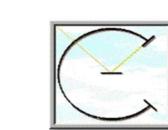


## Centre de Diffractométrie Henri Lonchambon Choix du support et de la méthode de préparation des échantillons



Ruben VERA, Erwann JEANNEAU

							CHOIX at	a sapport	st ac la lili	striout ut	preparation	il des eche							Rubell VERA, Elwai	327 (141427 (0	
	Appareil						D8 Advance (Bruker)							Gemini A Ultra / Excalibur Mova (Oxford)							
	Support	Support spécial très gros objets	Gros objets (métal)	Objets moyens (PMMA)	Chargement arrière (PMMA)	Fond plat (PMMA)	Stries profondes (PMMA)	Stries superficielles (PMMA)	Support Plein (PMMA)	Support Neutre fixe	Support Neutre flottant	Protection par film sur PMMA	Dôme	Can	oillaire	Micro pince	Double boucle	Micro boucle	MLCP	Enclume diamant	Autres
Type d'écha		Support special tree g. os osjets	Glos objets (metal)					Stiles superinsielles (i i i i i i i i i i i i i i i i i i i		Support Neutre III.					Milan C	Communication of the second					?
	Massif toutes dimensions	Pour objets > 40 mm si le microprélèvement est impossible. Convient aux objets archéologiques sensibles. Etalonnage externe possible au pinceau.	Métaux ou polymères ayant une épaisseur > 5 mm.	Métaux ayant une épaisseur < 5 mm ou polymères entre 1 mm et 5 mm						Objets très fins ( < 80 µm) comme des polymères. Fixés avec un adhésif. Possibilité de fixer avec une huile à forte viscosité (Paratone ou Fomblin)	, , ,				Micro-objets sensibles à l'air.	Petits objets plats mais assez longs > 2 mm.	Objets plats un peu grossiers entre 200 μm et 1 mm et H > mm.				Tige avec embout parafinné. Diamètres de <0.5 mm pour la transmission ou plus en réflexion ponctuelle sur zone tangeante.
8	Granules			Pour gros granules > 2mm Positionnement délicat. Risque de visibilité support.							Aligner une couche de granules. Fixation au Paratone. Envisager le cryobroyage.										Tige avec embout parafinné. Diamètres de 0.5 - 1 mm
	Fibres									Mise en parallèle de 5 à 10 longueurs de 20mm diamètre < 100μm tendues par adhésif aux deux extrémités	S					pas très adapté mais peut convenir pour monobrin de longueur < 5 mm et de diamètr > 100 μm	monobrin de 5 à 6mm et de re diamètre > 200 μm				Plomb percé. Mise en parallèle de 1 à 5 longueurs de 6mm fixées par adhésif aux deux extrémités.
	Film		Si > 1mm d'épaisseur, voir ci- dessus.						Intéressant pour films très fins mais bas angles uniquement	I dec nolumeres Fives aver lin	Films 80 µm - 1 mm. Couper un carré de 2 cm de côté et fixer avec un adhésif sur les 4 côtés tendus.						Films Polymères. Taille en grai de riz. Transmission. En extrémité avec rotation ou au centre.				
	Lyophilisat			Cas extrêmes. Écrasement à la presse. Couche épaisse.						Écrasement à la spatule et antiadhésif. Couche très fine. Fixation adhésif possible.	Écrasement à la spatule et antiadhésif ou presse. Couche épaisse. Fixation adhésif difficile.	Solution à envisager si effet matelas pas trop poussif.				Très petites quantités mais efficace, pressé ou brut.	Seulement si difficulté de maintenir à la pince (instable)				
	Couches minces		Peut convenir. Pour substrats un peu fragiles ou trop épais. Centrage parfois difficile.	Par défaut. Attention aux substrats fragiles.																	
	Poudre gros volume			Très rarement utile. Uniquement textures extrêmement matelassées.	Seulement si désorientation recherchée. Risque de tassement et donc de décalage des pics.	Par défaut. Préparation désorientée avec lame dépolie. Compter un peu moins d'1g de poudre.	A utiliser uniquement si le PMMA fond plat n'est pas suffisamment rempli. Prévoir entre 350mg-500mg.	Limite inférieure pour préparation désorientée. Prévoir < 200mg de poudre.				Pour échantillons sensibles à l'air. Film Mylar à usage unique. Prévoir entre 350mg-500mg.	Pour échantillons très sensibles à l'air. Prévoir entre 350mg- 500mg.								
