Description du montage SAXS de l'IFP

Lina ZUPANCIC

Journée SAXS en laboratoire - 14 juin 2007 – CEA SACLAY

© IFP

Sommaire

1- Systèmes étudiés

2- Description et développements du montage

3- Enquête détecteur 2D

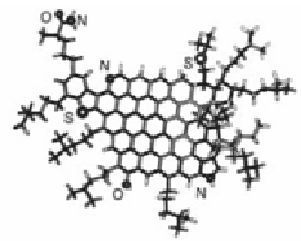
4- Automatisation

5- Conclusion - Perspectives

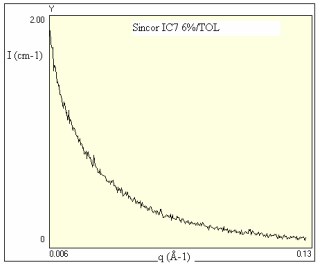
© IFP

1/- Systèmes étudiés

➢ Produits lourds : brut pétrolier, asphaltènes :



3 < Nanoagrégats < 30 nm ⟶ Peu de diffusion
En solution : (HC/HC) ⟶ Peu de contraste

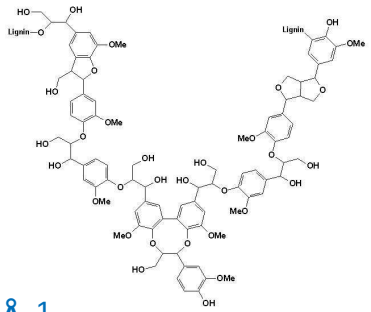


I=f(q)

Infos : **Mw, Rg, A2**

Fonctions de : **T°,concentration, nature du solvant**

➢ Lignine (biopolymère – composés phénoliques) :



Macromolécules

Transformation Biomasse ⟶ Énergie

Besoins techniques ⟹ Domaine de q : 5.10^{-3} - 0.5 $Å^{-1}$

Temps d'acquisition raisonnable

© IFP

2/- Description et développement du montage

Détecteur proportionnel
à localisation linéaire 1D
ELPHYSE
Hc=8mm / L=5cm

Collimation à optimiser ??

Φ~ 5.10^6 ph/s

Φ(1mm²) ~ 10^9 ph/s

D

Beam Stop

F3
0.88 x 0.88 mm

F2
0.3 x 0.3 mm

F1
0.3 x 0.3 mm

Source

Optique

30 < D < 130 cm

70 cm

90 cm

RIGAKU MM007
A.T (Cu)
Foyer : 70*70µ
P=800 W / E~10 keV

Miroir elliptique
multicouches **XENOCS**
λ=1.5418 Å
Collimation ∞

Domaine de q observable :
5.10^{-3} à 0.5 Å^{-1}

Environnement échantillon

Enceinte close à P_{atm}

Passeur 10 positions
Capillaires
Thermostaté (-30 à +80°C)
Platine de déplacement contrôlée par PC

© IFP

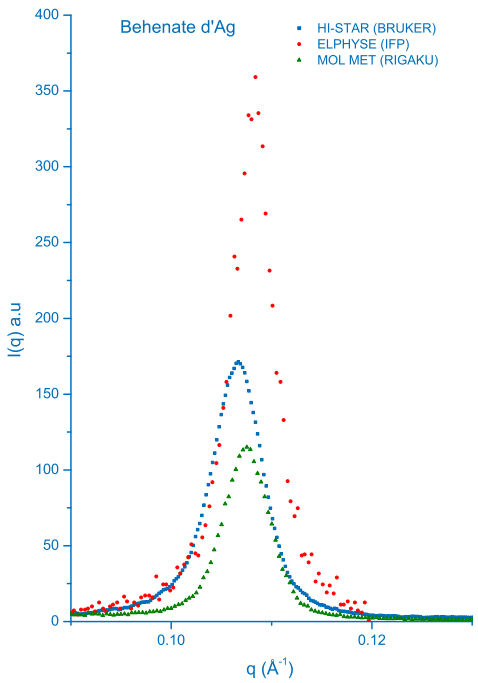
3/- Enquête détecteur 2D

2 modèles évalués :

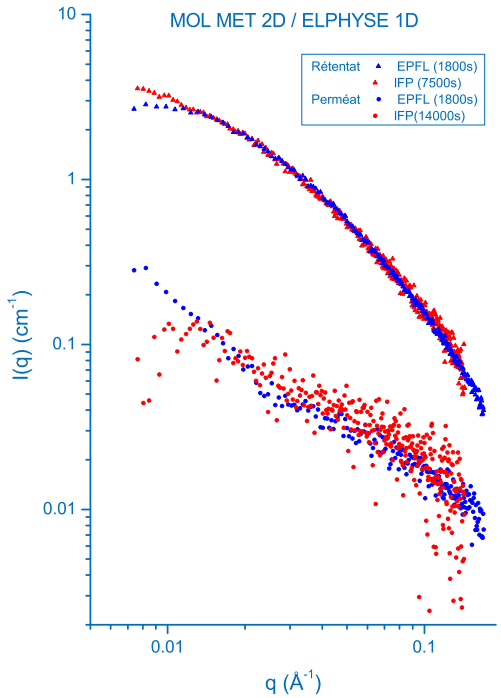
-HI-STAR (BRUKER)- CRPP (Bordeaux) ;

-MOL MET (RIGAKU) (2 tailles) - EPFL (Lausanne).

