

1- Diffraction des rayons X sur poudres :

La diffraction des rayons X (DRX, ou XRD pour l'abréviation de l'anglais « *X-ray diffraction* ») est une puissante technique non destructive de caractérisation des matériaux cristallisés, qu'ils soient massifs, sous forme de poudre ou de dépôts.

Toutes les méthodes de diffraction de poudre permettent la détermination des angles de diffraction, ce qui permet de remonter aux distances interréticulaires d_{hkl} et ce, par le biais de la condition de diffraction de Bragg : $2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda$ illustrée sur la figure 1.

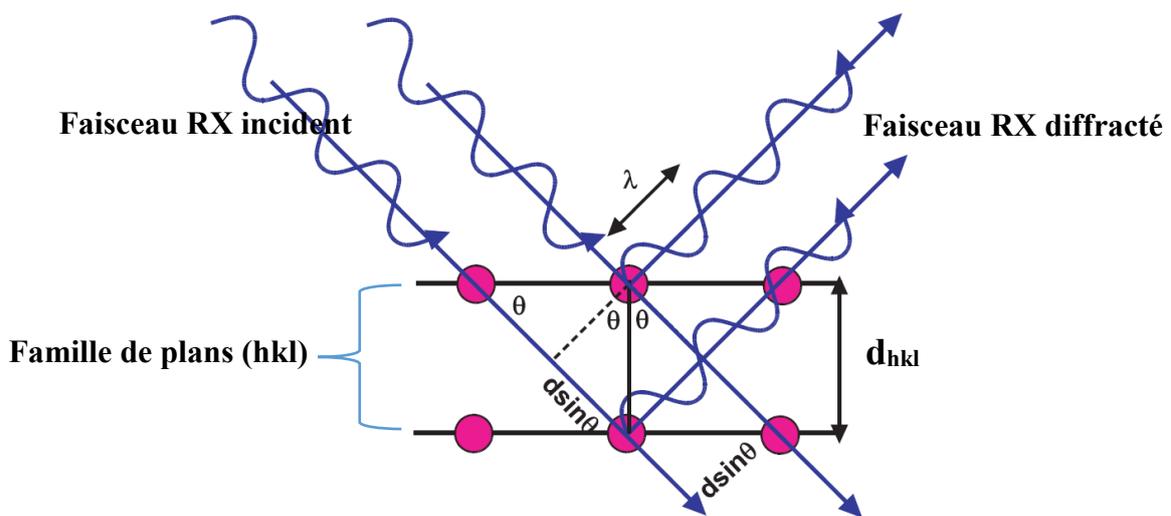


Figure 1 : Diffraction d'un faisceau de RX par une famille de plans (hkl).

Les distances interréticulaires d_{hkl} sont spécifiques du réseau cristallin, à savoir qu'elles dépendent des paramètres de la maille (linéaires : a, b et c et angulaires : α , β et γ).

La diffraction d'ordre n sur les plans (hkl), dont la distance interréticulaire est égale à d_{hkl} , est équivalente à la diffraction d'ordre 1 sur les plans (nh nk nl), dont la distance interréticulaire est égale à d_{hkl} / n .

On peut donc utiliser la loi de Bragg sous forme $2 d_{hkl} \sin \theta = \lambda$, c'est-à-dire avec $n=1$ et en acceptant des indices h, k et l qui ne sont pas premiers entre eux associés aux plans fictifs (nh nk nl).

De la formule de Bragg on déduit que :

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \Rightarrow \lambda = 2 \frac{d_{hkl}}{n} \sin \theta_{hkl} = 2 d_{nhnknl} \sin \theta_{hkl}$$

En fait, on peut facilement montrer que :

$$\frac{d_{hkl}}{n} = d_{nhnknl}$$

$$d_{nhnknl} = \frac{\mathbf{a}}{\sqrt{((n\mathbf{h})^2 + (n\mathbf{k})^2 + (n\mathbf{l})^2)}} = \frac{\mathbf{a}}{n\sqrt{(\mathbf{h})^2 + (\mathbf{k})^2 + (\mathbf{l})^2}} = \frac{d_{hkl}}{n}$$

Expérimentalement, selon le type d'appareillage utilisé pour l'enregistrement de l'ensemble des faisceaux diffractés des rayons X (sur film photographique ou sur compteur électronique), on peut distinguer deux principales méthodes de diffraction sur poudres :

1-1. Chambre Debye-Scherrer :

On parle de chambre (ou caméra) de diffraction. Le détecteur étant un cliché ou film photographique sensible aux rayons X. Après diffraction et développement du cliché, on observe un ensemble des anneaux (arcs) provoqués par l'impact du rayonnement X diffracté sur le cliché.

1-2. Diffractomètre automatique de poudres :

On parle de diffractomètre automatique de poudres. Le détecteur étant un compteur électronique (ponctuel ou linéaire) dans lequel le rayonnement X diffracté est transformé en signal électrique puis enregistré suivant l'angle de balayage (2θ). Le diagramme ainsi obtenu représente l'intensité de raies diffractées I_{hkl} en fonction de l'angle de diffraction (2θ).

