

## Physique atomique et nucléaire

Rayons X

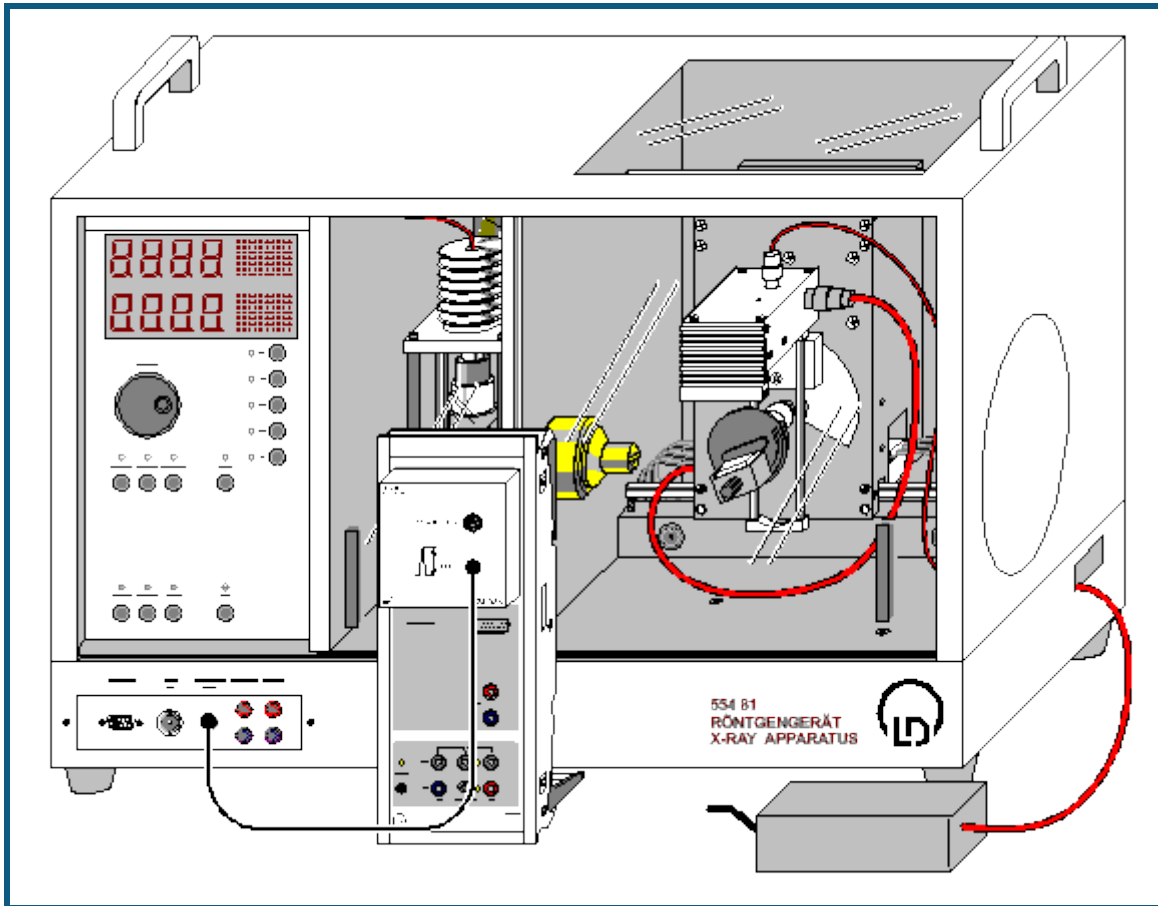
*Spectroscopie d'énergie de rayons X*


Réflexion de Bragg dissoute  
par l'énergie à différents  
ordres de diffraction

### Description tirée de CASSY Lab 2

Pour charger des exemples et des  
paramétrages, merci de bien vouloir  
utiliser l'aide de CASSY Lab 2.

## Réflexion de Bragg résolue en énergie dans différents ordres de diffraction



 Convient aussi pour [Pocket-CASSY](#)

### Remarques de sécurité

L'appareil à rayons X est conforme, de par sa conception et construction, à un dispositif à rayons X destiné à l'enseignement et à un appareil de protection intégrale répondant aux réglementations sur les rayons X. Il est homologué comme appareil à rayons X à l'usage des établissements scolaires et comme appareil de protection intégrale conformément au règlement allemand sur la radioprotection (BfS 05/07 V/Sch RöV ou NW 807 / 97 Rö).

Grâce aux dispositifs de protection et de blindage intégrés en usine, le taux de dose hors de l'appareil à rayons X est réduit à moins de 1  $\mu\text{Sv/h}$ , soit une valeur d'un ordre de grandeur correspondant à la dose d'irradiation naturelle.

- Vérifier le bon état de l'appareil à rayons X avant de le mettre en marche et contrôler la coupure de la haute tension à l'ouverture des portes coulissantes (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X).
- Tenir l'appareil à rayons X à l'abri des personnes non autorisées.

Eviter toute surchauffe de l'anode dans le tube à rayons X Mo.

