

Réflexion de Bragg: détermination de la constante de réseau de monocristaux

Objectifs expérimentaux

- Etude et comparaison de la réflexion de Bragg sur des monocristaux de LiF et de NaCl
- Détermination de la constante de réseau a_0 du NaCl et du LiF

Notions de base

La loi de la réflexion de Bragg décrit la diffraction d'ondes planes sur un monocristal comme étant une réflexion sélective des ondes sur une série de plans réticulaires dans le cristal. A cause de la périodicité du cristal, les plans réticulaires d'une série présentent un écartement d fixe. Une onde aller de longueur d'onde λ est réfléchié avec une intensité maximale lorsque la condition de Bragg

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \vartheta \quad (I)$$

n : ordre de diffraction

λ : longueur d'onde

d : écartement des plans réticulaires

est remplie (voir expérience P6.3.3.1). L'angle ϑ indique la direction des ondes aller et retour par rapport à la série de plans réticulaires et porte souvent le nom d'angle de brillance.

Dans un cristal cubique avec une structure de NaCl (cf. fig. 1), les plans réticulaires sont dans le plus simple des cas parallèles aux surfaces des cellules unitaires du cristal. Leur écartement d correspond ici à la moitié de la constante de réseau:

$$d = \frac{a_0}{2} \quad (II)$$

L'équation (I) devient ainsi une équation conditionnelle pour la constante de réseau a_0 :

$$n \cdot \lambda = a_0 \cdot \sin \vartheta \quad (III)$$

Cela signifie que la détermination de a_0 exige la mesure de l'angle de brillance ϑ pour une longueur d'onde λ connue et un ordre de diffraction n . La précision de cette méthode augmente si les angles de brillance sont également mesurés dans des ordres de diffraction plus élevés.

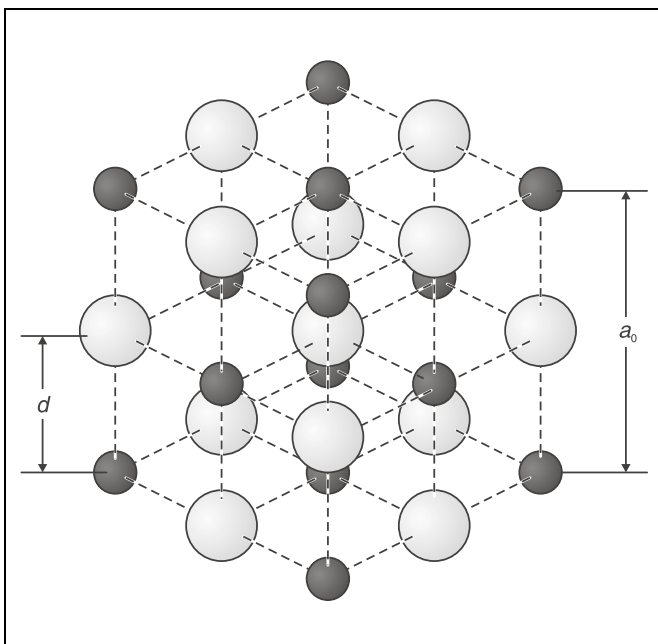
Comme rayonnement de longueur d'onde connue, on utilise dans l'expérience le rayonnement X caractéristique du molybdène. Ses longueurs d'onde λ sont indiquées dans le tab. 1.

Tab. 1: Longueurs d'onde du rayonnement X caractéristique du molybdène (valeurs moyennes pondérées [1])

Raie	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$
K_α	71,08
K_β	63,09

Pour mettre les rayonnements X en évidence, on utilise un tube compteur de Geiger-Müller orienté avec le cristal dans un couplage 2ϑ par rapport au faisceau de rayons X incident; cela signifie que le tube compteur est à chaque fois tourné d'un

Fig. 1 Représentation spatiale de la structure du NaCl
 d : écartement des plans réticulaires dans la direction $[1,0,0]$
 a_0 : constante de réseau.