En fait, le développement de nouveaux types de détecteurs très efficaces et bien résolus (caméras CCD, détecteurs d'état solide, etc...) a rendu obsolète l'utilisation de clichés, et de plus en plus les diagrammes de diffraction de poudre sont souvent obtenus avec des diffractomètres automatiques.

2- Méthode Debye-Scherrer

2-1. Description de la méthode

La méthode originale de Debye-Scherrer a été développée en 1916 par les physiciens *Peter Debye* et *Paul Scherrer*. Un faisceau monochromatique de rayons X est diffracté par un échantillon solide pulvérulent composé d'un très grand nombre de cristallites à orientations parfaitement statistique et de taille micronique placé au centre d'une chambre cylindrique.

La chambre Debye-Scherrer est une enceinte cylindrique étanche à la lumière de rayons R (**figure 2**). L'échantillon est placé au centre de la chambre dans un tube capillaire (bâtonnet) en verre peu absorbant aux RX et est orienté de façon à le présenter devant le faisceau monochromatique de rayons X incident. L'échantillon doit être précisément sur l'axe du cylindre et doit être tourné à l'aide d'un moteur autour de son axe afin que le caractère aléatoire des orientations des cristallites de poudre soit aussi grand que possible.

La fente et le collimateur ont pour rôle de focaliser le faisceau incident et permettre d'obtenir un faisceau de rayons X fin et parallèle. Un puits d'absorption est placé dans l'axe du collimateur pour absorber les rayons X non diffractés. On utilise comme détecteur un cliché (ou film photographique) placé sur le périmètre interne de la chambre cylindrique pour enregistrer la trace des anneaux de diffraction. La **figure 3** montre une coupe suivant l'axe qui met en évidence les différents éléments constitutifs :

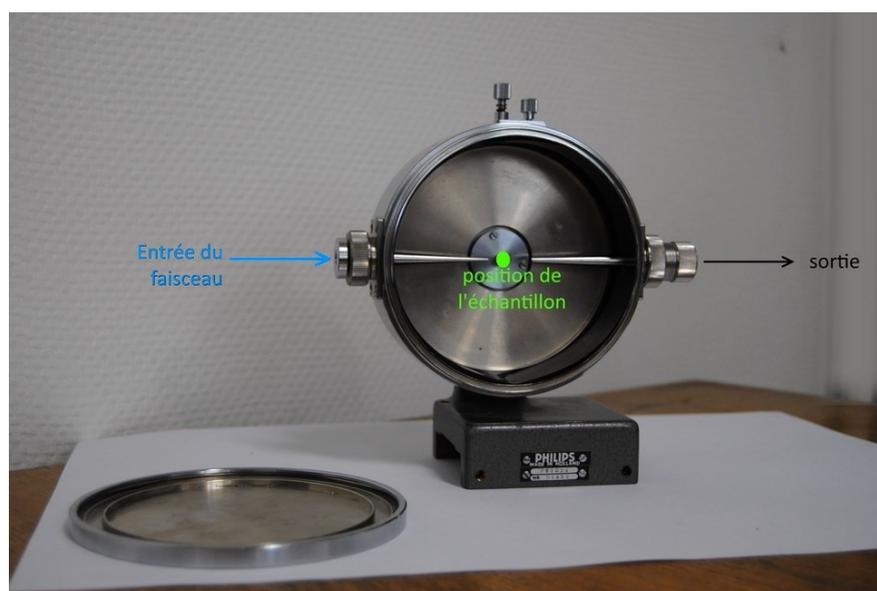


Figure 2 : Chambre Debye Scherrer.

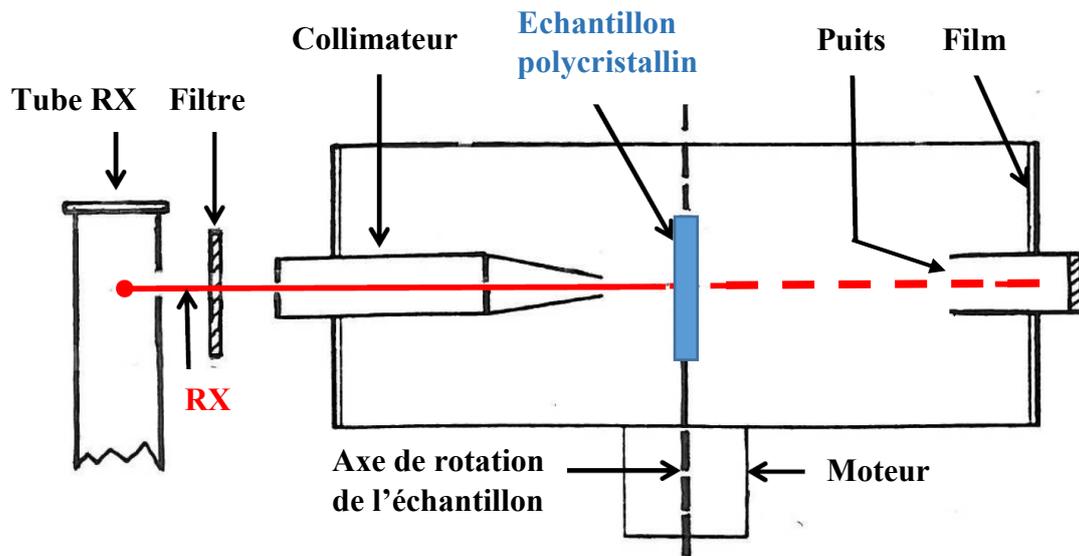


Figure 3 : Eléments constitutifs d'une chambre Debye Scherrer avec source de RX.