- A la mise en marche de l'appareil à rayons X, vérifier le bon fonctionnement du ventilateur dans la partie tube.

Le goniomètre est exclusivement réglé par le biais de moteurs pas à pas électriques.

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

### Description de l'expérience

Selon une considération tout d'abord émise par W.H. et W.L. Bragg en 1913, un cristal est un arrangement régulier d'atomes distribués dans des plans réticulaires parallèles.

A l'arrivée de rayons X parallèles sur le cristal, ceux-ci sont diffusés élastiquement sur chaque atome. Si deux conditions sont satisfaites, il se produit des interférences constructives entre les ondes diffusées au niveau des atomes.

Ces conditions sont les suivantes :

Angle d'incidence  $\alpha_1$  = angle de réflexion  $\alpha_2 = \alpha$

et

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \alpha \text{ (condition de Bragg)}$$

sachant que  $d$  est la distance interréticulaire (c.-à-d. entre deux plans cristallographiques) et que l'ordre de diffraction  $n$  est un nombre entier. L'angle  $\alpha$  est mesuré par rapport aux plans réticulaires.

Lors du relevé du spectre à l'aide d'un détecteur à résolution en énergie, ce ne sont pas les longueurs d'onde qui sont saisies mais les énergies. A cet effet, la condition de Bragg peut être réécrite comme suit, compte tenu de  $E = hv = hc/\lambda$  :

$$E_n = nhc / 2dsina$$

ou

$$E_n/n = hc / 2dsina \approx 620 \text{ pm} \cdot \text{keV} / dsina$$

$E_n$  est ici l'énergie du rayonnement X réfléchi dans l'ordre de diffraction  $n$ . Il en ressort le fait que pour un angle  $\alpha$  fixe, l'énergie la plus faible  $E_1$  survient dans le premier ordre de diffraction. Le rapport entre l'énergie de rayonnement dans l'ordre de diffraction  $n$  et l'énergie de rayonnement dans le premier ordre de diffraction  $E_n/E_1$  donne l'ordre de diffraction. Le rapport  $E_n/n$  est constant pour chaque famille de plans réticulaires.

### Matériel requis

1	<a href="#">Sensor-CASSY</a>	524 010 ou 524 013
1	<a href="#">CASSY Lab 2</a>	524 220
1	<a href="#">adaptateur AMC</a>	524 058
1	appareil à rayons X avec goniomètre	554 801 ou 554 811
1	tube à rayons X Cu	554 862 oder 554 85
1	détecteur d'énergie de rayonnement X	559 938
1	câble HF, 1 m	501 02
1	PC avec Windows XP/Vista/7/8	

### Montage expérimental (voir schéma)

- Eventuellement échanger le tube à rayons X Mo contre le tube à rayons X Cu (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X)
- Faire passer le câble de raccordement de l'alimentation portable à travers le canal vide de l'appareil à rayons X et le brancher à la douille Mini DIN du détecteur d'énergie de rayonnement X.
- Fixer le porte-capteur avec le détecteur d'énergie de rayonnement X monté au bras de capteur du goniomètre.
- Connecter la sortie du signal du détecteur d'énergie de rayonnement X à la douille BNC SIGNAL IN de l'appareil à rayons X à l'aide du câble BNC fourni.
- Faire en sorte que le câble de raccordement soit inséré sur une longueur suffisante pour permettre le pivotement complet du bras de capteur.
- Brancher le Sensor-CASSY à l'ordinateur et enficher l'adaptateur AMC.
- Utiliser le câble BNC pour relier la sortie SIGNAL OUT de la zone de connexion de l'appareil à rayons X à l'adaptateur AMC.
- Régler respectivement sur 5 à 6 cm la distance entre la fente du collimateur et l'axe de rotation ainsi que celle entre l'axe de rotation et la fenêtre d'entrée du détecteur d'énergie de rayonnement X.
- Placer le cristal de NaCl inclus au matériel livré avec l'appareil à rayons X sur le support pour cible et le fixer avec précaution.
- Appuyer sur le bouton-poussoir COUPLED et régler manuellement l'angle de la cible sur  $4,5^\circ$  à l'aide du bouton de réglage ADJUST.


### Remarque

Pour l'expérience, on utilise le tube à rayons X Cu parce que grâce à la fenêtre plus mince, il délivre le rayonnement dans une large gamme d'énergie : env. 5 à 35 keV lorsque la haute tension vaut 35 kV. Les angles du cristal sont choisis de sorte que seul le rayonnement de freinage soit réfléchi sur le cristal et pas les raies caractéristiques. Si tel n'était pas le cas, l'intensité nettement plus grande dans la raie caractéristique pourrait considérablement fausser les relations d'intensité de différents ordres de diffraction.

### Procédure expérimentale

#### ■ Charger les paramètres

- Brancher l'alimentation portable au réseau (le témoin lumineux passe au « vert » au bout d'env. 2 min et le détecteur d'énergie de rayonnement X est opérationnel).
- Régler une haute tension du tube  $U = 35 \text{ kV}$ , un courant d'émission  $I = 1,00 \text{ mA}$  et brancher la haute tension.

