

# Analyse cristallographique de concrétions des grottes de Lozère grâce au diffractomètre à rayons X

Pierre MALAFOSSE, Kéliane MEGRET et Thomas VIALA

Classe de Première scientifique - Lycée Émile Peytavin - Avenue du 11 novembre - 48001 MENDE - Contact : [colloque.lyceepeytavin@outlook.fr](mailto:colloque.lyceepeytavin@outlook.fr)

Atelier scientifique  
DIDAKARST 2015 - 2016

## Introduction - Problématique

Le but est de présenter un outil que de nombreux scientifiques spécialisés dans différents domaines comme la spéléologie ou la cristallographie utilisent.

Le diffractomètre permet de déterminer la nature cristallographique des échantillons.

Comment fonctionne le diffractomètre ?

Comment peut-on déterminer la nature cristallographique des minéraux qui composent les concrétions des grottes ?

Pour répondre à cette problématique, nous profitons d'un séjour à l'Université de Montpellier pour rencontrer M. Philippe Dieudonné-Georges, chercheur dans cette université.

## Préparation des échantillons

Tout d'abord, nous devons réduire en poudre les échantillons, ici un échantillon de stalactite excentrique en chapelet de perles, prélevée non loin de la source dans la grotte de la Briquette, en Lozère.

Après l'avoir mis en poudre grâce à un pilon, nous le transférons dans des tubes Eppendorfs



Nous les emmenons à l'université de Montpellier pour les faire analyser.

Il y a une deuxième préparation qui est

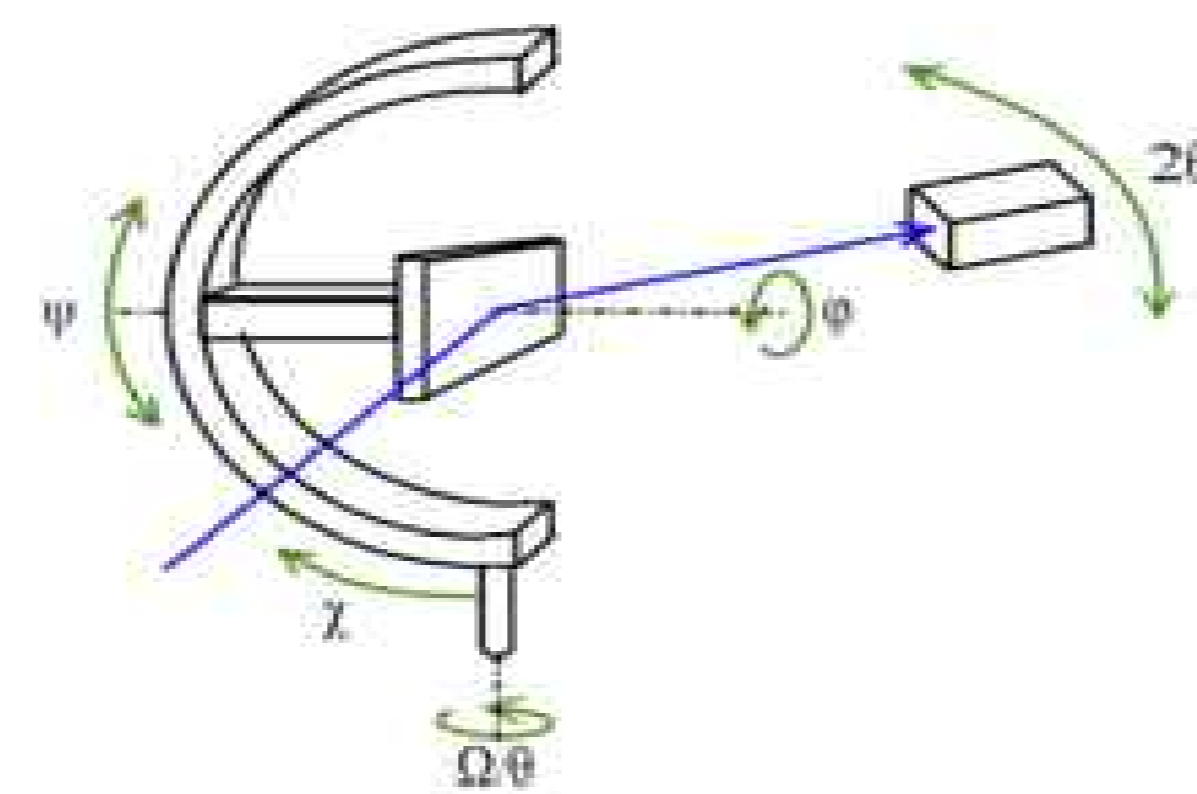
nécessaire : M. Dieudonné-Georges met la poudre dans un micro tube de verre : allant de 0,5 mm à 2 mm de diamètre. Il faut ensuite le fixer grâce à un point de colle Glue à un système qui fait tourner l'échantillon.

