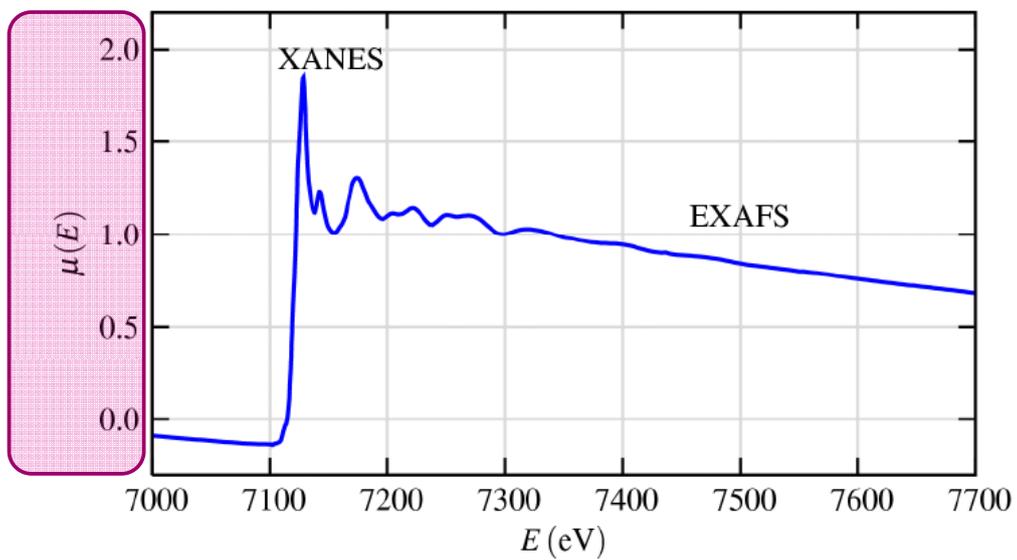




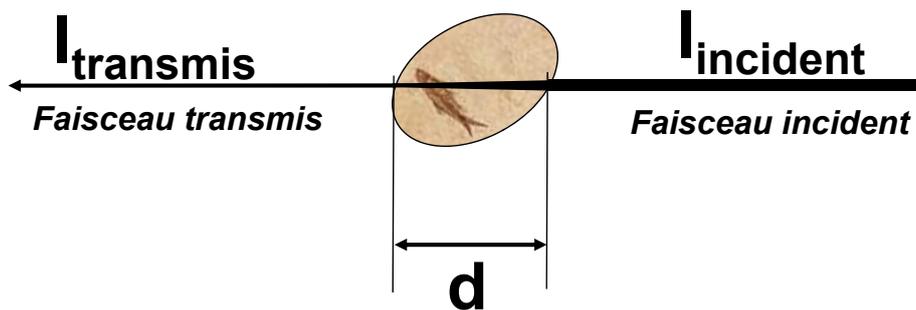
Systemes de detection





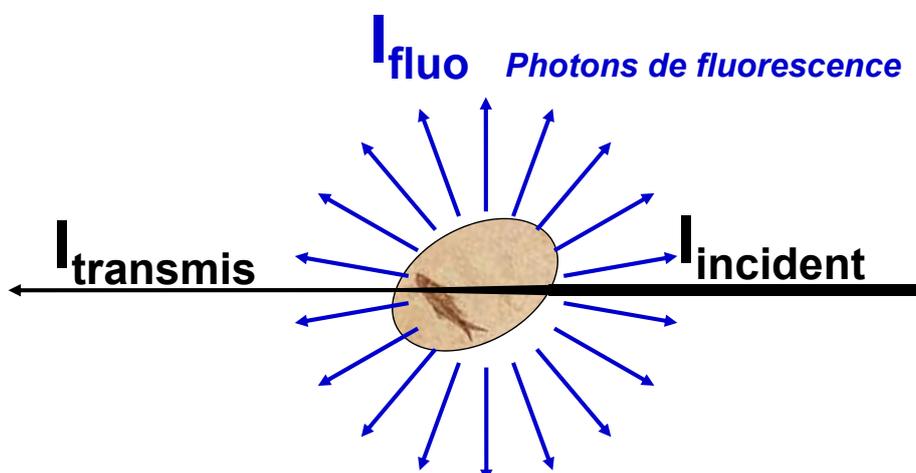
Différents processus

Absorption: excitation et relaxations



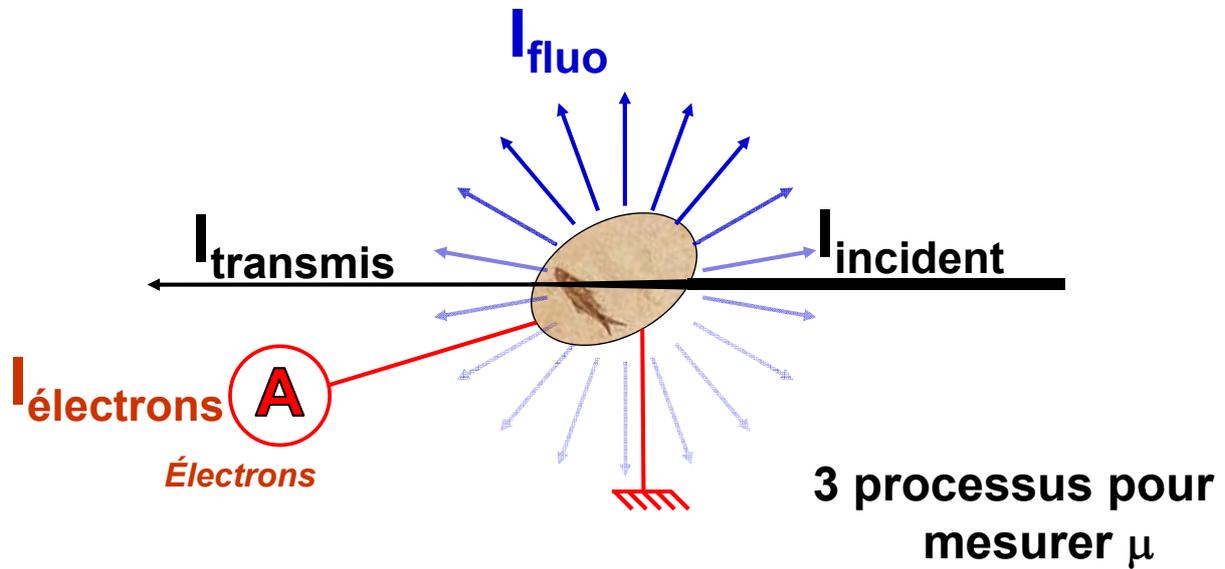
Différents processus

Absorption: excitation et relaxations



● ● ● | Différents processus

Absorption: excitation et relaxations



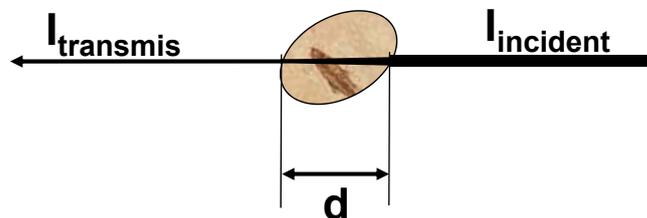
● ● ● | Différents modes de mesure: équations

- Transmission $\mu_{total} \cdot d = \ln\left(\frac{I_{incident}}{I_{transmis}}\right)$
- Fluorescence $\mu_{fluorescence} \propto \frac{I_{fluorescence}}{I_{incident}}$
- Electrons $\mu_{électron} \propto \frac{I_{électron}}{I_{incident}}$

● ● ● | Différents modes de mesure: domaines d'application

○ Transmission $\mu_{\text{total}} \cdot d = \ln\left(\frac{I_{\text{incident}}}{I_{\text{transmis}}}\right)$

- μ_{total} ou d trop grand $\rightarrow I_{\text{transmis}}$ très faible
- élément dilué: ($\mu_{\text{élément}} \ll \mu_{\text{total}}$) : pas de sensibilité



● ● ● | Différents modes de mesure: domaines d'application

○ Fluorescence $\mu_{\text{fluorescence}} \propto \frac{I_{\text{fluorescence}}}{I_{\text{incident}}}$

○ Électrons $\mu_{\text{électron}} \propto \frac{I_{\text{électron}}}{I_{\text{incident}}}$

