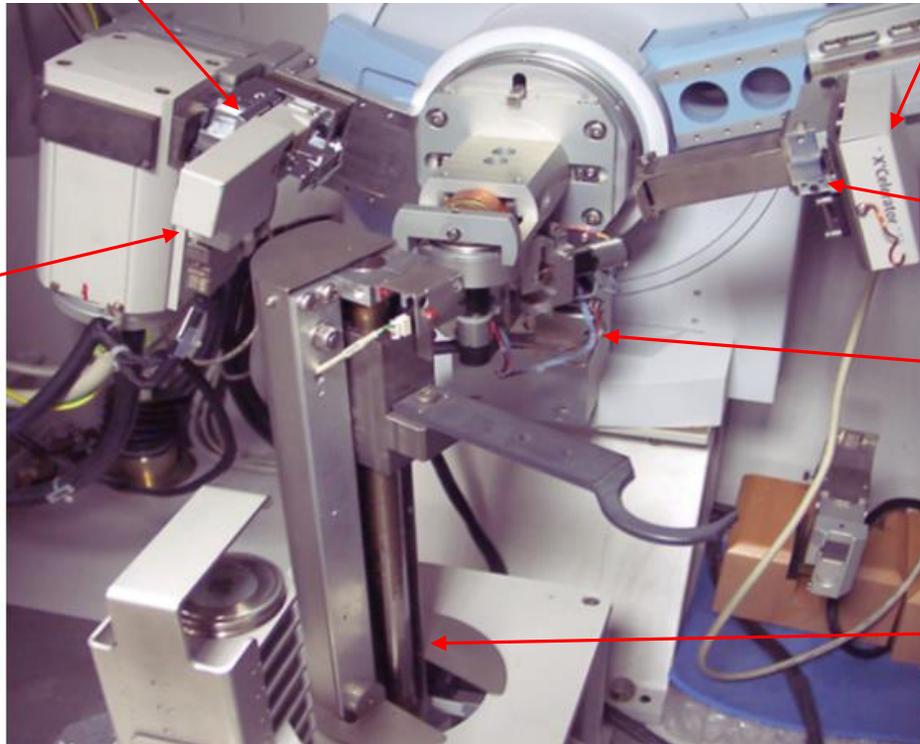
(1) Configuration « analyse classique »

Bragg-brentano (réflexion) θ - θ

4-80° (2θ), continuous scan => 15 à 30 min

Fentes de divergence $\frac{1}{2}^\circ$ 1°
Masque 10 mm

X'Celerator : 1D silicon strip detector,
active length : $1,122^\circ$ 2θ
+ monochromateur graphite



Tube RX $\text{CuK}\alpha_{1,2}$
Filtre $\text{K}\beta$

Fentes anti-diffusion
5,5 mm

Porte échantillon
tournant (spinner)

Passeur /15 échantillons

➤ Identification de phases

logiciel High Score, base de données ICDD Powder Diffraction

Développement de porte-échantillons spécifiques - « home-made »

✓ Analyse de films polymère



✓ Analyse de pâtes



✓ Analyse échantillons sous atmosphère inerte



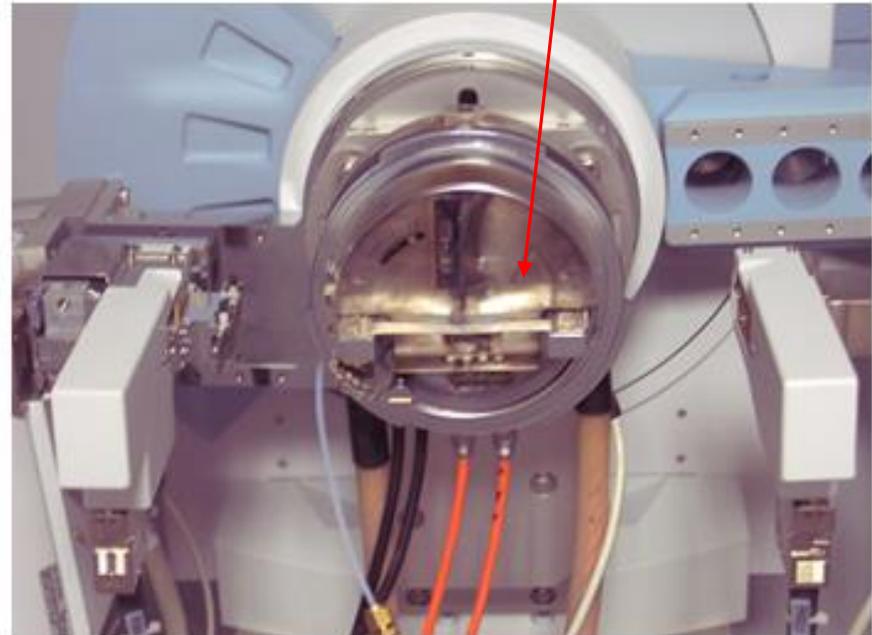
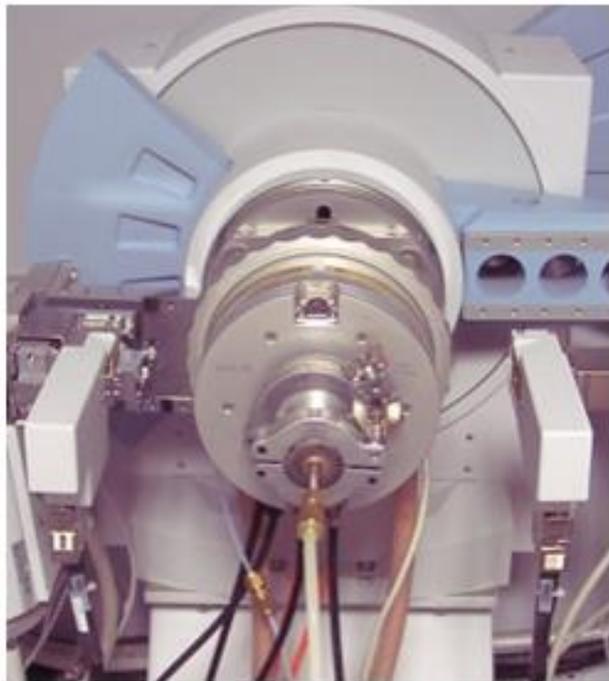
✓ Analyse de dépôts sur lame



