## Une caméra de diffusion RX à collimation à longue distance

SPrAM (CEA-Grenoble)

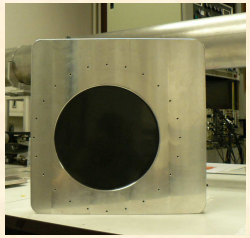
*Principe du montage (source RX, optique, détecteurs)*

*Exemples d'utilisation (SAXS et WAXS)*

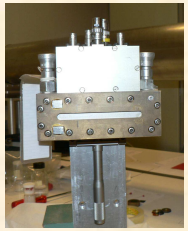
*Conclusions (comparaison optique KB et optique multicouche)*

## Principes géométriques et objectifs du montage du SPrAM :

. . . un montage de laboratoire **haute résolution à collimation ponctuelle** permettant d'étendre les mesures **SAXS 2D** du domaine classique 0.6 – $10^{-2}$ Å$^{-1}$ au domaine **$2\times10^{-2}$ – $2\times10^{-3}$ Å$^{-1}$**



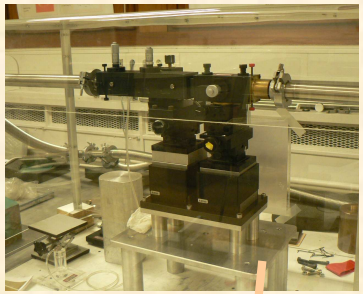
Détecteur 2D ($Xe/Co_2$)
Φ 20 cm
Résolution 500 µm (FWHM)



Détecteur 1D ($Xe/Co_2$)
L 10 cm
Résolution 200 µm (FWHM)

Fentes anti-diffusion
Position échantillon

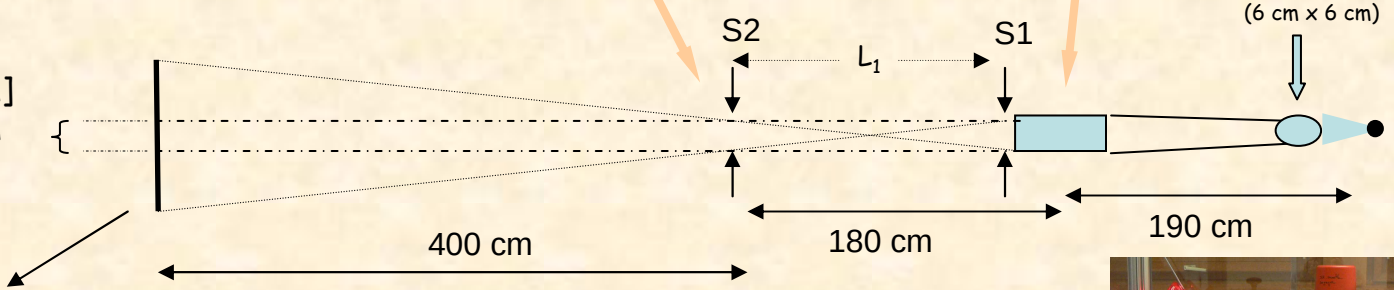
Miroirs Ni : 8 cm (V) - 16 cm (H)
réflexion totale (θ = 6 mrad)
focalisation verticale - horizontale



Anode tournante
FR591 Cu (3 kW)
source 200 µm x 200 µm

miroirs Ni
(6 cm x 6 cm)

