Travaux pratiques intermédiaires de physique DPMC Genève

RAYONS X



Appareil à rayons X Tube à rayons X à cathode incandescente à chauffage direct fonctionnant en courant alternatif auto-redressé ; anticathode en cuivre avec disque de molybdène (changeable) incrusté Aucunes radiations extérieures possibles si les accès sont fermés

RADIOPROTECTION

Introduction

La physique des solides est l'étude des propriétés macroscopiques d'un solide à partir de ses grandeurs microscopiques. Ceci implique une connaissance de la structure du solide que l'on étudie. La physique des solides s'est principalement développée à partir de la découverte de la diffraction des rayons X par Von Laue en 1912. Depuis, les techniques de diffraction (diffraction des rayons X, des neutrons et des électrons) occupent une place à part dans l'étude des matériaux car elles s'interprètent à partir de théories simples et extrêmement bien connues.

Mise en garde

Un rayonnement ionisant avec un taux de dose dans le cône rayonnant du tube à rayons X de plus de 10 Sv/h peut être généré dans l'appareil à rayons X. Même pour des temps d'exposition de courte durée, ce taux de dose risque déjà d'endommager un tissu vivant. Grâce aux mesures de protection et de blindage incorporées par le constructeur, le taux de dose hors de l'appareil est réduit à moins de1 μ Sv/h, une valeur d'un ordre de grandeur correspondant à la dose d'irradiation naturelle. A cause de l'important taux de dose à l'intérieur de l'appareil à rayons X, celui-ci doit être manipulé avec soin par l'utilisateur.

Un fonctionnement sans danger de l'appareil à rayons X est garanti pour un emploi conforme aux prescriptions:

- Tenir l'appareil à rayons X à l'abri des personnes non autorisées.
- Avant chaque mise en service, vérifier le bon état du boîtier ainsi que des éléments de commande et d'affichage de l'appareil à rayons X, notamment des portes coulissantes en verre au plomb ainsi que du cylindre en verre au plomb autour du tube à rayons X.
- S'assurer avant chaque mise en service que le câble de l'anode est bien enfiché dans le refroidisseur de l'appareil à rayons X.

Si une erreur ou un défaut quelconque venait à se manifester, il faut alors immédiatement arrêter de se servir de l'appareil à rayons X. Immédiatement en informer l'agence ou le représentant régional de la société LD Didactic.

• Ne pas mettre d'animaux vivants dans l'appareil à rayons X.

Test de fonctionnement des circuits de sécurité

Conformément aux exigences pour les essais de type PTB 2005, l'appareil à rayons X doit automatiquement vérifier le bon fonctionnement des circuits de sécurité à chaque enclenchement de la haute tension et enclencher celle-ci seulement après que cette vérification ait été menée à bien.

Lorsque les portes sont fermées, le contrôle de sécurité est réalisé automatiquement après avoir appuyé sur les boutons-poussoirs SCAN ON/OFF ou HV ON/OFF. L'indication « SAFE » apparaît sur l'affichage durant le contrôle. La fin du contrôle est signalée par la mention « OK ».

Lorsque la porte est ouverte, le test du fonctionnement et donc l'enclenchement de la haute tension ne sont pas possibles, la zone d'affichage supérieure clignote.

1) DESCRIPTION DE l'APPAREIL A RAYONS X

Cet appareil à rayons X (Fig.1) est un appareil complet commandé par microprocesseur pour la réalisation de nombreuses expériences étudiées en physique et dans d'autres disciplines du domaine des sciences expérimentales. Des expériences mi-physique, mi-médecine sont celles sur la radioscopie de divers objets et leur observation sur un écran luminescent ou un film pour rayons X et celles sur l'ionisation et la dosimétrie. En physique, les expériences vont de la physique nucléaire à la physique du solide.

Tous les paramètres peuvent se régler manuellement sur l'appareil à rayons X ; ils sont ensuite visualisés sur un affichage numérique. Les deux bras du goniomètre à double circuit (inclus au matériel livré avec 554 801) peuvent se déplacer séparément ou avec un couplage 2:1 manuellement ou automatiquement. En l'occurrence, c'est généralement un tube compteur de Geiger-Müller que l'on fait pivoter et tourner comme « capteur (sensor) » sur le bras de capteur et un cristal, un diffuseur ou un absorbeur comme « cible (target) » sur le bras de cible. Il y a en outre un indicateur de valeur moyenne pour tube compteur de Geiger-Müller d'intégré. L'appareil à rayons X peut par conséquent fonctionner au choix comme appareil « en poste unique », avec un ordinateur raccordé par l'intermédiaire du port USB ou avec un enregistreur XY connecté.





1.1) ZONE DE COMMANDE (b)

La commande (Fig.2) de l'appareil à rayons X est assurée par plusieurs boutons-poussoirs pour la sélection des paramètres et du mode de service, par un bouton tournant pour le réglage de la valeur souhaitée pour le paramètre choisi et par une zone d'affichage dans laquelle est indiquée la valeur réglée. Une LED signalant la sélection considérée est assignée à chaque bouton-poussoir.

Suivant l'état de service de l'appareil à rayons X, certains boutons-poussoirs ne peuvent pas être activés. Certains d'entre eux n'ont en effet aucune fonction, notamment lorsque le goniomètre (554 831) n'est pas branché.



- h2
- Bouton de réglage tournant b3 Bouton-poussoir pour le choix des paramètres
- b4 Bouton-poussoir pour le choix du mode de balayage
- b5 Bouton-poussoir de commande
- b6 Voyant témoin de la haute tension

b1) Zone d'affichage :

Zone d'affichage supérieure : indique le taux de comptage en cours

Zone d'affichage inférieure : indique la grandeur sélectionnée avec un bouton-poussoir (hauteur des chiffres : 25 mm, unité de mesure : matrice de points des LED)

Dans le mode de balayage « Coupled », la position angulaire de la cible est affichée dans la zone d'affichage inférieure tandis que le taux de comptage et la position angulaire du capteur sont affichés en alternance dans la zone d'affichage supérieure par appuis répétés sur le bouton-poussoir COUPLED.

b2) Bouton de réglage ADJUST : permet de régler les valeurs souhaitées.