(2) Configuration « analyse en température »

ANTON PAAR HTK 16, enceinte chauffante et étanche

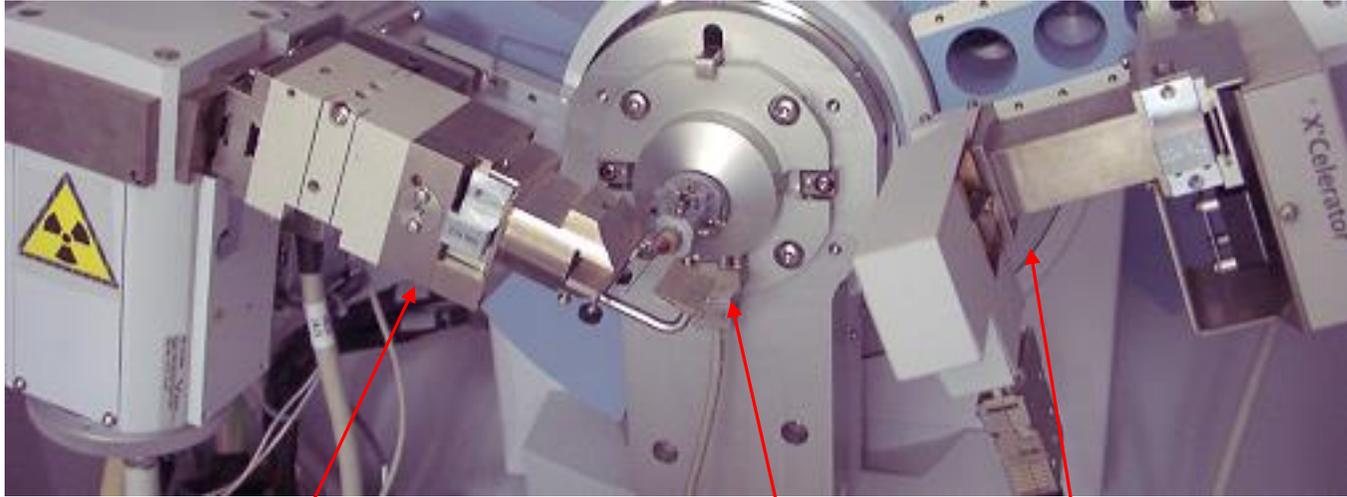
Ruban de platine chauffé par effet Joule
Joule **$25 < T < 1300^{\circ} \text{C}$**



- Suivi in situ en température d'évolutions structurales
- Possibilité de travailler sous atmosphère inerte N_2 , sous vide

(3) Configuration « haute résolution »

en transmission, dans un capillaire,
monochromatique $\text{CuK}\alpha 1$



Miroir et
monochromateur
hybride amont,
 $\text{CuK}\alpha 1$

Capillaire en verre
monté sur tête
goniométrique

Détecteur 1D solide s.c.
X'Celerator

➤ **Affinement structural**

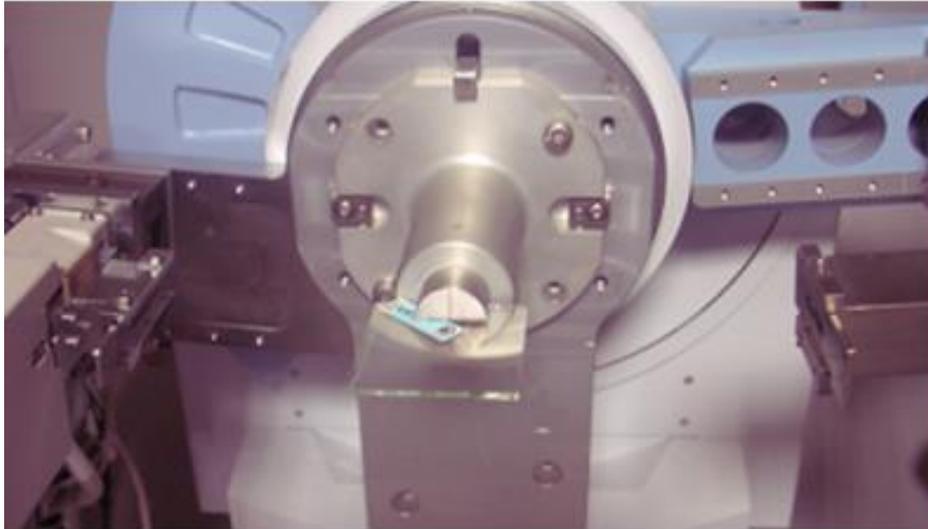
Autres cellules

pour dispositifs spécifiques

Platine X,Y,Z, tilt
mapping



Sample Bracket



Analyse sous flux gazeux
sec / humidifié
échantillon statique



Analyse sous tension
électrique contrôlée