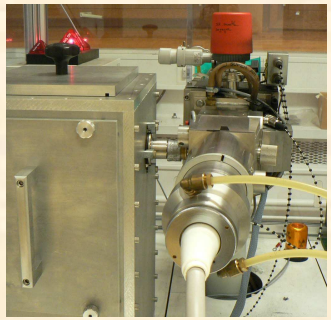
f/s = [MD] /[SM]
f ~ 3 s ~ 600 µm



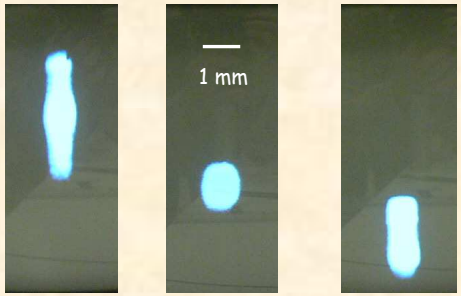

**Beam-stop Φ 4 mm**
**$Q_{min}$ = $2\times10^{-3}$ Å$^{-1}$**

**Beam-stop Φ 6 mm**
**$Q_{min}$ = $3\times10^{-3}$ Å$^{-1}$**

Résolution aux petits angles $d_{max} = 2\pi/q_{min} \sim \lambda/2\ L_1/S_1$

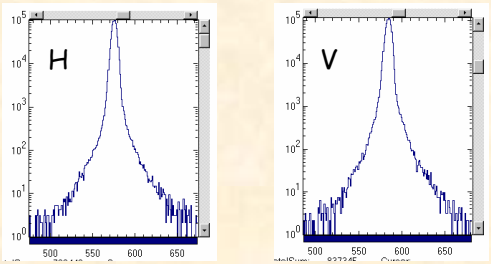


## Miroirs à focalisation verticale et horizontale




*Focalisation verticale en position de détection à 8m de la source*

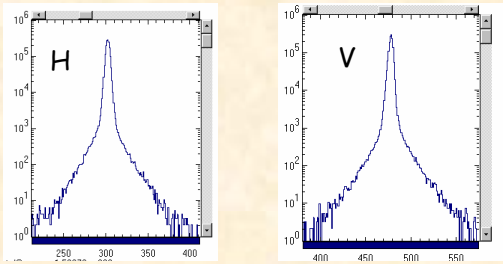
## Profils du faisceau




**mesuré en position détection** (8m de la source)

$FWHM_H$ = 550 $\mu$m

$FWHM_V$ = 650 $\mu$m




**mesuré en position échantillon** (4m de la source)

$FWHM_H$ = 350 $\mu$m

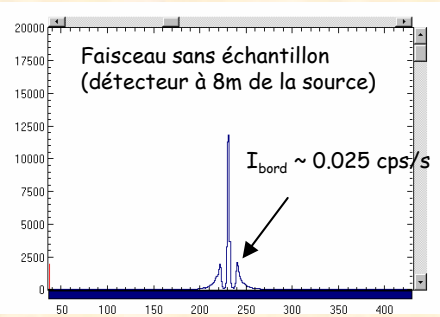
$FWHM_V$ = 400 $\mu$m

## Beam-stop

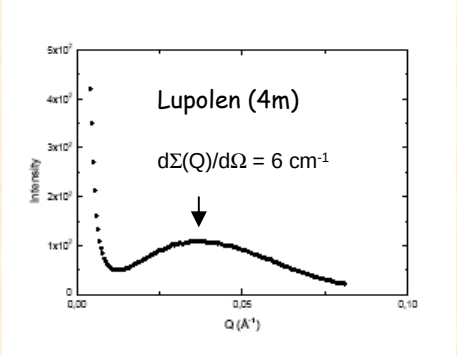
- diamètre 4mm ou 6mm
- semi transparent (260 $\mu$m Ni)
- normalisation par $\Phi$ incident et transmission échantillon