Le bouton de réglage pas à pas peut se tourner dans les deux sens ; il fait preuve d'un comportement dynamique, c.-à-d. qu'en cas de rotation rapide, le pas de progression est plus grand que pour une rotation lente. Les valeurs sont prises en compte après avoir appuyé sur un bouton-poussoir.

b3) Boutons-poussoirs pour le choix des paramètres :

Bouton-poussoir U : active l'affichage et le réglage de la haute tension du tube U.

Plage de valeurs : 0,0-35,0 kV Pas de progression : 0,1 kV Préréglage : 5,0 kV

La valeur réglée est affichée, que la haute tension du tube soit appliquée ou non (voir boutonpoussoir SCAN et HV ON/OFF).

Bouton-poussoir I : active l'affichage et le réglage du courant I d'émission.

Plage de valeurs : 0,00-1,00 mA Pas de progression : 0,01 mA Préréglage : 0,00 mA

La valeur réglée est affichée, que le courant d'émission circule ou non.

Bouton-poussoir Δt : active l'affichage et le réglage du temps de mesure (par pas angulaire) Δt .

Plage de valeurs : 1-9999 s Pas de progression : 1 s Préréglage : 1 s

Bouton-poussoir $\Delta\beta$: le goniomètre (554 831) étant intégré, active l'affichage et le réglage du pas de progression angulaire $\Delta\beta$ pour le mode de service « balayage automatique ».

Plage de valeurs : 0,0°-20,0° Pas de progression : 0,1° Préréglage : 0,1°

Le réglage $\Delta\beta = 0,0^{\circ}$ occasionne la désactivation du mode de service « balayage automatique » et l'activation du mode de service « Photominuterie ».

Bouton-poussoir β LIMITS : le goniomètre (554 831) étant intégré, active l'affichage et le réglage des limites angulaires supérieure et inférieure pour le mode de service « balayage automatique ». Si la limite supérieure est choisie plus petite que la limite inférieure, aucune mesure ne pourra être lancée. L'affichage clignote jusqu'à ce que cet état soit modifié.

Après un premier appui sur ce bouton-poussoir, le symbole apparaît sur la zone d'affichage. Il est maintenant possible de régler la limite angulaire inférieure.

Après un second appui, c'est le symbole qui apparaît. Il est maintenant possible de régler la limite angulaire supérieure.

Le symbole dans la zone d'affichage signale le réglage de $\Delta\beta$ = 0,0°. Le mode de service « balayage automatique » est désactivé.

b4) Boutons-poussoirs pour le choix du mode de balayage (Scan) :

Bouton-poussoir SENSOR : le goniomètre (554 831) étant intégré, active le mode de balayage « sensor (capteur) » dans les modes de service « balayage automatique » ou « balayage manuel ».

Les limites angulaires du bras de capteur pour le « balayage automatique » peuvent être définies. Le bras de capteur peut être déplacé manuellement ou automatiquement. La position angulaire du capteur est affichée dans la zone d'affichage inférieure.

Bouton-poussoir TARGET : le goniomètre (554 831) étant intégré, active le mode de balayage « target (cible) » dans les modes de service « balayage automatique » ou « balayage manuel ».

Les limites angulaires du bras de cible pour le « balayage automatique » peuvent être définies. Le bras de cible peut être déplacé manuellement ou automatiquement. La position angulaire de la cible est affichée dans la zone d'affichage inférieure.

Bouton-poussoir COUPLED : le goniomètre (554 831) étant intégré, active le mode de balayage

« Coupled » dans les modes de service « balayage automatique » ou « balayage manuel ».

Les limites angulaires du bras de cible pour le « balayage automatique » peuvent être définies. Les bras de capteur et de cible peuvent se déplacer manuellement ou automatiquement avec le couplage angulaire 2:1. Le point de référence pour le couplage 2:1 est pour le déplacement manuel la position angulaire de la cible et du capteur avant d'avoir appuyé sur le bouton-poussoir COUPLED et pour le déplacement automatique la position zéro du système de mesure.

La position angulaire de la cible est indiquée dans la zone d'affichage inférieure. Le taux de comptage et la position angulaire du capteur apparaissent en alternance dans la zone d'affichage supérieure par appuis répétés sur le bouton-poussoir COUPLED.

Bouton-poussoir ZERO : le goniomètre (554 831) étant intégré, amène les bras de cible et de capteur à la position zéro du système de mesure (voir le mode d'emploi du goniomètre).

b5) Boutons-poussoirs de commande :

Bouton-poussoir RESET : le goniomètre (554 831) étant intégré, amène les bras de cible et de capteur à la position zéro du système de mesure et rétablit tous les paramètres sur les réglages effectués par le constructeur.

La haute tension du tube est coupée.

Bouton-poussoir REPLAY : active la lecture de la mémoire de valeurs mesurées.

Les positions angulaires demandées manuellement à l'aide du bouton de réglage ADJUST et les taux de comptage correspondants dont la moyenne a été calculée pour tout le temps de mesure Δt apparaissent dans la zone d'affichage et sont sortis par le port USB. Les tensions correspondantes sont sorties aux douilles de sortie ANGLE et RATE.

Le goniomètre (554 831) étant intégré, la position de ses bras ne change pas.

Les valeurs mesurées peuvent être appelées à volonté tant que les boutons-poussoirs RESET ou SCAN ne sont pas activés et que l'appareil à rayons X n'est pas mis hors service.

Bouton-poussoir SCAN ON/OFF : test les circuits de sécurité, enclenche la haute tension du tube lorsque les circuits de sécurité fonctionnent correctement et active le lancement du programme de mesure (à condition que les portes soient fermées).

Le bouton-poussoir ne peut être activé que pour $\Delta\beta > 0.0^{\circ}$ (mode de service : « balayage automatique ») lorsque le goniomètre est défini (boutons-poussoirs SENSOR, TARGET ou COUPLED) ou pour $\Delta\beta = 0.0^{\circ}$ (mode de service : « Photominuterie »).

