ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

NUMERO DE PUBLICATION : 1012511A3

NUMERO DE DEPOT : 09900530

Classif. Internat. : G01N

Date de délivrance le : 07 Novembre 2000

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 30 Juillet 1999 à 24H00 à l 'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : GERSAN ESTABLISHMENT
Aeulestrasse 5, FL-9490 VADUZ(LIECHTENSTEIN)

représenté(e)(s) par : GEVERS François, GEVERS & VANDER HAEGHEN, Rue de Livourne 7, -B 1060 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : EXAMEN DE L'ORIENTATION DU RESEAU D'UN CRISTAL.

INVENTEUR(S) : Gaukroger Michael Peter, Tavistock Road 72, Fleet, GB-Hampshire GU13 8EZ (GB); Stewart Andrew David Garry, The Old Rectory, Ashampstead, GB-Reading, Berkshire, RG8 8SH (GB).

PRIORITE(S) 30.07.98 GB GBA 9816687

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 07 Novembre 2000
PAR DELEGATION SPECIALE :

"Examen de l'orientation du réseau d'un cristal"

Art antérieur

L'invention concerne l'examen de l'orientation du réseau d'un cristal. Dans un premier aspect, l'invention peut être utilisée pour identifier la présence d'une région comportant une erreur d'orientation du réseau cristallin dans un monocristal. Dans un deuxième aspect, l'invention peut être utilisée pour détecter l'orientation ou l'alignement du réseau cristallin – par exemple, si la direction de croissance du cristal est contrôlée ou quand les cristaux ont été alignés pour une opération mécanique comme le clivage, le sciage ou le polissage , il peut être souhaitable de vérifier l'alignement précis. L'ensemble de l'objet examiné ne doit pas être un monocristal – le monocristal pourrait faire partie d'un objet plus grand. L'invention pourrait trouver une application dans l'industrie des semi-conducteurs, ou dans d'autres industries où il est souhaitable de faire croître des monocristaux, comme la fabrication de lasers ou la fabrication d'ailettes de turbine. Une application particulière du premier aspect est le triage de diamants naturels, s'il est souhaitable de passer au crible rapidement un grand nombre de diamants pour détecter la présence d'erreurs d'orientation. Une application particulière du deuxième aspect est de préparer une gemme comme un diamant pour le sciage ou le clivage, des cas où il est souvent souhaitable de connaître l'orientation. Si l'orientation de la pierre est incorrecte pour le sciage, la scie peut être déviée ou peut casser.

L'orientation de la structure cristalline d'un diamant naturel peut changer pendant sa lente croissance dans la terre. Cette erreur d'orientation est connue sous le nom d'hémitropie. S'il y a une erreur d'orientation dans le diamant, elle est normalement considérable en termes d'angle, bien que le volume mal orienté puisse être très petit. Les deux formations cristallines peuvent s'interpénétrer, ou elles peuvent être contiguës avec une rotation apparente autour d'un axe d'hémitropie. Un type courant d'hémitropie dans le diamant forme un macle, une partie du cristal ayant une structure cristalline mal orientée par rapport à l'autre avec une rotation à 180 degrés autour d'un axe normal par rapport à un plan octaédrique qui est appelé plan de composition. L'hémitropie peut parfois avoir pour résultat un naat qui est un volume de diamant mal orienté à l'intérieur du cristal parent. Un autre type courant d'hémitropie survient quand deux cristaux croissent ensemble pour former une pierre unique comprenant deux orientations distinctes. Comme les diamants présentant des erreurs d'orientation peuvent poser des difficultés pour le sciage, le clivage ou le polissage, il est hautement souhaitable de les détecter avant de commencer à travailler sur les pierres. Les naats, en particulier, sont difficiles à détecter d'après l'apparence extérieure de la pierre.

Les rayons X incidents sur un cristal sont diffractés (réfléchis à partir du réseau cristallin) quand la condition de Bragg est satisfaite, c'est-à-dire quand

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

dans laquelle n est un nombre entier (représentant l'ordre du rayon diffracté), λ est la longueur d'onde du rayonnement des rayons X incident, d est la distance réticulaire du plan de diffraction et θ (l'angle de Bragg) est l'angle entre le plan de diffraction et le faisceau de rayons X.

WO89/12816 décrit une méthode de détection de la présence d'une erreur d'orientation du réseau cristallin utilisant les

clichés de Laue et examinant les taches de Laue qui sont dues à la diffraction du rayonnement X polychromatique. Elle présente toutefois certains inconvénients. Le détecteur coûte extrêmement cher. Le contraste entre les taches de Laue et la diffusion d'arrière-plan est faible. Quand une source de rayons X disponible sur le marché est utilisée, seul un nombre limité de photons de rayon X sont disponibles au cours d'une courte période d'exposition (généralement une seconde) pour former l'image. C'est pourquoi le bruit des photons constitue un problème et, par conséquent, la technique est insensible pour détecter de petites régions mal orientées dans un cristal à moins de recourir à des temps d'exposition plus longs, d'environ une minute. Les réflexions des inclusions non diamantaires sont susceptibles d'interférer avec le processus.

On a découvert que le rayonnement caractéristique monochromatique émis par la source de rayons X émet des taches de Laue plus intenses que son rayonnement d'arrière-plan polychromatique (Bremsstrahlung) préféré par WO 89/12816. Cependant, une image est susceptible de contenir un nombre utile de taches de Laue formées à partir du rayonnement caractéristique.

Quand on irradie avec un faisceau de rayon X monochromatique, le rayon diffracté suivra une voie longitudinale le long de la surface d'un des cônes rayonnant à partir du cristal, l'axe des cônes étant le faisceau non dévié. Cela est utilisé dans la diffraction des rayons X d'échantillons en poudre contenant de nombreux petits cristaux orientés de manière aléatoire, une technique utilisée par les cristallographes soit pour déterminer les paramètres inconnus du réseau cristallin d'une nouvelle matière ou pour identifier une matière à partir des paramètres de son réseau. Une description en est proposée, par exemple, dans " Elements of X-Ray Diffraction " de B.D. Cullity, 2^{e} édition, pages 96 à 98.

Si un monocristal est mis en rotation dans un faisceau monochromatique, un ensemble spécifique de plans réticulaires sera, pendant un instant, situé à un angle Bragg pour la réflexion du faisceau incident. Cela constitue la base de la méthode du cristal tournant pour la détermination des paramètres du réseau cristallin, décrite dans Cullity dont il est question ci-dessus, pages 95 et 96, et utilisée aux mêmes fins que la méthode de l'échantillon en poudre. La méthode du monocristal tournant requiert un pré-alignement précis des axes du cristal, ce qui est difficile et prend du temps quand on travaille avec des cristaux naturels qui ont fréquemment des surfaces irrégulières. Elle ne convient donc pas pour passer rapidement au crible un grand nombre de cristaux.

L'invention

L'invention fournit une méthode énoncée dans la revendication 1. L'invention s'étend aux appareils pour appliquer la procédure, y compris un détecteur et aussi le triage automatique utilisant la méthode et l'appareil.

Le terme " rayon " est utilisé ici pour des raisons de clarté mais le " rayon " est seulement généré un moment quand le cristal tourne. Le terme " rayon diffracté " est utilisé ici – cependant le rayon peut être considéré comme un rayon réfléchi, qu'il soit ou non détecté sur le côté opposé du cristal par rapport au projecteur du faisceau irradiant.

Dans l'invention, lorsque le cristal est mis en rotation autour d'un axe (qui peut être appelé l'axe du pivot), on détermine le nombre de rayons diffractés émanant du cristal le long de la surface d'un cône ou d'une partie d'un cône situé coaxialement au faisceau incident ou irradiant (le terme " le long de la surface de " est utilisé pour faire comprendre que l'on considère un cône creux ou la génératrice d'un cône), et / ou on détermine les positions angulaires (qui peuvent être appelés angles du pivot) du cristal autour de son axe de rotation quand les rayons diffractés sont détectés. Les rayons diffractés sont détectés

en arc ou en anneau ou en partie d'anneau normal et coaxial au faisceau irradiant, lequel anneau est désigné ici comme l'anneau de détection.

Selon le premier aspect de l'invention, on détecte s'il y a une erreur d'orientation dans le cristal d'après le nombre de rayons diffractés. Selon le deuxième aspect de l'invention, l'orientation du réseau cristallin par rapport à l'axe de rotation du cristal est déterminée ou l'existence d'un défaut d'alignement du cristal est détectée d'après les positions angulaires du cristal autour de son axe de rotation quand les rayons diffractés sont détectés.

Le cristal doit être mis en rotation selon un angle considérable, de préférence 360°. En général, il est hautement souhaitable que le cristal accomplisse une révolution complète étant donné que cela est généralement nécessaire pour une interprétation significative des données. Si on utilise un anneau de détection de 180°, on doit de préférence faire tourner le cristal de 360°, à moins qu'un nombre suffisant de rayons diffractés soient détectés pour classer le cristal plus tôt. Donc, si le but est de rejeter des produits naatés ou présentant une hémitropie, cela pourrait se faire avec une rotation nettement inférieure à 360°, disons de 90°, bien que cela dépende de l'arc du détecteur. Avec un détecteur de 360°, une rotation de 180° pourrait être utilisée de manière satisfaisante.

