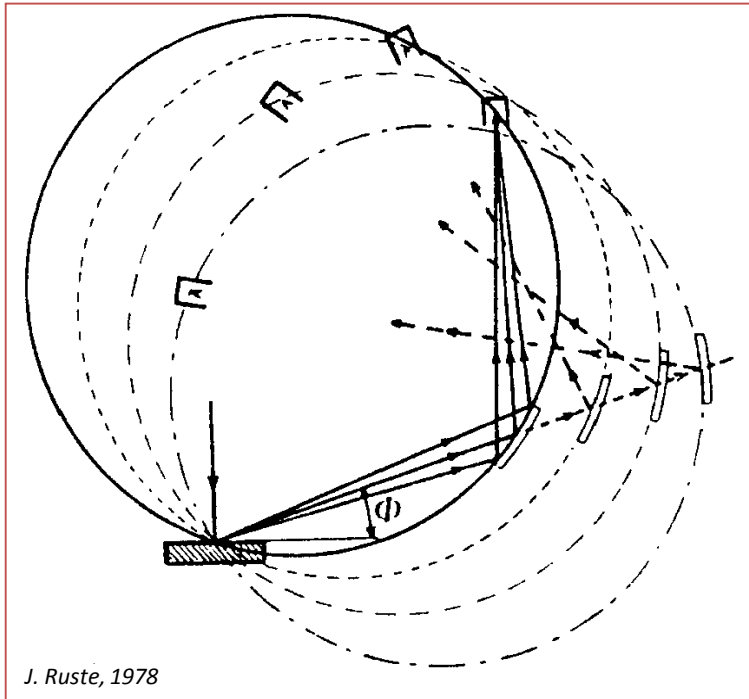


# Spectromètres de RX à dispersion de longueur d'onde (WDS) à faisceau parallèle

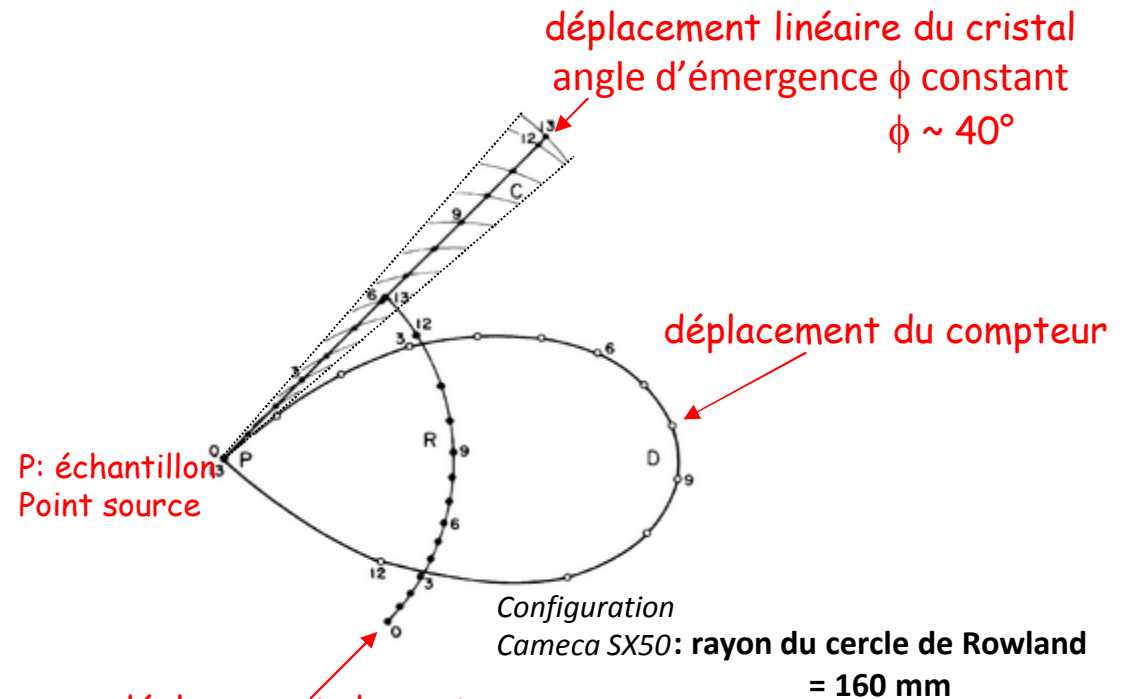
Florence Robaut



# Spectromètres WDS conventionnels



*mouvement couplé cristal-compteur complexe  
mécanique de grande précision*



## Spectromètre focalisant :

- $\forall \theta_{\text{Bragg}}$  : source de ray<sup>t</sup> X ,  
cristal et détecteur sur cercle de focalisation  
cercle de Rowland (R)
- cristaux courbés , taillés

déplacement du centre  
du cercle de Rowland

Contraintes d'encombrement  $\Rightarrow \theta : 13^\circ$  à  $57^\circ$   
 $\sin \theta : 0.22$  à  $0.84$

Pour  $R=160$  mm, dist. source-cristal  $L : 70$ mm à  $270$ mm

$\sin \theta = L / 2R$

$\forall \theta$ , ouverture du faisceau analysé  $\sim 5^\circ$   
angle solide :  $\Omega = \text{Surf.} / L^2 \sim 6 \text{ msr.}$

# Spectromètres WDS conventionnels

Microsonde de Castaing

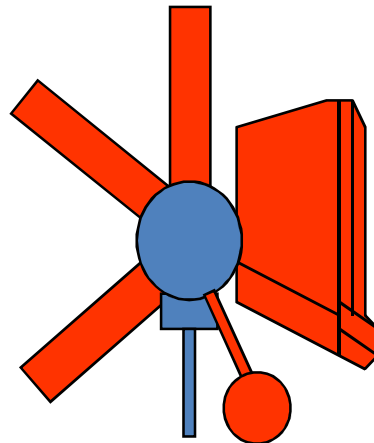


Dépt. atomic En., India

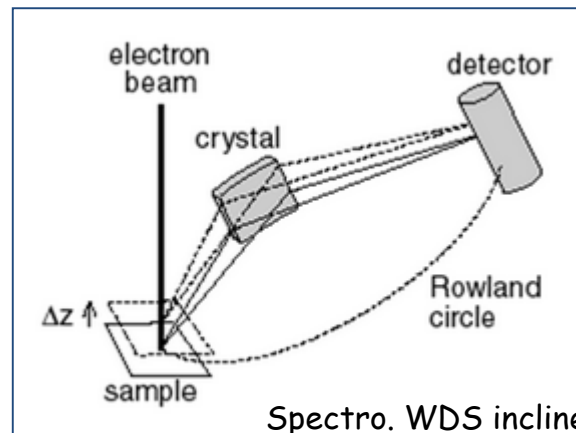
Spectro. WDS  
MEB



Alabama Univ.