Dans le mode de service « balayage automatique », les deux premières positions adoptées sont la position zéro du système de mesure et ensuite la limite angulaire inférieure. Ensuite, la haute tension du tube est enclenchée. Le balayage commence dès que la haute tension du tube est appliquée et qu'un courant d'émission circule. Le point de départ et le point final sont les limites angulaires inférieure ou supérieure définies par β LIMITS.

La haute tension du tube est enclenchée dans le mode de service « Photominuterie ». Dès que la haute tension du tube est appliquée et qu'un courant d'émission circule, le chronomètre compte à rebours pour ainsi afficher le temps d'exposition restant.

Bouton-poussoir : connecte et déconnecte l'affichage acoustique par impulsion pour le capteur.

Bouton-poussoir HV ON/OFF : test les circuits de sécurité et enclenche la haute tension du tube lorsqu'ils fonctionnent correctement (à condition que les portes soient fermées).

b6) Voyant témoin de la haute tension : clignote lorsque la haute tension du tube est enclenchée.

La haute tension du tube peut être enclenchée avec les boutons-poussoirs SCAN ou HV ON/OFF.

1.2) PARTIE TUBE (d)

C'est dans la partie tube que se trouve le tube à rayons X et c'est cette même partie tube qui sert de dispositif de blindage pour le tube à rayons X.

Le tube à rayons X se voit très bien même lorsqu'il fonctionne grâce à la porte coulissante en verre au plomb devant la partie tube et le cylindre en verre au plomb qui entoure le tube à rayons X. C'est ainsi que l'on peut par ex. observer le changement de température de la cathode lors de la variation du courant de la cathode.



- d4 Tube à rayons X d5
- Tube de verre au plomb d6
- Culot du tube avec vis de fixation d7 Porte coulissante en verre au plomb
- Fig.3

1.3) Ecran luminescent (f):

L'écran luminescent est une plaque de verre au plomb opaque enduite d'un matériau fluorescent et orientée vers la partie expérimentation ; il est un outil simple servant à mettre en évidence le rayonnement X, par ex. lors d'expériences de radioscopie sur des objets à pouvoir d'absorption différent. L'excitation de phénomènes lumineux permet l'« observation directe » du rayonnement X qui survient. Le diamètre est choisi de façon à ce que l'écran luminescent soit entièrement éclairé lorsque le collimateur est démonté.

Pour protéger la couche fluorescente contre la lumière environnante, il faut remettre en place la plaque de protection incluse au matériel livré lorsque l'expérience est terminée.

2) UTILISATION ET PROCEDURE EXPERIMENTALE

a) Mise en service de l'appareil à rayons X :

- Etablir la connexion au réseau et mettre l'appareil à rayons X en marche.
- Appuyer sur le bouton-poussoir U.
- A l'aide du bouton de réglage ADJUST, régler par ex. U = 20 kV.

La valeur prescrite est indiquée dans la zone d'affichage.

- Appuyer sur le bouton-poussoir I.
- A l'aide du bouton de réglage ADJUST, régler par ex. I = 1,00 mA.

La valeur prescrite est indiquée dans la zone d'affichage.

- S'assurer que les portes coulissantes en verre au plomb sont fermées correctement et appuyer sur le bouton-poussoir HV ON/OFF.

Le voyant témoin de la haute tension clignote et la cathode incandescente de l'appareil à rayons X brille. Il y a génération d'un rayonnement X.

- Appuyer sur le bouton-poussoir I et faire varier le courant d'émission I avec le bouton de réglage ADJUST: La luminosité de la cathode incandescente varie.

b) Choisir les paramètres de mesure :

- Appuyez sur le bouton-poussoir U, I, Δt , $\Delta \beta$ ou β LIMITS.

- A l'aide du bouton de réglage ADJUST, régler la valeur souhaitée:

La valeur prescrite est indiquée dans la zone d'affichage.

- Appuyer sur un bouton-poussoir quelconque.

Le choix des paramètres est terminé.

c) Positionner manuellement les bras du goniomètre :

soit : - appuyer sur les boutons-poussoirs SENSOR et TARGET.

- A l'aide du bouton de réglage ADJUST, régler l'angle souhaité :

La valeur prescrite est indiquée dans la zone d'affichage, le bras de capteur ou de cible adopte la position angulaire souhaitée.

- soit : appuyer sur le bouton-poussoir COUPLED.
 - A l'aide du bouton de réglage ADJUST, régler l'angle de la cible souhaité:

La valeur prescrite est indiquée dans la zone d'affichage, le bras de cible adopte la position angulaire souhaitée, le bras de capteur se déplace simultanément avec un pas de progression deux fois plus grand.

N. B. : Le rapport « angle du capteur = 2 × angle de la cible » est valable seulement si la position zéro du système de mesure a été préalablement adoptée à l'aide du bouton-poussoir ZERO ou en mode de service « balayage automatique ».

Le goniomètre s'ajuste exclusivement par le biais de moteurs pas à pas électriques :

• Ne bloquer ni le bras de cible, ni le bras de capteur du goniomètre et ne pas forcer pour modifier le réglage.

b5) Boutons-poussoirs de commande :

Bouton-poussoir RESET :

le goniomètre (554 831) étant intégré, amène les bras de cible et de capteur à la position zéro du système de mesure et rétablit tous les paramètres sur les réglages effectués par le constructeur.

La haute tension du tube est coupée.

Bouton-poussoir REPLAY : active la lecture de la mémoire de valeurs mesurées.

Les positions angulaires demandées manuellement à l'aide du bouton de réglage ADJUST et les taux de comptage correspondants dont la moyenne a été calculée pour tout le temps de mesure Δt apparaissent dans la zone d'affichage et sont sortis par le port USB. Les tensions correspondantes sont sorties aux douilles de sortie ANGLE et RATE.

Le goniomètre (554 831) étant intégré, la position de ses bras ne change pas.

Les valeurs mesurées peuvent être appelées à volonté tant que les boutons-poussoirs RESET ou SCAN ne sont pas activés et que l'appareil à rayons X n'est pas mis hors service.

Bouton-poussoir SCAN ON/OFF : test les circuits de sécurité, enclenche la haute tension du tube lorsque les circuits de sécurité fonctionnent correctement et active le lancement du programme de mesure (à condition que les portes soient fermées).

