



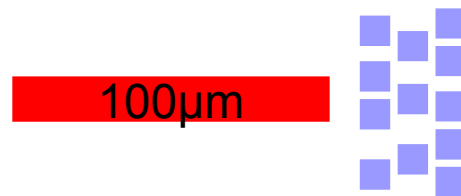
Préparer les échantillons

Ou comment tout faire pour maximiser le
rapport signal / bruit



● ● ● | Homogénéité

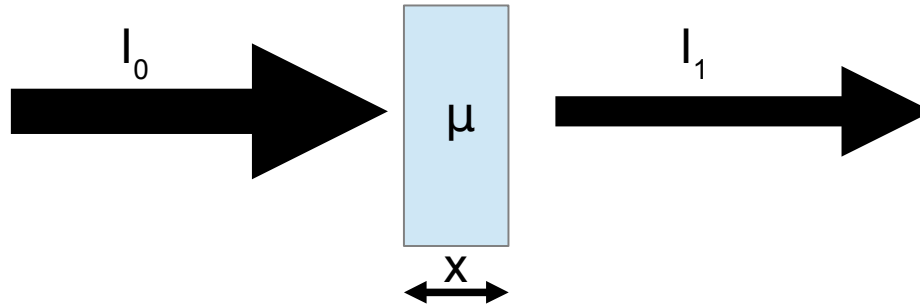
- Cas idéal : liquide, verre, film mince
- Cas le plus courant : poudre
 - pas de trous
 - grains très fins
 - \ll taille du faisceau
 - \ll 1 longueur d'absorption (idéalement...)



Vrai pour la transmission ET la fluo !

Quantité de matière

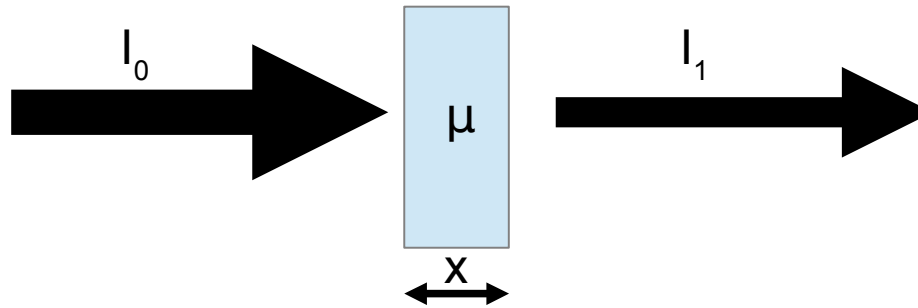
1- Transmission totale



- $I_1/I_0 \sim 10\%$ après seuil
- Beer-Lambert : $I_1/I_0 = e^{-\mu x} \sim 0,1$
 - $\mu x \sim 2.3$
 - en pratique : $1 < \mu x < 4$