Microsonde de Castaing :  
Spectro. WDS :  
1 incliné + 3 verticaux



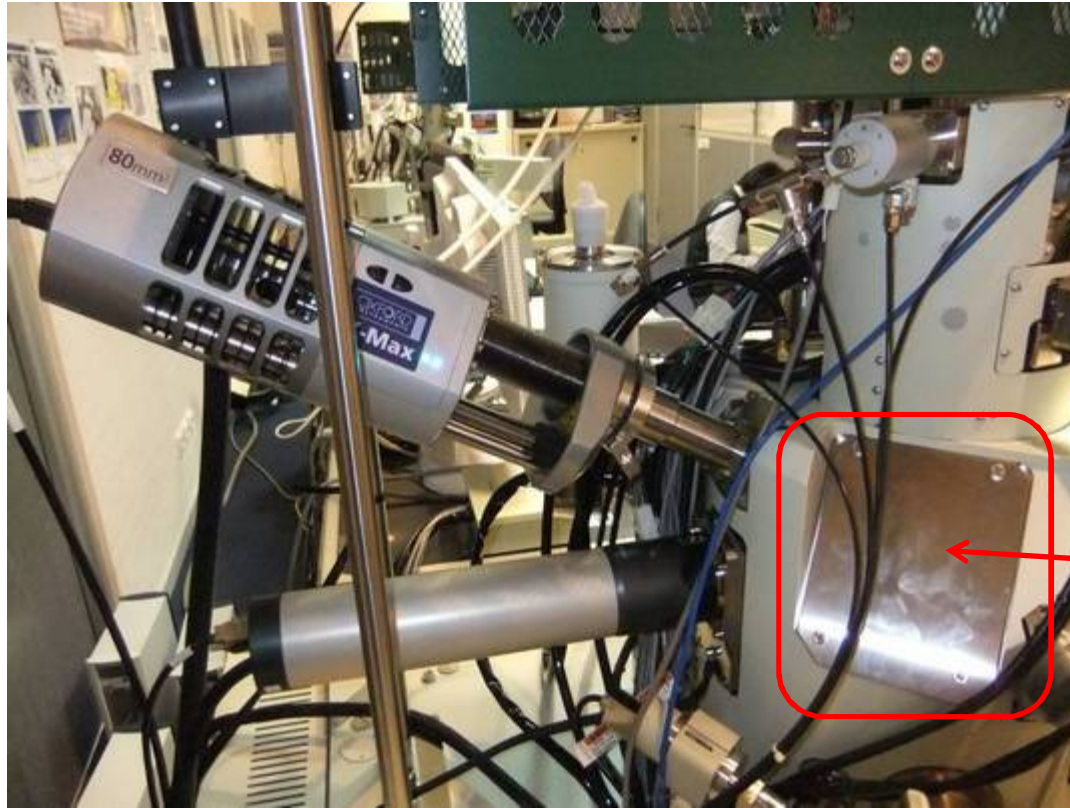
## Spectro. Incliné (C de Rowland incliné)

- montage encombrant
- peu sensible aux  $\Delta z$  ( $\Delta\theta_{\text{Bragg}}$  faible)
- angle d'émergence  $\phi_{\text{ct.}} \sim 30\text{-}35^\circ$  (MEB)

$R_C$  de Rowland relativ<sup>t</sup> élevée (210 mm.) (MEB)

→ distance Pt. source X-cristal élevée  
optimiser Int. X collectée grâce aux  
cristaux larges (angle solide  $\sim$  qq. msr.)

# Spectromètres WDS conventionnels - MEB



port  
WDS  
spécifique

Ex. d'application : présentation Frédéric Christien, Polytech'Nantes – vendredi 7 décembre

# Spectromètres WDS à faisceau parallèle

*Développés au milieu des années 1990*



*Parallax Research*

Système compact  
monté sur port  
de petite dimension



*Thermo Scientific*

# Spectromètres WDS à faisceau parallèle

## ► Points communs avec les spectro. WDS conventionnels :

Réflexion sélective des RX → cristaux monochromateurs

Détection des RX diffractés → compteur proportionnel à gaz

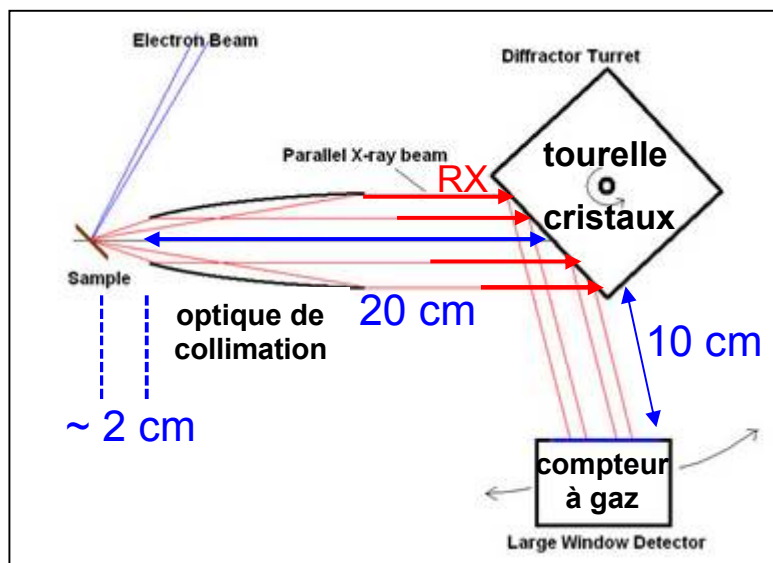
## ► Spécificité des spectro. WDS à faisceau // :