Le bouton-poussoir ne peut être activé que pour $\Delta\beta > 0.0^{\circ}$ (mode de service : « balayage automatique ») lorsque le goniomètre est défini (boutons-poussoirs SENSOR, TARGET ou COUPLED) ou pour $\Delta\beta = 0.0^{\circ}$ (mode de service : « Photominuterie »).

Dans le mode de service « balayage automatique », les deux premières positions adoptées sont la position zéro du système de mesure et ensuite la limite angulaire inférieure. Ensuite, la haute tension du tube est enclenchée. Le balayage commence dès que la haute tension du tube est appliquée et qu'un courant d'émission circule. Le point de départ et le point final sont les limites angulaires inférieure ou supérieure définies par β LIMITS.

La haute tension du tube est enclenchée dans le mode de service « Photominuterie ». Dès que la haute tension du tube est appliquée et qu'un courant d'émission circule, le chronomètre compte à rebours pour ainsi afficher le temps d'exposition restant.

Bouton-poussoir : connecte et déconnecte l'affichage acoustique par impulsion pour le capteur.

Bouton-poussoir HV ON/OFF : test les circuits de sécurité et enclenche la haute tension du tube lorsqu'ils fonctionnent correctement (à condition que les portes soient fermées).

b6) Voyant témoin de la haute tension : clignote lorsque la haute tension du tube est enclenchée.

La haute tension du tube peut être enclenchée avec les boutons-poussoirs SCAN ou HV ON/OFF.

3) EXPERIENCES :

L'appareil à rayons X permet de réaliser chacune des expériences suivantes :

- 3.1) Radio exposition et radiographie
- 3.2) Spectre continu et raies caractéristiques.
 - **3.2.1)** Etude de la source de rayons X
 - **3.2.2)** Réflexion de Bragg pour la détermination de l'écartement des plans réticulaires sur différents cristaux
 - 3.2.3) Duane-Hunt (détermination de la constante de Planck h d'après la longueur d'onde)
- 3.3) Diagrammes de Laue et Debye-Scherrer pour des études de la structure cristalline
- 3.4) Atténuation des rayons X en fonction du matériau et de l'épaisseur
- 3.5) Absorption en fonction de l'énergie (λ) et arêtes K

3.1) Fluorescence d'un écran luminescent sous l'action de rayons X

La fluorescence est un phénomène lumineux caractéristique de certaines substances qui se manifeste pendant leur exposition aux rayons lumineux, aux rayons X et aux rayons corpusculaires. L'énergie du rayonnement qui se manifeste est utilisée pour l'excitation ou l'ionisation des atomes et des molécules et restituée au retour à l'état initial en partie sous forme de lumière. Les transitions ont lieu très rapidement (< 10⁻⁵ s) si bien que, contrairement à la phosphorescence, la fluorescence n'est visible que pendant l'exposition aux radiations. Une particularité intéressante pour les applications diagnostiques est la capacité des rayons X à traverser des matériaux que la lumière ne peut pas traverser. Suivant la constitution de l'objet irradié, le rayon est plus ou moins atténué, d'où la représentation sur l'écran luminescent des détails de la construction intérieure et de la structure. Ceci est démontré dans l'expérience à l'appui d'un objet dont les différents éléments sont dans des matériaux aux propriétés d'absorption différentes. On étudie ici l'influence du courant d'émission I du tube à rayons X sur la luminosité et celle de la haute tension U du tube sur le contraste de l'image qui apparaît sur l'écran luminescent.

<u>Montage</u>

1) Enlever le collimateur et éventuellement le goniomètre ou tout autre dispositif expérimental de la partie expérimentation de l'appareil à rayons X.

2) Retirer la plaque de protection de l'écran luminescent à l'extérieur de l'appareil.



Réalisation

N.B.: Réaliser les expériences dans une pièce assombrie.

a) Luminosité de l'écran luminescent:

- Fermer la porte coulissante en verre de plomb, régler une haute tension du tube U = 35 kV et mettre l'appareil en marche en actionnant le bouton-poussoir hv on/off.
- Augmenter continuellement le courant d'émission I de 0 à 1,00 mA tout en observant la luminosité de l'écran luminescent.
- b) Variation du courant d'émission I:
- Placer l'objet à radioscoper, par ex. une calculatrice, le plus près possible de l'écran luminescent.
- Régler un courant d'émission I = 1,00 mA, une haute tension du tube U = 35 kV et mettre l'appareil en route en actionnant le bouton-poussoir hv on/off.
- Réduire le courant d'émission I pas à pas tout en observant le changement de l'image qui apparaît sur l'écran luminescent.
- c) Variation de la haute tension du tube U:
- Régler un courant d'émission I = 1,00 mA.
- Réduire la haute tension du tube pas à pas tout en observant le changement de l'image qui apparaît sur l'écran luminescent.

Demander l'appareil photographique au préparateur afin de prendre quelques clichés, utiliser le même réglage d'exposition pour tous les clichés. Cela vous permettra de correctement comparer les images prises.

3.2) Spectre continu et raies caractéristiques, étude de la source de rayons X

Objectifs expérimentaux:

3.2.1. Détermination de la longueur d'onde pour le rayonnement X caractéristique Ka et Kb du molybdène.

3.2.2. Vérification de la loi de la réflexion de Bragg.

3.2.3 Loi de décalage de Duane-Hunt

Le rayonnement X se produit lorsque des électrons rapides sont freinés dans la matière sur une distance réduite. Conformément aux lois de l'électrodynamique classique, un rayonnement électromagnétique est généré lors du freinage. Cette part du rayonnement X est ainsi appelée rayonnement de freinage. Le rayonnement de freinage a un spectre continu qui s'étend jusqu'à une fréquence maximale v_{max} précise ou une longueur d'onde minimale λ_{min} . Si l'énergie des électrons est au-delà d'une valeur limite, il résulte que des électrons pénètrent bien profondément dans les cortèges électroniques du matériau de l'anode où ils éjectent par collisions des électrons des couches proches du noyau. Les trous ainsi formés sont remplis par émission de rayonnement X par des électrons issus des couches extérieures du cortège électronique. Le rayonnement X est typique du matériau de l'anode. Le rayon X est donc constitué dudit rayonnement de freinage continu et de plusieurs raies distinctes qui proviennent du rayonnement X caractéristique de l'anode de Mo et sont causés par les transitions de K_a (71.080 pm) et K_β (63.095 pm) dans les atomes de molybdène (Mo) (Fig. 5).