- Échantillon concentré: problème d'auto-absorption (non-linéarité) \rightarrow corrigé
- Échantillon isolant: problème en détection d' e^-

● ● ● | Différents modes de mesure: spécificités

- Transmission
 - échantillons concentrés (>1%)
 - échantillons minces (~ dizaine de μm)
- Fluorescence
 - échantillons dilués
 - profondeur sondée: ~dizaine de μm
- Electrons (AEY, CEY, TEY...)
 - films minces (non-isolant)
 - profondeur sondée: ~dizaine de nm

● ● ● | Quizz: quelle détection?

- Pastille de référence
 - Concentration en Br: 10% (dans BN)
 - Epaisseur: 100 μm
- Solution de référence
 - Concentration en Br: 1mM dans H_2O
 - Diamètre capillaire: 3mm



● ● ● | Quizz: quelle détection?

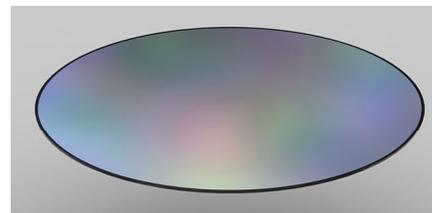
○ Echantillon de sol

- Concentration en Zn: 100ppm



○ Film mince Ni déposé sur SiO₂

- Concentration en Ni: 100%
- Epaisseur de la couche: 10Å



● ● ● | Quizz: quelle détection?

○ Jade antique

- Concentration en Fe: 0,1%

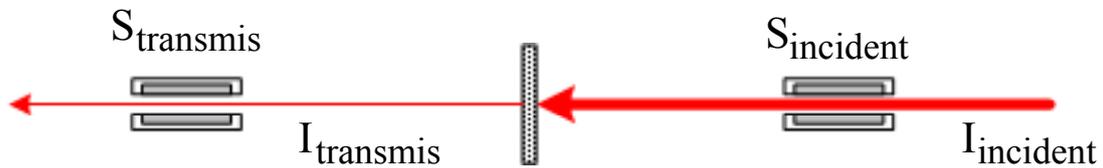


○ Jade antique

- Concentration en Fe: 15%



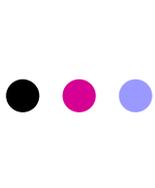
Mesures en transmission



$$\mu_{\text{total}} \cdot d = \ln \left(\frac{S_{\text{incident}}}{S_{\text{transmis}}} \right)$$