9	Poudre petit volume							Limite inférieure pour préparation désorientée. Prévoir < 200mg de poudre	Quantités extrêmement faibles pour tous petits angles (2Theta < 12°). Saupoudrage sur Paratone.	Par défaut. Poudre dispersée avec ethanol, à sec avec spatule et antiadhésif ou saupoudrée sur paratone.				Très faibles quantités craignant l'air. Capillaire maintenu à la Paratone sur support flottant ajustable.	l'air. Capillaire maintenu à la			Très faibles quantités capturées avec leur solvant naturel ou Paratone.	Faibles quantités micro- pressées. Épaisseur d'environ 100 µm.	Très faibles quantités sous contrainte <15GPa.	
	Argile			voir protocole "Argiles". Lamelles borosilicate. Prévoir une empreinte vierge avant placement	Seulement roche totale ou très grosses quantités d'extrait à désorienter.	Seulement roche totale ou grosses quantités d'extrait à désorienter.	Seulement roche totale ou quantités importantes d'extrait à désorienter.	Roche totale ou extrait désorienté.													voir protocole "Argiles". Lamelles borosilicate. Prévoir une empreinte vierge avant placement.
	Liquide					Peu recommandé. Solvants organiques interdits.	Peu recommandé. Solvants organiques interdits.	Peu recommandé. Solvants organiques interdits.	Peu recommandé. Solvants organiques interdits. Seulement pour 2Theta < 12°	Dépôt de quelques gouttes au centre. Attention au transport. Possibilité étalement à la spatule.		Solvants organiques interdits. A n'utiliser qu'en cas de réaction à l'air.		Très faibles quantités. Scellement obligatoire.	Très faibles quantités. Peut être scellé à une seule extrémité.			Solvants organiques interdits pour boucle en nylon. Capture par capilarité.			
	Gel					Peu recommandé. Important risque de retrait.	Peu recommandé. Important risque de retrait.	Risque de retrait. Gels poisseux interdits.	Gels poisseux nettoyables uniquement par solvants organiques interdits.	Par défaut. Gel étalé à la spatule. Evaporation réduite si placage de Mylar.	1) étaler sur support neutre et	Recommandé seulement si crainte d'évaporation importante. Poisseux interdit.	Recommandé seulement si crainte d'évaporation très importante. Poisseux interdit.	Très faibles quantités.	Très faibles quantités.			Peut convenir pour une mesure rapide ou avec flux cryogénique Usage souvent unique.			Encapsulation envisageable sous Mylar.
	Poisseux									voir "Gels"	recouvrir de film anti-adhésif. 2) ajuster le tout. 3) Retirer la protection							Prélèvement déposé sur micro boucle à usage unique.			Collé sur tige.
	Sensible à l'air											Sensibilité moyenne à l'air. Prévoir entre 350mg-500mg.	Grosse sensibilité à l'air. Préparation sous BAG. Prévoir entre 350mg-500mg.	Extrême sensibilité à l'air. Préparation sous BAG. Très faibles quantités.	Extrême sensibilité à l'air. Préparation sous BAG. Très faibles quantités. 2Theta>6°						Encapsulation envisageable sous Mylar. Fixation directe sur tête
	Gros monocristal Petit		Peu recommandé. Perte de pics avec goniomètres deux axes.	'											Selon diamètre intérieur du capillaire parmi ceux			Englué à la boucle ou en suspension avec Paratone ou		Monocristal < 100 μm sous	goniométrique deux axes ou collé sur tige.