**Optique de collimation** → pour améliorer le rendement de collecte des RX émis

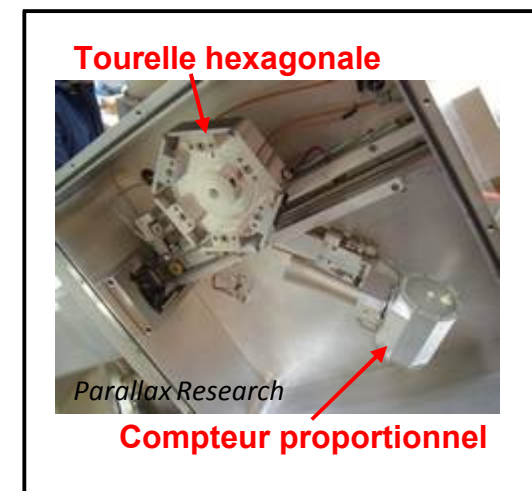
→ re-dirige les RX émis en un faisceau // sur le cristal monochromateur

Cristaux courbes remplacés par **cristaux plans de grande dimension** (typiq<sup>t</sup>. 5 cm x 2 cm)  
(jusqu'à 6 cristaux sur tourelle)

$\forall \theta_{\text{Bragg}}$ , **cristal à distance Cte. du point source X**, simple mvt. de rotation ( $\theta_{\text{Bragg}}$  variable)

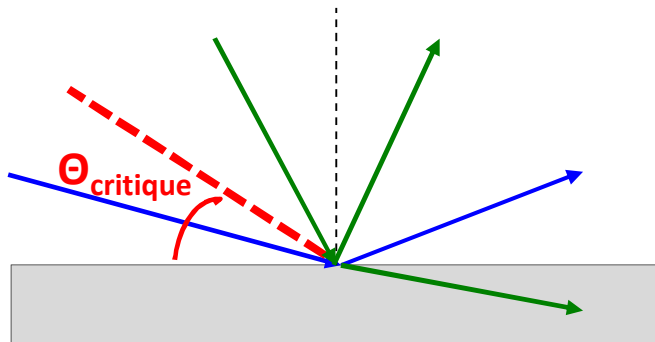


→ Système compact  
monté sur port  
de petite dimension



# Spectro. WDS faiscc. // : Optique de collimation

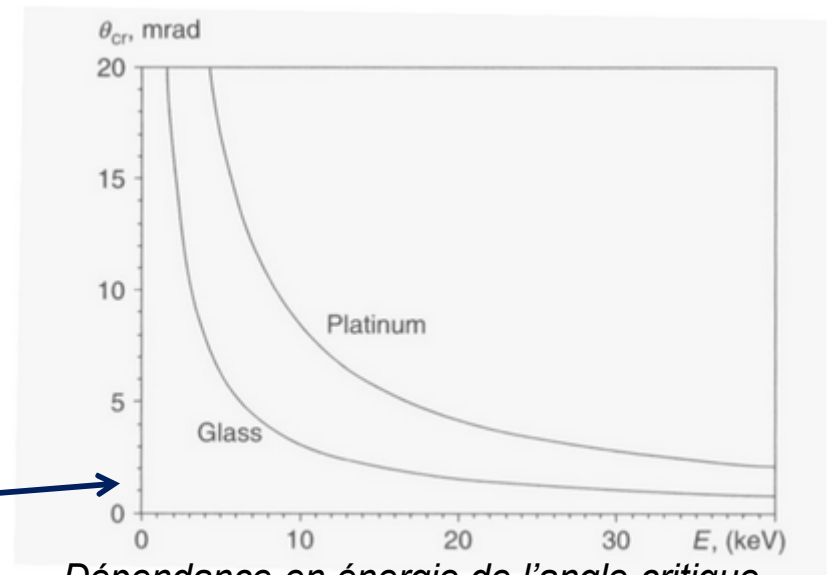
Principe de la réflexion totale  
à faible angle d'incidence :



Réflexion totale des RX si :  
angle d'incidence sur surface lisse  
de l'optique  $<$  angle critique