Les rayons diffractés doivent être détectés sur un arc substantiel dudit cône, ce qui dépendra du type de réseau et de la position de l'arc. L'arc est de préférence de 180° ou de 360° et, en général, l'arc est de préférence supérieur à environ 120° d'étendue totale. Cependant, si un arc réduit est choisi, les détecteurs placés pour accepter des rayons diffractés à l'extrême gauche et à l'extrême droite collecteront beaucoup plus d'informations que s'ils sont placés pour détecter les rayons diffractés immédiatement adjacents au plan contenant l'axe de rotation et le faisceau. Par conséquent, deux arcs pourraient être sélectionnés. Pour détecter une erreur d'orientation sur

un système ayant un axe de rotation à 12 heures, les deux arcs pourraient aller de 7 à 11 heures et de 1 à 5 heures, donnant un arc de 240° d'étendue totale, et il est possible que si les arcs allaient de 9 heures à dix heures et demi et d'une heure et demi à trois heures, donnant un arc de 90° d'étendue totale, une quantité suffisante d'informations pourraient être collectées pour classer le cristal. Un arc réduit pourrait être utilisé avec des cristaux pré-alignés, en particulier quand on vérifie l'alignement dans les cas où un détecteur ou des détecteurs centrés sur 12 heures, en étant entre 11 et 1 heure sur des cristaux bien alignés et entre 10 et 2 heures sur des cristaux mal alignés, suffiraient (à nouveau l'axe de rotation à 12 heures). Par conséquent, un arc minimum pourrait être d'environ 60° ou même d'environ 45°.

Détection d'une erreur d'orientation (premier aspect de l'invention)

L'invention convient pour détecter une erreur d'orientation substantielle du réseau, ce qui signifie en termes généraux de plus d'environ un demi degré. L'invention utilise un cône de diffraction pour permettre de détecter rapidement et simplement la présence d'une région mal orientée dans un échantillon de monocristal, sans goniomètre complexe ou mouvement quelconque du détecteur ou du cristal, à l'exception d'une simple rotation autour d'un axe du cristal et sans pré-alignement du cristal ou de longs temps d'exposition.

Quand le cristal est mis en rotation autour d'un seul axe orthogonal par rapport au faisceau irradiant, chacun des plans correspondant à l'anneau de détection choisi satisfera deux fois la condition de Bragg à moins que :

a) l'angle entre l'axe de rotation et le plan soit inférieur à l'angle de Bragg, auquel cas la condition de Bragg ne peut être satisfaite quelque soit la position du pivot,

b) l'angle entre l'axe de rotation et le plan soit égal à l'angle de Bragg, auquel cas la condition de Bragg sera satisfaite une fois pendant une simple révolution.

Cet aspect de l'invention peut présenter les avantages suivants : le cristal peut être placé sensiblement dans n'importe quelle orientation sur son support. Le détecteur peut être relativement bon marché. Le contraste entre les rayons diffractés détectés et la diffusion d'arrière-plan peut être grand. Quand une source de rayons X disponible dans le commerce est utilisée, un bon enregistrement peut être fait pendant une courte période d'exposition, en général une seconde, et la technique peut être utilisée pour détecter de petites régions mal orientées dans un cristal sans forte augmentation des temps d'exposition. Comme les rayons diffractés spécifiquement sélectionnés sont ceux du réseau cristallin d'une matière connue, les inclusions d'autres matières sont moins susceptibles d'interférer avec la procédure. La procédure peut être utilisée pour le triage automatique des cristaux avec une précision suffisante pour conférer un bénéfice économique significatif.

Il est préférable mais non essentiel que l'axe de rotation du cristal soit sensiblement normal à l'axe du faisceau irradiant. Si le cristal est mis en rotation autour d'un axe incliné, moins de rayons diffractés seront détectés et l'information sera donc " perdue ". Dans le cas extrême où le cristal est mis en rotation autour de l'axe du faisceau, aucun rayon diffracté ne sera détecté, à moins que les plans du cristal se trouvent à l'angle Bragg par rapport à l'axe (quand un détecteur de 360° est utilisé, il y aurait détection continue).

Le rayonnement des rayons X doit pénétrer toute la profondeur du cristal. En pratique, un large faisceau irradiant sera utilisé, d'une taille apte à baigner tout le cristal, bien qu'un étroit faisceau de balayage puisse en théorie être utilisé pour augmenter la sensibilité. Si on utilisait un étroit faisceau de balayage, le signal de diffusion de l'arrière-plan serait réduit, ce qui permettrait à des faibles signaux provenant de petites régions mal orientées d'être détectés plus facilement. Dans les appareils pratiques envisagés actuellement, les

rayons diffractés seraient diffractés vers l'avant et seuls les plans avec un angle de Bragg suffisamment petit pour la diffraction vers l'avant seraient sélectionnés.

La taux de comptage du détecteur est surveillé, disons, pendant une révolution complète de la pierre pour produire un graphique du taux de comptage à l'angle du pivot. Les crêtes du graphique correspondent aux réflexions de Bragg. Le nombre relatif de comptages (ou dans le langage familier, les forces relatives des rayons diffractés) entre la région parent et la région mal orientée peut être utilisé pour faire la distinction entre les rayons diffractés des deux régions et estimer leur volume relatif – le volume plus grand est indiqué par des comptages plus grands pour chaque rayon diffracté individuel.

Pour faire la distinction entre les différents rapports d'orientation, il peut être nécessaire d'identifier chaque paire de rayons diffractés quand le faisceau irradiant est diffracté par un plan individuel, sur chaque côté de l'axe de rotation. L'angle du pivot entre chaque paire de rayons diffractés permet de déterminer les cosinus de direction du plan diffractant par rapport à un ensemble choisi d'axes orthogonaux. Dans un monocristal de diamant, l'angle entre les plans {111} les plus proches est d'environ 71 degrés. Dans un diamant maclé, l'angle entre les plans {111} dans la région parent et les plans {111} les plus proches dans la région mal orientée sera d'environ 39°. L'existence d'un rapport angulaire assez différent signifie un bicristal.

L'invention peut notamment s'appliquer aux diamants. L'invention peut être utilisée pour faire la distinction entre les monocristaux et les différents types d'erreur d'orientation cristalline qui surviennent dans les diamants, permettant par conséquent un triage plus précis et donc une évaluation des diamants bruts pour la vente.

Dans le cas du diamant, le cône de rayons diffractés avec l'écart angulaire le plus petit et l'intensité la plus grande se rapporte aux plans {111}, mais d'autres plans répondant aux critères de diffraction

pour un réseau cristallin de type diamant pourraient être utilisés. L'angle de Bragg est de 9,96° pour les plans {111} quand on utilise le rayonnement du molybdène K_α (longueur d'onde 0,071 nm).

Dans un monocristal de diamant non maclé, il y a huit plans {111}, c'est-à-dire quatre paires, chaque plan d'une paire étant équivalent mais en sens opposé à l'autre. Pendant une simple révolution de l'échantillon, la condition de diffraction pour chacun des huit plans {111} sera satisfaite deux fois. Normalement, seize rayons diffractés seraient incidents sur l'anneau de détection, à moins que l'axe de rotation ne soit situé dans l'angle de Bragg de certains de plans {111}, auquel cas un nombre réduit, probablement douze, seraient incidents. Si une image photographique des rayons diffractés est enregistrée sur un film, on observe que le schéma de diffusion présente une double symétrie par rapport à l'axe de rotation et une double symétrie par rapport à l'axe orthogonal traversant le faisceau irradiant. Dans chaque zone semi-circulaire de détection, on s'attend à observer six ou huit rayons diffractés pendant une révolution complète. Dans chaque quadrant, on s'attend à observer trois ou quatre rayons diffractés.

Dans un diamant maclé, une rotation apparente de 180° autour d'un axe normal par rapport à un des plans {111} est survenue pendant la croissance. Il y a, par conséquent, six plans {111} supplémentaires dans la pierre (et non huit parce qu'une paire de plans de type {111}, le plan de composition, est commun aux deux parties de la pierre). On s'attend à voir un maximum de sept rayons diffractés dans chaque quadrant.

Dans d'autres types de pierres hémitropiques, deux formations cristallines indépendantes ou plus sont présentes. On peut s'attendre à un maximum de huit rayons diffractés dans chaque quadrant pour un cristal contenant deux orientations, ou plus pour une pierre plus complexe.

Si, dans une pierre dont la classification est inconnue, on observe plus de quatre rayons diffractés dans un quadrant, l'échantillon ne peut être un monocristal non maclé. De même, si huit rayons diffractés ou plus surviennent dans un quadrant, l'échantillon ne peut être un monocristal non maclé ou simplement une pierre maclée.

Détermination de l'orientation d'un réseau cristallin ou détection d'un défaut d'alignement (deuxième aspect de l'invention)

Premièrement, le deuxième aspect de l'invention est utile pour déterminer l'orientation du réseau. Cependant, il pourrait être utilisé simplement pour détecter l'existence d'un défaut d'alignement du cristal, comme dans le contrôle de la qualité (par exemple : pour détecter un défaut d'alignement de pierres cimentées sur des dops (bâtons à cire), en faisant tourner les pierres autour de l'axe du dop et en rejetant celles qui ne sont pas alignées de manière suffisamment précise) ou, d'autre part, dans une application interactive avec un opérateur ou d'alignement automatique où le taux et la direction de l'erreur d'alignement est corrigée en utilisant un goniomètre.

L'orientation du réseau cristallin peut être déterminée, notamment mais non exclusivement si le cristal a au moins une triple symétrie. Le pivot requiert une position de référence angulaire et un encodeur de position angulaire d'une résolution convenable, pour mettre en rapport l'angle de rotation du cristal avec l'instant de détection d'un rayon diffracté.