Matériel

1 appareil à rayons X	554 811
1 tube compteur à fenêtre pour rayonnements α , β , γ et X	559 01
1 monocristal de LiF pour la réflexion de Bragg	554 77
<i>Supplément:</i>	
1 PC avec Windows 95/98 ou Windows NT	

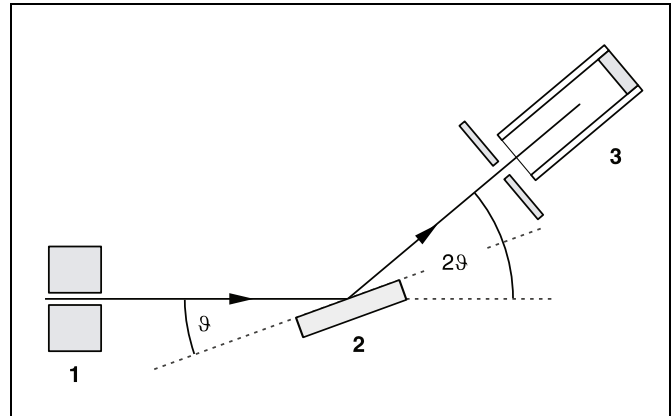


Fig. 2 Schéma de principe pour la diffraction de rayons X sur un monocristal et pour le couplage 2θ entre l'angle du tube compteur et l'angle de diffusion (angle de brillance)
1 collimateur, 2 monocristal, 3 tube compteur

angle deux fois plus grand que le cristal (cf. fig. 2). Le zéro $\theta = 0^\circ$ se caractérise ainsi par le fait que les plans réticulaires et l'axe du tube compteur sont orientés parallèlement au rayon X incident. Comme les plans réticulaires ne sont en général pas exactement parallèles à la surface du cristal, le calibrage du zéro doit être effectué individuellement pour chaque cristal.

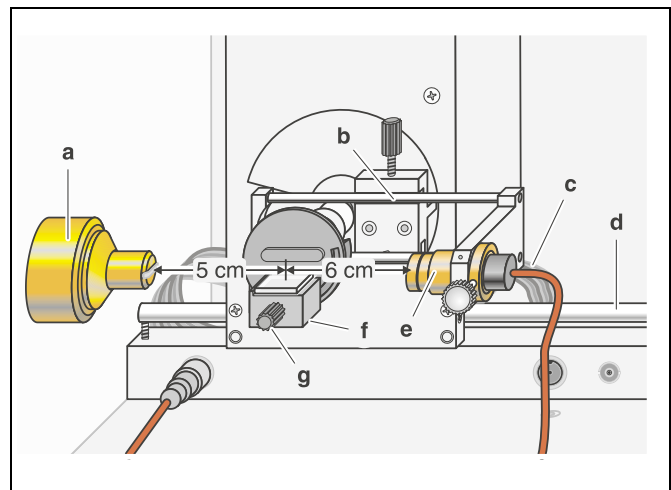
Montage

Montage du dispositif de Bragg:

Certains détails importants sur le montage expérimental sont illustrés sur la fig. 3. La marche à suivre est la suivante (voir aussi mode d'emploi de l'appareil à rayons X):

- Monter le collimateur dans le logement du collimateur (a) (suivre la rainure de guidage).
- Fixer le goniomètre aux barres de guidage (d) de manière à ce que la distance s_1 entre le diaphragme à fente du collimateur et le bras de cible soit d'env. 5 cm. Enficher le câble plat (c) pour la commande du goniomètre.
- Enlever le capuchon protecteur du tube compteur à fenêtre, placer le tube compteur à fenêtre dans le logement du

Fig. 3 Montage expérimental en disposition de Bragg



Conseils de sécurité

L'appareil à rayons X satisfait aux consignes relatives à la construction d'un appareillage à rayons X pour l'enseignement et d'un appareil à protection totale et est homologué en tant que tel (d'après le règlement allemand sur les rayons X).