Mesures en transmission détecteur idéal

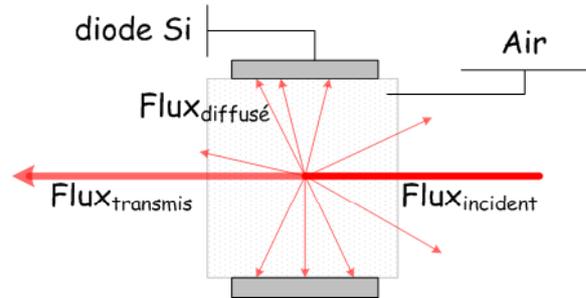
- **dynamique** importante
avant-seuil: beaucoup de signal
après-seuil: peu de signal
- **linéarité**
S proportionnel à I
- **pas de modification** du signal mesuré
 $S_{\text{après}} \approx S_{\text{avant}}$



Mesures en transmission: diodes silicium

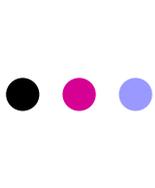
Mesure d'un courant par une diode

- RX \rightarrow e^- (3.6 eV/ e^-)
- Mesure du signal diffusé
- \rightarrow Signal fonction du diffusé
- \rightarrow Gamme typique 10^{-6} A

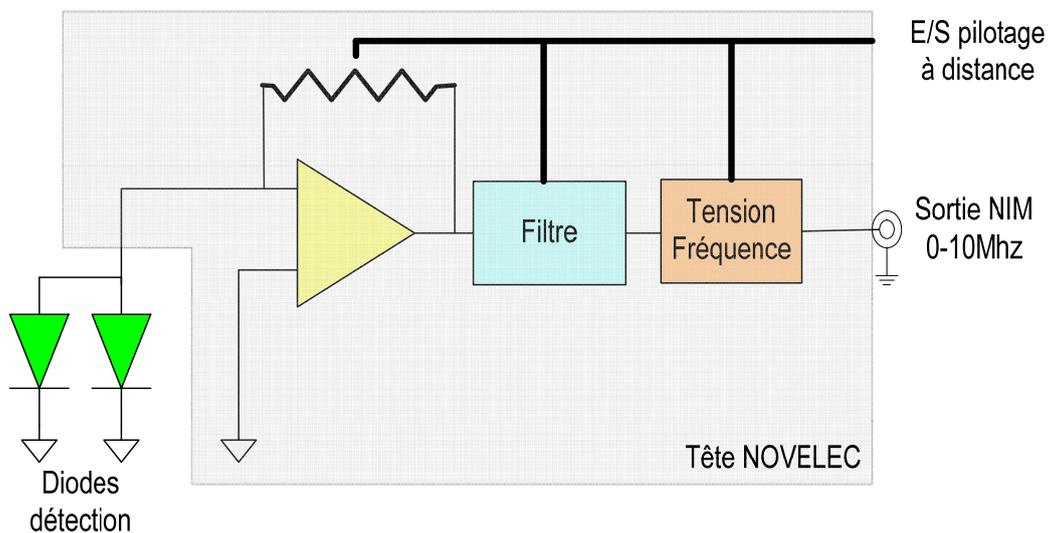


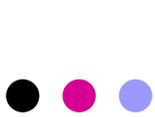
Conversion courant / nombre de coups

- \rightarrow Taux de comptage: de 1 à 9×10^6 cps/s

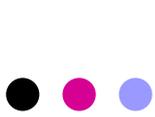
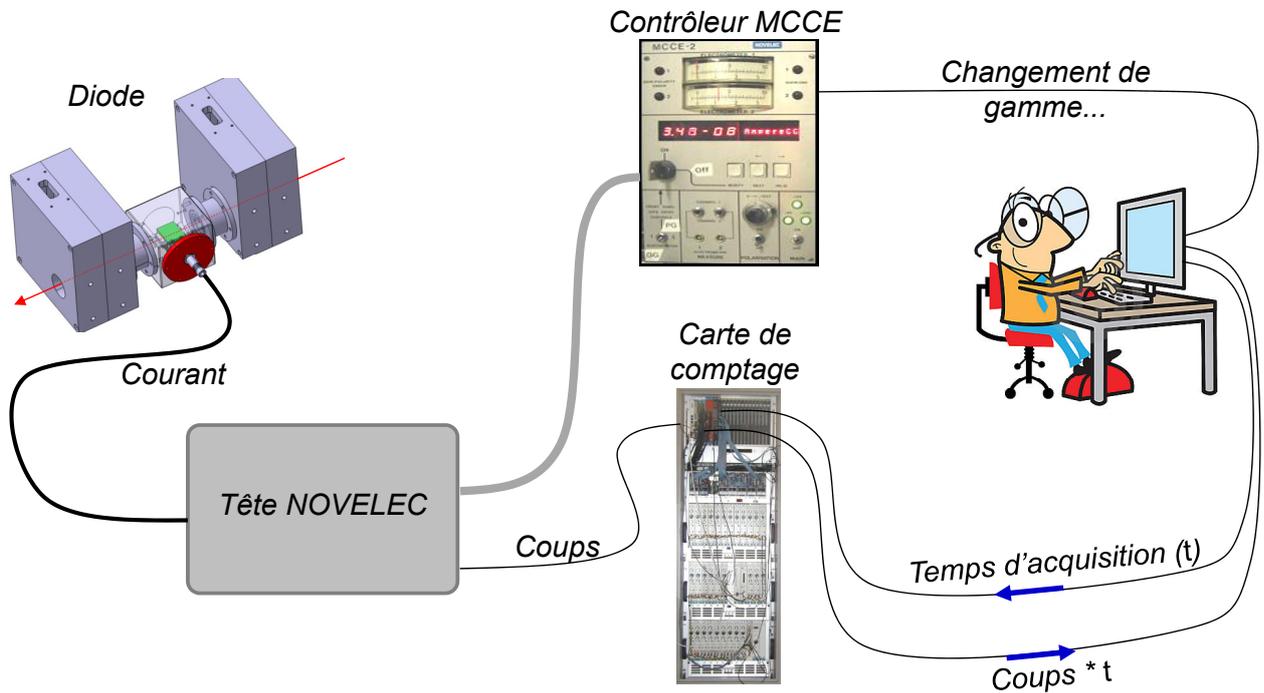