Pendant la rotation d'un cristal qui a son axe de symétrie parfaitement aligné avec l'axe de rotation, chaque plan diffractant réfléchira généralement le faisceau de manière séquentielle vers chaque côté (droit et gauche) du plan contenant le faisceau et l'axe de rotation. Cependant, l'axe de rotation peut être incliné vers le faisceau afin que la condition de Bragg pour chaque plan diffractant ne soit satisfaite qu'une fois pendant une simple révolution (cela donne une plus grande sensibilité et des résultats très facile à interpréter). Dans ces

circonstances, la condition de Bragg est satisfaite à l'instant où la normale par rapport au plan diffractant se trouve dans le plan contenant l'axe de rotation et le faisceau. Si le plan est présenté à l'angle Bragg par rapport à l'axe de rotation, il n'y aura qu'un rayon diffracté. Pendant une simple révolution, trois rayons diffractés avec des angles du pivot égaux entre eux seront observés quand l'axe du cristal a une triple symétrie par rapport à l'axe de rotation et quatre rayons diffractés seront observés quand l'axe à une quadruple symétrie par rapport à l'axe de rotation.

Quand le cristal est mal aligné par rapport à l'axe de rotation et qu'un plan diffractant est mal aligné dans la direction qui s'écarte de l'axe du pivot, la condition de Bragg sera satisfaite deux fois. L'angle du pivot entre cette paire de rayons diffractés peut fournir une mesure précise de cette erreur d'alignement, c'est-à-dire que la séparation angulaire entre deux réflexions d'un plan survenant de chaque côté de l'axe de rotation indique l'inclinaison de ce plan par rapport à l'axe de rotation. Par exemple : si le plan contient l'axe de rotation, les rayons diffractés seront séparés par 180° moins deux fois l'angle de Bragg. Quand le plan diffractant est mal aligné dans une direction allant vers l'axe du pivot, la condition de Bragg ne peut être satisfaite pendant une révolution complète et le rayon diffracté est absent. L'existence d'un angle du pivot (ou lorsque la vitesse angulaire est constante, le temps) des rayons diffractés peut être utilisé pour indiquer l'importance et la direction du réalignement nécessaire pour corriger l'alignement du cristal.

Dans l'exemple donné ci-dessus, les angles du pivot pour les rayons diffractés quand le cristal est mis en rotation fournissent des informations sur la position du plan diffractant par rapport à l'axe de rotation. D'autre part, on peut déterminer la position de l'axe de rotation par rapport aux axes du cristal. Dans un cristal cubique à faces centrées, l'anneau de détection {200} pourrait être surveillé pour trouver directement des positions des plans {200}. Dans le diamant, l'anneau de

détection {400} pourrait être surveillé.

La méthode présente l'avantage par rapport aux clichés de Laue de ne nécessiter ni exposition du film ni temps de traitement. L'automatisation peut être simple et n'exige pas un onéreux détecteur de rayons X à deux dimensions et un traitement d'images afin de déterminer l'orientation du cristal. La méthode peut faire face à des erreurs d'alignement grossières.

Si l'hémisphère supérieure (deux quadrants de chaque côté de l'axe de rotation) du détecteur est surveillée, il devrait être possible de trouver des paires de réflexion des plans individuels. Cette tâche est simplifiée si une révolution supplémentaire est effectuée en surveillant un quadrant. Pour une sensibilité maximale, on peut utiliser un faisceau irradiant collimaté. Par certaines déterminations, l'axe de rotation peut être à un angle autre que 90° par rapport au faisceau irradiant.

Les positions angulaires du cristal, quand les rayons diffractés sont détectés, peuvent être utilisées pour déterminer l'orientation des deux parties d'un cristal contenant deux orientations afin de faire la distinction entre les macles et les autres formes d'hémitropie (c'est-à-dire que la taille de l'erreur d'orientation entre le naat et sa pierre parent est déterminée plutôt que l'erreur d'orientation entre l'axe de rotation et une partie quelconque de la pierre). Cette information peut aussi être utilisée pour déterminer si oui ou non une pierre peut être sciée avec des moyens traditionnels, et dans l'affirmative, le sens d'attaque le plus approprié.

Généralités (applicables aux deux aspects de l'invention)

Le faisceau irradiant est de préférence sensiblement parallèle ou légèrement non parallèle, c'est-à-dire qu'il a un petit angle de convergence ou de divergence. Une petite divergence ou convergence angulaire peut augmenter la résolution : seule une petite partie du faisceau non parallèle sera située à l'angle de Bragg par rapport au plan sélectionné à un instant donné quand le cristal passe en

tournant par une position de diffraction, balayant effectivement la zone diffractante à travers le cristal. Une petite région mal orientée pourrait occuper une plus grande proportion de la zone diffractante qu'elle ne le ferait si un faisceau parallèle était utilisé. Par conséquent, il est possible d'obtenir une meilleure définition des crêtes en utilisant un faisceau divergent ou convergent bien que la diffusion d'arrière-plan reste sensiblement la même. L'angle de divergence ou de convergence préféré va d'environ 0,01 radian à environ 0,2 radian, il est, disons, d'environ 0,05 radian.

Il est préférable d'utiliser le fait que les émissions d'une source de rayons X à ses longueurs d'onde caractéristiques sont nettement plus intenses que ses émissions Bremstrahlung (polychromatique) spectrales continues, et de sélectionner une de ces longueurs d'onde caractéristiques pour fournir un rayonnement X monochromatique. Néanmoins, bien que hautement souhaitable, il n'est pas essentiel d'utiliser un faisceau de rayons X essentiellement monochromatique pour l'irradiation et on peut filtrer après diffraction pour obtenir des rayons diffractés essentiellement monochromatiques. Par conséquent, si le faisceau irradiant est extrêmement bien colimaté, il peut être possible de filtrer en utilisant un monochromateur.

En pratique, seul le premier ordre de rayons diffractés est détecté.

Les rayons diffractés peuvent être détectés en contrôlant les changements de flux ou en comptant les impulsions dans le rayonnement X autour de l'anneau de détection. Un seul détecteur de rayons X bon marché avec une zone active annulaire qui coupe un cône de diffraction ou plus peut être utilisé pour détecter les rayons diffractés à partir d'une série de plans ou plus. Le détecteur lui-même peut avoir une forme appropriée quelconque et des masques de plomb peuvent être utilisés pour restreindre la détection à l'élément annulaire ou partiellement annulaire d'intérêt. Les axes du cône de diffraction et de la

zone active annulaire sont de préférence approximativement coïncidents, c'est-à-dire que le détecteur doit de préférence être sensiblement coaxial au faisceau irradiant, maintenant les zones de détection aussi petites que possible afin de réduire la détection d'événements le long d'autres cônes. Un simple anneau peut être utilisé pour détecter les rayons diffractés à partir d'une seule série de plan, p. ex. tous les plans {111}, et exclure les rayons diffractés d'autres séries de plans. Le détecteur dans sa forme la plus simple peut uniquement produire des impulsions quand un rayon diffracté atteint la zone active. Cependant, comme cela est décrit ci-dessus, on peut utiliser un système de détection qui indique les angles du pivot quand les rayons diffractés sont détectés, ou il peut être avantageux d'indiquer les positions des rayons diffractés sur la zone annulaire active.

Le détecteur préféré comprend un photomultiplicateur et un scintillateur, mais d'autres types de détecteur de rayons X, p. ex. des détecteurs solides avec ou sans scintillateurs, ou des compteurs proportionnels, pourraient être utilisés. Plusieurs détecteurs, en général dix, peuvent être utilisés pour former un anneau. Quand dix petits détecteurs sont utilisés pour balayer la même zone qu'un détecteur plus grand, le taux de comptage de l'arrière-plan peut être réduit par un facteur de dix mais le taux de comptage des crêtes d'un rayon diffracté atteignant exclusivement un détecteur de la série sera le même que pour un grand détecteur, c'est-à-dire que le bruit est distribué parmi les différents canaux tandis que le signal de crête n'est pas affecté. Quand plusieurs détecteurs sont utilisés, ils peuvent être positionnés en anneau de manière que chaque détecteur soit diamétralement opposé à l'écart entre des détecteurs adjacents.

La limite de détection d'une erreur d'orientation dépend dans une large mesure du rapport entre les crêtes et l'arrière-plan des taux de comptage détectés pendant la rotation de la pierre. Le taux de comptage des crêtes est déterminé par le flux de rayons X et la

réflectivité du réseau cristallin. Les cristaux parfaits produisent souvent de faibles réflexions parce que les plans réticulaires parallèles permettent de multiples réflexions internes, réduisant donc la force. Les naats et les cristaux jumeaux produisent souvent de fortes réflexions à cause de la tension réticulaire imposée par la région mal orientée. Le taux de comptage de l'arrière-plan est déterminé principalement par la quantité de rayonnement diffusé détecté hors crête.

Une autre source de bruit est la réflexion de Bragg du rayonnement Bremsstrahlung à énergie plus élevée de plans d'ordre plus élevé comme {220} et {113} produisant des crêtes qui peuvent être confondues avec les réflexions {111} d'un naat ou de cristaux jumeaux. L'énergie du rayonnement formant des crêtes parasites est de 28,6 keV et 33,8 keV par comparaison avec l'énergie caractéristique du molybdène K_α qui est de 17,4 keV. Si le voltage du tube de rayons X approche ou dépasse 28 kV, des mesures doivent être prises pour faire la distinction entre celles-ci et de vraies crêtes, c'est-à-dire par discrimination de la hauteur des impulsions, ou filtrage, ou sélection et configuration appropriée du détecteur, ou recours au traitement de données. En généralisant, si le faisceau irradiant a une énergie inférieure à environ 1,7 fois l'énergie caractéristique de la source de rayons X, ces crêtes parasites ne sont pas détectées.

Examen du plan de sciage

Si le cristal est une gemme qu'il faut scier, seule la région du cristal qui est à scier doit être irradiée pour détecter s'il y a erreur d'orientation du réseau cristallin dans ladite région et / ou pour déterminer l'orientation du réseau de ladite région.