L'angle critique dépend de :  
• matériau constituant le miroir  
• En. RX

2 types d'optique de collimation utilisés  
sur les systèmes WDS

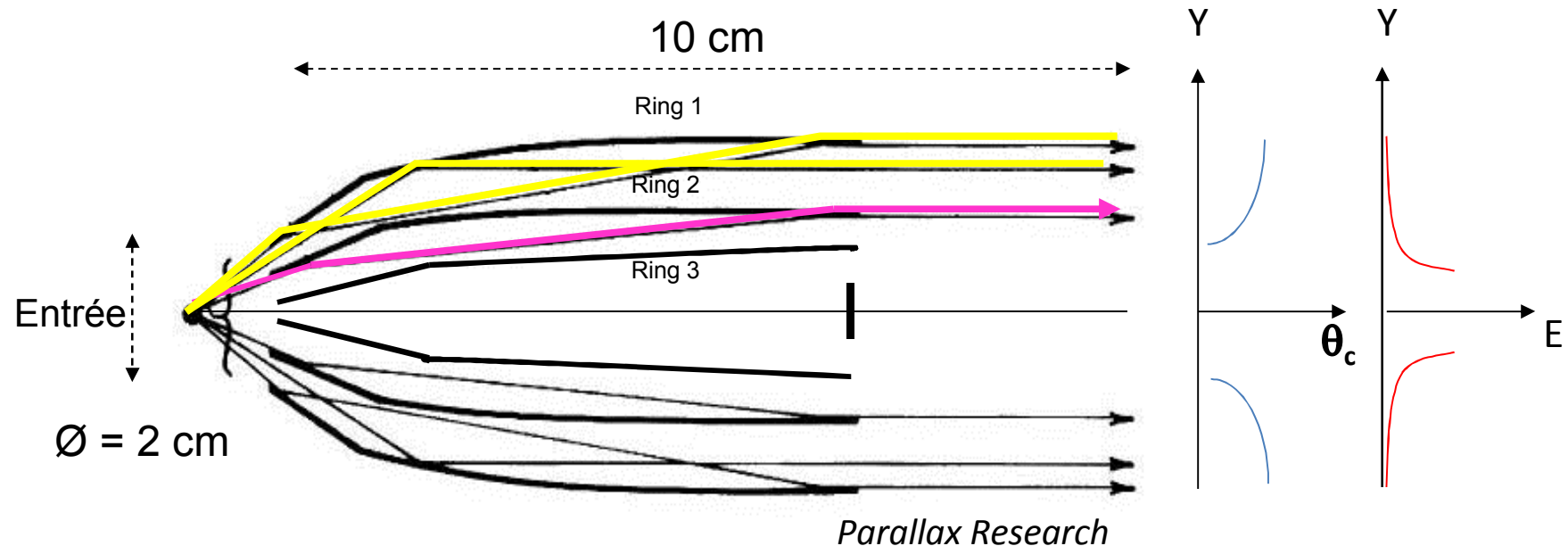


Dépendance en énergie de l'angle critique  
pour la réflexion totale externe

→ l'angle critique diminue  
pour Energie du RX croissante

# Spectro. WDS fais. // : miroirs concentriques

- dédié analyse des éléments légers ou analyse à basse tension (MEB-FEG) avec angle solide de collecte élevé



3 miroirs métalliques emboîtés de forme parabolique (section longitudinale) (alliage Al + couche Ni ép. 20  $\mu\text{m}$ )

- miroir extérieur collimate les photons de plus faible énergie
- miroir interne collimate les photons de plus haute énergie

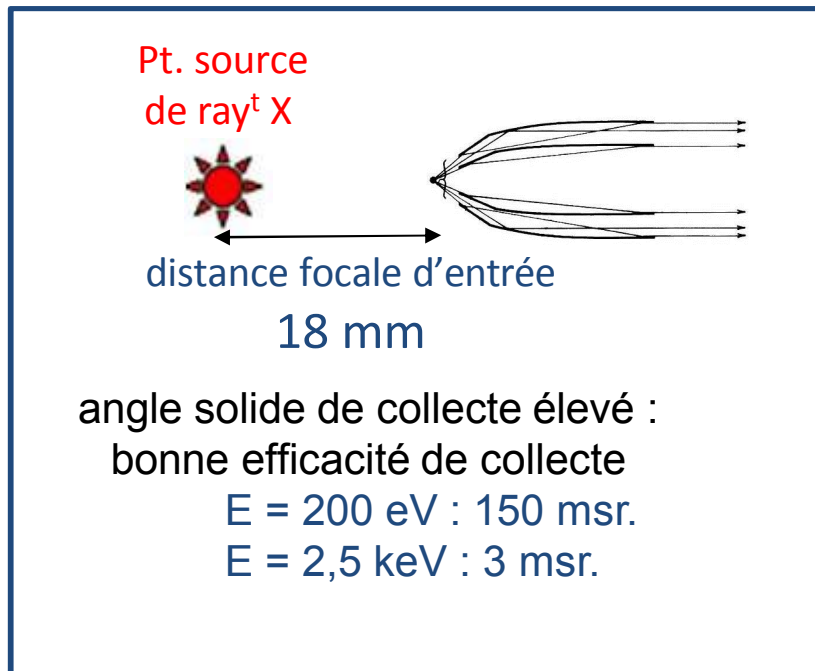
Ring 1 :  $E < 500$  eV (angle de réflexion jusqu'à  $6^\circ$ )

Ring 2 :  $E [500-1500$  eV]

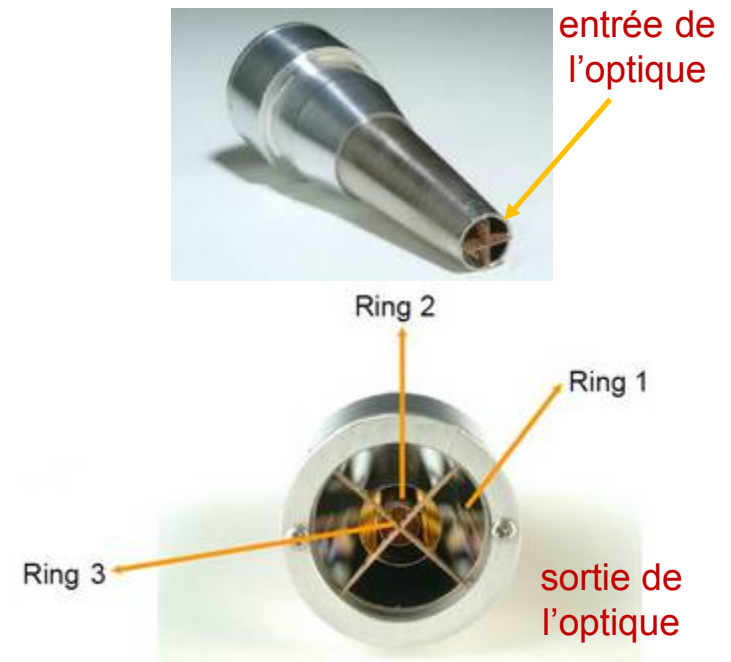
Ring 3 :  $E [1500-2400$  eV]

# Spectro. WDS faiscc. // : miroirs concentriques

- en raison de la géométrie et de la conception de cette optique (angle d'ouverture à l'entrée, diamètre d'entrée, longueur de l'optique), ce dispositif couvre une courte gamme en énergie des photons de 80 eV à 2,5 keV (3,3 keV)



Ce dispositif est dédié à l'analyse des éléments légers : Be à S (B, C, N, O en particulier) avec résolution en  $E_n$  < 20 eV

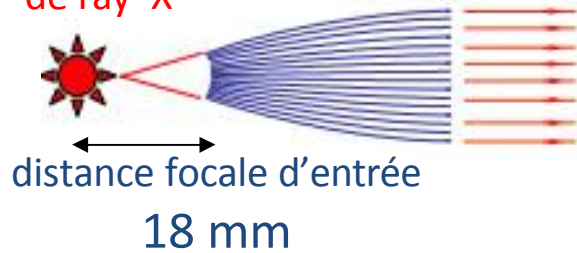


divergence du faisceau RX en sortie des miroirs  $\sim 0.1^\circ$

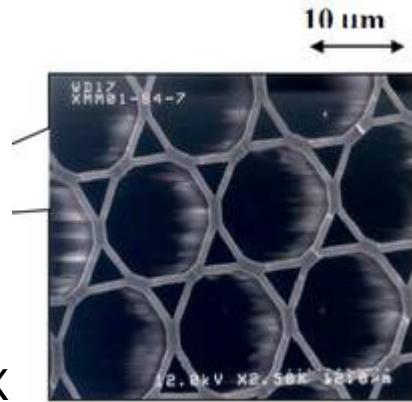
(Parallax Research, EDAX)