Étant donné le très grand nombre de cristallites contenus dans l'échantillon polycristallin, il en existe toujours un grand nombre pour lesquels une famille de plans réticulaires (hkl) fait avec le faisceau incident l'angle défini par la relation de Bragg : $n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl}$.

Chaque cristallite orientée convenablement donne alors un faisceau diffracté dévié de 2θ par rapport au faisceau incident. L'ensemble des faisceaux diffractés forme un cône d'ouverture 4θ et dont l'axe est le faisceau incident. Lorsque la loi de Bragg est vérifiée pour d'autres valeurs d'angle θ il s'en suit la formation d'autres cônes de diffraction tous concentriques. Les cônes de diffraction coupent le film et laisse leurs traces comme des anneaux (ou arcs) symétriques concentriques dont chacun représente une distance réticulaire d_{hkl} .

2-2. Montage du film dans la chambre :

Il existe trois configurations de disposition des anneaux de diffractions sur le film selon la position de l'ouverture du film (**figure 4**).

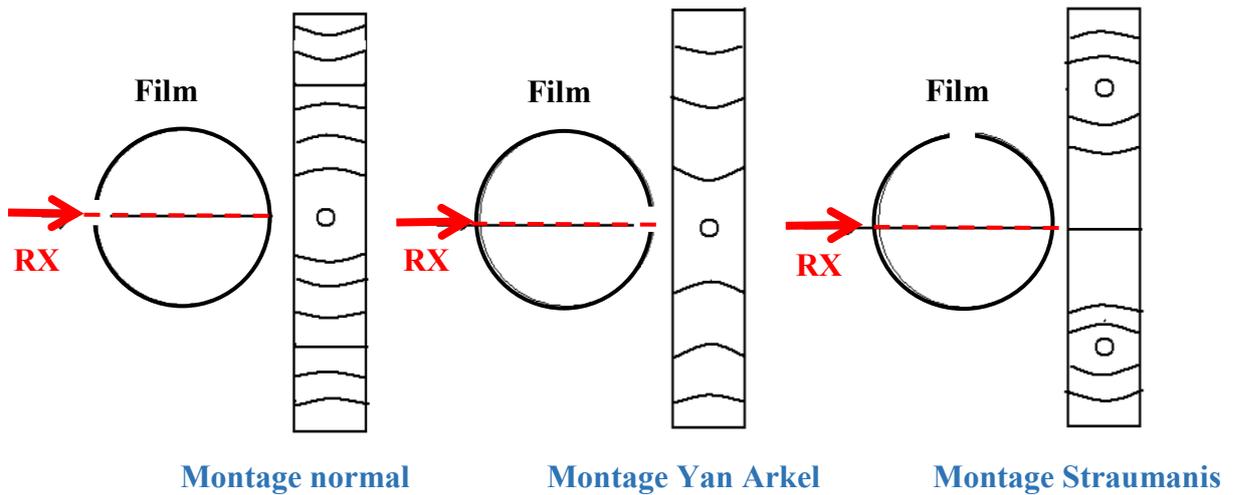


Figure 4 : Différents montages du film dans la chambre Debye Scherrer.

2-2-1. Montage de Straumanis :

Comme illustré sur la figure 5, deux trous un pour puits ($2\theta = 0^\circ$) et l'autre pour collimateur ($2\theta = 180^\circ$). Par conséquent, les "raies directes" et "raies en retour" sont bien individualisés.