Utilisation d'un faisceau en forme de fente

En général, l'utilisation d'un faisceau en forme de fente n'est importante que quand une quantité limitée d'un échantillon doit être balayée, par exemple pour vérifier que la partie d'une pierre à scier ne contient pas un naat avant le sciage, bien que l'utilisation d'un faisceau

en forme de fente signifie généralement que les rayons X sont plus parallèles et présente donc l'avantage d'une plus grande précision angulaire au détriment du bruit.

Les dessins

L'invention sera décrite plus avant, à titre d'exemple, en faisant référence aux dessins d'accompagnement, dans lesquels :

la figure 1 est une projection isométrique d'un premier appareil selon l'invention, illustrant une méthode conforme au premier aspect de l'invention,

les figures 2a et 2b sont des graphiques des comptages par position de l'encodeur par rapport à l'angle du pivot en utilisant l'appareil selon la figure 1 pour examiner respectivement un monocristal de diamant et un diamant naaté,

la figure 3 est une vue d'une partie d'un appareil correspondant à la figure 1 mais illustrant des méthodes conformes au deuxième aspect de l'invention,

la figure 4 illustre une procédure particulière utilisant l'appareil selon la figure 3, et

les figures 5a, 5b et 5c sont des diagrammes montrant angle du pivot (ou le temps à une vitesse angulaire constante) quand des rayons diffractés sont émis, la figure 5a pour un cristal parfaitement aligné, la figure 5b pour un cristal mal aligné par rapport à un axe et la figure 5c pour un cristal mal aligné par rapport à deux axes.

Figure 1

L'appareil ou l'équipement comprend un générateur de rayons X 1 utilisant un tube de diffraction de rayons X comme source de rayons X à forte luminosité. Un voltage de 26 kV et un courant de 40 mA est appliqué à un tube à réglage fin de la distance focale avec une cible en molybdène (un générateur de rayons X Philips PW 1830/40 convient). Les lignes caractéristiques $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$ sont sélectionnées au moyen d'un filtre en zirconium fixé près de la fenêtre du tube. Les rayons X sont

répandus afin de fournir un large faisceau 2 légèrement divergent d'environ 10 mm de diamètre, à 200 mm de la source – la divergence du faisceau est d'environ 0,05 radian. L'énergie maximale du faisceau irradiant représente 1,5 fois l'énergie caractéristique de la source de rayons X.

L'échantillon de diamant 3 à balayer est monté sur une plate-forme ou un support 4 à l'extrémité du pivot 5 d'un moteur à réduction à courant continu (non représenté) utilisant une cire (par ailleurs une succion pourrait être utilisée). Le support 4 est fait dans une matière amorphe produisant une diffusion minimale de rayons X, comme le verre ou un polymère. Monté sur le dessous du pivot 5 se trouve un encodeur 6 qui fournit 2000 canaux par résolution de révolution. Pour la stabilité de l'échantillon, il est préférable de faire tourner l'échantillon 3 une fois pendant le temps d'exposition, qui est aussi court que possible pour une sensibilité donnée et typiquement de une à dix secondes. Le pivot 5 est placé à environ 200 mm de la source 1 de rayons X, avec son axe orthogonal par rapport au faisceau 2 de rayons X et agencé de manière que tout l'échantillon 3 soit irradié mais le support aussi peu que possible.

Un simple détecteur 7 de scintillation à taux de comptage élevé est utilisé. Il présente l'avantage que la capacité de taux de comptage peut être élevée et requiert le minimum d'électronique et compteurs pour produire un diagramme de taux de comptage en fonction de l'angle du pivot. Un détecteur approprié 7 est un scintillateur à l'iodure de sodium dopé au thallium de 127 mm (5 pouces), couplé optiquement à un photomultiplicateur 8 de 127 mm (5 pouces) à fenêtre plate (Electron Tubes 9390B), logés dans un boîtier étanche à la lumière, qui peut être placé à environ 140 mm de l'échantillon tournant 3 et être agencé pour détecter les rayons X 9 diffractés pour les plans {111} du réseau du diamant – qui atteignent un anneau de 100 mm de diamètre à la distance susmentionnée. Un masque de plomb 10 empêche le

rayonnement diffusé partout sauf dans une couronne 11 d'une largeur de 10 mm (5 mm de chaque côté de l'anneau de 100 mm de diamètre) d'entrer dans le détecteur 7 et la protection est telle qu'on détecte les rayons X diffractés dans des quadrants choisis. L'exclusion de certains quadrants réduit la diffusion si un seul détecteur est utilisé.

Un voltage élevé est appliqué au photomultiplicateur 8 et les signaux électriques (impulsions) générées quand les photons des rayons X coopèrent avec le scintillateur sont amplifiées et façonnés, et peuvent aussi être intégrés. Un préamplificateur (p. ex. un préamplificateur Thorn A2) est utilisé pour pré-amplifier les impulsions proches du détecteur 7. Un discriminateur d'amplitude des impulsions 13 (p. ex. un Philips PW 1390) aide au rejet des rayons X qui n'ont pas l'énergie caractéristique – par exemple, le rayonnement Bremsstrahlung diffusé. Le discriminateur d'amplitude d'impulsions 13 produit une impulsion TTL (transistor-transistor-logic) pour le comptage quand une impulsion électrique entrante tombe entre les niveaux supérieur et inférieur choisis.

Une carte scalaire à canaux multiples 14 montée dans un ordinateur personnel peut être utilisée pour additionner le nombre d'impulsions TTL générées pendant la période de temps entre les impulsions de l'encodeur (Canberra Nuclear Accuspec). La carte 14 accepte les impulsions du discriminateur et de l'encodeur et est configurée de manière que les impulsions de l'encodeur soient utilisées pour attribuer les valeurs scalaires à des canaux consécutifs. Dans cet exemple, l'information pour chacun des 2000 canaux correspond au nombre d'impulsions TTL comptées dans chaque segment angulaire de 1/2000ème d'une révolution. Le logiciel permet d'afficher cette information sur un moniteur 15 pour inspection par un opérateur. Le graphique du nombre de comptages par rapport à l'angle du pivot pourrait être inspecté par un opérateur et évalué à l'œil pour parvenir à une décision de triage ou à des fins de diagnostic. La figure 2a montre le graphique

d'un monocristal de diamant et la figure 2b le graphique d'un diamant naaté. La voie préférée consiste à traiter les fichiers de données par seuillage assisté par ordinateur afin de détecter les crêtes et de parvenir automatiquement à une décision de triage. Dans ces circonstances, la décision de triage pourrait être affichée sur le moniteur 15. D'autre part, des fonctions mathématiques standard peuvent être utilisées afin de faire la distinction entre les crêtes de diffraction et le bruit de fond, et le nombre et la position du pivot des crêtes de diffraction peuvent être déterminées dans un programme informatique et affichées sur le moniteur 15.

La limite de détection (sensibilité) peut être telle que seulement 3 % du volume contribue à la diffraction (le volume de tout l'échantillon 3, si un faisceau irradiant parallèle est utilisé). Si la perfection du réseau du cristal 3 est telle que seulement un dixième de son volume contribue à la diffraction du faisceau 2 pour produire le signal de crête, la limite de détection peut être réduite à 0,3 % du volume de l'ensemble de l'échantillon 3.

Si une décision de triage est prise automatiquement, l'ordinateur personnel contenant la carte scalaire à canaux multiples 14 émettra un signal indiquant la présence, ou indiquant l'absence, d'une erreur d'orientation. L'échantillon 3 peut être placé automatiquement sur le support 4 et enlevé automatiquement après examen et dirigé par un trieur 16 dans une voie en fonction du résultat de l'examen, p. ex. soufflé dans l'un de l'ensemble de différents casiers de triage. L'ordinateur personnel peut être utilisé pour piloter le trieur 16 de manière correspondante.

L'appareil selon la figure 1 (ou celui selon la figure 3 ci-dessous mais avec l'axe de rotation orthogonal par rapport au faisceau 2 irradiant) peut être utilisé pour détecter s'il y a erreur d'orientation dans la coupe proposée. Le faisceau 2 irradiant est collimaté par une ouverture en fente ou un monochromateur pour fournir un faisceau en forme de

fente. Seul la zone de sciage proposée (qui est planaire) est irradiée, la mince zone irradiée étant orthogonale par rapport à l'axe de rotation. Les rayons 9 diffractés à partir des plans {111} sont détectés. La présence d'un macle ou d'un naat dans la zone irradiée est à l'origine de rayons diffractés supplémentaires sur le détecteur 7. Les angles du pivot des rayons 9 diffractés indiquent lequel des plans {111} est le plan de composition. La technique peut être utilisée pour apprécier si un diamant 3 convient pour un sciage traditionnel ou pour contrôler l'alignement. Le maque 10 du détecteur est placé de manière à détecter uniquement les rayons 9 diffractés dans l'hémisphère supérieure et l'échantillon 3 est soulevé jusqu'à ce que les rayons 9 diffractés disparaissent quand le dop 4 est exposé. Le dop 4 est retiré jusqu'à ce que le faisceau de rayons X expose la région de l'échantillon 3 à balayer avant sciage (c'est-à-dire juste au-dessus du dop 4).

Figure 3

La pierre (échantillon de diamant) 3 est fixée sur un dop de sciage cylindrique qui forme le support 4. Le faisceau 2 irradiant peut être soit orthogonal par rapport à l'axe de rotation du pivot 5 ou (non représenté) incliné vers celui-ci. L'étendue arquée de la couronne 11 dans le masque 10 est d'environ 120°. A titre d'élément optionnel, un goniomètre 21 pour les ajustements angulaires orthogonaux de l'échantillon 3 est montré de manière schématique – un goniomètre approprié est un Huber 1001. Sinon, l'appareil est comme celui de la figure 1.