# Spectro. WDS faiscc. // : polycapillaires

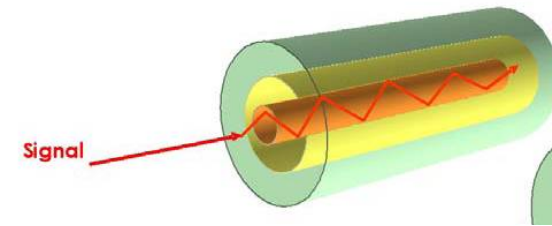
Pt. source  
de ray<sup>t</sup> X



distance focale d'entrée  
18 mm  
angle solide de collecte élevé :  
bonne efficacité de collecte des RX  
E > 2 keV : 12 msr.



X-ray Optical Systems



for silicate glass:  $\theta_c (mrad) \cong \frac{30}{energy(keV)}$

divergence du faisceau RX  
en sortie : 0,1° – 0,3°

Optique constituée de milliers de tubes creux en verre -microcanaux-  
- diamètre interne individuel [8-50 µm]-

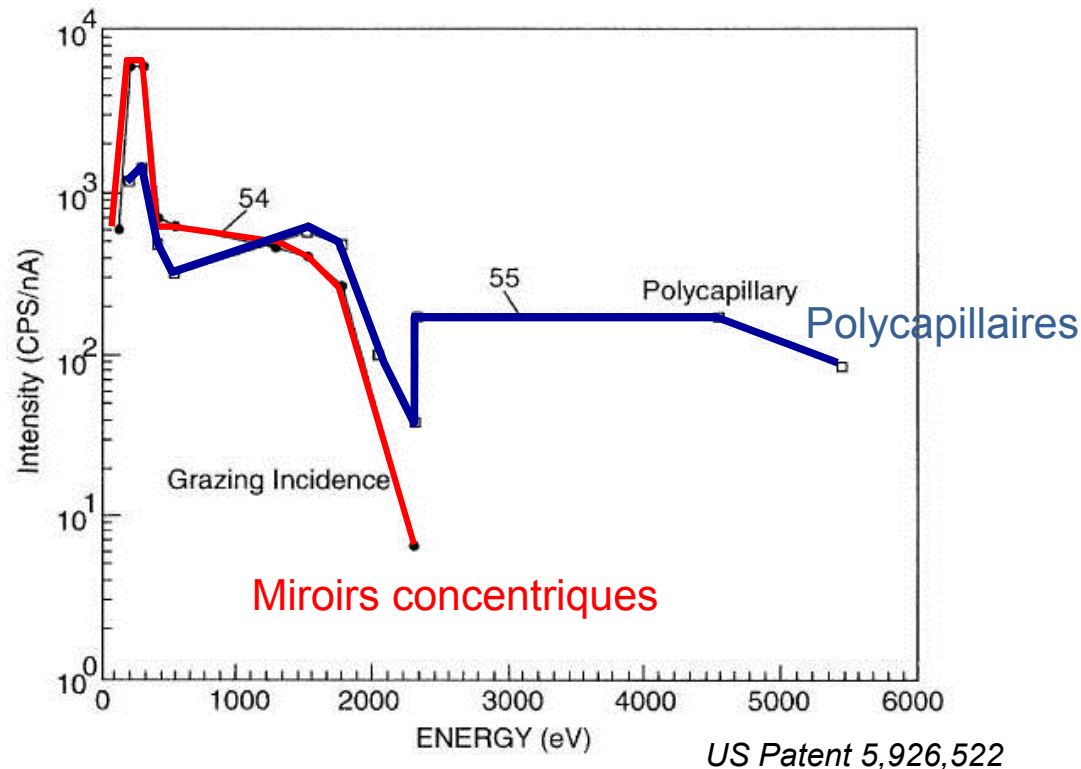
Ray<sup>t</sup> X est capturé à l'entrée, confiné et guidé sur une longue distance

angle de réflexion : qqes. 1/10° dans la gamme d'énergie des photons 3-10 keV

- en raison de la géométrie et de la conception de l'optique (angle d'ouverture à l'entrée, diamètre d'entrée, longueur de l'optique), ce dispositif couvre une gamme en énergie des photons de 150 eV à 10 keV

# Spectro. WDS fais. // : optique hybride

- optique polycapillaire imbriquée dans des miroirs concentriques



Photons de basse énergie :

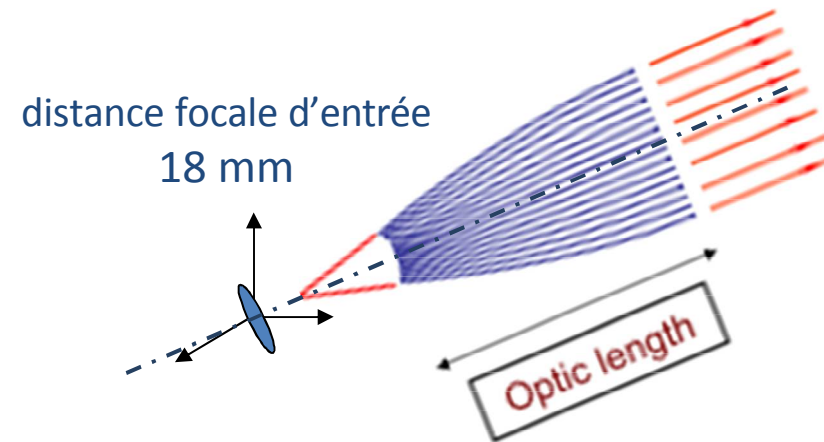
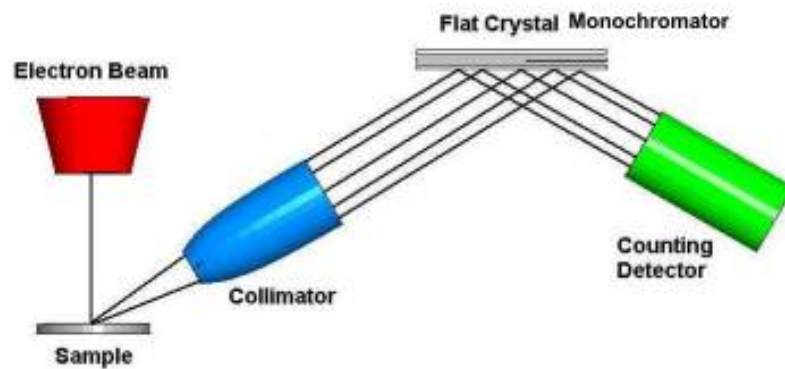
miroirs concentriques : plus grande efficacité de réflexion p.r. à l'optique polycapillaire