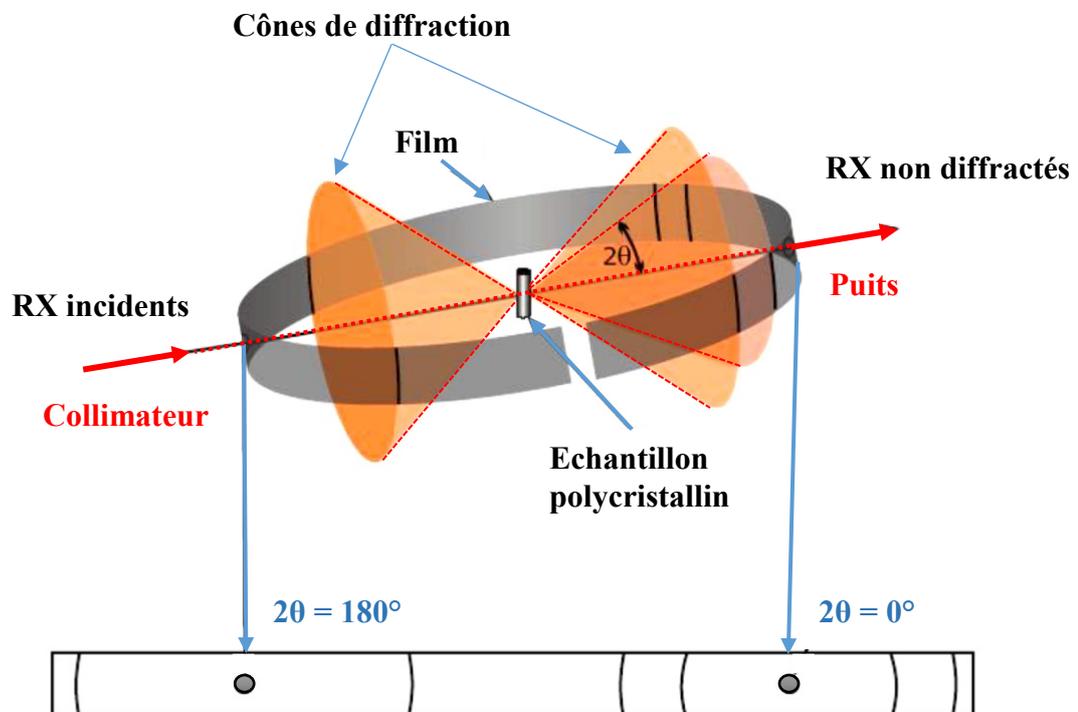


Figure 5 : Montage de Straumanis et formation des anneaux de de diffraction sur le film.

2-2-2. Montage normal de Bradley-Jay :

Le film contient un trou central pour le puits ($2\theta = 0^\circ$). Les raies sont symétriques par rapport au trou (figure 6).

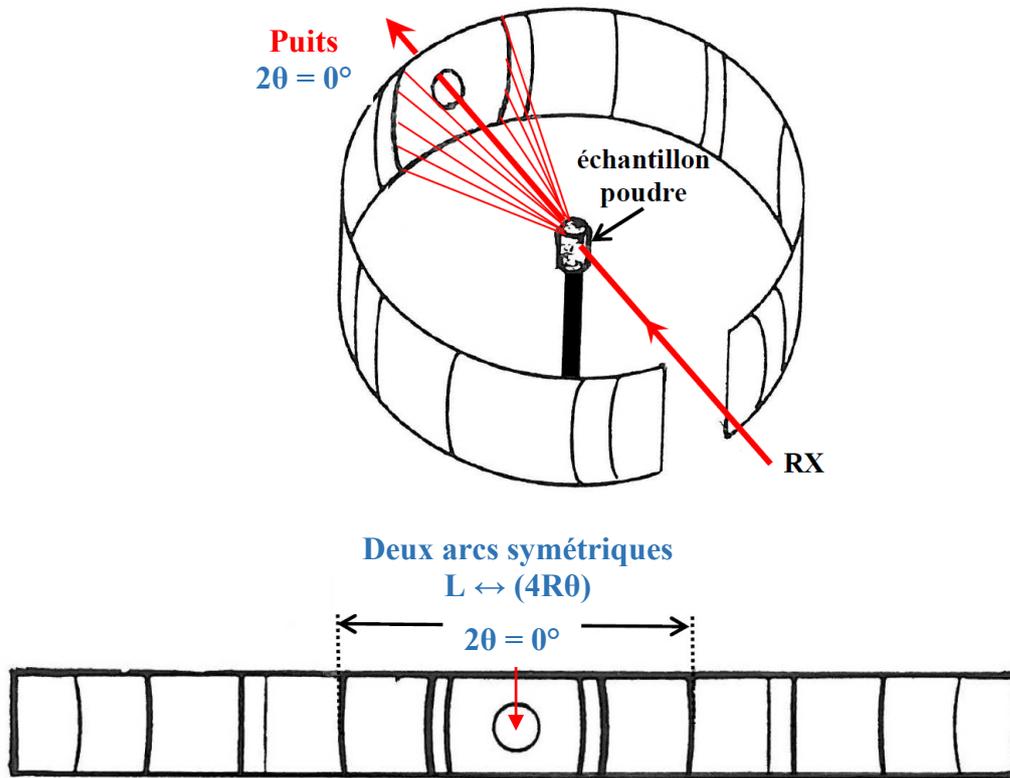


Figure 6 : Montage normal et formation des anneaux de de diffraction sur le film.

2-3. Exploitation des films Debye-Scherrer

L'exploitation consiste à mesurer la distance L (en mm) entre deux raies (ou arcs) symétriques mesurée dans le **plan équatorial** du film, provenant du même cône de diffraction. Connaissant le périmètre (circonférence) de la chambre, on peut remonter à l'angle de diffraction de Bragg θ (en $^\circ$). On peut alors déterminer les distances réticulaires d_{hkl} correspondantes. La figure 7 résume les données exploitées du film.