L'appareil selon la figure 3 peut être utilisé pour examiner tout l'échantillon 3 en baignant tout l'échantillon 3 dans le faisceau 2 irradiant.

Si l'échantillon 3 contient un macle, cela provoquera l'apparition de rayons 9 diffractés supplémentaires pendant la rotation de l'échantillon 3. Un plan {111} dans la région mal orientée sera incliné à environ 16° par rapport au plan {001}. Si l'axe de rotation du pivot est

orthogonal par rapport au faisceau irradiant et que l'échantillon est parfaitement aligné avec un axe <001> parallèle à l'axe de rotation, il y aura une paire de rayons 9 diffractés qui seront séparés par un angle de rotation du pivot d'environ 110°. Il peut être préférable d'ajuster la position du masque 10 du détecteur de manière que seule la région supérieure de l'hémisphère supérieure soit active, afin d'isoler les deux rayons 9 diffractés des autres.

De cette façon, il est possible non seulement de déterminer si l'échantillon 3 contient un macle mais il devrait aussi être possible de définir laquelle des quatre paires de plans {111} est le plan de composition. L'information peut être utile afin d'évaluer si l'échantillon 3 pré-aligné peut ou ne peut pas être scié avec des moyens traditionnels, ou elle pourrait être utilisée afin d'aligner l'échantillon 3 en fonction de l'axe du dop, pour le sciage traditionnel. Il est aussi possible de faire la distinction entre des pierres maclées et d'autres formes d'hémitropies et entre des naats et d'autres formes d'hémitropie.

Afin d'aligner l'échantillon 3 en fonction de l'axe du dop, le pivot 5 doit avoir une position de référence angulaire et un encodeur de position angulaire de résolution convenable. Les positions angulaires des rayons 9 diffractés sont déterminées. L'orientation du réseau cristallin peut alors être détectée manuellement bien qu'il soit possible d'envisager l'automation avec un logiciel approprié (c'est plus facile dans le cas de cristaux ne présentant qu'une légère erreur d'alignement).

La méthode préférée pour trouver l'axe du pivot par rapport aux axes du cristal consiste à utiliser une projection stéréographique et un maillage de Wulff. On considère que le centre de la projection (stationnaire) est l'axe de rotation inconnu et que le point d'impact du faisceau est un point sur la circonférence qui encercle la projection quand le cristal tourne. Il est préférable à ce stade d'avoir identifié quelles sont les paires de rayons diffractés (à gauche et à droite du plan contenant l'axe du pivot et le faisceau incident) qui proviennent de

chaque plan diffractant. Pour chaque paire de rayons diffractés, un point sur la circonférence est tracé sur la projection stéréographique pour représenter l'angle d'incidence du rayon diffracté vers la gauche. L'utilisation d'un maillage de Wulff permet de tracer une ligne, à un angle de (90° moins l'angle de Bragg) à partir de ce point sur la circonférence, représentant le point d'impact de la normale à tous les plans diffractants possibles. Ce processus est répété pour la position du faisceau incident là où il est diffracté vers la droite. Une deuxième ligne est tracée, comme avant, en utilisant ce deuxième point sur la circonférence. Le point où ces deux lignes se croisent représente le seul plan qui pourrait éventuellement être la cause d'événements de diffraction. Il est possible de vérifier que les plans ont été appariés convenablement, ou même de choisir les paires appariées, en connaissant la géométrie du cristal et les angles entre les plans. Ce qui a pour résultat de fournir une projection stéréographique du pôle inconnu avec les plans cristallins choisis tracés sur celle-ci. Il est alors possible d'utiliser le maillage de Wulff pour mesurer la distance angulaire entre le pôle inconnu et les plans choisis.

La séparation angulaire entre deux rayons 9 diffractés par un plan survenant de chaque côté de l'axe de rotation indique l'inclinaison de ce plan par rapport à l'axe de rotation. Si le plan contient l'axe de rotation, les rayons 9 diffractés seront séparés par 180° moins deux fois l'angle de Bragg. La séparation angulaire du pivot entre les rayons 9 diffractés est très insensible à l'inclinaison du plan dans ces circonstances. Si le plan est présenté à un angle légèrement supérieur à l'angle de Bragg par rapport à l'axe de rotation, la séparation angulaire du pivot entre les rayons 9 diffractés est très sensible à l'inclinaison du plan et cela peut être utilisé afin d'aider à l'alignement ou de vérifier s'il y a défaut d'alignement. La seule région du détecteur 7 utilisée pour la mesure est la partie supérieure extrême de l'hémisphère supérieure, le reste étant masqué, et la longueur de l'arc utilisé dépendra de la mesure dans laquelle l'échantillon ou le cristal 3 est mal aligné, comme nous en

avons discuté ci-dessus.

Exemple 1

Afin de vérifier l'alignement d'un échantillon 3 poli nominalement sur un plan {001}, l'appareil selon la figure 3 est utilisé avec un faisceau 2 irradiant orthogonal à l'axe de rotation et l'axe de rotation orthogonal au plan poli. Le faisceau 2 irradiant se trouve dans le plan poli. La procédure vérifie s'il y a erreur d'alignement du plan {001} par rapport à l'axe de rotation et donc par rapport au plan poli. L'angle du pivot entre les paires de rayons 9 diffractés à gauche et à droite de chacun des plans {113} est utilisé pour vérifier s'il y a erreur d'alignement. Les plans {113} sont à 25,23° des plans {001} les plus proches. L'angle de Bragg pour le rayonnement de Mo K_α et le plan {113} est de 19,3° (cf. figure 4) et il peut être déterminé que l'angle du pivot entre les rayons 9 diffractés à gauche et à droite est d'environ 80°. Un accroissement de l'angle du pivot entre les rayons 9 diffractés indique une erreur d'alignement du plan {113} dans une direction s'écartant de l'axe du pivot. Une réduction de l'angle du pivot entre les rayons 9 diffractés à gauche et à droite indique une erreur d'alignement du plan {113} dans la direction allant vers l'axe du pivot. La connaissance du rapport entre l'angle du pivot et l'erreur d'alignement peut être utilisée pour réaligner l'échantillon 3 sur le goniomètre 21. Dans le cas où l'échantillon est mal aligné de sorte qu'un plan {113} est incliné de (25,23° - 19,3° = 5,93°) vers le pivot, une unique réflexion diffractée vers 12 heures sera observée en provenance de ce plan et, par conséquent, la méthode peut être utilisée pour des plans présentant une erreur d'alignement pouvant aller jusqu'à environ 6° où un rayon 9 diffracté surviendra si le plan est incliné vers l'axe de rotation.

Si l'échantillon 3 est parfaitement poli, des réflexions provenant des quatre plans {113} supérieurs (c'est-à-dire les plans (113), ($\underline{1}$13), (1$\underline{1}$3) et 11$\underline{3}$)) surviendra à 90° l'une de l'autre. L'angle du

pivot entre une paire de rayons diffractés de chaque côté de l'axe de rotation sera d'environ 80°. L'erreur d'alignement angulaire du plan peut être représentée graphiquement comme une fonction de séparation angulaire du pivot entre les paires de rayons. Un changement de 10° de la séparation angulaire du pivot indique que le plan présente une erreur d'alignement de 2° - dans ce cas par rapport à l'axe <110> commun au plan de réflexion et à l'échantillon 3.

Exemple 2

Afin de vérifier s'il y a erreur d'alignement de la direction [001] avec l'axe de rotation, les rayons 9 diffractés à partir des plans {111} peuvent être utilisés. Le goniomètre 21 est prévu. L'échantillon 3 est monté de manière que les ajustements angulaires du goniomètre 21 aient lieu par rapport aux axes <110>. Le dop 4 est mis en rotation autour d'un axe de rotation qui est incliné vers le faisceau 2 irradiant afin de fournir la sensibilité maximale au défaut d'alignement, et les rayons 9 diffractés à partir des plans {111} sont surveillés. L'angle entre les plans {111} et les plans {001} les plus proches est de 54,73°. L'angle de Bragg pour le plan {111} et le rayonnement de Mo K_α est de 9,93°, si bien que le pivot doit être incliné afin que l'angle entre le faisceau 2 irradiant et l'axe de rotation soit de 90° + (54,73° - 9,93°)) 134,8°.

Si l'échantillon 3 est parfaitement aligné (figure 5a) et que l'axe de rotation est incliné de manière que l'angle entre le faisceau incident et les plans {111} soit égal à l'angle de Bragg, un unique rayon 9 sera diffracté à partir de chacun des quatre plans {111} supérieurs, à des intervalles de 90° de la rotation du pivot.

Si l'échantillon 3 est parfaitement aligné par rapport à un axe <110> mais présente une erreur d'alignement par rapport à l'autre (figure 5b), les deux rayons 9 diffractés seront observés en provenance d'un plan – l'angle du pivot entre les rayons 9 diffractés indique le degré de l'erreur d'alignement comme dans l'exemple précédent. Aucune diffraction ne sera observée en provenance du plan {111} quand le pivot

est mis en rotation de 180° parce que le plan {111} est maintenant incliné à un angle inférieur à l'angle de Bragg par rapport au faisceau irradiant.

Dans le cas d'un échantillon mal orienté par rapport aux deux axes <110> (figure 5c), on s'attendrait à trouver deux crêtes distinctes et deux absences. L'angle du défaut d'alignement par rapport à chaque axe est déterminé à partir de la distance angulaire de chaque paire de crêtes. Le goniomètre 21 est utilisé pour corriger cela.