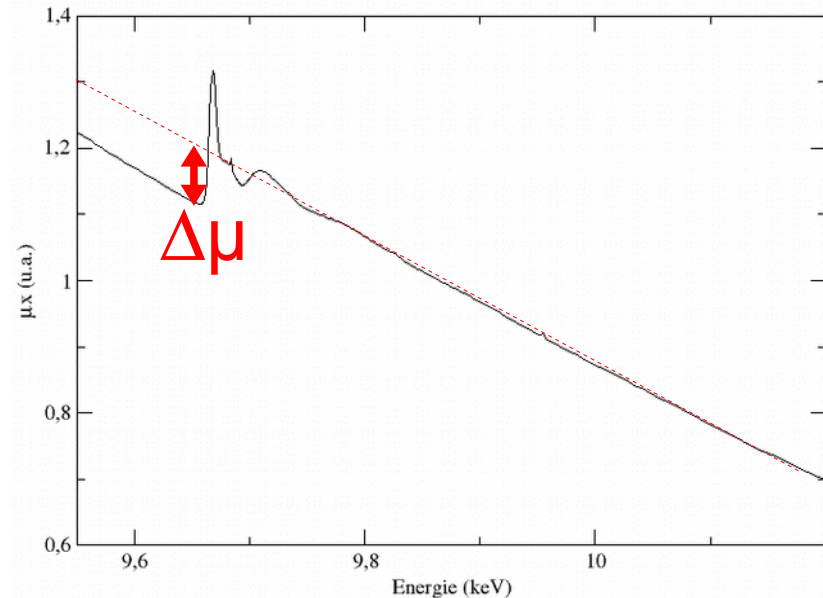
Quantité de matière

2- Saut de seuil

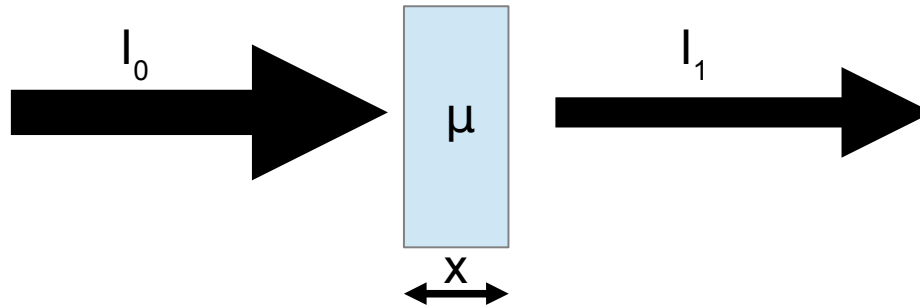


$$\Delta\mu = \mu_{\text{après seuil}} - \mu_{\text{avant seuil}}$$

$$\Delta\mu x \sim 1 \text{ (limite basse : 0.1)}$$



Absorption d'un composé



- o Beer-Lambert : $I_1/I_0 = e^{-\mu x}$
 - avec $\mu(E) = \mu/\rho(E) * \rho$
 - et $\mu/\rho(E) = \sum n_i * \mu/\rho_i(E)$

→ les valeurs de $\mu/\rho_i(E)$ sont tabulées :

<http://www.csrri.iit.edu/periodic-table.html>,

logiciel hephaestus...



Absorption d'un composé : exemple de PbCrO_4

Calcul de $\mu(\text{PbCrO}_4)$ pour le seuil K de Cr (5989eV):

	μ/ρ @5950eV (cm^2/g)	μ/ρ @6000eV (cm^2/g)	M (g/mol)	n
Pb	476,9	467,2	207,2	
Cr	66,9	516,1	52	
O	28,4	27,7	16	
PbCrO_4				



Absorption d'un composé : exemple de PbCrO_4

Calcul de $\mu(\text{PbCrO}_4)$ pour le seuil K de Cr (5989eV):

	μ/ρ @5950eV (cm^2/g)	μ/ρ @6000eV (cm^2/g)	M (g/mol)	n
Pb	476,9	467,2	207,2	
Cr	66,9	516,1	52	
O	28,4	27,7	16	
PbCrO_4			323,2	



Absorption d'un composé : exemple de PbCrO_4

Calcul de $\mu(\text{PbCrO}_4)$ pour le seuil K de Cr (5989eV):

	μ/ρ @5950eV (cm^2/g)	μ/ρ @6000eV (cm^2/g)	M (g/mol)	n
Pb	476,9	467,2	207,2	0,64
Cr	66,9	516,1	52	0,16
O	28,4	27,7	16	0,2
PbCrO_4			323,2	



Absorption d'un composé : exemple de PbCrO_4

Calcul de $\mu(\text{PbCrO}_4)$ pour le seuil K de Cr (5989eV):

	μ/ρ @5950eV (cm^2/g)	μ/ρ @6000eV (cm^2/g)	M (g/mol)	n
Pb	476,9	467,2	207,2	0,64
Cr	66,9	516,1	52	0,16
O	28,4	27,7	16	0,2
PbCrO_4	321,6	387,1	323,2	



Absorption d'un composé : exemple de PbCrO_4

Calcul de $\mu(\text{PbCrO}_4)$ pour le seuil K de Cr (5989eV):

	μ/ρ @5950eV (cm^2/g)	μ/ρ @6000eV (cm^2/g)	M (g/mol)	n
Pb	476,9	467,2	207,2	0,64
Cr	66,9	516,1	52	0,16
O	28,4	27,7	16	0,2
PbCrO_4	321,6	387,1	323,2	

Densité=6,3g/cm³ → $\mu(\text{PbCrO}_4)$ @5950eV = 2026 cm⁻¹
et $\mu(\text{PbCrO}_4)$ @6000eV = 2439 cm⁻¹