Afin d'obtenir des informations utiles, il est nécessaire d'indexer les raies de diffraction, c'est-à-dire d'attribuer pour chaque cône de diffraction la famille de plans (hkl) provoquant la diffraction. Puis on peut déterminer le mode de réseau de bravais et enfin le paramètre de la maille.

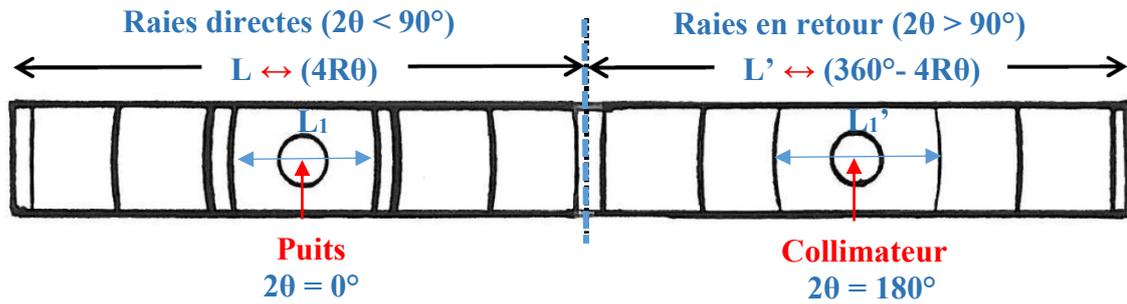


Figure 7 : Exploitation du film Debye Scherrer.

$$\frac{L}{2\pi R} = \frac{4\theta}{360^\circ}$$

Où

L : est la distance qui sépare deux arcs symétriques sur le film.

R : est le rayon de la chambre.

2πR : est la circonférence de la chambre.

4θ : est l'ouverture du cône de diffraction pour une famille de plans (hkl).

Par conséquent, une suite des valeurs d_{hkl} caractéristiques des plans atomiques cristallins peuvent être obtenus par application de la loi de Bragg : $\lambda = 2 d_{hkl} \sin\theta_{hkl}$.

Anneaux sur le film \Rightarrow Liste de **L** \Rightarrow Liste de **θ** \Rightarrow Liste de **d_{hkl}** ou **$\sin^2\theta_{hkl}$**

Remarque : Il existe des chambres standards de circonférence 180 mm et 360 mm.

- Pour **R** = 28,65 mm, le périmètre $2\pi R = 180$ mm \Rightarrow la valeur mesurée de **L** en mm est donc égale à la valeur de **2θ** en degrés : **1 mm \equiv 2°**.
- Pour **R** = 57,30 mm, le périmètre $2\pi R = 360$ mm \Rightarrow la valeur mesurée de **L** en mm est donc égale à la valeur de **4θ** en degrés : **1 mm \equiv 1°**.

2-2-1. Structure cubique :

Pour une structure cubique, une seule quantité est impliquée, le paramètre de maille « **a** ».

L'espace des plans cristallins est donné par l'équation :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}}$$

La combinaison de cette relation avec l'équation de Bragg donne :

$$\lambda = \frac{2 a \sin\theta_{hkl}}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}}$$

En réarrangeant, elle peut être exprimée sous la forme :

$$\sin^2\theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \dots\dots\dots(*)$$

A partir des valeurs observées de θ , une table de valeurs de $\sin^2\theta$ doit être préparée. Pour une structure cubique, ceux-ci doivent être en simple proportion numérique. Le facteur commun le plus élevé devrait être $\frac{\lambda^2}{4a^2}$, et donc le paramètre « **a** » peut être dérivé.

$$\frac{\sin^2\theta_{h_i k_i l_i}}{\sin^2\theta_{h_1 k_1 l_1}} = \frac{(h_i^2 + k_i^2 + l_i^2)}{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)} = \frac{N_i}{N_1}$$

Du point de vue mathématique, toutes les valeurs de $N = (h^2 + k^2 + l^2)$ ne sont pas permises. Par exemple, la valeur **7** manque car il n'y a pas de valeurs entières telles que $(h^2 + k^2 + l^2) = 7$. En général, des valeurs $p^2(8q-1)$ où p et q sont des entiers sont interdites : **7, 15, 23, 28, 60**, etc.... Ce n'est qu'une question d'arithmétique qui n'a rien à voir avec la structure cristalline.

Les absences de tels nombres seront utiles pour vérifier l'exactitude de l'indexation. Pour les petites valeurs de N, les valeurs de (hkl) se déduisent facilement. Ainsi N = 1 correspond à (100), 2 à (110) et 3 à (111).

Pour certaines valeurs de N , il existe plus d'un ensemble d'indices : 9 est à la fois (300) et (221).