Dans cette expérience nous utilisons un faisceau de rayons X d'intensité maximale, qui est concentré par un collimateur à fente. Pour déterminer la distribution de l'intensité par rapport à la longueur d'onde des rayons X issus d'une cible de Mo, nous utiliserons un monocristal de NaCl qui sert de monochromateur.



Fig.5 : Spectre de diffraction pour un cristal NaCl

Loi de Bragg

D'après une observation faite pour la première fois par H. W. et W. L. Bragg en 1913, la disposition régulière des atomes et des ions dans un cristal peut être interprétée de manière à ce que les composants du réseau soient disposés sur des plans réticulaires parallèles les uns par rapport aux autres. Si des rayonnements X parallèles incident sur un tel cristal et si on suppose qu'ils ont une nature ondulatoire, alors chaque composant du réseau situé dans un plan réticulaire agit comme un centre de diffusion et émet une onde sphérique. D'après Huygens, les ondes sphériques se superposent pour former un front d'ondes «réfléchi». La longueur d'onde λ reste ici inchangée par rapport au front d'ondes «incident» et les directions de rayonnement perpendiculaires aux deux fronts d'ondes satisfont à la condition «angle d'incidence = angle de réflexion». Les rayons réfléchis sur les divers plans réticulaires interfèrent de manière constructive lorsque leurs différences de marche Δ sont des multiples entiers de la longueur d'onde λ :



d: écartement des plans réticulaires

Fig.6 : Représentation schématique de la réflexion de rayons X utilisé pour calculer la loi de Bragg.

où les angles θ = angles de brillance, correspondants aux maxima de diffraction du rayonnement caractéristique.

Pour mettre les rayons X en évidence, on se sert d'un tube compteur de Geiger-Müller orienté avec le cristal de NaCl en couplage 2 θ par rapport au rayonnement X incident, c.-à-d. que le tube compteur est à chaque fois tourné d'un angle deux fois plus grand que celui du cristal (cf. Fig. 7).



Fig.7 : Schéma géométrique pour l'expérience de diffraction de Bragg.

3.2.1 Etude de la réflexion de Bragg sur un monocristal de NaCl avec le rayonnement X caractéristique du molybdène.

Tracer le graphique I(2 θ) et le commenter en expliquant de façon précise ces quatre composantes majeures à savoir: le pic à 2 θ =0, la zone sans intensité qui suit, les rayonnement continu et les raies. À partir de l'angle de brillance θ , calculer la longueur d'onde I d'après la loi de la réflexion de Bragg en utilisant l'écartement des plans réticulaires NaCl: d = 282,01 pm. Etablir les moyennes des longueurs d'onde déterminées pour les divers ordres de diffraction.

Connaissant la longueur d'onde de la raie K_{α} (71,07 pm), mettre en évidence les différents ordres de diffraction et déterminez la longueur d'onde de la raie K_{β} et calculez la distance d entre deux plans réticulaires.

Recalculer la valeur de la distance réticulaire d en utilisant la technique de normalisation de l'axe. Pour cela on considéra comme connues les valeurs des raies K_{α} (71.080 pm) et K_{β} (63.095 pm). Et on les utilisera pour placer les différents pics de diffractions correspondants aux angles calculés avec les valeurs théoriques de ces raies, effectuant une normalisation de l'axe angulaire. Comparer la valeur de la distance réticulaire d calculée par cette technique avec la précédente.

3.2.2 Détermination des courbes de transmission du cuivre et du zirconium.

Refaire l'expérience 3.2.1, faire ensuite deux autres relevés pour lesquels on interpose un filtre de cuivre ou de zirconium devant le faisceau de rayons X. On gardera pour ces 3 mesures une vitesse angulaire identique. Il est également nécessaire d'utiliser les mêmes paramètres (I_{max}, U_{max}) pour les mesures avec le filtre et sans filtre.

Tracer sur un graphique $I(2\theta)$ les trois courbes obtenues et le commenter.

3.2.3 Loi de décalage de Duane-Hunt:

Le spectre continu du rayonnement de freinage change au fur et à mesure que la haute tension U du tube augmente: L'intensité du rayonnement augmente étant donné que les électrons génèrent plus de quanta de rayons X au fur et à mesure que l'énergie augmente lors du freinage dans le matériau de l'anode. La longueur d'onde limite λ_{min} se décale alors vers des valeurs plus petites, c.-à-d. qu'un rayonnement plus riche en énergie, «plus dur» est généré.

$$\lambda_{\min} = h \cdot c / (e \cdot U)$$
 (2)

où h est la constante de Planck, c la vitesse de la lumière et e la charge élémentaire. Mettre en évidence l'effet de la tension d'accélération des électrons du tube à rayons X sur le spectre d'émission. Pour cela répétez, sur le même graphique I(2θ), le relevé effectué en 3.2.1 mais pour toutes les valeurs de la tension d'accélération U. Tracer sur un graphique $I(2\theta)$ toutes courbes obtenues et normaliser de nouveau l'axe angulaire Pour chaque tension trouver la valeur de longueur d'onde correspondant à l'énergie maximum du photon X.

Faire un graphique $\lambda = f(1/U)$. En déduire la constante de Planck.

Montage pour 3.2.1, 3.2.2 et 3.2.3

- Monter le collimateur.
- Monter le filtre Cu ou Zr (seul 3.2.2).
- Monter le goniomètre (554 831).
- Monter le tube compteur à fenêtre (559 01) comme capteur.
- Monter le cristal de NaCl (554 78) comme cible.
- Régler la position zéro du système de mesure.
- Choisir les paramètres de mesure U, I, Δt et $\Delta \beta$: (par ex. : U = 35,0 kV, I = 1,0 mA, Δt =10 s et $\Delta \beta$ = 0,1°).
- Appuyer sur le bouton-poussoir COUPLED.
- Régler les limites inférieure et supérieure de l'angle de la cible sur les valeurs souhaitées: (par ex.: 2,5° et 30°)
- Par le biais du port USB, brancher l'ordinateur avec le programme « Appareil à rayons X » installé et lancer le programme.
- Appuyer sur le bouton-poussoir SCAN pour le lancement du tracé.