Exemple 3

Dans l'exemple 2, le plan {111} a été sélectionné mais le plan {113} aurait tout aussi bien pu être sélectionné et le pivot incliné en s'écartant du faisceau dans la direction montrée sur la figure 3 de (25,23° - 19,3° = 5,93°) de manière que dans le cas de l'échantillon parfaitement aligné, un seul rayon 9 diffracté toucherait le détecteur 7 à 12 heures quand l'angle de Bragg est respecté pour chaque plan à des intervalles de 90°.

La présente invention a été décrite ci-dessus purement à titre d'exemple, et des modifications peuvent être apportées dans l'esprit de l'invention. L'invention comprend aussi les différents éléments décrits ou implicites dans la présente ou montrés ou implicites dans les dessins ou toute combinaison de ces éléments ou toute généralisation de ces éléments ou combinaison.

TRADUCTION DES REFERENCES DES DESSINS

Fig. 2a

Non-naated single crystal	monocrystal non naaté
spindle angle	angle du pivot (degrés)
counts per encoder increment	comptages par position de l'encodeur

Fig. 2b

naated stone	diamant naaté
spindle angle	angle du pivot (degrés)
counts per encoder increment	comptages par position de l'encodeur

REVENDICATIONS

1. Méthode d'examen de l'orientation du réseau d'un cristal, comprenant :

l'irradiation du cristal avec un faisceau de rayons X,

la rotation du cristal selon un angle,

la détection des rayons diffractés émanant du cristal à un angle prédéterminé par rapport au faisceau irradiant et sur un arc coaxial avec le faisceau irradiant, et

l'apport de signaux électroniques correspondant auxdits rayons détectés et indiquant de ce fait le nombre desdits rayons diffractés détectés et / ou indiquant les positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés.

2. Méthode selon la revendication 1 et comprenant la détection de la présence d'une erreur d'orientation du réseau sur la base du nombre desdits rayons diffractés détectés.

3. Méthode selon la revendication 2, dans laquelle le cristal est mis en rotation autour d'un axe sensiblement orthogonal à l'axe du faisceau irradiant.

4. Méthode selon la revendication 2 ou 3, et comprenant l'émission d'un signal en fonction de la présence ou de l'absence d'une région mal orientée du réseau cristallin.

5. Méthode selon une quelconque des revendications 2 à 4, dans laquelle le cristal est une gemme qui est à scier, et la région du cristal qui est à scier est irradiée pour détecter s'il y a erreur d'orientation du réseau cristallin dans ladite région.

6. Méthode selon une quelconque des revendications 2 à 5, dans laquelle l'orientation du réseau cristallin par rapport à l'axe de rotation du cristal est déterminée sur la base des positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés.

7. Méthode selon la revendication 1, dans laquelle

l'orientation du réseau cristallin par rapport à l'axe de rotation du cristal est déterminée sur la base des positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés.

8. Méthode selon la revendication 1, dans laquelle l'existence d'un défaut d'alignement du cristal est détectée sur la base des positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés.

9. Méthode selon la revendication 7 ou 8, dans laquelle après détection des rayons diffractés de chaque côté de l'axe de rotation, les rayons diffractés sont détectés dans un quadrant.

10. Méthode selon une quelconque des revendications 7 à 9, dans laquelle l'axe de rotation est situé à un angle autre que 90° par rapport au faisceau irradiant.

11. Méthode selon une quelconque des revendications 7 à 10, dans laquelle le cristal est une gemme qui est à scier, et la région du cristal qui est à scier est irradiée pour déterminer l'orientation du réseau de ladite région et pour détecter la présence d'un défaut d'alignement de ladite région, pour permettre au cristal d'être orienté de manière adéquate pour le sciage.

12. Méthode selon la revendication 5 ou 11, dans laquelle le faisceau irradiant est collimaté pour fournir un faisceau en forme de fente.

13. Méthode selon une quelconque des revendications précédente, dans laquelle le cristal est un diamant.

14. Méthode selon une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle les réflexions à partir des plans {111} sont utilisées pour la détection.

15. Méthode selon une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le faisceau irradiant est légèrement non parallèle.

16. Méthode selon une quelconque des revendications

précédentes, dans laquelle le cristal est irradié avec un faisceau de rayons X essentiellement monochromatique.

17. Méthode selon une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle les rayons diffractés sont détectés en deux arcs de 90°, de chaque côté de l'axe de rotation.

18. Appareil pour examiner l'orientation du réseau cristallin d'un cristal, comprenant :

des moyens pour monter le cristal,

des moyens pour mettre en rotation le cristal selon un angle,

des moyens pour irradier le cristal avec un faisceau de rayons X,

un détecteur pour détecter les rayons diffractés émanant du cristal à un angle prédéterminé par rapport au faisceau irradiant et autour d'un arc coaxial avec le faisceau irradiant, et

des moyens pour apporter des signaux électroniques correspondant auxdits rayons diffractés détectés et indiquer de ce fait le nombre desdits rayons diffractés détectés et / ou indiquer les positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés.

19. Appareil selon la revendication 18, dans lequel lesdits moyens apportant les signaux électroniques indiquent le nombre desdits rayons diffractés détectés et comprenant des moyens pour émettre un signal indiquant la présence ou l'absence d'une région mal orientée du réseau cristallin.

20. Appareil selon la revendication 18 ou 19, dans lequel lesdits moyens apportant les signaux électroniques indiquent le nombre desdits rayons diffractés détectés, et dans lequel les moyens de mise en rotation sont destinés à mettre en rotation le cristal autour d'un axe sensiblement normal par rapport à l'axe du faisceau irradiant.

21. Appareil selon la revendication 18, pour déterminer l'orientation du réseau cristallin par rapport à l'axe de rotation, ou pour détecter la présence d'un défaut d'alignement du cristal, et comprenant

09900530

des moyens pour déterminer les positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés, dans lequel les rayons diffractés en deux arcs de chaque côté dudit axe de rotation sont détectés et, subséquemment, les rayons diffractés sont détectés dans un quadrant.

22. Appareil selon la revendication 18 ou 21, pour déterminer l'orientation du réseau cristallin par rapport à l'axe de rotation, ou pour détecter la présence d'un défaut d'alignement du cristal, et comprenant des moyens pour déterminer les positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés, dans lequel le faisceau irradiant est collimaté pour fournir un faisceau en forme de fente.

23. Appareil selon une quelconque des revendications 18, 21 ou 22, pour déterminer l'orientation du réseau cristallin par rapport à l'axe de rotation, ou pour détecter la présence d'un défaut d'alignement du cristal, et comprenant des moyens pour détecter les positions angulaires du cristal par rapport à son axe de rotation quand lesdits rayons diffractés sont détectés, dans lequel l'axe de rotation est situé à un angle autre que 90° par rapport au faisceau irradiant.

24. Appareil selon une quelconque des revendications 18 à 23, dans lequel les moyens apportant les signaux électroniques comptent les crêtes dans le rayonnement X reçu sur ledit arc.

25. Appareil selon une quelconque des revendications 18 à 23, dans lequel les moyens de détection comprennent un détecteur annulaire ou partiellement annulaire sensiblement coaxial au faisceau irradiant.

26. Appareil selon une quelconque des revendications 18 à 23, dans lequel les moyens de détection comprennent plusieurs détecteurs, chacun formant un secteur dudit arc.

27. Appareil selon la revendication 26, dans lequel les détecteurs sont positionnés autour d'un anneau de manière que chaque

détecteur soit diamétralement opposé à un écart entre des détecteurs adjacents.

28. Appareil selon une quelconque des revendications 18 à 27, et comprenant des moyens pour détecter les rayons diffractés dans deux quadrants de chaque côté de l'axe de rotation.

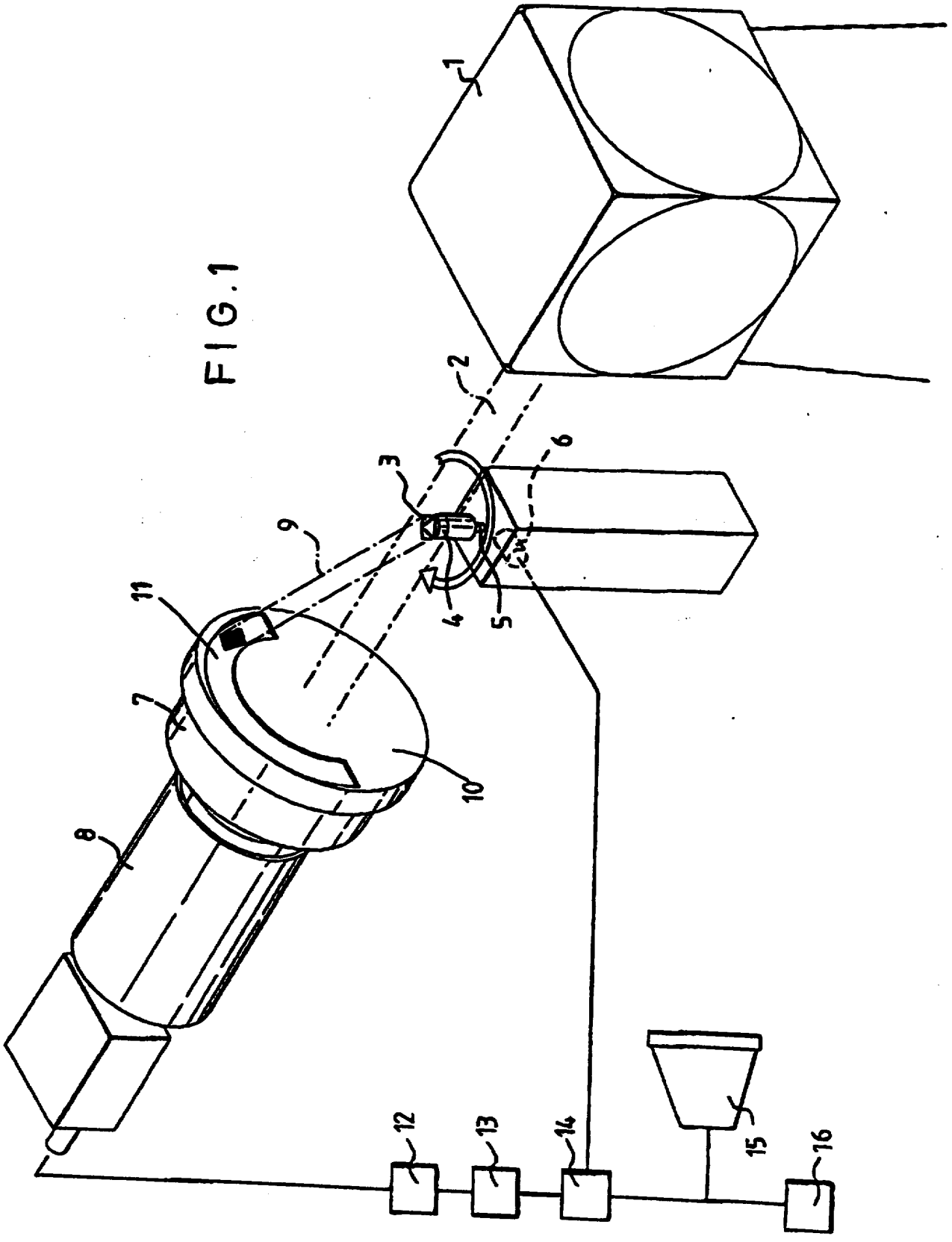
29. Appareil selon une quelconque des revendications 18 à 28, dans lequel le faisceau irradiant est légèrement non parallèle.