Rappelons que les intensités des raies dépendent de la disposition des atomes dans la maille élémentaire, mais elles dépendent également du nombre de façons possibles de combiner les indices ; **le facteur de multiplicité**. Pour les structures simples, ce facteur est dominant. Ainsi (100) comprend (010), (001), (-100), (0-10) et (00-1) ; le facteur de multiplicité est 6, correspondant aux six faces d'un cube. Pour $N = 14$, raie de la famille des plans (321), il y a cependant 48 arrangements, et la ligne 14 sera généralement beaucoup plus forte que la ligne 1.

- **Pour un réseau primitif (P)** : Toutes les valeurs entières des indices h , k et l sont permises. Si le réseau n'est pas primitif, certaines valeurs de $N = (h^2 + k^2 + l^2)$ ne sont pas permises. Ces raies manquantes s'appellent les extinctions systématiques dues au mode de réseau de Bravais, le tableau 1 indique les plans réticulaires (hkl) dans l'ordre croissant des valeurs de $h^2+k^2+l^2$ et par suite, des valeurs croissantes de $\sin\theta$ et décroissantes de d_{hkl} .
- **Pour le réseau (I)** : La somme $h+k+l$ doit être paire et par conséquent $N = (h^2 + k^2 + l^2)$ doit être pair. Donc les raies permises sont 2 (110), 4 (200), 6 (211), 8 (220), 10 (310), 12 (222), 14 (321), 16 (400), 18 (330), 20 (420), etc.
- **Pour le réseau (F)** : les indices h , k et l doivent être tous impairs ou tous pairs (c.-à-d. ont même parité) : ainsi les premières raies sont $N = (h^2 + k^2 + l^2) = 3$ (111), 4 (200), 8 (220), 11 (311), 12 (222), 16 (400), 20 (420), etc.
- **Pour la structure type Diamant** : C'est une structure type F avec une condition supplémentaire dans le cas où les indices h , k et l sont tous pairs ; **$h+k+l = 4n$**

Le tableau 1 résume les valeurs possibles de $N = (h^2 + k^2 + l^2)$ pour les trois modes de réseau de Bravais P, I et F ainsi que la structure cubique type diamant. Les valeurs normalisées $\frac{(h_i^2+k_i^2+l_i^2)}{(h_1^2+k_1^2+l_1^2)}$ pour les réseaux de Bravais P, I et F sont rassemblées dans le tableau 2.

Tableau 1 : Plans (hkl) et valeurs de $N_{hkl}=h^2+k^2+l^2$ pour les réseaux de Bravais **P**, **I** et **F**.

Réseau P		Réseau I		Réseau F		Type Diamant	
(hkl)	N_{hkl}	(hkl)	N_{hkl}	(hkl)	N_{hkl}	(hkl)	N_{hkl}
(100)	1	-	-	-	-	-	-
(110)	2	(110)	2	-	-	-	-
(111)	3	-	-	(111)	3	(111)	3
(200)	4	(200)	4	(200)	4	-	-
(201)	5	-	-	-	-	-	-
(211)	6	(211)	6	-	-	-	-
	□		□	□		□	
(220)	8	(220)	8	(220)	8	(220)	8
(300), (221)	9	-	-	-	-	-	-
(310)	10	(310)	10	-	-	-	-
(311)	11	-	-	(311)	11	(311)	11
(222)	12	(222)	12	(222)	12	-	-
(320)	13	-	-	-	-	-	-
(321)	14	(321)	14	-	-	-	-
	□		□		□		□
(400)	16	(400)	16	(400)	16	(400)	16
(410), (322)	17	-	-	-	-	-	-
(411), (330)	18	(411), (330)	18	-	-	-	-
(331)	19	-	-	(331)	19	(331)	19
(420)	20	(420)	20	(420)	20	-	-
(421)	21	-	-	-	-	-	-
(332)	22	(332)	22	-	-	-	-
	□		□		□		□
(422)	24	(422)	24	(422)	24	(422)	24
(430), (500)	25	-	-	-	-	-	-
(431), (510)	26	(431), (510)	26	-	-	-	-
(333), (511)	27	-	-	(333), (511)	27	(333), (511)	27
	□		□		□		□
(432), (520)	29	-	-	-	-	-	-
(521)	30	-	-	-	-	-	-

Tableau 2 : Valeurs normalisées $\frac{(h_i^2+k_i^2+l_i^2)}{(h_1^2+k_1^2+l_1^2)}$ pour les réseaux de Bravais **P**, **I** et **F**.

Réseau P h, k, l : pas de condition		Réseau I h+k+l = paire		Réseau F h, k, l : ont même parité	
(hkl)	$\frac{(h_i^2 + k_i^2 + l_i^2)}{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)}$	(hkl)	$\frac{(h_i^2 + k_i^2 + l_i^2)}{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)}$	(hkl)	$\frac{(h_i^2 + k_i^2 + l_i^2)}{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)}$
(100)	1	-	-	-	-
(110)	2	(110)	1	-	-
(111)	3	-	-	(111)	1
(200)	4	(200)	2	(200)	4/3
(201)	5	-	-	-	-
(211)	6	(211)	3	-	-
	□		□		□
(220)	8	(220)	4	(220)	8/3
(300), (221)	9	-	-	-	-
(310)	10	(310)	5	-	-
(311)	11	-	-	(311)	11/3
(222)	12	(222)	6	(222)	12/3
(320)	13	-	-	-	-
(321)	14	(321)	7	-	-
	□		□		□
(400)	16	(400)	8	(400)	16/3
(410), (322)	17	-	-	-	-
(411), (330)	18	(411), (330)	9	-	-
(331)	19	-	-	(331)	19/3
(420)	20	(420)	10	(420)	20/3