3.3 Diffractions de Laue (diffusion cohérente) et de Debye-Scherrer

La méthode de Laue permet de déterminer l'orientation et la symétrie d'un cristal. Un rayonnement polychromatique est employé dans cette méthode pour obtenir les diagrammes de Laue <u>(utiliser le collimateur ponctuel)</u>. L'expérience consiste à prendre des photographies des diagrammes de Laue de monocristaux de NaCl (distance film-échantillon de 3 cm). Le diagramme de Laue est très utilisé dans les expériences de physique du solide pour orienter les monocristaux. Dans la méthode de Debye-Scherrer, un faisceau monochromatique frappe un échantillon sous forme de poudre. Pour l'expérience, l'échantillon est préparé en broyant finement du NaCl de façon à avoir une distribution continue de petits cristaux.

<u>Montage</u>

Fixer le cristal ou la poudre au collimateur ponctuel l'aide de scotch. La poudre devra être coincée entre deux bouts de scotch.

Montage du collimateur (fig.8):

- Tourner le collimateur de sorte que les douilles à ressort du collimateur soient à la verticale et la fente du collimateur à l'horizontale.
- Insérer le collimateur jusqu'à ce que les douilles à ressort soient maintenues par les tiges du logement du collimateur.

 I_{max} , V_{max} ; temps d'exposition environ 35 min.



Fig.8 Montage du collimateur.

3.4) Etude de l'atténuation de rayons X en fonction du matériau et de l'épaisseur de l'absorbeur

Objectifs expérimentaux:

3.4.1) Etude de l'atténuation du rayonnement X en fonction de l'épaisseur de l'absorbeur.

3.4.2) Vérification de la loi d'atténuation de Lambert.

3.4.3) Etude de l'atténuation du rayonnement X en fonction du matériau de l'absorbeur.

Mise en évidence de la longueur d'onde de l'atténuation.

On entend par atténuation du rayonnement X la baisse d'intensité lors du passage des rayons à travers la matière. Les effets qui contribuent à l'atténuation sont deux: la diffusion et l'absorption. Bien que l'absorption et l'atténuation soient des phénomènes physiques différents, on caractérise souvent le matériau irradié d'absorbeur alors que d'un point de vue linguistique, le terme qui conviendrait le mieux est atténuateur. Cela prête certes à équivoque, mais compte tenu de l'usage en vigueur, nous aurons aussi en partie recours dans cette fiche d'expérience à l'appellation absorbeur à la place de l'appellation atténuateur. La diffusion des quanta de rayonnement X sur les atomes du matériau atténuateur occasionne un changement de direction d'une partie du rayonnement. C'est ainsi que l'intensité dans la direction originale s'affaiblit. La diffusion peut être élastique ou bien liée à une perte d'énergie ou à un décalage de la longueur d'onde, c.-à-d. se manifester sous la forme d'une diffusion inélastique. Par absorption, toute l'énergie des quanta de rayonnement X est transférée sous forme d'énergie d'excitation ou d'ionisation aux atomes ou molécules de la substance irradiée. Si R₀ est le taux de comptage initial devant l'atténuateur et R le taux de comptage derrière l'atténuateur, on calcule alors comme suit la transmission pour la caractérisation de la perméabilité d'un atténuateur pour le rayonnement

$T = R/R_0$

(3)

(4)

Plus la transmission d'un atténuateur est grande, plus son pouvoir d'atténuation est faible. La transmission dépend de l'épaisseur de l'atténuateur. En supposant que les propriétés du rayonnement incident restent inchangées malgré l'atténuation, une augmentation de l'épaisseur x de la faible valeur dx occasionne une réduction de la transmission T de la faible valeur dT. La baisse relative de la transmission est proportionnelle à l'augmentation absolue de l'épaisseur:

Le facteur de proportionnalité μ est qualifié de coefficient d'atténuation linéaire. Comme pour x = 0, on a la transmission T = 1, l'intégration de l'équation (2) donne

$$T = e^{-\mu \cdot x}$$
 (4)
ou Ln(T) = - $\mu \cdot x$ (5)



Fig. 9 : Représentation schématique de la loi de Lambert pour l'atténuation de rayons X

Cette relation est la loi d'atténuation de Lambert, du nom de Johann Heinrich Lambert actif au 18ème siècle en sa qualité de scientifique et de philosophe.

3.4.1) Influence de l'épaisseur de l'absorbeur sur l'atténuation.

Pour déterminer le coefficient d'absorption, taux de comptage RO sans substance absorbante ainsi que les taux de comptage Ri avec substance absorbante dans le faisceau.

Il est recommandé d'effectuer chaque fois plusieurs mesures. En utilisant le segment comprenant 6 échantillons d'aluminium d'épaisseur différente (d=0.5 à 3 mm par pas de 0.5 mm) vérifier la loi exponentielle de l'absorption (4). Répétez avec le filtre in Zr.

Tracer sur le même graphique Ln(T) (avec et sans filtre en zircon) en fonction de d.

Déterminer le coefficient d'absorption μ (cm⁻¹) de l'aluminium pour les deux séries de mesure.

Montage

- a) sans filtre en zircon:
- Régler la haute tension du tube U = 21 kV.
- Régler le courant d'émission I = 0,05 mA.

N.B.: Le taux de comptage ne devrait, si possible, guère dépasser 1500 /s. Cela évite une éventuelle correction du temps mort.