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

- Avant la mise en service, vérifier le bon état de l'appareil à rayons X et s'assurer que la haute tension est bien coupée 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.

Éviter une surchauffe de l'anode dans le tube à rayons X Mo.

- A la mise en service de l'appareil, vérifier si le ventilateur dans la partie tube fonctionne.

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

- Ne bloquer ni le bras de cible, ni le bras de capteur du goniomètre et ne pas modifier le réglage par force.

capteur (e) et brancher le câble du tube compteur à la douille GM-Tube.

- En déplaçant le porte-capteur (b), régler sur env. 6 cm la distance s_2 entre le bras de cible et le diaphragme à fente du logement du capteur.
- Installer le porte-cible avec le plateau pour cible (f).
- Positionner manuellement à l'horizontale le bras de cible et le bras de capteur avec le bouton de réglage Adjust et enregistrer la position de la cible et du capteur comme «position zéro» en appuyant simultanément sur les boutons poussoirs Target, Coupled et β Limits (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X).

Préparation de l'acquisition des valeurs mesurées avec le PC:

- Relier la sortie RS232 et le port série du PC (en général COM1 ou COM2) par le câble V24 à 9 pôles (inclus au matériel livré avec l'appareil à rayons X).
- Eventuellement installer le programme «Appareil à rayons X» sous Windows 95/98/NT (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X) et sélectionner la langue désirée.

Réalisation

N.B.:

Les cristaux de NaCl sont hygroscopiques et fragiles: ranger les cristaux bien au sec, éviter autant que possible les sollicitations mécaniques, ne toucher que les faces avant du cristal.

Si le taux de comptage est trop faible, il est possible de réduire un peu la distance s_2 entre la cible et le capteur. Mais l'écartement ne devra pas être trop faible étant donné que sinon la résolution angulaire du goniomètre ne suffit plus pour la séparation des raies caractéristiques K_α et K_β .



a) Réflexion de Bragg sur un monocristal de LiF:

- Desserrer la vis moletée (g), poser le cristal de LiF à plat sur le plateau pour cible, prudemment soulever le plateau pour cible avec le cristal jusqu'à la butée puis visser la vis moletée avec précaution (pour éviter de visser de travers, légèrement appuyer).
- Régler la haute tension du tube $U = 35,0$ kV et le courant d'émission $I = 1,00$ mA.

Détermination de la position zéro:

- Dans le mode Scan «Coupled», tourner la cible avec le bouton de réglage Adjust jusqu'à environ $10,2^\circ$.
- Enclencher la haute tension du tube avec le bouton-poussoir HV on/off.
- Ne pas modifier la position de la cible et dans le mode scan «Sensor» chercher manuellement le maximum du taux de comptage pour le premier maximum de réflexion de la raie K_α .
- Laisser le capteur tel quel dans la position du taux de comptage maximum et dans le mode Scan «Target», chercher manuellement le maximum du taux de comptage.
- Vérifier par alternance dans les modes Scan «Sensor» et «Target» si le maximum du taux de comptage a été trouvé.
- Dans le mode Scan «Coupled», faire faire un retour en arrière à la cible de $10,2^\circ$ (éventuellement jusqu'à des valeurs négatives!).
- Enregistrer la position de la cible et du capteur comme «position zéro» en appuyant simultanément sur les boutons poussoirs Target, Coupled et β Limits.