Cette machine permet la détermination des composants de l'échantillon en mesurant la distance entre les différents plans des mailles cristallines.



## Fonctionnement du diffractomètre

Un filament de tungstène possédant une intensité de 60 à 80 mA est chauffé entre 1000 et 2000°C. Il commence à envoyer des électrons sur un plaque en cuivre. La vitesse est accélérée du fait de la présence d'une tension très élevée entre le filament et la plaque (près de 40KV). L'impact entre les électrons et la plaque de cuivre a pour effet de générer une énorme quantité d'énergie dont 99% est transformée en chaleur (d'où l'utilité de la présence d'un système de refroidissement) et 1% transformé en rayon (photons) X.



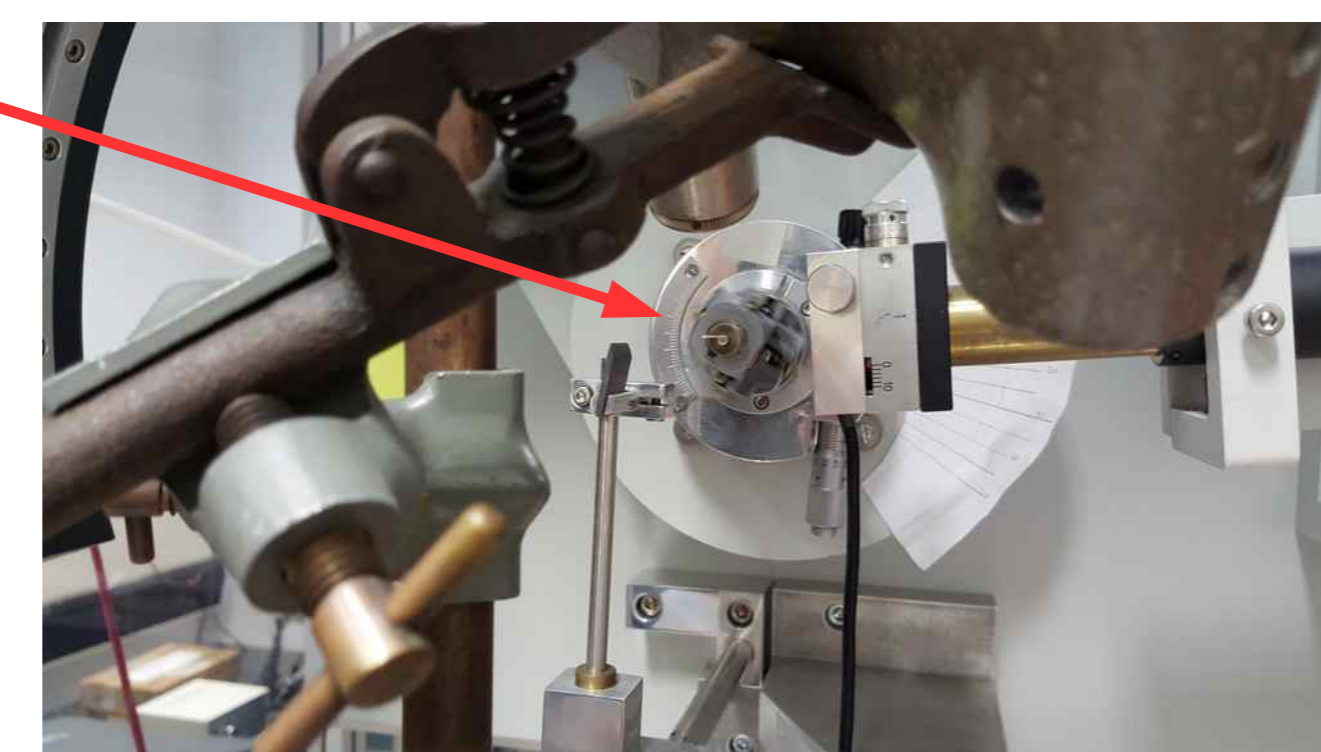
Les rayons X entrent en contact avec les plans de maille cristalline et sont réfractés sur un arc de cercle composé de nombreux capteurs. Les capteurs envoient ensuite l'information à un ordinateur qui dresse un graphique appelé **spectre** qui donne le nombre de rayonnement reçu en fonction de son orientation.