## Ajustement des fentes

optimisation de la sensibilité de la caméra




## Calibration en intensité



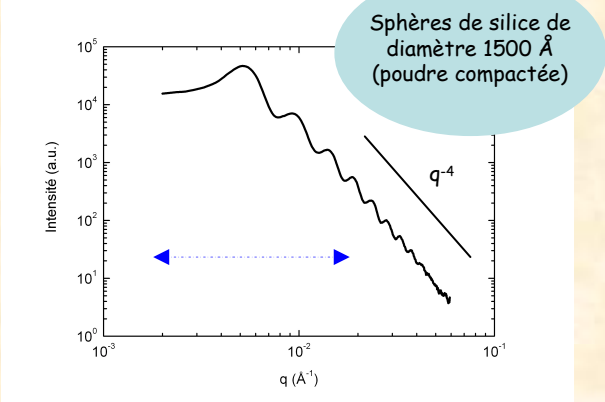

## Caractéristiques

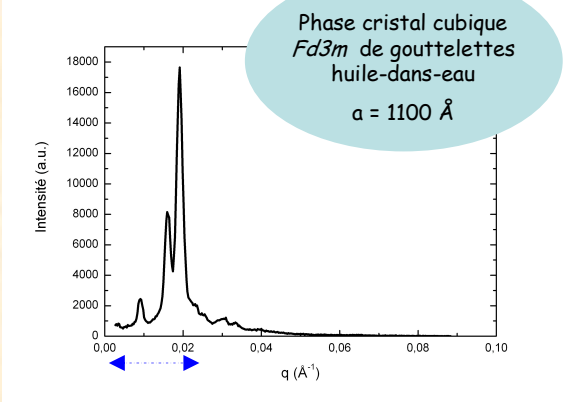
| | |
|---|---|
| Flux sur échantillon | $6\times10^6$ ph/s |
| Faisceau (FWHM) (position échantillon) | $350\times400$ $\mu m^2$ |
| Divergence (FWHM) faisceau après optique | $h=0.16\times10^{-4}$ mrad<br>$v=0.31\times10^{-4}$ mrad |
| Sensibilité (BS 6mm) | $1.5\times10^{-8}$<br>($q = 3\times10^{-3}$ Å$^{-1}$) |
| Dynamique de mesure | $q_{max}/q_{min}$ = 30 |
| Bruit électronique | $8\times10^{-5}$ ct/s/pixel |

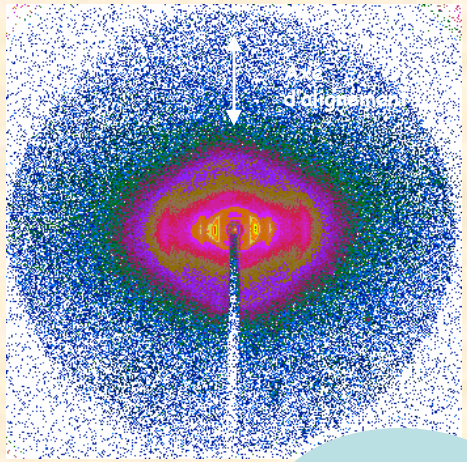
$[ph/s/pixel]_{bord}$ / $[ph/s]_{faisceau}$ = $1.5\times10^{-8}$ (pour $q = 3\times10^{-3}$ Å$^{-1}$)

## Mesures de diffusion avec détecteur à 4 m (SAXS haute résolution)

Accès au domaine de diffusion $10^{-2}$ - $2x10^{-3}$ $Å^{-1}$ avec un flux élevé (~ $6x10^6$ ph/s) pour une zone éclairée < 1 $mm^2$ (faisceau ~ 400 $\mu$m FWHM) → étude des structures et organisations sur des distances de 500 à 2000 Å (colloïdes, mésophases cristal liquide, etc).



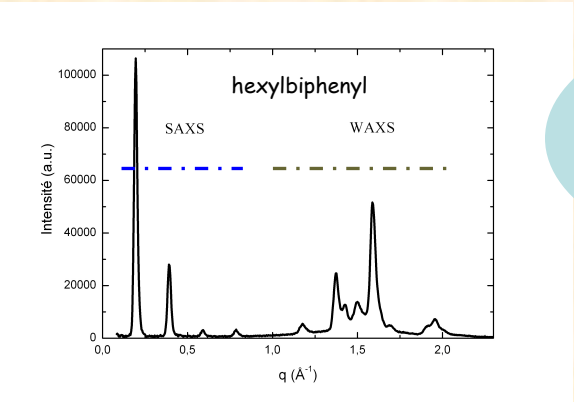



Phase cristal liquide hexagonale de cylindres huile-dans-eau

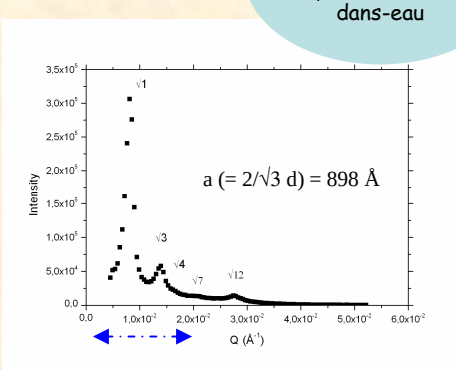
## Distance échantillon-détecteur ajustable jusqu'à 10 cm (SAXS - WAXS)

Possibilité de couvrir en une seule mesure le domaine $10^{-1}$ - 3 $Å^{-1}$
→ mesure simultanée des domaines SAXS et WAXS




Phase cristal d'un composé n-alkylbiphenyl $C_nH_{2n+1}BP$, n = 6,8 & 10

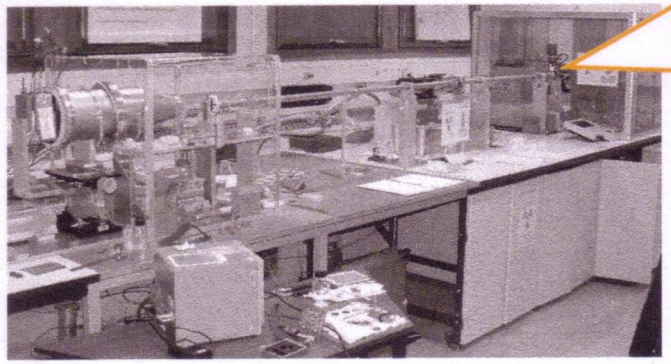
Organisation lamellaire d = 32 Å



# Conclusion : essai de comparaison entre montage KB et optique multicouche

The SAXS technique is performed in transmission mode. The scattering features at these angles correspond to structures ranging from tens to thousands of Angstroms.