Cela soulève la difficulté mentionnée précédemment : pour une structure de réseau centré, le facteur commun est $2 \frac{\lambda^2}{4a^2}$ et non $\frac{\lambda^2}{4a^2}$. Nous pouvons utiliser les nombres interdits pour résoudre ce problème : si une raie semble avoir **N = 7**, nous savons que ce n'est pas le cas ; la raie est probablement 14 et la structure est centrée (Réseau I).

On constate que le mode de réseau de Bravais **F se caractérise facilement, tandis que pour les modes de réseau **P** et **I** il faut atteindre la 7^{ème} raie, pour les distinguer.**

2-2-2. Structures Tétragonale et Hexagonale :

Pour les structures tétragonale et hexagonale, une variable supplémentaire, le rapport axial c/a , est impliquée et donc le problème est plus compliqué.

- Pour les structures tétragonales, l'équation (*) est remplacée par :

$$\sin^2\theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \left(h^2 + k^2 + \frac{a^2}{c^2} l^2 \right)$$

Maintenant, aucune règle précise ne peut être donnée, mais les valeurs de $\sin^2\theta$ peuvent donner quelques indices. Par exemple, si $l = 0$, les valeurs de $\sin^2\theta$ sont dans les rapports 1, 2, 4, 5, etc. correspondant aux indices (100), (110), (200), (210), ...

Si nous trouvons un ensemble des valeurs dans ces rapports, nous pouvons supposer que les indices sont comme indiqué, puis nous devons trouver l à partir des lignes qui ne sont pas dans cette séquence. Le rapport 1: 2 en particulier doit être recherché.

- Pour les structures hexagonales ou les structures trigonales référées aux axes hexagonaux, l'équation (*) est modifiée pour :

$$\sin^2\theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \left(\frac{4}{3} (h^2 + hk + k^2) + \frac{a^2}{c^2} l^2 \right)$$

Le facteur dominant est 1: 3. Des méthodes graphiques et numériques ont été appliquées à ces problèmes ; un résumé est donné par Lipson et Steeple (1970).

2-2-3. Structures Orthorhombique, Monoclinique et Triclinique

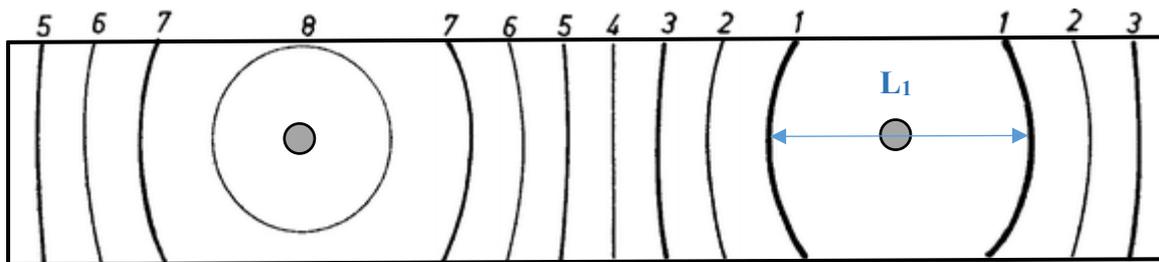
Les équations pour les systèmes de symétrie inférieure (orthorhombique, monoclinique et triclinique) sont plus compliquées. **Itô** a conçu la méthode d'essais et d'erreurs pouvant être traitée par des ordinateurs numériques. Mais aucune méthode ne peut garantir une réponse sans équivoque ; certaines lignes peuvent se chevaucher et ne peuvent donc pas être mesurées avec précision, et il y aura toujours des coïncidences étranges qui induiront en

erreur. Le seul moyen sûr est d'essayer d'obtenir un cristal unique, d'en déduire les dimensions des mailles et de calculer toutes les valeurs possibles de $\sin^2\theta$.

Actuellement des programmes informatiques d'indexation par micro-ordinateur permettent une indexation très rapide à partir d'une liste complète des distances réticulaires d_{hkl} .

Exercice d'application :

Le Tungstène (W) cristallise dans le système cubique. Son diagramme (cliché) de Debye-Scherrer est réalisé dans une chambre de circonférence 180 mm en utilisant un faisceau de rayons X monochromatique de longueur d'onde $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$.



Raie	1	2	3	4	5	6	7	8
L (mm)	40,3	58,3	73,2	87,1	100,8	115,0	131,2	154,2

1. Indexer ce diagramme puis déduire le mode de réseau de Bravais.
2. Calculer le paramètre de maille et son rayon atomique.
3. Calculer la masse volumique du Tungstène sachant que $M_W = 183,84 \text{ g.mol}^{-1}$.