Le diffractomètre --->

Quand on a le spectre de l'échantillon voulu, on le compare à des spectres connus stockés dans une banque de données. Si nous retrouvons les mêmes pics dans les deux graphiques, c'est que l'échantillon étudié contient l'élément étudié.

L'échantillon est placé ici  
Un dernier réglage s'impose : comme l'échantillon tourne, il ne doit pas bouger et être parfaitement vertical.



## Résultats

Le diffractomètre nous donne comme résultat une courbe avec en ordonnée le nombre d'impact en un point donné et en abscisses  $2\theta$  soit l'angle entre le plan de maille cristalline et l'angle réfracté. Son unité est le centième de degrés. L'angle  $\theta$  suit la loi de Bragg :  $2d\sin\theta = n\lambda$  avec  $n = 1, 2, 3...$

Ainsi, connaissant  $\lambda$ , on peut déterminer  $d$  par la mesure de l'angle  $\theta$ .

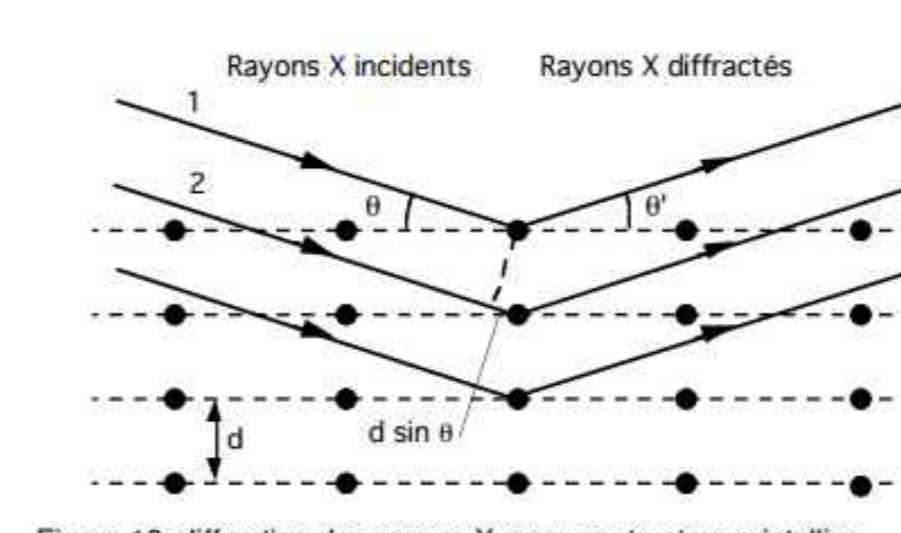


Figure 10: diffraction des rayons X par une structure cristalline.