30. Appareil selon une quelconque des revendications 18 à 29, dans lequel ledit faisceau irradiant est destiné à irradier le cristal avec un faisceau de rayons X essentiellement monochromatique.

31. Méthode de triage automatique de cristaux en cristaux ayant une région présentant une erreur d'orientation du réseau cristallin et ceux n'ayant pas une telle région, comprenant la détection de la présence d'une région présentant un erreur d'orientation du réseau cristallin comme exposé dans une quelconque des revendications 2 à 6, l'émission d'un signal en fonction de la présence ou de l'absence de ladite région, et l'utilisation du signal pour contrôler un trieur.

32. Trieur pour trier automatiquement les cristaux en cristaux ayant une région présentant une erreur d'orientation du réseau cristallin et ceux n'ayant pas une telle région, comprenant l'appareil selon la revendication 18, et comprenant des moyens réagissant audit signal d'indication pour diriger les cristaux dans des voies différentes en fonction de la détection ou non détection d'une erreur d'orientation du réseau.

FIG.1



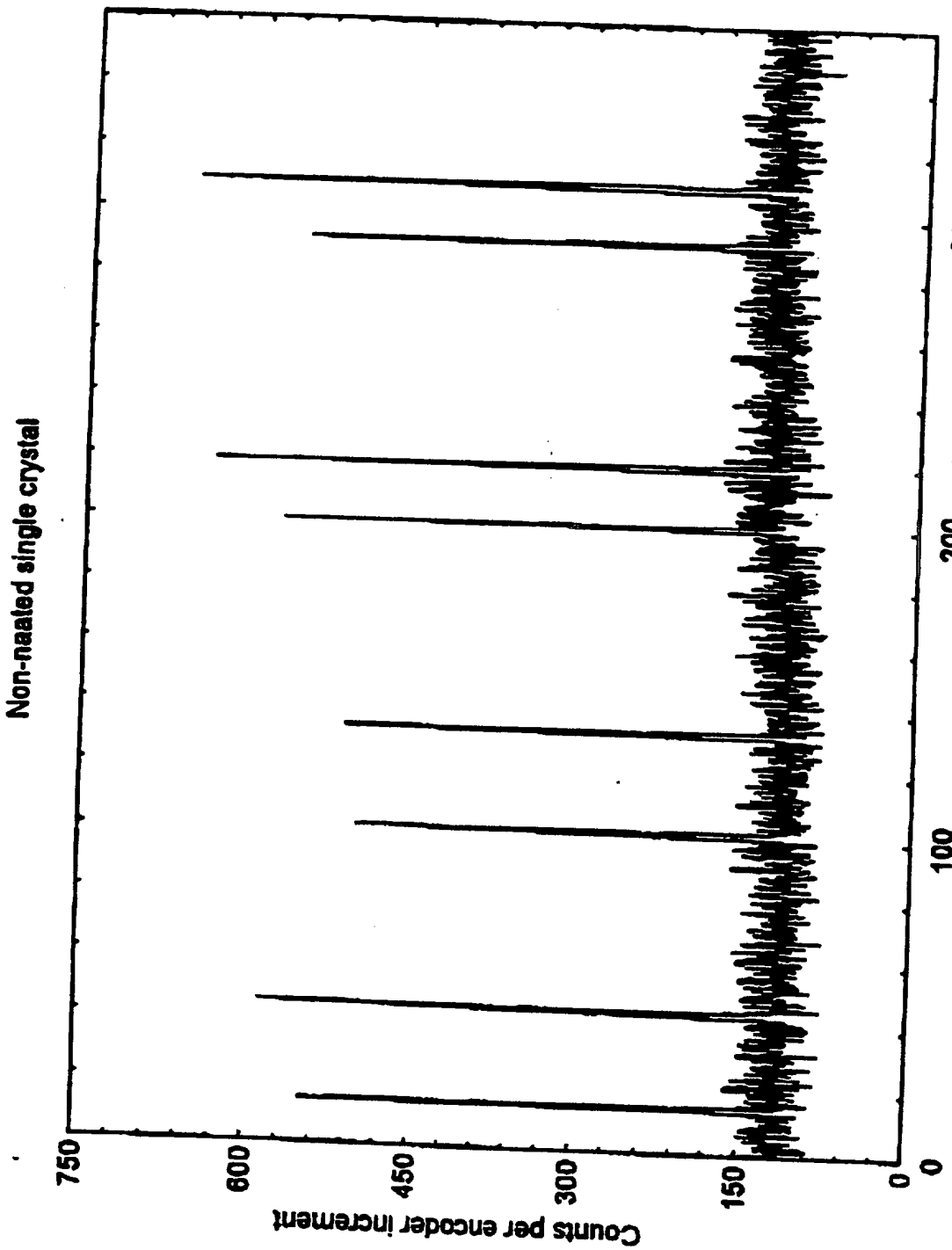

Non-naated single crystal
Counts per encoder increment
750
600
450
300
150
0
0
100
200
300
Spindle angle (degrees)

FIG.2a

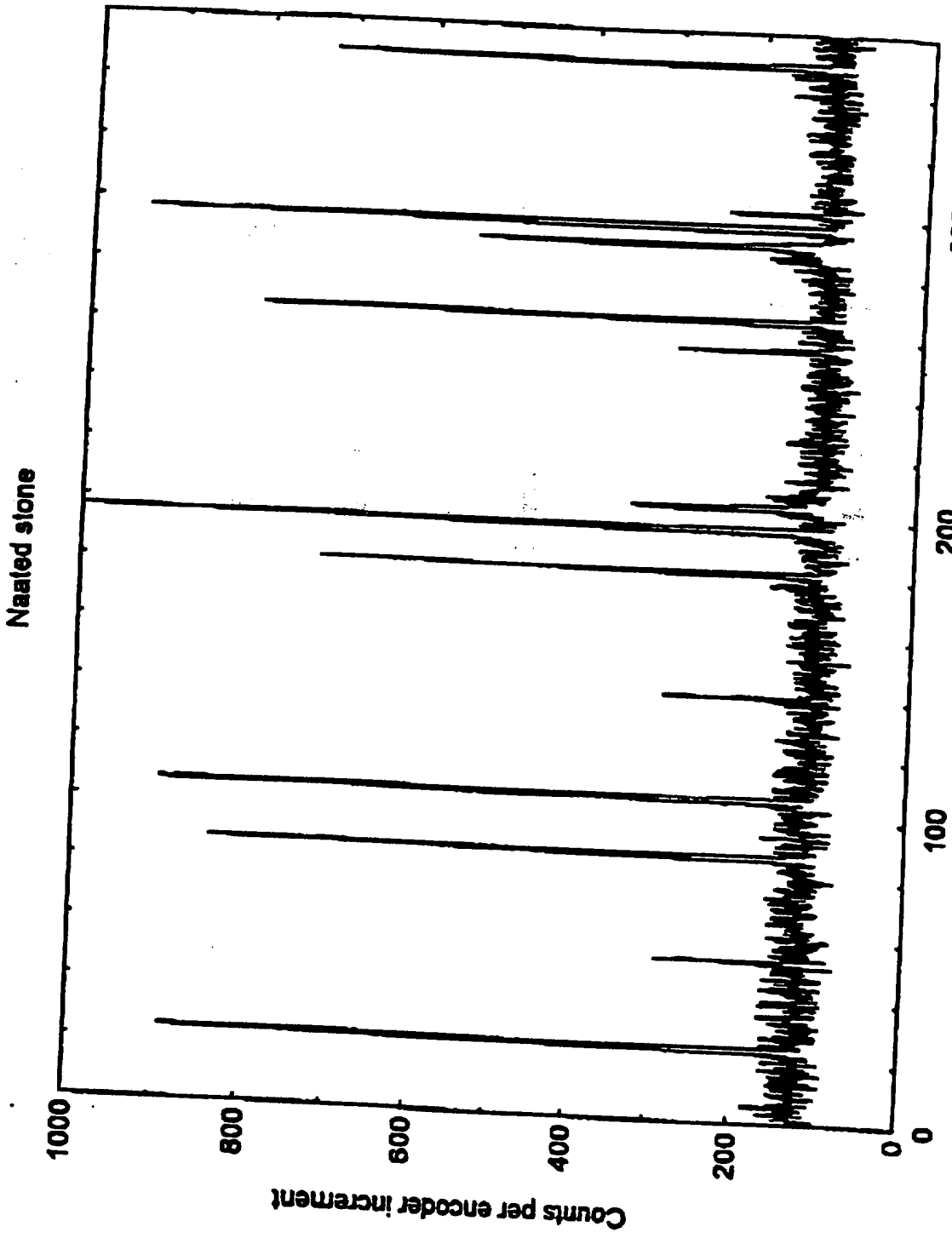

Naated stone
Counts per encoder increment
1000
800
600
400
200
0
0
100
200
300
Spindle angle (degrees)