Photons de plus haute énergie :

optique polycapillaire est plus efficace

# Spectro. WDS faiscc. // : positionnement de l'optique de collimation

Les 2 optiques sont **sensibles au positionnement** : le **point source de RX** sur l'échantillon doit être **au point focal de l'optique** de collimation



L'échantillon doit être positionné à la valeur adaptée de WD

Pour une raie ( $\theta_{\text{Bragg}}$ ) donnée :  
Intensité max.obtenue

- Z échantillon
- déplacement du cristal-compteur
- déplacement motorisé de l'optique

→ procédure automatisée  
intégrée au système d'analyse

## Taille du point focal en entrée

(taille de la surface de la source X pouvant être correctement collimatée par l'optique)

Dépend de  $\theta_{\text{critique}}$  et donc de l'énergie des RX

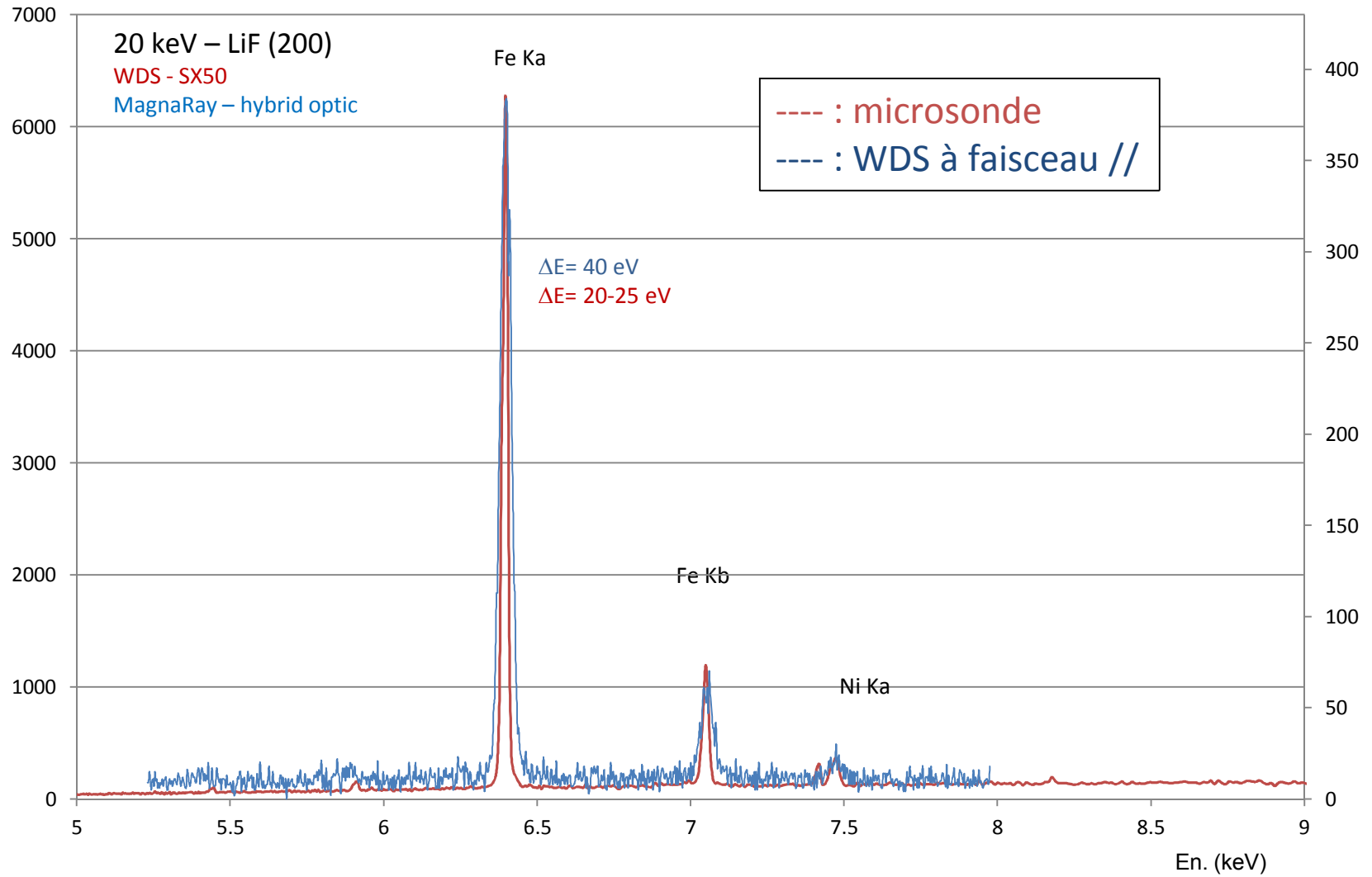
(RX de plus faible énergie - $\theta_{\text{critique}}$  plus élevé- peuvent être collimatés depuis une plus grande surface au point focal)

Exemple des miroirs concentriques :