Absorption d'un composé : exemple de PbCrO_4

Calcul de l'épaisseur pour une transmission idéale:

$$\mu x > 1 \text{ donc } x > 1/\mu = 1/2439\text{cm} = 4\mu\text{m}$$

$$\mu x < 4 \text{ donc } x < 4/\mu = 4/2439\text{cm} = 16\mu\text{m}$$

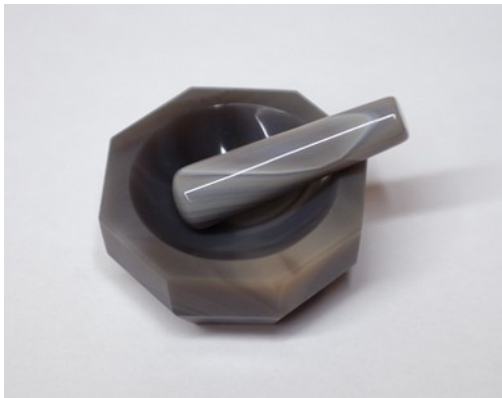
Calcul de l'épaisseur pour un saut idéal:

$$\Delta\mu x = 1 \text{ donc } x = 1/\Delta\mu = 1/(2439-2026)\text{cm} = 24\mu\text{m}$$

Densité=6,3g/cm³ → $\mu(\text{PbCrO}_4)@5950\text{eV} = 2026 \text{ cm}^{-1}$
et $\mu(\text{PbCrO}_4)@6000\text{eV} = 2439 \text{ cm}^{-1}$

En pratique

- $1 < \mu x < 4 \rightarrow 4 < x < 16 \mu\text{m}$ mais $\Delta\mu \ x=1 \rightarrow x = 24 \mu\text{m}$
 - Compromis $\rightarrow \sim 15 \mu\text{m}$
 - Très peu de matière ($10 \text{mg}/\text{cm}^2$)
- Matrice de mélange: BN (graphite, cellulose...)
 - Broyer, broyer et encore broyer...
- Pastilleuse (diamètres 1 ou 5 mm)