In this mode, polymer samples are typically 1-2 mm thick, leading to about 60% absorption of the incident x-ray (Cu $K_\alpha$) beam.



The related experiments were performed in order to demonstrate the Xenocs mirror advantages for SAXS applications.

The FOX optic achieves very low values of minimum detectable scattering vector ($q_{min}$) while providing high flux on the sample and low background.

CEA, Grenoble, France
DRFMC /SI3M

Courtesy of
Dr. A. de Geyer

| | |
|---|---|
| X-ray generator | Nonius FR591 RAG |
| Point source | 0.1 x 0.1 mm² |
| Working Power | 1200 W (40 kV, 30 mA) |
| Xenocs optic | FOX 2D CU 12_INF |
| 3 slits configuration | vacuum tubes between the slits |
| source-sample distance | 350 cm |
| Measured divergence (with a CCD camera) | V=0.88 mrad FWHM<br>H=0.75 mrad FWHM |

DMC-040128 - FOX 2D Saxs Application Note - 02

Optique multicouche (Xenocs) à collimation ponctuelle FOX 2D

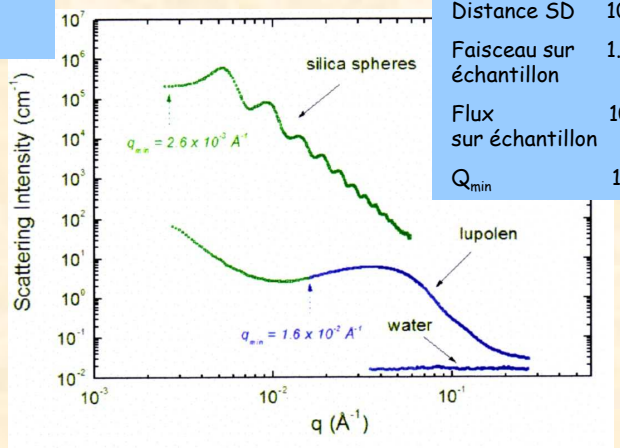
Miroir confocal à gradient de courbure

| | |
|---|---|
| Faisceau (sortie optique) | 1.2x1.2 mm² |
| Divergence (FWHM) | 0.8 mrad |

*Conditions des mesures pour haute résolution*

| | |
|---|---|
| Distance SD | 354 cm |
| Faisceau sur échantillon | 0.45 mm (FWHM) |
| Flux sur échantillon | $6\times10^6$ ph/s |
| $Q_{min}$ | $2.6\times10^{-3}$ Å$^{-1}$ |

Mesures avec optique FOX 2D




*Conditions des mesures pour haut flux*

| | |
|---|---|
| Distance SD | 108 cm |
| Faisceau sur échantillon | 1.85 mm (FWHM) |
| Flux sur échantillon | $10^8$ ph/s |
| $Q_{min}$ | $1.6\times10^{-2}$ Å$^{-1}$ |

## Conclusions

Un montage à collimation ponctuelle avec une combinaison de deux ensembles KB présente des caractéristiques intéressantes pour des mesures SAXS 2D à haute résolution sur le domaine $2\times10^{-3}$ – $10^{-2}$ Å$^{-1}$

Il semble que la valeur $6\times10^6$ ph/s pour une largeur de faisceau utile de 0.40 mm (FWHM) soit aujourd'hui un optimum (on a pas mieux avec multicouche).

L'optique multicouche FOX 2D permet un gain considérable en sensibilité vis-à-vis des mesures SAXS 2D sur le domaine $10^{-2}$ – 0.6 Å$^{-1}$

# Remerciements

Philippe Montmayeul (CEA/DRFMC)

Gilles Albert (UJF/SPrAM)

Menhard Kocsis (ESRF)

Pascal Boulée (Xenocs)