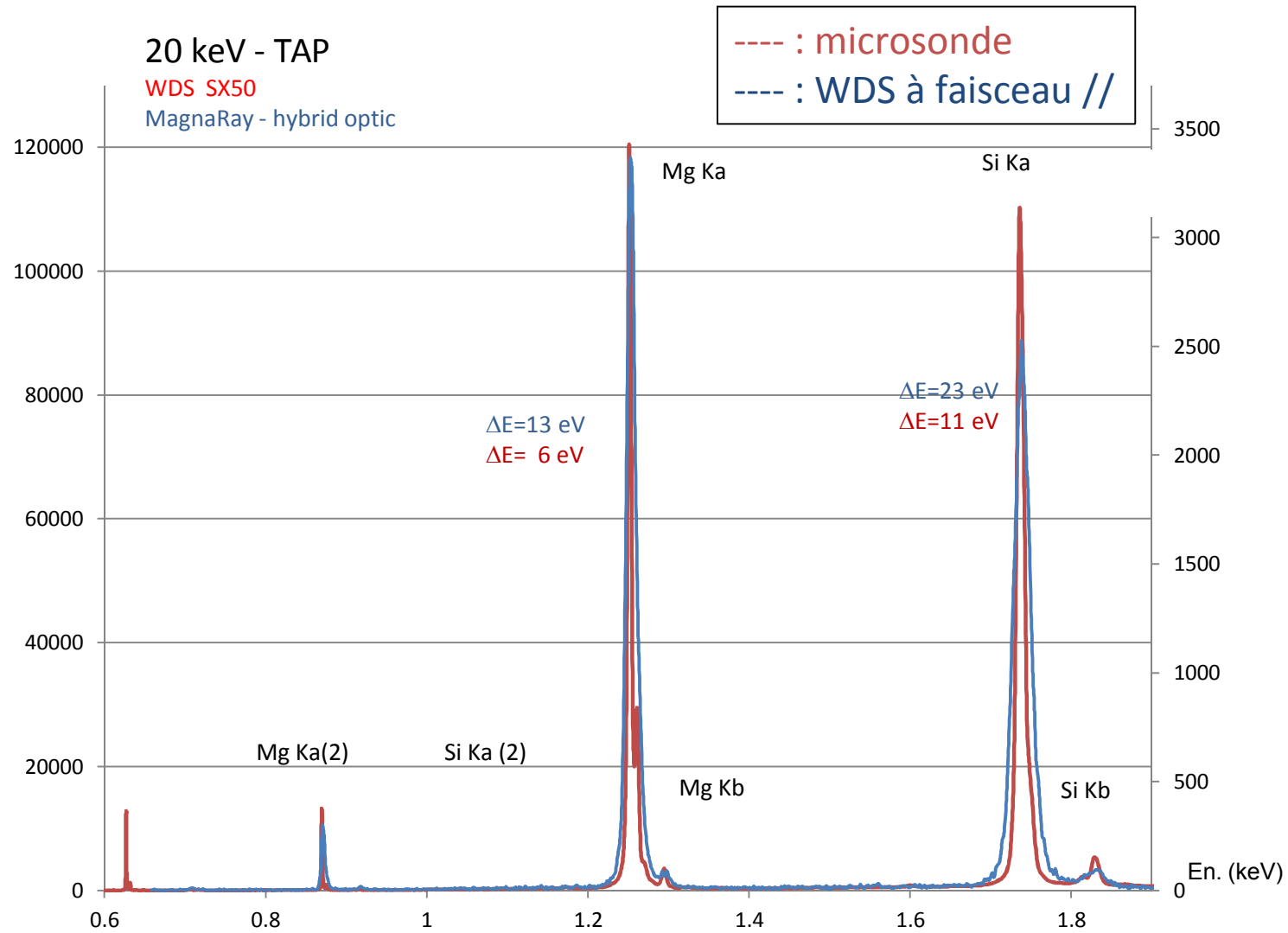
$\varnothing_{\text{pt. focal d'entrée}} \sim 200 \mu\text{m}$  (Be  $K\alpha$  : 0,108 keV)

$\varnothing_{\text{pt. focal d'entrée}} \sim 25 \mu\text{m}$  (Si  $K\alpha$  : 1,75 keV)