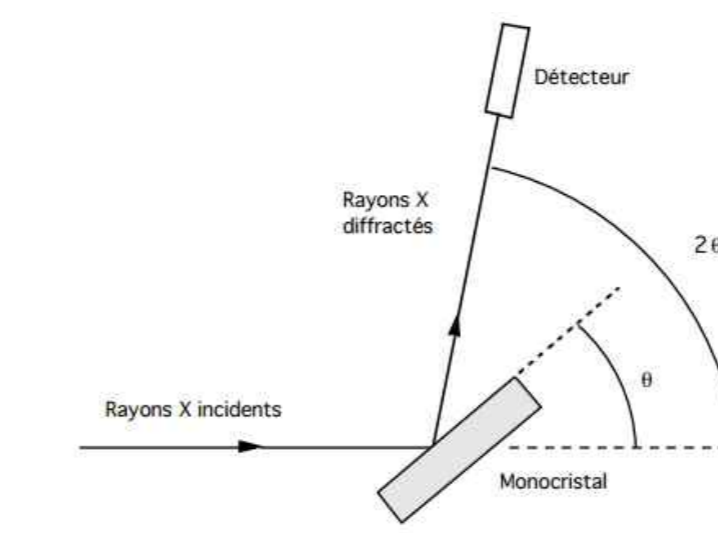
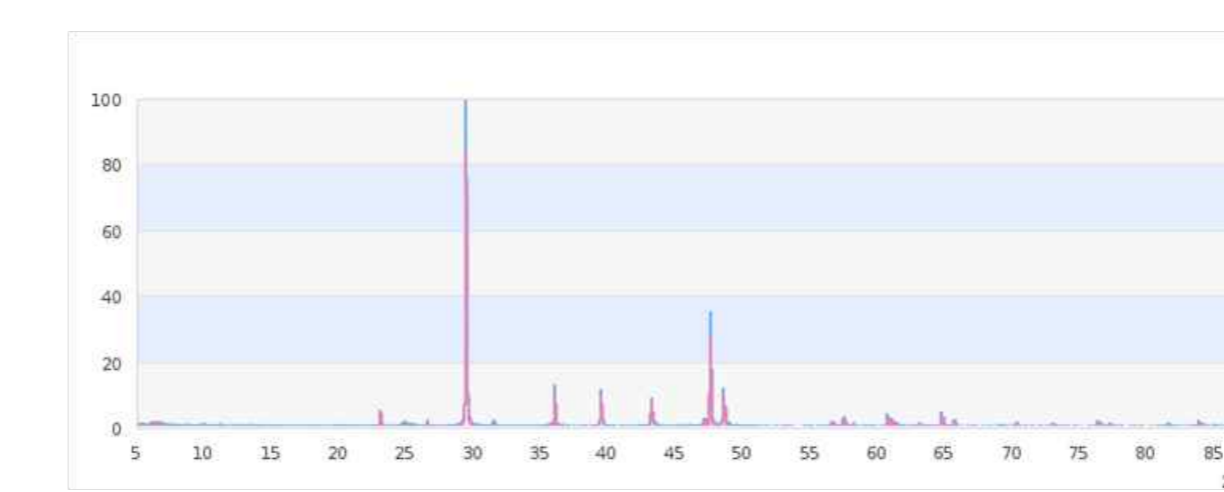


Figure 11: dispositif de mesure de l'angle de diffraction des rayons X.

Voici un résultat d'aragonite, qui nous servira de témoin pour la détermination de l'espèce de l'échantillon de chapelet.

