



Quantum RX

[www.quantum-rx.com](http://www.quantum-rx.com)

xplorex

NOTE D'APPLICATION DRX PORTABLE PLANET

## Analyses d'oxyde de Zirconium



## Introduction

Le **PLANET** est le nouveau diffractomètre de poudre à rayons X portable haute résolution de xplorex. En utilisant la géométrie de Seemann-Bohlin avec para-focalisation en mode réflexion, nous avons pu concevoir un diffractomètre très compact et léger, offrant des performances comparables à celles des diffractomètres de laboratoire standard actuels.

Parce que le **PLANET** utilise le mode de réflexion plutôt que la transmission, il convient particulièrement à l'identification de minéraux lourds. Dans cette note, l'identification de ZrO<sub>2</sub> démontre bien la capacité du **PLANET** à analyser des minéraux plus lourds.

## Expérimentation

Environ 1 gramme de la poudre telle que reçue a été mélangé à environ 1 mg de cire Hoechst et ensuite pressé dans le porte-échantillon (à chargement frontal). L'échantillon préparé a été monté dans le diffractomètre et mesuré. Les paramètres de mesure sont résumés dans le tableau 1.

Paramètres	Valeurs
<b>Plage</b>	
Angle début ( $^{\circ}2\theta$ )	15.70
Angle fin ( $^{\circ}2\theta$ )	102.24
Taille de pas	Variable; Le <b>PLANET</b> utilise des tailles de pas prédéfinies
<b>Temps d'intégration</b>	60s/point de donnée (La mesure comprend 17 fois 640 points)
<b>Temps Total de Mesure</b>	20 minutes
<b>Réglages Diffractomètre</b>	
Haute Tension	30 kV
Courant d'émission	0.65 mA
Anode du Tube	Cu
Taille Focale	40 $\mu$ m de diamètre
Angle ( $^{\circ}$ )	8
Divergence Faisceau ( $^{\circ}$ )	1.25
<b>Dimensions Echantillon</b>	7mm diamètre; 2mm épaisseur
<b>Fréquence Rotation</b>	0.5 Hz
<b>Optique</b>	Seemann – Bohlin
<b>Rayon Cercle Focale</b>	160mm
<b>Détecteur</b>	Détecteur linéaire solide Dectris' Mythen 1D
<b>Logiciel d'Identification</b>	Match! de Crystal Impact
<b>Base de Données</b>	Crystallographic Open Database

Table 1 : Paramètres de mesure de l'échantillon ALS 31814 / Dioxyde de Zirconium

Les réglages du diffractomètre sont constants pour le **PLANET**. L'opérateur peut choisir la plage de mesure et le temps d'intégration pour des résultats optimaux et une utilisation aisée. Les 1280 premiers points de données ont été mesurés avec un angle d'incidence de 7,00 °; les 640 points de données suivants à 11,54 ° et le reste des points de données à 14,29 °.

## Résultats et Discussion

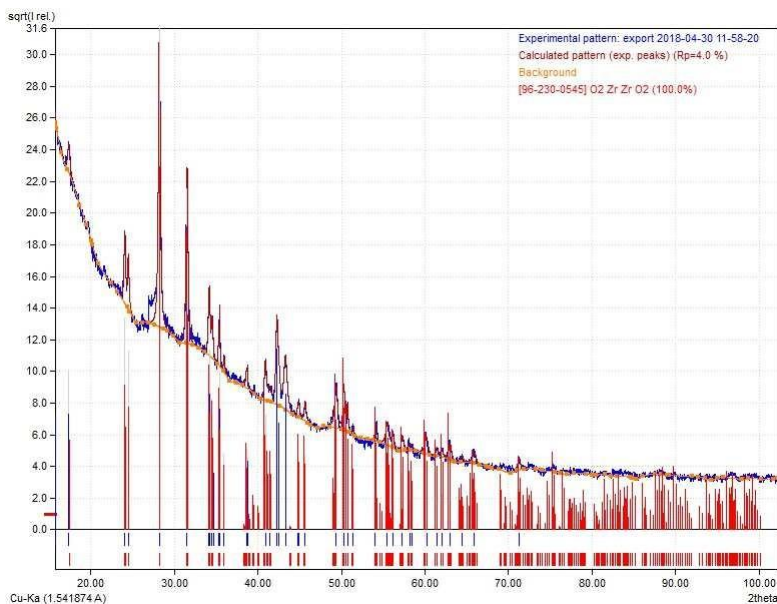


Figure 1 Diagramme de diffraction de l'échantillon 31814 / dioxyde de zirconium

Le diagramme de diffraction mesuré a été importé dans Match! Logiciel de Crystal Impact. Nous avons ensuite déterminé les positions des pics (montrés par des bâtons bleus à la figure 1). Les pics à 42,27 ° et 43,28 ° proviennent du porte-échantillon en lait et peuvent être ignorés.

Ensuite, nous avons comparé les positions et les intensités des pics à celles de tous les modèles de référence de la base de données cristallographique ouverte (COD). Aucune restriction n'a été appliquée. Sur la liste des candidats, les 17 principaux modèles de référence correspondaient tous à des composés iso-structuraux avec de la zircone monoclinique (baddeleyite). Accepter l'un de ces candidats et recalculer les scores ne donnait aucune indication pour un composé autre que le Baddeleyite. Par conséquent, l'échantillon reçu ne comprend que du ZrO2.

La figure 1 montre le diagramme de diffraction mesuré enregistré à partir de l'échantillon 31814 ainsi qu'un diagramme de référence pour ZrO2. Clairement, tous les pics qui ne correspondent pas au porte-échantillon sont expliqués par le modèle de référence.

## Conclusion

Avec le **PLANET**, vous pouvez mesurer un diagramme de diffraction complet en 20 minutes ou moins. Le modèle obtenu est de bonne qualité et permet donc des identifications de phase fiables. Du fait que le **PLANET** utilise le mode de réflexion, la qualité du modèle n'est pas affectée par la présence d'éléments lourds (c'est-à-dire des absorbeurs puissants).