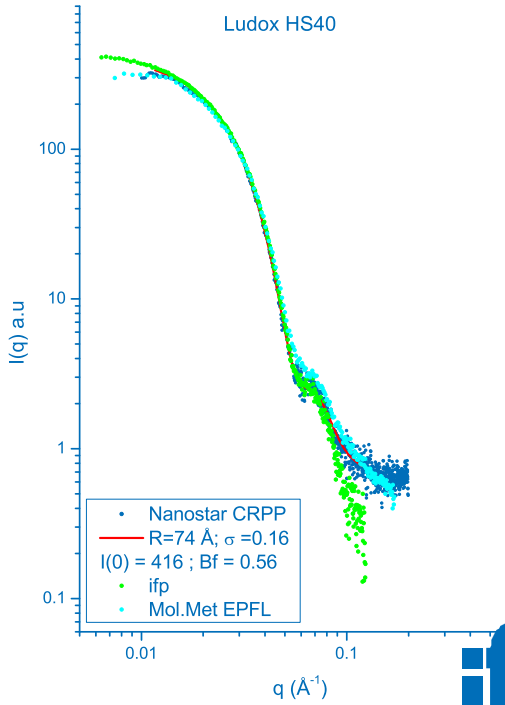
Étude des performances techniques par l'acquisition des spectres d'échantillons connus.



1er Pic de diffraction du Ag Be



Asphaltènes de petites et grandes masses à 3%w/Toluène



Billes de Silices monodisperses : Ludox HS 40

© IFP

3/- Enquête détecteur 2D

Points communs :

- Surface active de comptage (120mm de diamètre) ;
- Résolution et BdF cosmique comparables ;
- Traitement des spectres jusqu'à l'échelle absolue.

Différences :

- Beam Stop : Pindiode (RIGAKU) / Piège opaque (BRUKER) ;
- Logiciel d'acquisition : Sources ouvertes (RIGAKU) / logiciel fermé (BRUKER)
- Option : Détecteur MOL MET de 200 mm

Gain d'une décade en temps d'acquisition, large domaine de q, automatisation possible, (étude de cinétiques....)

MOL MET 200 mm (RIGAKU)

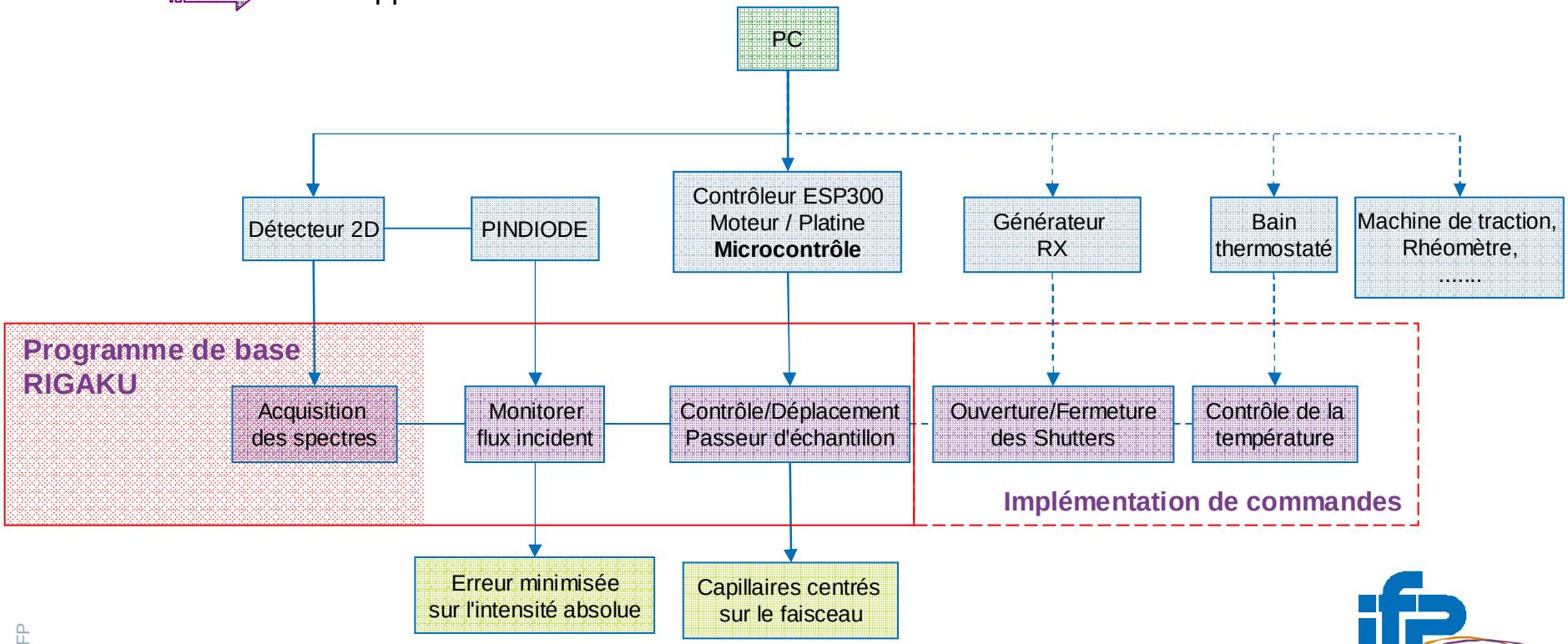
© IFP

4/- Automatisation

Août 2007 : acquisition détecteur 2D (200mm) RIGAKU

Possibilité d'implémenter des commandes spécifiques dans le programme de base RIGAKU

Développement en interne



© IFP

5/- Conclusion - Perspectives

Montage généraliste :

- $5.10^{-3} < q < 0.5$ Å^{-1}
- Φ(sur échantillon) = 5.10^{6} ph/s
- Collimation ponctuelle, faisceau de section < 1 x 1 mm

Perspectives :

- Optimisation collimation (position relative F2/F1, ouvertures F2/F1)
- Automatisation poussée et développement de l'environnement échantillon

© IFP