FIG.2b

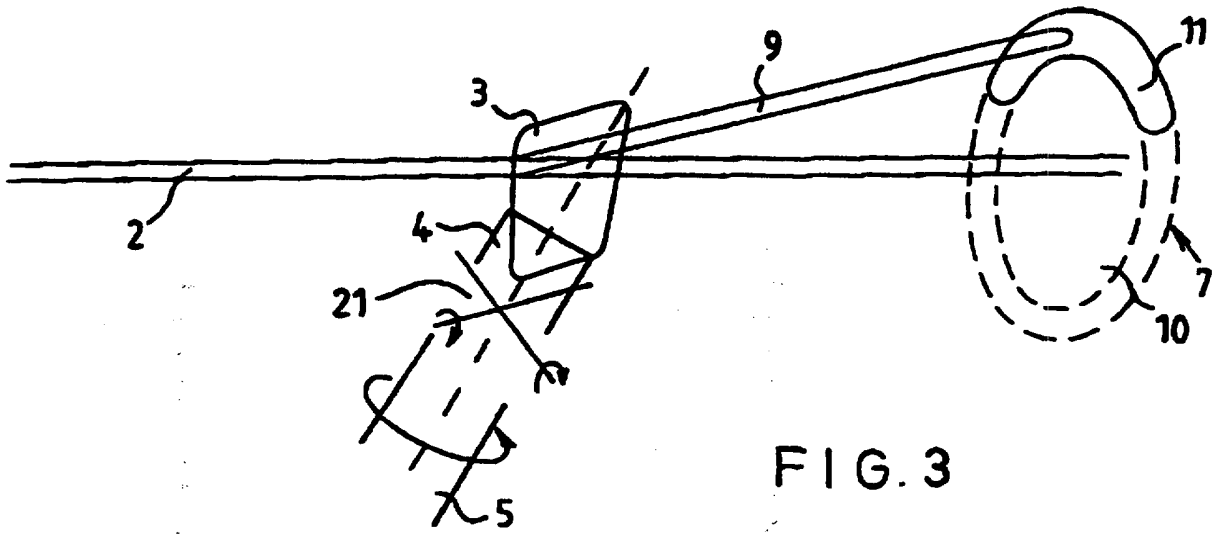


FIG. 3

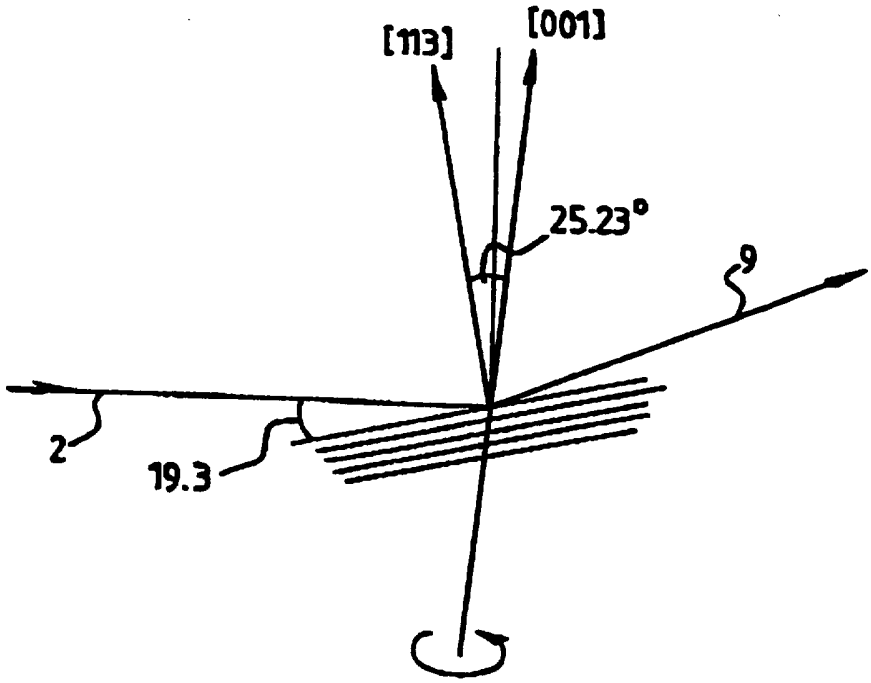


FIG. 4

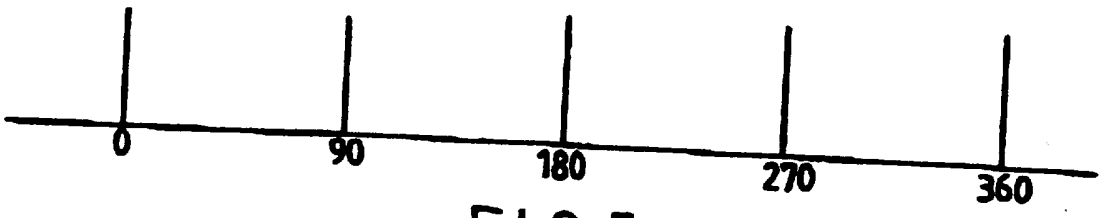


FIG.5a

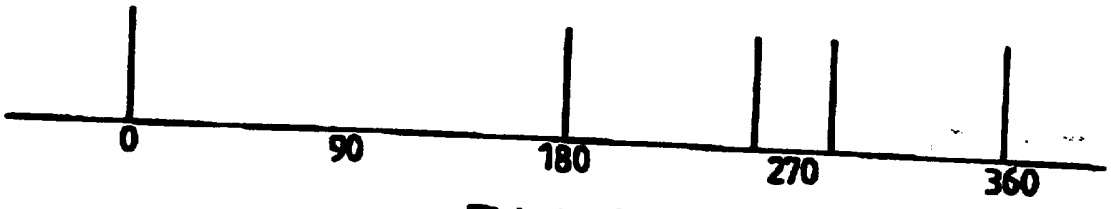


FIG.5b

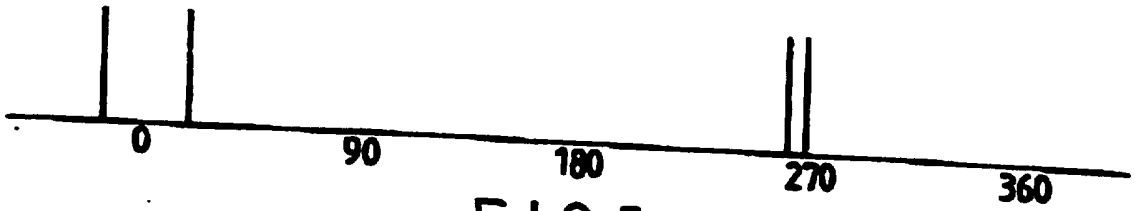


FIG.5c

Numero de la demande nationale

Office européen des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE

établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2 de la loi belge sur les brevets d'invention du 28 mars 1984

BO 7710
BE 9900530

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
A	CHIKAURA Y ET AL: "X-RAY SCATTERING RADIOGRAPHY AND ORIENTATION TOPOGRAPHY FOR CHARACTERIZATION OF SEMICONDUCTOR CRYSTALS" JOURNAL OF CRYSTAL GROWTH,NL,NORTH-HOLLAND PUBLISHING CO. AMSTERDAM, vol. 103, no. 1 / 04, page 344-349 XP000148191 ISSN: 0022-0248 * page 344 - page 346; figure 1 *	1,18	G01N23/207
A	US 3 903 415 A (HOLZAPFEL WILFRIED BERND) 2 septembre 1975 (1975-09-02) * colonne 2, ligne 38 - colonne 3, ligne 9; figure 1 *	1,18	
A	DE 37 12 928 A (PHILIPS PATENTVERWALTUNG) 3 novembre 1988 (1988-11-03) * colonne 3, ligne 37 - colonne 4, ligne 51 *	1,18	
A	DE 25 39 646 A (SHIMURA HIKARU) 17 mars 1977 (1977-03-17) * figure 5 *	1,18	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7) G01N
A	US 5 768 335 A (SHAHID MUHAMMED AFZAL) 16 juin 1998 (1998-06-16) * abrégé; figure 2 *	1,18	
A	DE 196 31 367 C (DIEHL ROLAND DR ;HERRES NIKOLAUS DR (DE)) 13 novembre 1997 (1997-11-13) * revendication 1; figure 2 *	1,18	

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
27 mars 2000	Tabellion, M

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.

BO 7710
BE 9900530

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

27-03-2000

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3903415 A	02-09-1975	DE 2312507 A JP 50002588 A	26-09-1974 11-01-1975
DE 3712928 A	03-11-1988	AUCUN	
DE 2539646 A	17-03-1977	AUCUN	
US 5768335 A	16-06-1998	AUCUN	
DE 19631367 C	13-11-1997	WO 9808081 A	26-02-1998

EPO FORM P0463