Réponse :

Suivez les étapes suivantes :

- 1) Commencez avec des valeurs (2θ ou θ) et générez une série de valeurs $\sin^2\theta$.
- 2) Normaliser les valeurs $\sin^2\theta$ en calculant $\frac{\sin^2\theta_{h_i k_i l_i}}{\sin^2\theta_{h_1 k_1 l_1}}$.

- 3) Se débarrasser des fractions de la colonne «normalisée» pour les rendre entiers.
- 4) Considérer les valeurs hkl qui sembleraient $h^2+k^2+l^2$ pour générer la séquence de la colonne « N_{hkl} ».
- 5) Calculer pour chaque θ la valeur de $\lambda \frac{\sqrt{N_{hkl}}}{2 \sin\theta_{hkl}}$ sur la base des valeurs hkl supposées.

☞ Si chaque entrée de la dernière colonne est **identique**, l'ensemble du **processus est validé**.

La chambre utilisée est de circonférence 180 mm → θ (°) = $\frac{L}{2}$ (mm).

On remplit ce tableau comme suit :

Raie	L (mm)	θ (°)	$\sin^2\theta$	$\frac{\sin^2\theta_{h_1k_1l_1}}{\sin^2\theta_{h_1k_1l_1}}$	$\frac{\sin^2\theta_{h_1k_1l_1} \times 2}{\sin^2\theta_{h_1k_1l_1}}$ = N_{hkl}	hkl	$a = \lambda \frac{\sqrt{N_{hkl}}}{2 \sin\theta_{hkl}}$ (Å)
1	40.3	20.15	0.1187	0,9997	1,9994 ≈ 2	110	3,1648
2	58.3	29.15	0.2373	1,9989	3,9977 ≈ 4	200	3,1653
3	73.2	36.60	0.3555	2,9948	5,9896 ≈ 6	211	3,1671
4	87.1	43.55	0.4744	3,9992	7,9984 ≈ 8	220	3,1647
5	100.8	50.40	0.5937	5,0016	10,0032 ≈ 10	310	3,1639
6	115.0	57.50	0.7113	5,9925	11,9850 ≈ 12	222	3,1664
7	131.2	65.60	0.8294	6,9869 !	13,9738 ≈ 14	321	3,1673
8	154.2	77.10	0.9502	8,0047	16,0094 ≈ 16	400	3,1634

D'après ces résultats, les indices h, k et l obtenus sont tels que la somme h+k+l est paire.

On peut déduire que le mode de réseau de Bravais est centré I.

- **Calcul du paramètre de la maille cubique :**

On calcule la moyenne des huit valeurs.

$$a_{\text{moyen}} = \frac{\sum_{i=1}^8 a_i}{8} = \frac{3,1648+3,1653+\dots+3,1634}{8} = \frac{25,3229}{8} = 3,1654 \text{ \AA}.$$

- **Calcul du rayon atomique du Tungstène R_W :**

La maille est cubique centrée (CC) $\rightarrow 4R_W = a\sqrt{3} \Rightarrow R_W = \frac{a\sqrt{3}}{4} = \frac{3,1654\sqrt{3}}{4} = 1,371 \text{ \AA}$

- **Calcul de la masse volumique ρ du Tungstène :**

$$V_{\text{maille}} = a^3 = 3,1654^3 = 31,71654 \text{ \AA}^3 = 31,71654 * 10^{-24} \text{ cm}^3$$

$$\text{Nombre d'avogadro } \mathcal{N} = 6,023.10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

$$\rho = \frac{Z * \mathcal{M}_W}{\mathcal{N} * V_{\text{maille}}} = \frac{2 * 183,84}{6,023.10^{23} * 31,71654 * 10^{-24}} = 19,247 \text{ g.cm}^{-3}$$

Les indices **h**, **k** et **l** des plans diffractants correspondent-ils à une règle bien définie ?

Laquelle ? Par conséquent, on peut déduire le mode de réseau de Bravais :

- **h, k et l : pas de condition \rightarrow Réseau primitif (P)**
- **h, k et l : $h+k+l = 2n \rightarrow$ Réseau centré (I)**
- **h, k et l : $k+l = 2n \rightarrow$ Réseau à base centrée (A)**
- **h, k et l : $h+l = 2n \rightarrow$ Réseau à base centrée (B)**
- **h, k et l : $h+k = 2n \rightarrow$ Réseau à base centrée (C)**
- **h, k et l : tous pairs ou tous impairs \rightarrow Réseau à faces centrées (F)**

3- Inconvénients

Cette méthode bien qu'assez fiable présente diverses sources erreurs. La première provient de la mesure des diamètres des cercles sur le film. Ensuite, un mauvais centrage de l'échantillon par rapport à l'axe du collimateur peut fausser les angles de diffraction, et enfin en l'absence de monochromateur, l'exploitation est rendue plus délicate du fait de dédoublement des cercles sur les films due au doublet $K\alpha_1, K\alpha_2$.