- Relever le spectre d'étalonnage (lancer le relevé du spectre avec .
- Régler un courant d'émission  $I = 0,40$  mA.
- Relever les spectres pour les angles  $5^\circ$ ,  $10^\circ$ ,  $15^\circ$  et  $20^\circ$  de la cible.

### Étalonnage énergétique

Dans le boîtier de la photodiode PIN au silicium du détecteur d'énergie de rayonnement X, le rayonnement X à mesurer génère en plus un rayonnement de fluorescence X qui est lui aussi enregistré. Dans le spectre primaire, il faut par conséquent s'attendre aux pics du rayonnement réfléchi mais aussi aux raies de l'or (Au) et de l'argent (Ag). Ces raies permettent d'effectuer l'étalonnage énergétique des spectres.

Un pic pour  $E=8,1$  keV apparaît à gauche par diffusion de la raie  $K_\alpha$  du Cu du spectre primaire du tube à rayons X. Les pics suivants plus petits pour  $E=9,7$  keV,  $11,4$  keV et  $22,2$  keV sont occasionnés par la fluorescence du boîtier ( $L_\alpha$ ,  $L_\beta$  de l'Au et  $K_\alpha$  de l'Ag) et le grand pic à droite est le rayonnement réfléchi (condition de Bragg).

- Sélectionner le spectre  $N_1$  ( $4,5^\circ$ ).
- Ouvrir l'[Étalonnage énergétique](#) dans les [paramétrages EA](#), sélectionner **Étalonnage énergétique global à cette entrée** puis inscrire à droite les énergies de la raie  $L_\alpha$  de l'Au ( $9,71$  keV) et de la raie  $K_\alpha$  de l'Ag ( $22,16$  keV).
- Dans le menu contextuel du graphe, sélectionner [Calcul valeur principale du pic](#), marquer la raie  $K_\alpha$  du Cu et inscrire le résultat à gauche dans l'[Étalonnage énergétique](#) (par ex. en le transférant de la ligne d'état par glisser-déposer).
- Pour finir, déterminer le centre de gravité de la raie  $K_\alpha$  de l'Ag et également l'inscrire à gauche.
- Faire passer la représentation sur Énergie (par ex. par glisser-déposer de  $E_A$  vers le graphe)

### Remarque

Pour exciter les raies K de l'argent dans le matériau du boîtier, l'énergie du rayonnement réfléchi doit dépasser l'arête K de l'argent ( $25,52$  keV). Ceci est la raison pour laquelle l'étalonnage énergétique est réalisé sur le spectre avec  $\alpha=4,5^\circ$ .

### Exploitation

Pour vérifier que les pics restants font partie des différents ordres lors de la diffraction sur la même famille de plans réticulaires, il faut analyser les relations entre les énergies des pics.

Pour déterminer les énergies des pics en fonction de l'angle de diffusion

- Sélectionner le spectre d'énergie ( $5^\circ$ ,  $10^\circ$ ,  $15^\circ$  et  $20^\circ$ ).
- Dans le menu contextuel du graphe, sélectionner [Calcul valeur principale du pic](#) et marquer le pic souhaité.
- Relever la position déterminée du pic dans la ligne d'état et l'inscrire sous la forme  $E_n=1$ ,  $E_n=2$ ,  $E_n=3$  ou  $E_n=4$  avec l'angle  $\alpha$  dans la représentation **Energie** (cliquer avec la souris) (par ex. en transférant la valeur de la ligne d'état par glisser-déposer).

C'est ainsi que dans la représentation **Ordre**, un tableau est élaboré dans lequel sont indiqués les rapports  $E_n/E_1$  entre l'énergie de rayonnement dans l'ordre de diffraction  $n$  et l'énergie de rayonnement dans le premier ordre. Ils ont des valeurs quasiment entières ce qui confirme la supposition selon laquelle ils font partie d'ordres différents lors de la diffraction sur la même famille de plans réticulaires.

Dans la représentation **Distance interréticulaire**, la distance interréticulaire  $d$  a été calculée pour chaque angle du cristal à partir des valeurs moyennes  $E_n/n$ . Il en ressort que la diffraction a été observée quel que soit l'angle sur une famille de plans réticulaires avec une distance  $d \approx 280$  pm. La comparaison avec les données figurant dans la littérature pour le NaCl (constante de grille  $564$  pm) montre qu'il s'agit ici de la diffraction sur les plans réticulaires (200) ( $d = 282$  pm).

### Informations supplémentaires

Dans le cas du relevé de Bragg avec un tube compteur de Geiger-Müller comme détecteur, les photons réfléchis dans divers ordres de diffraction, sont comptés ensemble. Un spectre ainsi relevé est donc un assemblage de plusieurs composantes difficilement séparables. Dans le spectre obtenu avec un angle de  $20^\circ$ , on voit nettement dans quelle mesure l'affirmation sur l'intensité du rayonnement serait fautive si on s'orientait seulement au premier ordre de diffraction et qu'on négligeait la présence d'ordres supérieurs de diffraction.