Mesures en transmission: chaîne de comptage





Mesures en transmission: chaîne de comptage

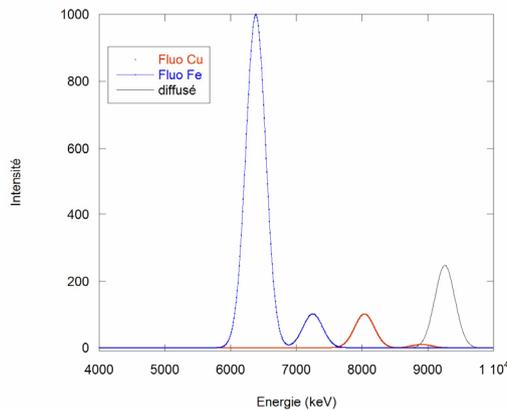


Mesures en fluorescence

Signal de fluorescence:

$$S_{\text{fluo}} \propto \mu_{\text{seuil}} \times I_{\text{incident}}$$

détecteur résolu
en énergie





Mesures en fluorescence: détecteur résolu en énergie

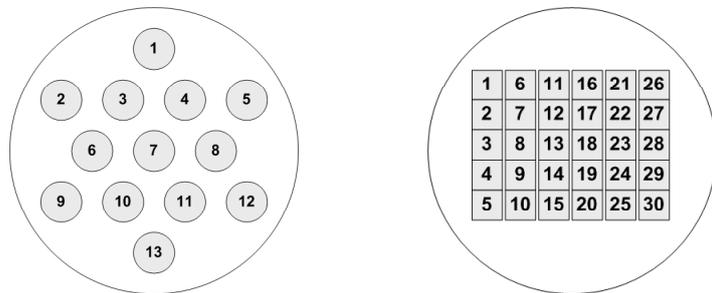
- Photo-diode à avalanches ($\Delta E/E = 1.5 \times 10^{-1}$)
- Détecteur solide Si ($\Delta E/E = 2 \text{ à } 4 \times 10^{-2}$)
- Détecteur solide Ge ($\Delta E/E = 2 \text{ à } 4 \times 10^{-2}$)
- Cristaux analyseurs ($\Delta E/E = 10^{-4}$)



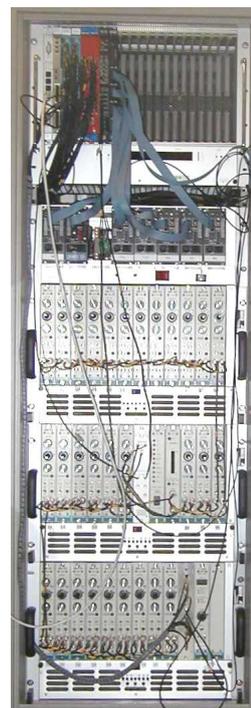
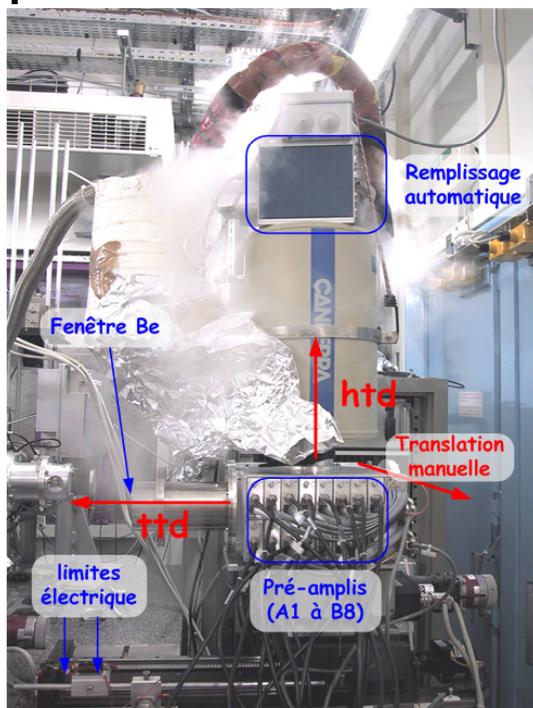
Détecteurs « Solides »

Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

- o Détecteur multi-éléments Ge
 - 13 éléments (SNBL, BM29...) ou 32 (SLS) « discrets »
 - 30 éléments « compacts » (FAME)
 - 100 éléments « pixels » (SSRL, Australie...)
- o Géométrie du détecteur Canberra 30-éléments de FAME
 - 6 barrettes de 5 éléments en Ge → 50x50mm
 - implantation de 5 contacts sur la barrette
 - Fenêtre Be 200μm