- Appuyer sur le bouton-poussoir Target.
- Régler le pas angulaire $\Delta\beta$ =10° (voir «Activation du mode de service Photominuterie» dans le mode d'emploi de l'appareil à rayons X).
- Régler un temps de mesure Dt = 100 s.
- Avec le bouton de réglage « Adjust », procéder successivement à l'ajustage des positions angulaires de l'absorbeur (env. 0.8°, 10.8°, 20.8°, 30.8°, 40.8°, 50.8° et 60.8°), lancer la mesure avec le boutonpoussoir Scan et appeler le taux de comptage R moyen après l'écoulement du temps de mesure avec le bouton-poussoir « Replay ». Etablir un protocole des résultats.
- b) avec filtre en zircon:
- Monter le filtre en zircon sur le collimateur (la composante à onde courte du rayonnement de freinage généré pour U= 21 kV est alors quasiment supprimée).
- Régler le courant d'émission I = 0,15 mA et le temps de mesure Dt = 200 s.
- Avec le bouton de réglage « Adjust », procéder successivement à l'ajustage des positions angulaires de l'absorbeur (env. 0.8°, 10.8°, 20.8°, 30.8°, 40.8°, 50.8° et 60.8°), lancer la mesure avec le boutonpoussoir Scan et appeler le taux de comptage R moyen après l'écoulement du temps de mesure avec le bouton-poussoir « Replay ». Etablir un protocole des résultats.

Sans filtre en Zircon:

U=21kV, I=0.05mA, ∆t=100s

Epaisseur d (mm)	R (s ⁻¹)	

Sans filtre en Zircon: U=21kV, I=0,05 mA, Δt=100s

Epaisseur d (mm)	$R(s^{-1})$	Т
80		
0,5		
1,0		
1,5		
2,0		
2,5		
3,0		

Avec filtre en Zircon:

Epaisseur d (mm)	$R(s^{-1})$	Т
0		
0,5		
1,0		
1,5		
2,0		
2,5		
3,0		

3.4.2) Influence du matériau (numéro atomique) de l'absorbeur sur l'atténuation

Faire ensuite l'étude de la variation du coefficient d'absorption en fonction du numéro atomique Z. Pour cela utiliser le porte échantillon comprenant plusieurs types de matériaux: plastique, aluminium, fer, cuivre, zirconium et argent (même épaisseur d = 0,05 cm.).

Auparavant on effectuera une mesure du rayonnement ambiant (U=0kV, I=0 mA, Δ t=300s) a fin de corriger les mesures d'absorption.

Tracer sur le même graphique μ (cm⁻¹) (avec et sans filtre en zircon) en fonction de Z. Commenter (arrêtes d'absorption...).

U=30kV, d=0,05 cm, sans filtre en Zircon

Absorbeur	Z	I (mA)	∆ t (s)	R (s ⁻¹)	Τ	μ(cm ⁻¹)
Vide		0,02	30			
С		0,02	30			
Al		0,02	30			
Fe		1,00	300			
Cu		1,00	300			
Zr		1,00	300			
Ag		1,00	300			

U=30kV, d=0,05 cm, avec filtre en Zircon

Absorbeur	Z	I (mA)	∆t (s)	R (s ⁻¹)	Τ	μ(cm ⁻¹)
Vide		0,02	30			
С		0,02	30			
Al		0,02	30			
Fe		1,00	300			
Cu		1,00	300			
Zr		1,00	300			
Ag		1,00	300			

3.5) Etude du coefficient d'atténuation en fonction de la longueur d'onde:



Fig.10 : Absorption en fonction de la longueur d'onde. A chaque pic d'absorption une lettre est associée.

La subordination à la longueur d'onde λ est vérifiée dans l'expérience pour deux métaux différents – donc deux numéros atomiques Z différents (cuivre et zircon).

L'atténuation du rayonnement X au passage à travers la matière est décrite par la loi de Lambert (4, 5).

L'absorption et la diffusion contribuent ensemble à l'atténuation du rayonnement X. Le coefficient d'atténuation linéaire μ est donc constitué du coefficient d'<u>absorption</u> <u>linéaire τ </u> et du coefficient de <u>diffusion linéaire σ </u>:

$$\mu = \tau + \sigma (cm^{-1})$$
 (6)

Ces coefficients sont proportionnels à la masse et à la densité p du matériau irradié, raison pour laquelle on utilise souvent le dit coefficient de masse qui – pour les métaux purs observés ici – sont

$$\mu_{m} = \mu/\rho, \quad \tau_{m} = \tau/\rho \quad \sigma_{m} = \sigma/\rho \quad (cm^{2} g^{-1})$$
(7)
$$\mu_{a} = \mu_{m} \dot{A}/N_{A}, \quad \tau_{a} = \tau_{m} \dot{A}/N_{A} \quad \sigma_{a} = \sigma_{m} \dot{A}/N_{A} \quad (cm^{2})$$
(8)

$$\label{eq:relative} \begin{split} \rho &= \text{densité (g cm}^{-3}) \\ A &= \text{masse atomique relative (g mol}^{-1}) \\ N_A &= 6,022.10^{-23} \text{ mol}^{-1} \text{ (Nombre d'Avogadro)} \end{split}$$

Comme pour l'équation (8), on a

$$\mu_a = \tau_a + \sigma_a \tag{9}$$

L'absorption du rayonnement X se base essentiellement sur l'ionisation des atomes qui délivrent un électron d'une couche atomique intérieure. La section efficace d'absorption τ dépend par conséquent fortement de l'énergie quantique hv ou de la longueur d'onde λ du rayonnement X ainsi que de l'énergie d'excitation des atomes et donc du numéro atomique Z. Pour l'ionisation, l'énergie quantique du rayonnement X doit dépasser l'énergie de liaison E des électrons issus de la couche en question. La section efficace d'absorption devient alors très petite dès que l'énergie quantique est à peine inférieure à l'énergie de liaison. La longueur d'onde limite pour laquelle l'énergie quantique suffit encore porte le nom d'arête d'absorption (voir fig. 10).