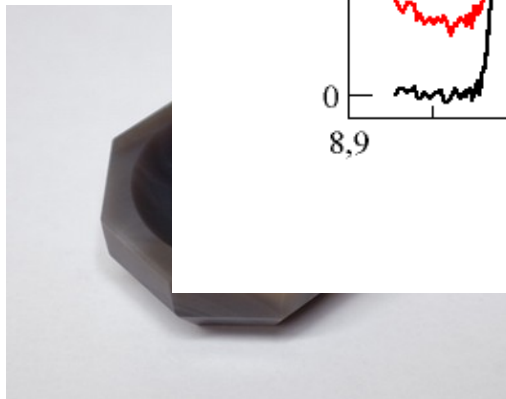


|

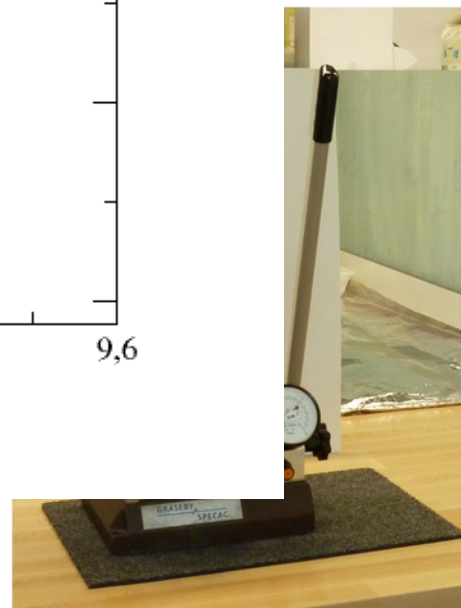
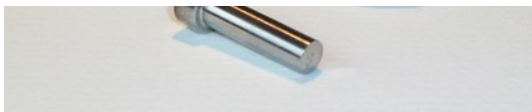
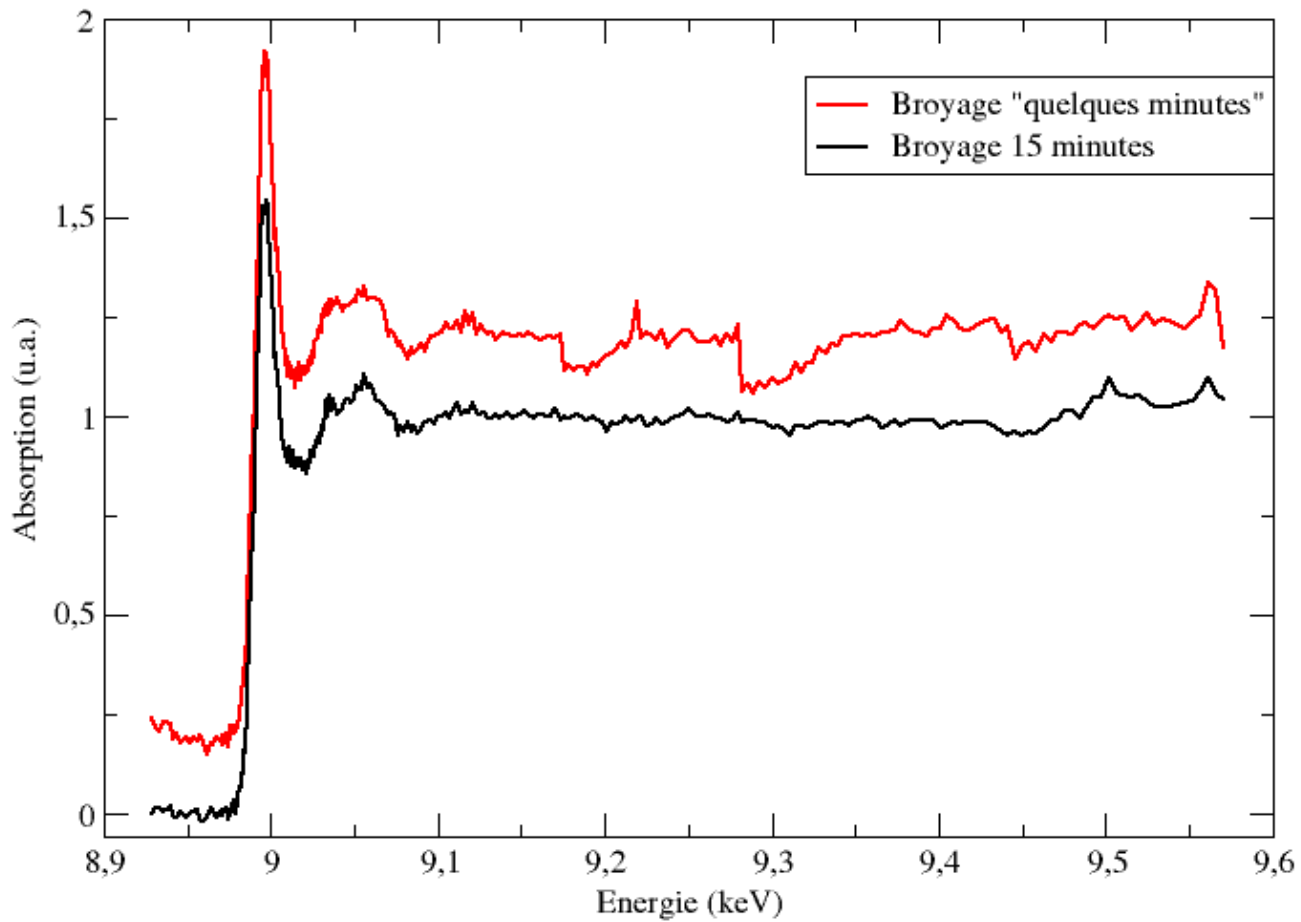
○ μ^*

○ $M\alpha$

○ $P\alpha$



Echantillon naturel
100ppm Cu dans argiles, quartz, qq% fer...





Le cas des liquides

- Cas idéal pour l'homogénéité
- Exemple : CuSO_4 au seuil K de Cu
→ Utilisation d'Hephaestus

Absorption Lengths of Compounds

Absorption

Formulas

Data

Ion Chamber

Transitions

Edge Finder

Line Finder

f' & f''

Document

Known materials

Argon
 Beryllium
 Boron Nitride
 Carbon (Diamond)
 Carbon (Graphite)
 Copper
 Fluorite
 Gold
 Helium
 Iron
 Kapton
 Kimol
 Krypton
 Lead
 Lead Titanate
 Mica
 Molybdenum
 Mylar
 Neon
 Nitrogen
 PMMA
 Parylene-C
 Parylene-N
 Platinum
 Polycarbonate
 Polyimide
 Polypropylene
 Rutile
 Salt
 Sapphire
 SiO2 (Quartz)
 SiO2 (Silica)
 Silicon
 Silver
 Tantalum
 Teflon
 Toluene
 Tungsten
 ULE

Formula: CuSO4

Density: 3.6 gram/cm³ Add Remove

Energy: 8980 eV

Compute

Results

element	number	barns/atom	cm ² /gm
Cu	1.000	29357.324	278.268
O	4.000	218.273	8.215
S	1.000	3630.565	68.192

This weighs 159.606 amu.