Mesures en fluorescence: détecteur Germanium



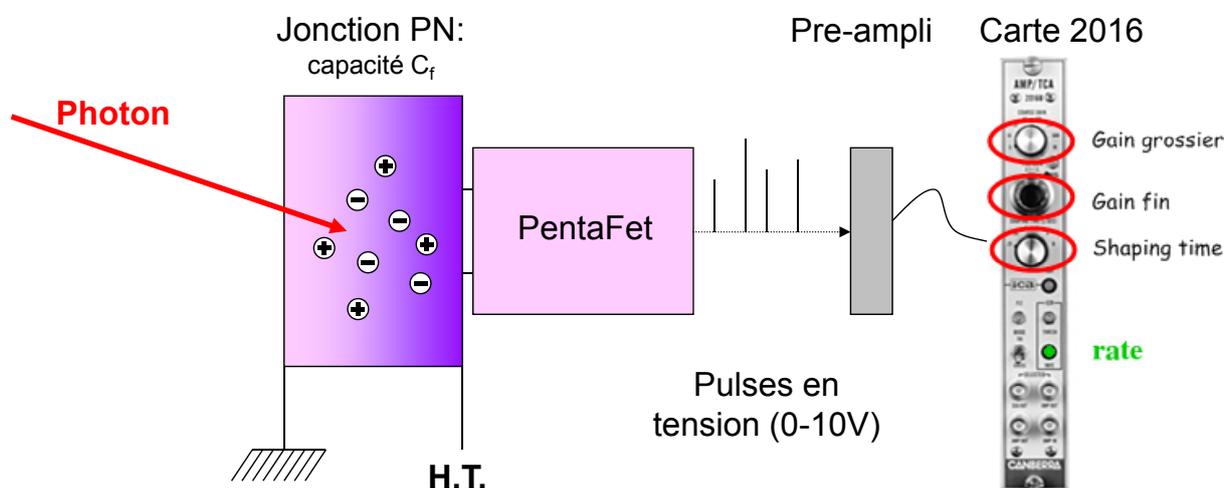
Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

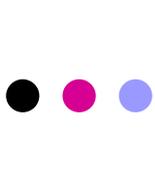
o Electronique

- 30 préamplificateurs de charge montés sur détecteur
 - étage d'entrée type pentaFET collés directement derrière chaque élément
 - gain (5mV/KeV)
- 30 modules amplificateurs et SCA
- 1 module haute tension: zone de détection

Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

o Schématiquement...





Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

o Résolution du détecteur

$$W_d^2 = (2.35)^2 \cdot F \cdot e \cdot E \rightarrow \text{statistique}$$

F : facteur de FANO

e : énergie pour créer une paire de porteurs

E : énergie du photon incident

$$W_t^2 = W_d^2 + W_x^2 + W_e^2$$

$$W_x^2 \rightarrow \text{collection incomplète des charges}$$

$$W_e^2 = a(C+C_f) e / t_s \rightarrow \text{électronique}$$

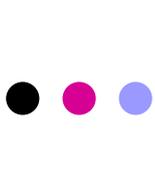
a : constante

C : capa contact

C_f : capa intégration

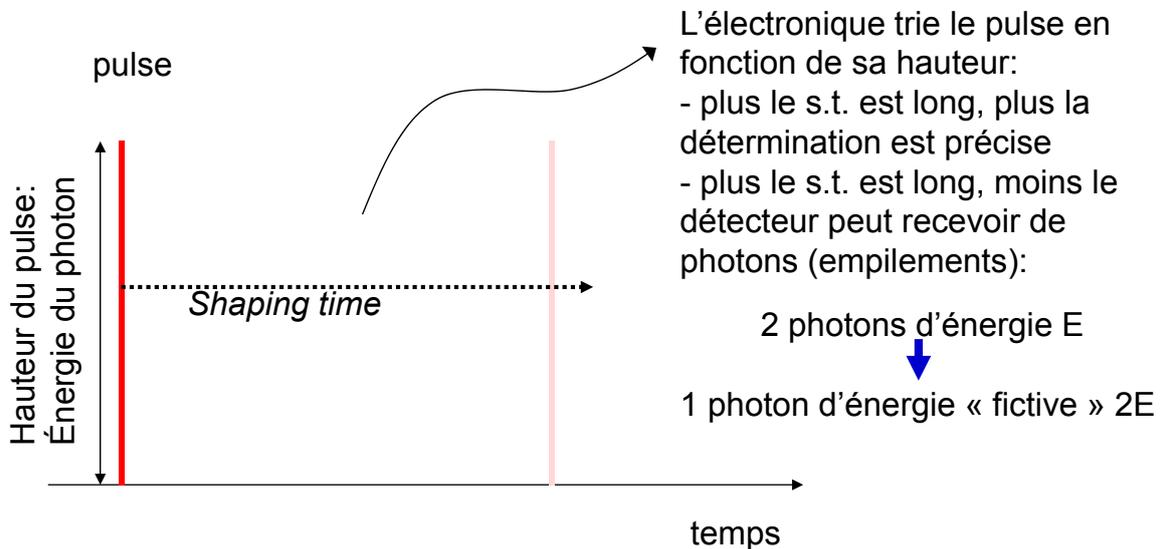
t_s : temps de mise en forme (shaping time)