Relevé du spectre de diffraction:

- Lancer le programme «Appareil à rayons X», vérifier si l'appareil à rayons X est branché correctement et si besoin est, effacer des données de mesure existantes avec le bouton  ou la touche F4.
- Choisir un temps de mesure par pas angulaire $\Delta t = 10$ s et un pas de progression angulaire $\Delta\beta = 0,1^\circ$.
- Activer le bouton-poussoir Coupled pour le couplage 2θ de la cible et du capteur puis régler la valeur limite inférieure de l'angle de la cible sur 4° , la valeur limite supérieure sur 34° .
- Lancer la mesure et la transmission des données vers le PC avec le bouton-poussoir SCAN.
- Une fois la mesure terminée, enregistrer la série de mesures sous un nom approprié avec le bouton  ou la touche F2.



b) Réflexion de Bragg sur un monocristal de NaCl:

- Actionner le bouton-poussoir ZERO pour ramener le bras de cible et le bras de capteur à la position zéro.
- Retirer le cristal de LiF et prudemment monter le cristal de NaCl.

Détermination de la position zéro:

- Dans le mode Scan «Coupled», tourner la cible avec le bouton de réglage Adjust jusqu'à environ $7,2^\circ$.
- Enclencher la haute tension du tube avec le bouton-poussoir HV on/off.
- Ne pas modifier la position de la cible et dans le mode scan «Sensor» chercher manuellement le maximum du taux de comptage pour le premier maximum de réflexion de la raie K_α .
- Laisser le capteur tel quel dans la position du taux de comptage maximum et dans le mode Scan «Target», chercher manuellement le maximum du taux de comptage.
- Vérifier par alternance dans les modes Scan «Sensor» et «Target» si le maximum du taux de comptage a été trouvé.
- Dans le mode Scan «Coupled», faire faire un retour en arrière à la cible de $7,2^\circ$ (éventuellement jusqu'à des valeurs négatives!).
- Enregistrer la position de la cible et du capteur comme «position zéro» en appuyant simultanément sur les boutons poussoirs Target, Coupled et Limits.

Relevé du spectre de diffraction:

- Relancer le programme «Appareil à rayons X» ou effacer des données de mesure existantes avec le bouton  ou la touche F4.
- Activer le bouton-poussoir Coupled pour le couplage 2θ de la cible et du capteur puis régler la valeur limite inférieure de l'angle de la cible sur 4° , la valeur limite supérieure sur 24° .
- Lancer la mesure et la transmission des données vers le PC avec le bouton-poussoir SCAN.
- Une fois la mesure terminée, enregistrer la série de mesures sous un nom approprié avec le bouton  ou la touche F2.

Exemple de mesure

a) Réflexion de Bragg sur un monocristal de LiF:

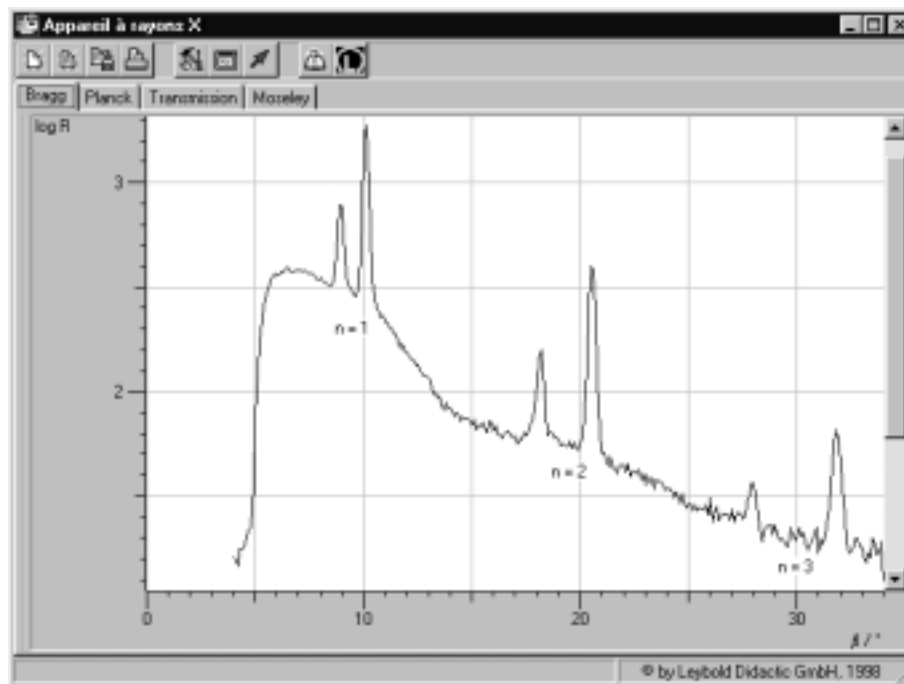


Fig. 4 Spectre de diffraction du rayonnement X pour la réflexion de Bragg jusqu'au troisième ordre sur un monocristal de LiF avec représentation logarithmique du taux de comptage R
Paramètres du tube à rayons X:
 $U = 35 \text{ kV}$ et $I = 1 \text{ mA}$

b) Réflexion de Bragg sur un monocristal de NaCl:

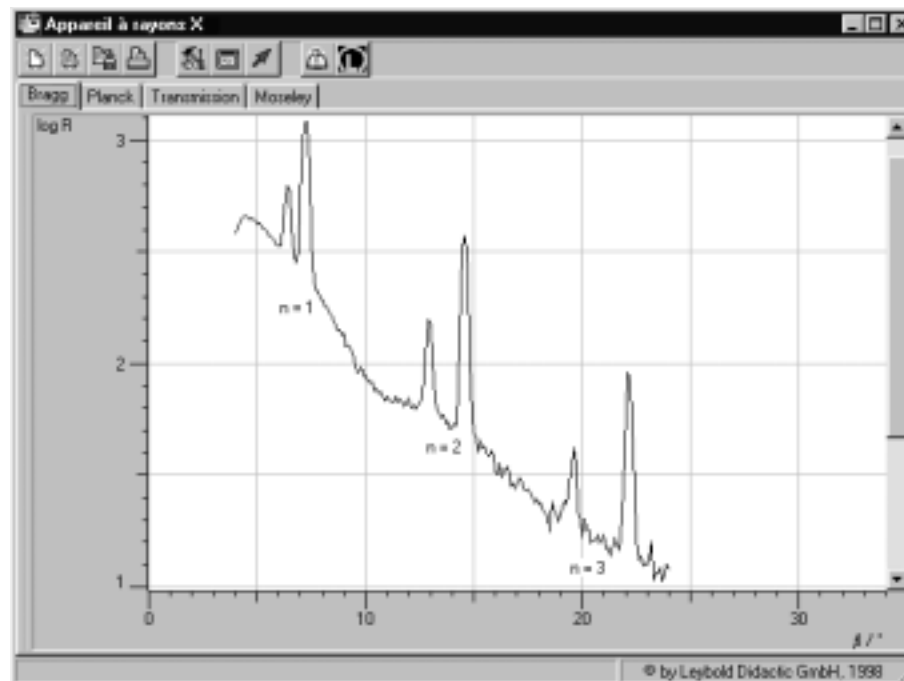


Fig. 5 Spectre de diffraction du rayonnement X pour la réflexion de Bragg jusqu'au troisième ordre sur un monocristal de NaCl avec représentation logarithmique du taux de comptage R
Paramètres du tube à rayons X:
 $U = 35 \text{ kV}$ et $I = 1 \text{ mA}$

Exploitation

- Appeler les possibilités d'exploitation du programme «Appareil à rayons X» successivement pour les deux spectres de diffraction en cliquant avec la touche droite de la souris dans la fenêtre du diagramme puis sélectionner le point de menu «Calcul valeur principale du pic».
- Utiliser la touche gauche de la souris pour marquer respectivement les pics sur leur «largeur totale» et noter les

valeurs principales sous forme d'angles de brillance dans un tableau (voir tab. 2 et 3).

- Calculer les valeurs $\sin \vartheta$ et $n \cdot \lambda$ en plus de chaque angle de brillance ϑ puis inscrire les couples de valeurs correspondants dans un diagramme (voir fig. 6).