Absorbtion length = 21.7 micron at 8980.00 eV.

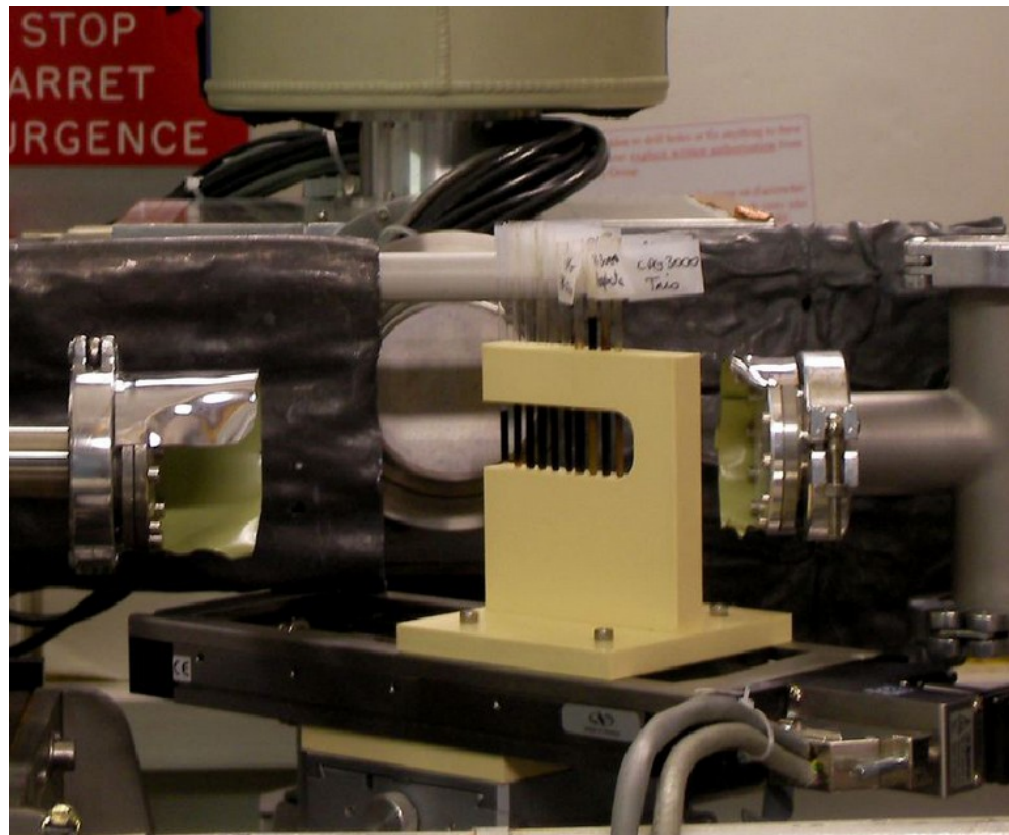
A sample of 1 absorption length with area of 1 square cm requires 7.827 miligrams of sample at 8980.00 eV.

Unit edge step length at Cu K edge (8979.0 eV) is 29.8 microns

The Elam database and the total cross-sections were used in the calculation.

● ● ● | Le cas des liquides

- Hephaestus → $\mu x = 1$ et $\Delta\mu x = 1 \rightarrow x \sim 25\mu\text{m}$
- Dilution dans un solvant
- Capillaires $d > 1\text{mm}$
(attention aux bulles)



● ● ● | Et à froid...

- Dans le cryostat :
 - 5 emplacements par support
 - Pastilles de 5mm (broyage à froid possible)
 - Liquides congelés lors du dépôt





En résumé

- Homogénéité
- $1 < \mu_x < 4$
- $\Delta\mu_x \sim 1$

→ Utilisation d'Hephaestus

→ Et du mortier...