Temps de mise en forme (ns)	Résolution en eV
125	300
250	250
500	210
1000	150



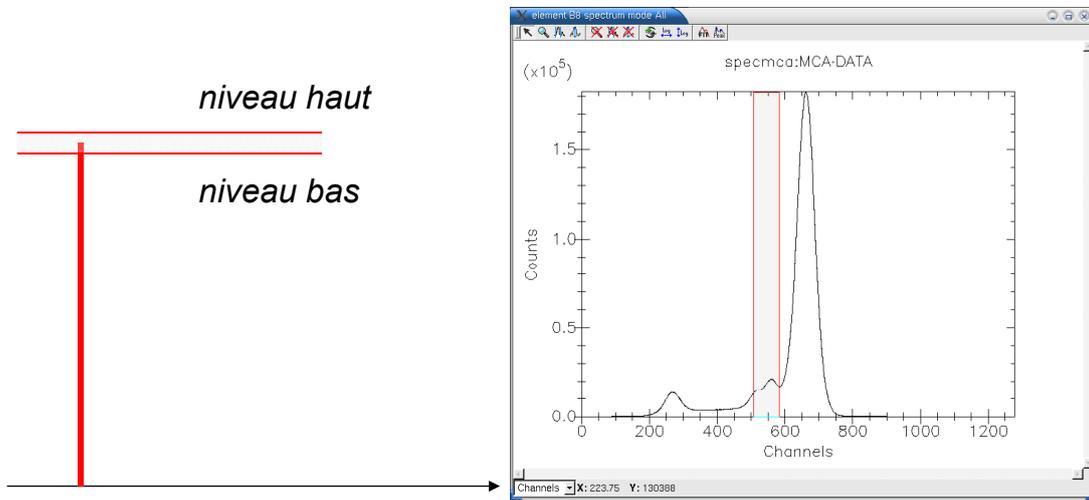
Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

o Avec les mains...

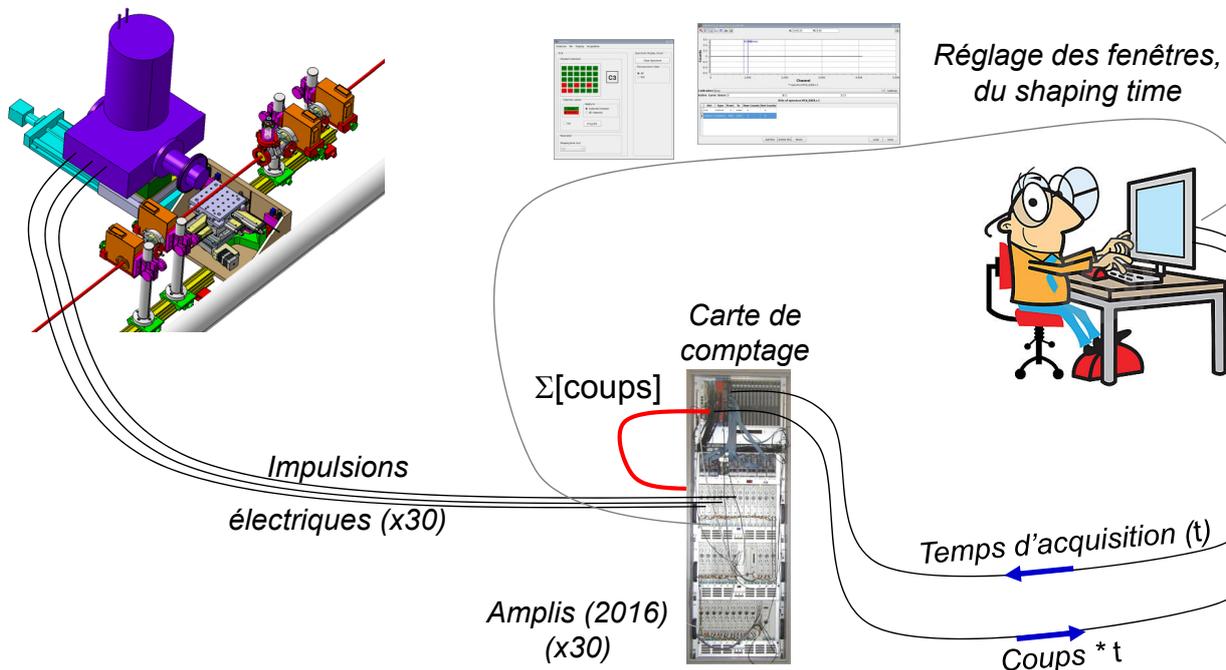


Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

o Réglage du détecteur (SCA)



Mesures en fluorescence: chaîne de comptage



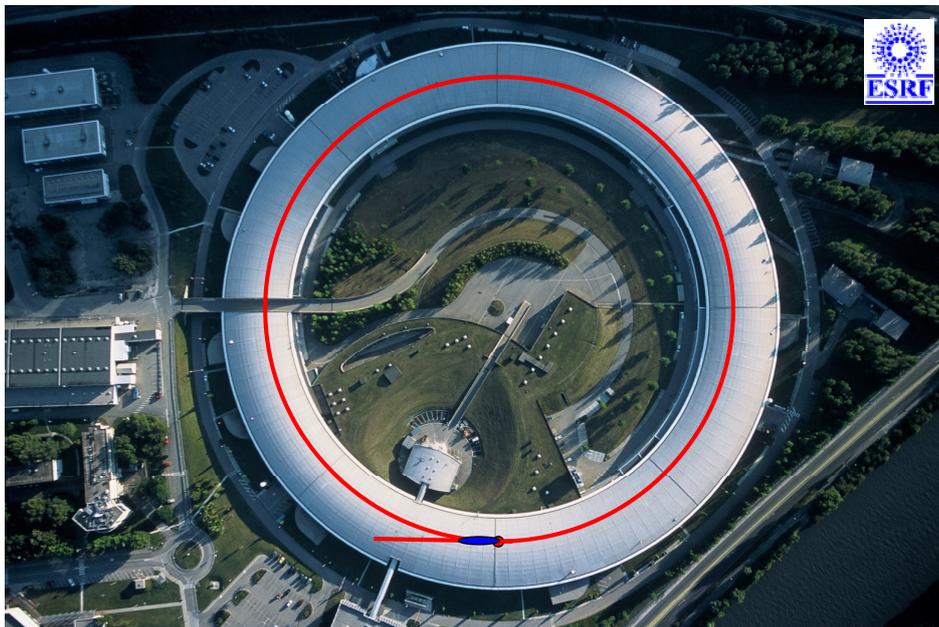


Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

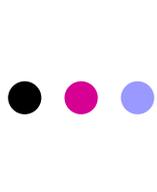
- + réglages simples
- + résolution correcte dans 90% des cas
- + taux de comptage max. pour 30 élts.: $2,4 \cdot 10^6$ cts/s
- attention, fragile!!
- le prix...
- influence du mode de remplissage de l'anneau