Dimensions de l'é		objets de 20 à 30 cm	Volume cylindrique D 40 mm x H 17 mm	Volume cylindrique D 40 mm x H 6 mm	Volume cylindrique D 25 mm x H 7 mm	Volume cylindrique D 25 mm x H 2 mm	Volume cylindrique D 25 mm x H 1.2 mm	Volume cylindrique D 25 mm x H 0.2 mm	Surface circulaire D 51.5 mm		Surface circulaire D 28 mm	Volume cylindrique D 25 mm x H 1.2 mm	Volume cylindrique D 25 mm x H 1.2 mm	Capillaire 4mm < L < 20 mm avec échantillon centré	disponibles.  Capillaire 4mm < L < 20 mm  avec échantillon centré	Taille en pointe maxi H x L x P ! x 10 x 0.1 mm	Maxi 5x5x1 mm	Fomblin.  Selon diamètre de la boucle de 10 à 500 µm	épaisseur environ 100 μm	contrainte <15GPa. Solides jusqu'à 150 μm / poudres quelques μg	
Domaine angulaire  Limites angulaire		0.1° - 90°		0.1° - 150° on our price - 151	0.1° la fente anti-diffusion qui masque				0.1° - 10° >10° PMMA visible		- 90° sans fente anti-diffusion	0.1° - 90° 0.1° - 150° sans fente anti-	1° - 150° sans fente anti-	0.1° - 90° 0.1°- 150° sans fente anti-	le détecteur est rapproché et le	e masque du puits adapté, on pe	ut descendre en dessous de 6°, m	Mo, la limite inférieure de d est plo nais la résolution est moins bonne q	us étendue qu'avec un tube Cu. Si u'avec le détecteur à sa distance	6°-80° sur Mova uniquement	
			NA			1	***	sauc dississation		Selon méthode : dispersion	Ι	diffusion Moyen - faible risque	diffusion  Moyen après soustraction	diffusion		aximale (120 mm). Il n'est pas rec	commandé de chercher un 2Theta	a plus élevé, plus limité en transmis		(Mo)	
Compatibilité			Moyen (texture)	Moyen (texture)	Oui	Oui après désorientation	ivioyen - taible ris	sque d'orientation	Peu recommandé	éthanol, saupoudrage	Peu recommandé	d'orientation	PMMA	Moyen (pas de rotation phi)	Oui			Peu de grains	Orientation	Très peu de grains orientés	<b>5</b> 1
Atmosphère c		L'objet, même très gros, reste	Peut fonctionner à la tangeante d'une surface concave bien	Peut fonctionner à la tangeante d'une surface concave bien	Utile pour désorienter	Utile pour désorienter	Utile pour désorienter	Utile pour désorienter	Extrêmement peu de poudre	Très peu de poudre	Très peu de poudre	Moyennement efficace  Première approche pour	Oui, mais étanchéité limitée  Bon compromis pour produits	Oui  Protection parfaite	Oui  Protection parfaite	Facilité de montage	Stabilité par contacts multiple	es Simplicité de chargement	Bonne reproductibilité	Sous pression  Pression contrôlable	Encapsulation Mylar ?  Supports spéciaux ou nouveaux
		intact!  Analyse sur un bord saillant à moins de 20 mm d'un "coin"	centrée	centrée  Fixation par pâte à modeler	Nécessite beaucoup trop de poudre	Préparation facile	Préparation facile	Préparation facile	Support PMMA visible > 10°	Support invisible!	Support invisible!	produits sensibles à l'air  Préparation facile, même sous  BAG	sensibles à l'air Outillage spécifique pour montage an BAG	Positionnement du calillaire facile			Bien adapté aux films épais	Pou consible aux flux	Signal intense	Nécessite matériel spécial pour contrôle de la pression et	sur demande Projets bienvenus
Avantages / Inco	onvénients	Si l'objet est lourd, prévoir un système de fixation	En principe, la surface doit être plane	En principe, la surface doit être plane	Préparation longue et délicate	Nécessite beaucoup de poudre Risque d'effondrement de la	Nécessite peu de poudre	Nécessite très peu de poudre	Nettoyage de la Paratone	Nettoyage facile	Nettoyage facile	Consommation coûteuse de Mylar Protection insuffisante pour	La fente anti-diffusion doit être retirée avant !!!	Remplissage du capillaire difficile	Remplissage du capillaire difficile	Bonne stabilité	Difficulté d'ouverture et d'insertion	Le verre remplace les supports métalliques	Facilité de montage	Excalibur Mova	Prévoir délais de réalisation selon difficulté
		Seule la surface est analysée  Démontage du support central -			surface sur temps long	Risque d'effondrement de la surface sur temps long  Pas de rotation du support	Pas de rotation du support	Pas de rotation du support		A éviter en dessous de 4.5°	Inraybale mais craint les chutes sur carrelage	matériaux très sensibles	impossibilité de passer une série incluant ce support	délicate	Manipulation extrêmement délicate	trop épais Tenu d'un seul côté,	Obligation de mesures au cent	re Boucle fragile - craint les solvants organiques	Usage unique - embout jetable  Mise sous pression	Réglage du centrage niveau expert  Plage angulaire un peu réduite	
		délai d'attente														l'échantillon peut se courber			·	, , , , , ,	