Les résultats sont à chaque fois sur une droite passant par l'origine dont la pente correspond à la constante de réseau a_0 , conformément à l'équation (III).

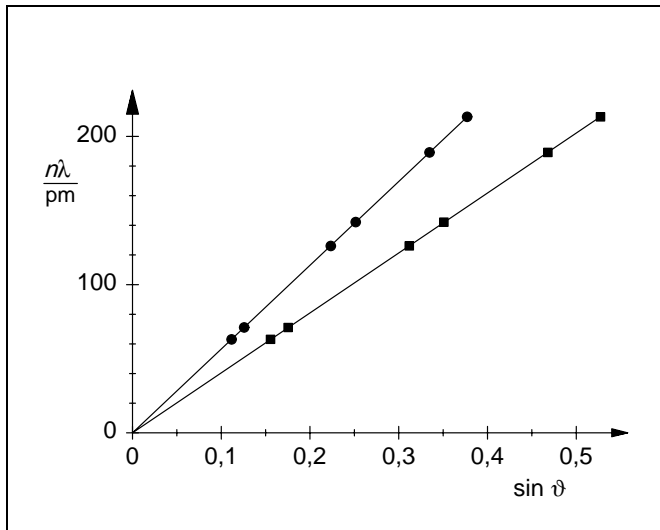


Fig. 6 Couples de valeurs $n \cdot \lambda$ en fonction de $\sin \vartheta$
 LiF: carrés, pente de la droite = 404,5 pm
 NaCl: cercles, pente de la droite = 565,2 pm

Tab. 2: Angle de brillance ϑ du cristal LiF

ϑ	$\sin \vartheta$	Raie	n	$\frac{n \cdot \lambda}{\text{pm}}$
8,95°	0,156	K_{β}	1	63,06
10,10°	0,175	K_{α}	1	71,08
18,17°	0,312	K_{β}	2	126,12
20,54°	0,351	K_{α}	2	142,16
27,91°	0,468	K_{β}	3	189,18
31,82°	0,527	K_{α}	3	213,24

Tab. 3: Angle de brillance ϑ du cristal NaCl

ϑ	$\sin \vartheta$	Raie	n	$\frac{n \cdot \lambda}{\text{pm}}$
6,41°	0,112	K_{β}	1	63,06
7,23°	0,126	K_{α}	1	71,08
12,91°	0,223	K_{β}	2	126,12
14,57°	0,252	K_{α}	2	142,16
19,55°	0,335	K_{β}	3	189,18
22,15°	0,377	K_{α}	3	213,24

Résultat

a) Cristal de LiF:

Résultat de mesure:

$$a_0 = 404,5 \text{ pm}$$

Valeur littéraire [2]:

$$a_0 = 402,7 \text{ pm}$$

Rayons ioniques [3]:

$$68 \text{ pm (Li}^+), 133 \text{ pm (F}^-)$$

Somme des rayons ioniques: 201 pm

b) Cristal de NaCl:

Résultat de mesure:

$$a_0 = 565,2 \text{ pm}$$

Valeur littéraire:

$$a_0 = 564,02 \text{ pm}$$

Rayons ioniques [3]:

$$98 \text{ pm (Na}^+), 181 \text{ pm (Cl}^-)$$

Somme des rayons ioniques: 279 pm

Résumé: le réseau de LiF présente une constante de réseau nettement plus petite que le réseau de NaCl étant donné que les rayons des ions concernés sont plus petits.

Littérature

[1] C. M. Lederer and V. S. Shirley, Table of Isotopes, 7th Edition, 1978, John Wiley & Sons, Inc., New York, USA.

[2] Handbook of Chemistry and Physics, 52nd Edition (1971–72), The Chemical Rubber Company, Cleveland, Ohio, USA.

[3] Charles Kittel, Introduction to Solid State Physics, John Wiley & Sons, Inc. New York, USA