Rayonnement synchrotron: source pulsée



ESRF storage ring

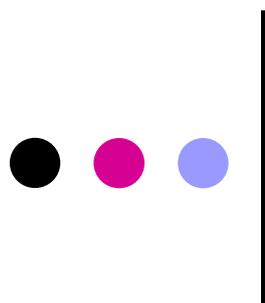


Mesures en fluorescence: détecteur Germanium

- o Durée entre deux paquets de photons

Mode	τ_{photons} (ns)	comparaison / $t_s = 125\text{ns}$	Limitation taux de comptage
Uniform, 7/8, 2/3	2.8	\ll	t_s
16 b.	176	\approx	t_s
4 b.	700	$>$	τ_{photons}
hybrid	2.8 & 2800	$>$	τ_{photons}

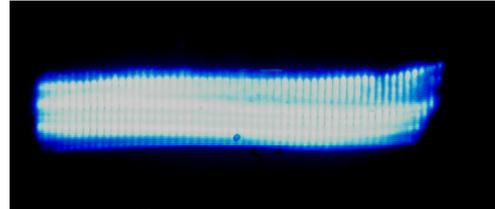
<http://www.esrf.fr/Accelerators/Performance/Parameters>



Artefacts de mesure

Artefacts de mesure: inhomogénéité du faisceau

- Taille du faisceau: 300 x 200 μm^2 (HxV)
- Inhomogénéités de l'échantillon: $5 \times 5 \mu\text{m}^2$
 - Moyenne sur au moins 2400 inhomogénéités
 - Faisceau stable à $\pm 5 \mu\text{m}$
 - Faisceau structuré
 - Taille caractéristique des structures: 5 μm
 - Variation de l'épaisseur de l'échantillon
 - Réduire l'inhomogénéité de l'échantillon

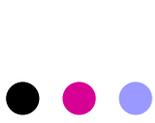
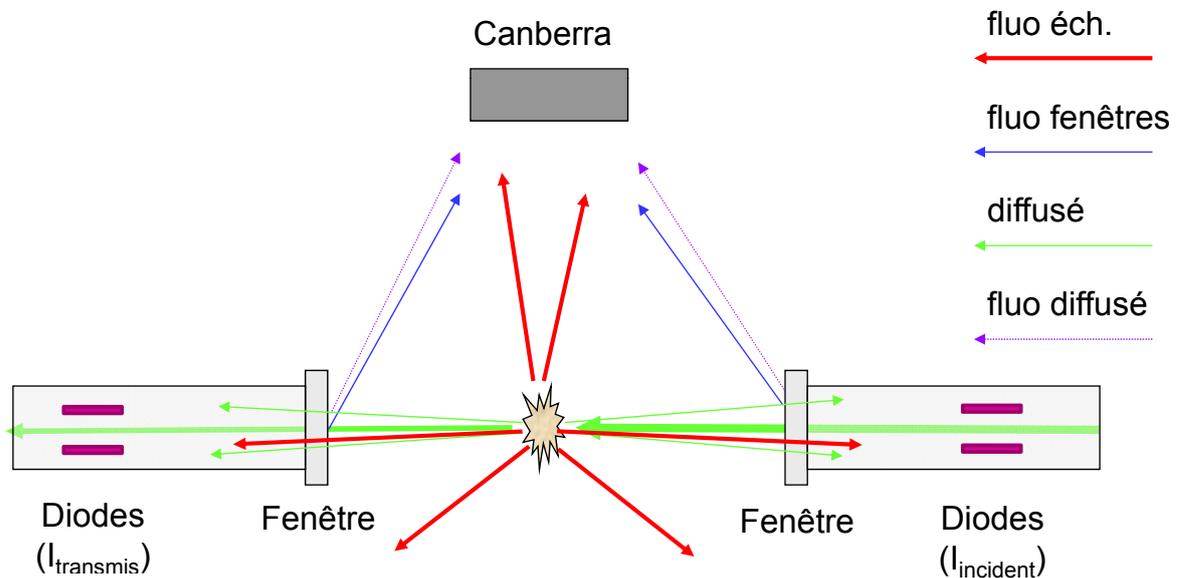


Artefacts de mesure: signaux parasites

- Même si on étudie un échantillon par absorption X:
 - tous les processus de l'interaction photon-matière ont lieu:
 - Diffraction X
 - Diffusion X
 - pas forcément au niveau de l'échantillon
 - Fenêtres en Be
 - Fentes
 - Air



