



Témoignage d'entraide entre Réciprociens

TESTS DE DIFFRACTOMÈTRES

Nous avons utilisé le réseau RÉCIPROCS et sollicité l'aide de notre collègue cristallographe Emmanuel Wenger, du CRM² à Nancy, en 2017, dans le cadre d'un projet d'acquisition d'un nouveau diffractomètre pour monocristaux.

Notre service de rayons X à Strasbourg disposait à l'époque d'un « vieux » Nonius Kappa CCD que nous voulions remplacer. Nous avons aussi un Bruker Apex2 CCD Duo avec tube scellé Mo et micro-source Cu. Nous n'avions pas encore le financement pour l'achat d'un nouvel équipement, mais nous voulions faire des tests au préalable pour savoir s'il valait mieux jouer sur la source ou sur le détecteur pour avoir de meilleurs résultats qu'avec l'Apex Duo, pour des échantillons peu diffractant notamment (structures problématiques).

Nous avons alors contacté Emmanuel Wenger, qui avait fait une présentation à la formation ANF RÉCIPROCS à Fréjus en 2016 sur les détecteurs. Il nous a gentiment accueillies, Corinne Bailly et moi-même, toute une journée sur sa plateforme de diffraction de rayons X à Nancy. Cette plateforme disposait de plusieurs équipements pour monocristaux (ils ont été upgradés depuis) :

- un Bruker CMOS Photon100 1μ S Mo
- un Oxford Diffraction CCD Atlas Duo micro-sources Mo et Cu
- un diffractomètre expérimental à détecteur ImXPAD XPAD et 1μ S Mo

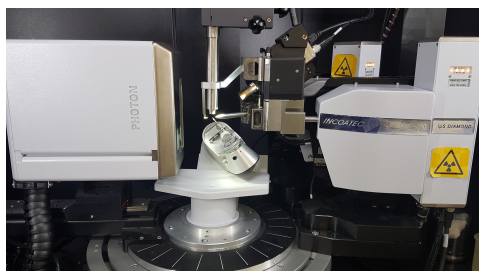
Nous avons pu faire plusieurs mesures en parallèle de nos échantillons de cristaux, sur les 3 différents appareils, et comparer les résultats obtenus, entre eux et avec nos enregistrements préalables. Nous avons pu tester ainsi et comparer les différentes configurations possibles des diffractomètres (micro-source Mo / micro-source Cu / détecteur CCD / détecteur CMOS / détecteur HPAD).

Au final, pour nos types d'échantillons, il nous est apparu important d'avoir une source puissante telle qu'une micro-source Cu, car une micro-source au Mo ne suffisait pas pour des cristaux de composés supramoléculaires à faible pouvoir diffractant. Et nous avons vu aussi un gain notable entre un détecteur CCD et un détecteur à matrice de pixels. La conclusion était donc qu'il fallait les deux !

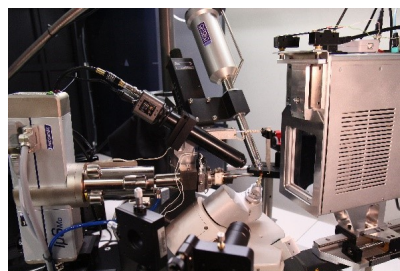
Même si la théorie paraissait évidente, cela nous a permis de voir en pratique les résultats obtenus sur nos propres échantillons et de voir les limites de notre diffractomètre de laboratoire.

Nous sommes reparties avec la satisfaction de tests concluants et le plaisir d'avoir passé une bonne journée en compagnie de notre voisin Réciprocien lorrain. Un grand merci encore à Emmanuel pour cette collaboration !

L'année suivante, nous avons reçu un financement qui nous a permis d'acquérir un diffractomètre Bruker Photon III CPAD Duo 1μ S Mo 1μ S Diamond Cu, qui venait tout juste de sortir. En se remémorant les critères importants lors de notre « atelier RÉCIPROCS Grand Est », et après avoir effectué d'autres tests chez les constructeurs, nous avons pu choisir l'appareil avec la configuration idéale.



*Diffractomètre Bruker Photon III CPAD Duo $1\mu\text{S Mo } 1\mu\text{S}$
Diamond Cu, du Service de Radiocristallographie
de la Fédération de Chimie de Strasbourg*



*Diffractomètre expérimental à détecteur ImXPAD XPAD
et $1\mu\text{S Mo}$, du laboratoire CRM² à Nancy*

Lydia KARMAZIN, Ingénieure de Recherche, (anciennement) au Service de Radiocristallographie de la Fédération de Chimie de Strasbourg, (actuellement) à la Plateforme DRX de l'Institut Chevreul, Villeneuve d'Ascq).