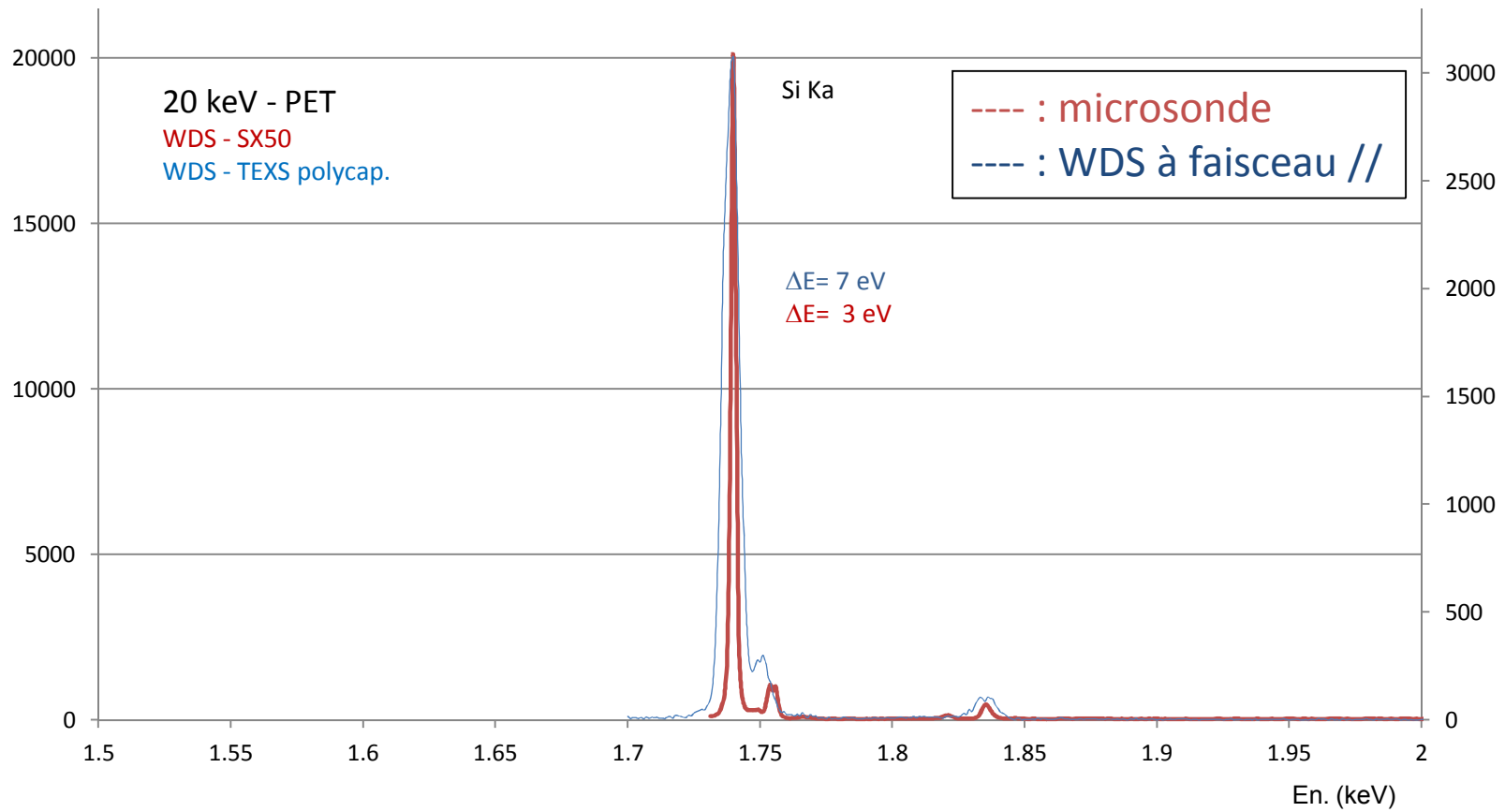
# Spectre de l'olivine



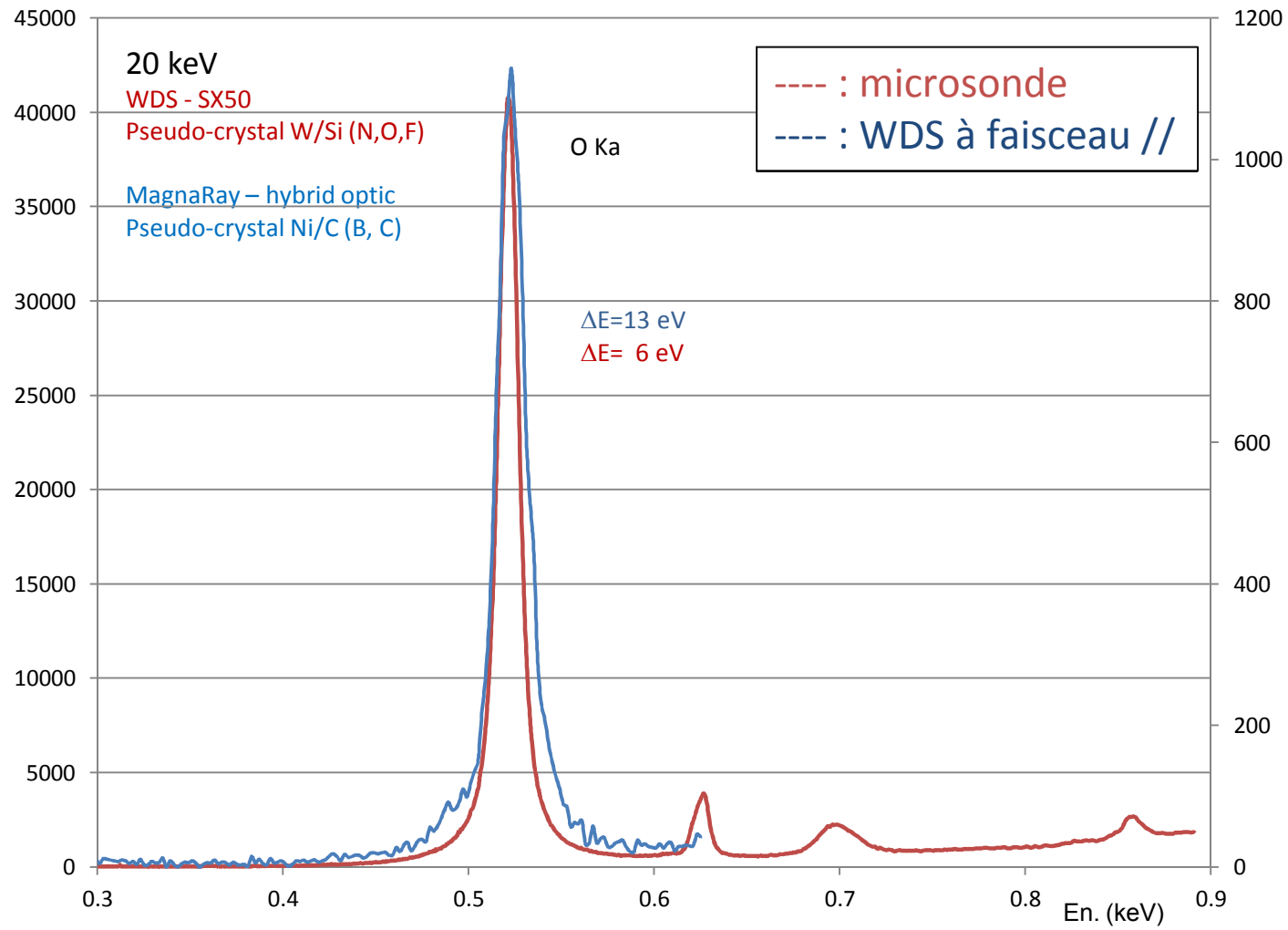
# Spectre de l'olivine



# Spectre de l'olivine



# Spectre de l'olivine



## SPECTROMETRIE WDS – CONCLUSION GENERALE

### WDS :

- bonne résolution spectrale
- bon rapport Pic / FC

conditionne la sensibilité de la technique :

limite de détection ~ 100 ppm

permet l'analyse quantitative des éléments légers

- ☹ : durée d'acquisition

EDS : recueil de la totalité du spectre

sélection du rayt X et détection simultanée

WDS : sélection d'une bande étroite du rayt X

sélection et détection séparées

# Remerciements

Laurent Maniguet (CMTC-GrenobleINP)

Guillaume Wille (BRGM, Orléans)

Claudie Josse (Université de Bourgogne-Université de Toulouse)

François-Xavier Lefevre (CNRS CRISMAT, Caen)

Eric Pasquier (Oxford Instruments)

David Barresi (Eloïse - EDAX)

David O'Hara (Parallax Research)

Thierry Grenut (Elexience - Thermo Scientific)

Beat Gade (Thermo Scientific)

Ning Gao (XOS)