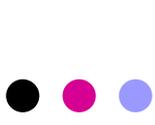
Artefacts de mesure: signaux parasites



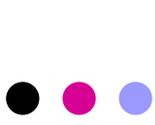
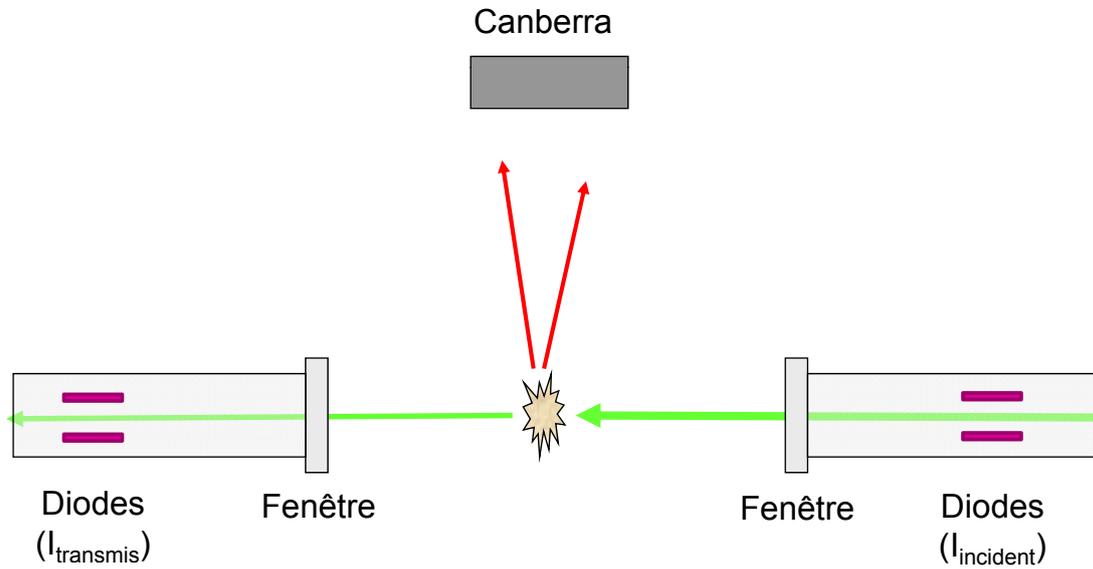
Artefacts de mesure: signaux parasites

- Expérience @ 12 keV
- Boîte à outils
 - Pâte à modeler
 - Scotch au Pb
 - Scotch au Cu
 - Fentes en Mo
 - Fentes en W
 - Fenêtres en Be
 - Fenêtres en diamant
 - Playmobil

Elément	Seuil d'absorption (keV)	Transmission @ 12keV
Pb	13,0 (seuil L3)	10^{-8} (200 μ m)
Cu	8,9 (seuil K)	10^{-11} (200 μ m)
Mo	20,0 (seuil K)	$< 10^{-20}$ (1 mm)
W	10,2 (seuil L3)	$< 10^{-20}$ (1 mm)
Be	0,1 (seuil K)	$> 99\%$ (20 μ m)
C _{diamant}	0,3 (seuil K)	$> 99\%$ (20 μ m)



Artefacts de mesure: signaux parasites

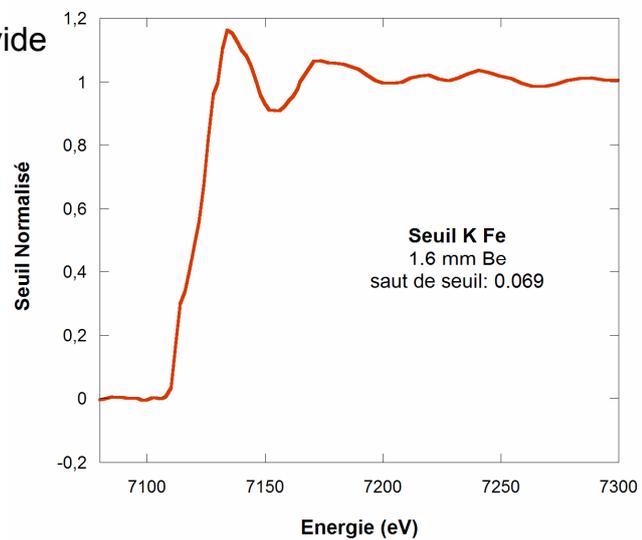


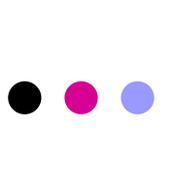
Artefacts de mesure: signaux parasites

o Mesures en transmission

Seuil K du Fer de la cellule HP/HT vide

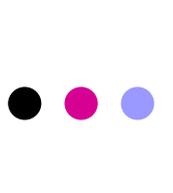
$[\text{Fe}]_m: 6.10^{-4} \text{ g.cm}^{-3}$





Systemes de detection: conclusion

- Systeme de detection parfait
 - inconnu à ce jour
 - irréaliste ? (mesure : modification)
- Pour utiliser au mieux les detecteurs:
 - « suivre » tous les trajets des photons
 - choisir le bon mode de mesure...



Références

- Hazemann *et al.*, "High-resolution spectroscopy on an X-ray absorption beamline", *Journal of Synchrotron Radiation* **16** (2009) 283–292
- Tröger *et al.*, " Full correction of the self-absorption in soft-fluorescence extended x-ray-absorption fine structure", *Physical Review B* **46** (1992) 3283–3289
- Owen R. L. , Holton J. M. , Schulze-Briese C., Garman E. F., "Determination of X-ray flux using silicon pin diodes", *Journal of Synchrotron Radiation* **16** (2009) 143-151
- Morse John, "Energy resolving semiconductor detectors for X-ray spectroscopy", ESRF Friday lecture, 19 février 2010 (<http://www.esrf.eu/Instrumentation/friday-lectures-slides>)