Pour l'exploitation, on profite du fait que la section de diffusion $\sigma_a \underline{\text{dans la gamme d'ondes } \lambda = 35-100}$ pm est nettement inférieure à la section relative d'absorption et peut être approximativement évaluée par

$$\sigma_{a} = 0.2 \cdot A/N_{A} (cm^{2} g^{-1})$$
 (10)

D'après les équations (5) à (6), il résulte après quelques transformations pour la section relative d'absorption:

$$\tau_a = \mu_a - \sigma_a = \mu/\rho \cdot A/N_A - 0.2 \cdot A/N_A \qquad (cm^2) \qquad (11)$$

La transmission T =R/R₀ (3) du matériau irradié est mesurée en fonction de la longueur d'onde du rayonnement X. En appliquant la loi de Lambert (5), le coefficient d'atténuation linéaire μ peut être calculé et d'après celui-ci, la section relative d'absorption τ_a selon l'équation (12):

$$\tau_a = -Ln(T)/(\rho.x)\cdot A/N_A - 0.2\cdot A/N_A \qquad (cm^2) \qquad (12)$$

Montage

a) Calcul de la transmission T:

Générer les spectres de transmission. (R/R₀) = f(λ) pour le film en cuivre et le film en zircon à partir des spectres de diffraction obtenus dans la partie 3.2, ou refaire des mesures <u>dans la gamme</u> <u>d'ondes λ = 35-100</u> pm

b) Calcul de la section relative d'absorption τ_a a partir de la formule (12): Calculer la section relative d'absorption τ_a en fonction de la longueur d'onde (λ) pour les deux filtres avec la transmission obtenue en a) et les paramètres réunis dans le tableau 1 par application de (12).

Tableau 1: Paramètres des films utilisés.

Elément	Z	ρ (g.cm ⁻³)	x (cm)	A (g.mo[1)
Cu		8,92	0,007	63,55
Zr		6,49	0,005	91,22

c) Vérification de la loi λ^3 pour le Cu et le Zr :

En dehors des arêtes d'absorption, on a en bonne approximation le rapport:

 $\tau_a = C \lambda^{3} Z^4$ (13)

– Tracer le spectre obtenu en b) en échelle logarithmique. Utiliser τ_a en unites de (10⁻²⁴ cm²) et λ en pm.

- Modéliser les droites de régression à intervalles appropriées (parties linéaires).

– Commenter les résultats.

(EN OPTION : Etude du coefficient d'atténuation en fonction du numéro atomique Z:

Objectifs expérimentaux:

-Mesure de la transmission T pour le rayonnement X en fonction du numéro atomique Z pour une longueur d'onde fixe en dehors des arrêtes d'absorption.

-Etude de la subordination à Z du coefficient d'atténuation μ en dehors des arêtes d'absorption. -Vérification de la loi en Z⁴ pour le coefficient d'absorption t.

Notions de base:

L'absorption du rayonnement X se base essentiellement sur l'ionisation des atomes qui délivrent un électron d'une couche atomique intérieure. La section efficace d'absorption t_a dépend par conséquent fortement de l'énergie d'excitation des atomes et donc du numéro atomique Z (voir fig. 1). En dehors des arrêtes d'absorption pour lesquelles l'énergie quantique hv du rayonnement X correspond justement à l'énergie de liaison E des électrons, on a en bonne approximation la relation suivante pour le rayonnement X monochromatique d'une longueur d'onde λ :

$$t_a = C_2.Z^4$$
 (14)

Cette relation est vérifiée lors de l'expérience par des mesures de la transmission sur les métaux Al, Fe, Cu, Zr et Ag pour la longueur d'onde λ = 40 pm qui est en dessous des arêtes d'absorption des éléments (voir tab. 1).

Tab.2:

Elément	Z	λ _k (pm)	
Al		796,7	
Fe		174,3	
Cu		138,1	
Zr		68,9	
Ag		48,6	

Réalisation:

- Sélectionner une haute tension du tube U = 35,0 kV, un courant d'émission λ = 0,60 mA.

 Régler le couplage 2q de la cible et du capteur et régler manuellement l'angle de la cible sur 4,18°.

Pour U = 35 kV, la longueur d'onde limite du rayonnement de freinage vaut λ_{min} = 35,4 pm. Cette valeur correspond à un angle de diffraction de 3,608° dans le premier ordre de diffraction. L'angle de la cible 4,18° sélectionné correspond à la longueur d'onde λ = 40,3 pm. Celle-ci est au-delà de la longueur d'onde limite λ_{min} et en dessous des arêtes K λ_{K} données dans le tableau 1.

– Sélectionner Δt =20s comme temps de mesure.

– Relever le taux de comptage sans filtre.

– Sélectionner Δt =100s comme nouveau temps de mesure.

- Monter le film en Al du lot de films d'absorption sur le logement pour capteur (e) du goniomètre, lancer la nouvelle mesure, le diviser par le taux de comptage mesuré sans atténuateur pour le calcul de la transmission T et relever le résultat.

- Remplacer successivement le film en Al par les films en Fe,Cu, Zr et Ag et réaliser d'autres mesures.

Exploitation:

Le tableau 2 comporte les principaux paramètres pour l'exploitation ultérieure. Par application de l'équation (12), on peut calculer la section relative d'absorption τ_a . Pour vérifier la loi Z⁴, on calcule les termes Ln(τ_a [10⁻²⁴cm²]) et Ln(Z), on représente la section relative d'absorption sous la forme Ln(τ_a) = f (Ln(Z)) puis on modélise une droite de régression. Commenter.

Tab.	2:	-	-	
Elément	Z	(g.cm⁻¹)	A (g.mol⁻¹)	x (cm)
Al		2,70	26,98	0,050
Fe		7,86	55,85	0,050
Cu		8,92	63,55	0,007
Zr		6,49	91,22	0,005
Ag		10,50	107,87	0,005

(EN OPTION : Mise en évidence de la diffusion Compton (diffusion incohérente):

Objectifs expérimentaux:

-Mesure de l'augmentation de la longueur d'onde par l'effet Compton sur un corps dispersant en aluminium.

-Mise en évidence de la dépendance angulaire de $\Delta\lambda$.

Notions de base:

Il s'agit de mettre en évidence la diffusion Compton sur un corps dispersant en aluminium. Le principe de la mesure est de déterminer la longueur d'onde du faisceau de rayon X avant et après diffusion Compton en mesurant le coefficient d'absorption du faisceau avec le filtre de cuivre. Mesurer le rayonnement dispersé pour θ =145° et θ =60° afin de démontrer que la modification de la longueur d'onde dépend de l'angle de dispersion.

Alessia Sambri mai 2010 Gijsbert Rispens sept 2012