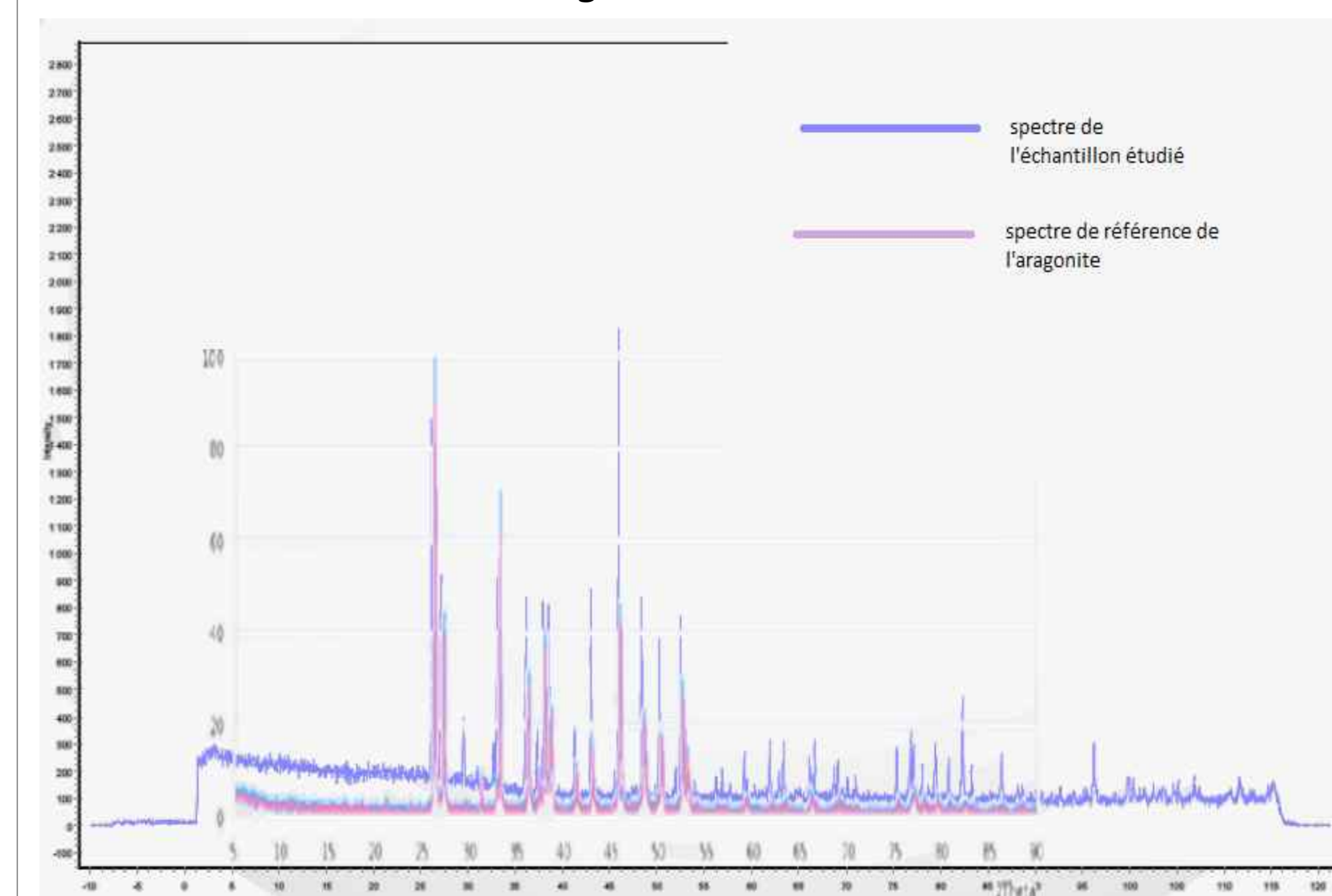
Sur ce diffractogramme, on peut observer quelques pics remarquables, comme pour  $\theta = 28, \theta = 48 ...$

Nous allons utiliser cette courbe de référence pour comparer et analyser les résultats obtenus par le système.



Grâce à la comparaison du diffractogramme du témoin de référence et celui de l'échantillon, nous pouvons en déduire que l'échantillon est un prélèvement d'aragonite.

Ainsi, la stalactite excentrique en chapelet de perles, prélevée non loin de la source dans la grotte de la Briquette, en Lozère est entièrement constituée d'aragonite.



## Conclusions

Nous pouvons en déduire que le diffractomètre est un outil très utile pour les études de cristallographie, en mesurant la distance entre les plans cristallins qui permet la détermination d'une espèce cristalline.

Son efficacité est due aux photons X émis en très faible quantité mais très radioactifs.

C'est une méthode très utile en karstologie puisqu'elle permet de différencier avec certitude la Calcite de l'Aragonite.



## Bibliographie - Remerciements

- <http://sb.epfl.ch/files/content/users/123314/files/ARx.pdf>
- <https://fr.wikipedia.org/wiki/Diffractom%C3%A8tre>
- Remerciements à Frédéric Fernandez, Service commun de Microscopie électronique de l'université de Montpellier
- Remerciements à Philippe Dieudonné-Georges, service de diffractométrie de l'université de Montpellier.
- Remerciements à Daniel André pour le partage de ses connaissances et l'accès à la grotte Malaval.
- Remerciements aux spéléologues qui nous ont accompagné sous terre, notamment Pierre Lemaître et Laurent Calmels.

Atelier scientifique encadré par :  
Guilhem Diverny (Mathématiques), Hervé Grosroyat (Sciences physiques), Alain Jacquet (SVT) et Pierre Lemaître (Sciences de l'ingénieur).

Ce travail a été réalisé de septembre 2015 à mars 2016 par un groupe d'élèves volontaires dans le cadre de l'ATELIER SCIENTIFIQUE DIDAKARST pour la première année du projet d'échanges européens Erasmus+ LIVE ON THE KARST 2015 - 2018. Il est présenté au 3<sup>ème</sup> Colloque « Exploration scientifique des karsts européens et tropicaux » à Mende, Jeudi 24 et Vendredi 25 mars 2016.

Merci à nos partenaires :

