

## Physique des solides

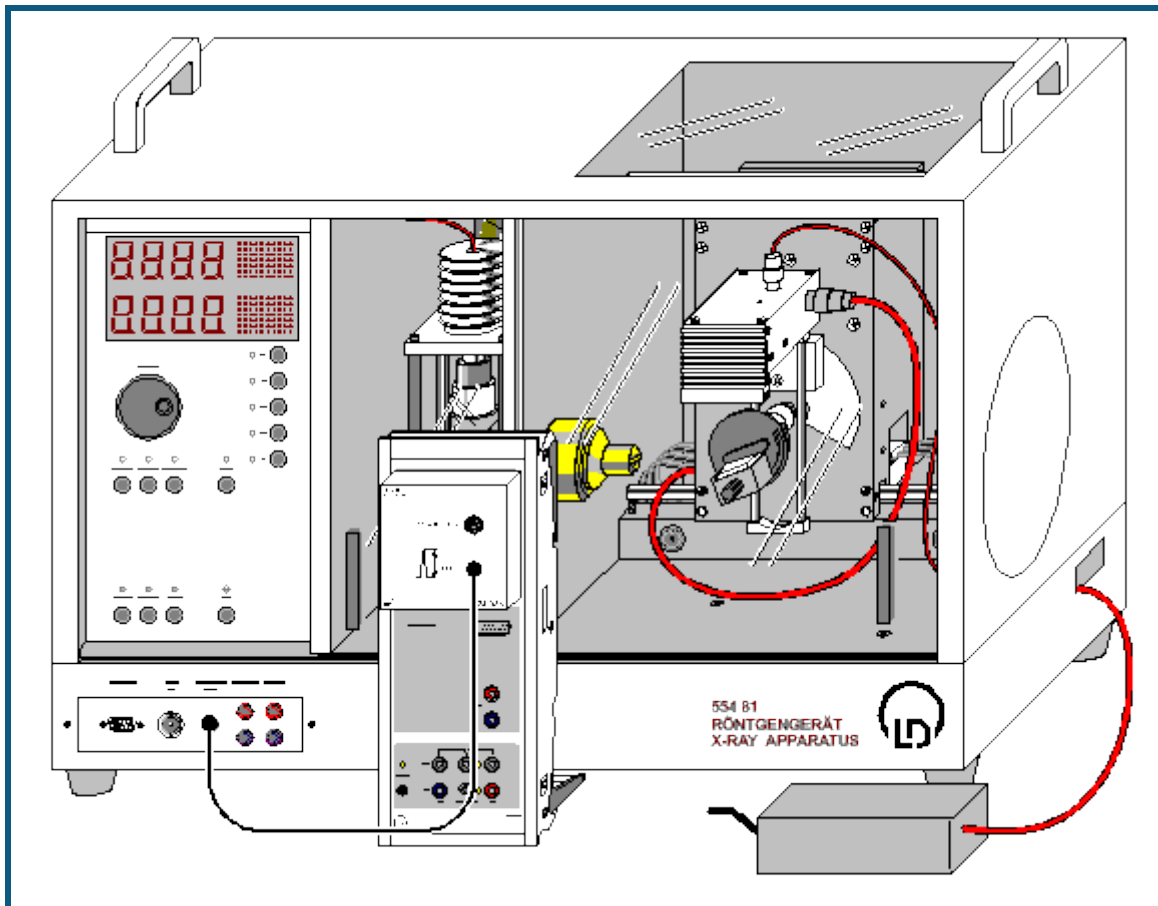
Physique appliquée des corps solides  
*Analyse par fluorescence X*


Application du fluorescence  
X pour l'analyse sans  
destruction de la  
composition chimique

### Description tirée de CASSY Lab 2

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

## Analyse non destructive de la composition chimique (fluorescence X)



 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

À l'irradiation d'un échantillon avec des photons X hautement énergétiques, celui-ci émet des raies X caractéristiques dont l'énergie dépend du numéro atomique de l'élément du matériau échantillon. Cette subordination est le thème des exemples d'expériences sur la loi de Moseley ([fluorescence à raies K](#) et [fluorescence X à raies L](#)).

Lorsque l'échantillon en question représente un composé ou un mélange chimique, son spectre de fluorescence est lui aussi de nature complexe. Comme les couches électroniques intérieures entre lesquelles ont lieu les transitions X ne sont pas prises en compte dans la liaison chimique, les raies caractéristiques sont elles aussi largement indépen-

dantes de la liaison chimique de l'élément. C'est ainsi que les spectres de fluorescence X d'un composé chimique sont dans une première approximation une superposition des spectres de ses constituants.

Pour l'analyse qualitative de la composition chimique d'un échantillon, on commence par assigner les pics présents dans le spectre de fluorescence aux éléments. Ceci est réalisé à l'aide des valeurs du tableau pour les énergies des raies caractéristiques. Pour l'assignation, le « modèle » de chaque série spectrale est également considéré : c'est ainsi qu'avec la raie  $K_{\alpha}$ , la raie  $K_{\beta}$  d'intensité plus faible (env. 5 à 10 fois) doit aussi être présente dans le spectre ; la raie  $L_{\alpha}$  apparaît accompagnée de la raie  $L_{\beta}$  d'intensité similaire et la raie  $L_{\gamma}$  de plus faible intensité.

Les affirmations concernant les pourcentages relatifs de chacun des éléments du composé peuvent être faites à l'appui des intensités relatives de leurs raies de fluorescence.


### 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 tube à rayons X Mo	554 801 ou 554 811
1	jeu de cibles Alliages	554 848
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)

- 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.
- Enfoncer le bouton-poussoir SENSOR et régler manuellement l'angle du capteur sur  $90^{\circ}$  à l'aide du bouton de réglage ADJUST.
- 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.
- Appuyer sur le bouton-poussoir TARGET et régler manuellement l'angle de la cible sur  $45^{\circ}$  à l'aide du bouton de réglage ADJUST.
- 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.

### 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).
- Placer la cible d'étalonnage (tôle d'acier galvanisée) fournie avec le détecteur d'énergie de rayonnement X sur le support pour cible.
- Régler une haute tension du tube  $U = 35$  kV, un courant d'émission  $I = 1,00$  mA et brancher la haute tension.
- Lancer le relevé du spectre avec .
- Relever ensuite les spectres pour les 4 cibles du jeu de cibles Alliages.

### Étalonnage énergétique

L'étalonnage énergétique des spectres est réalisé sur le spectre de la cible d'étalonnage (Fe+Zn).

- Ouvrir l'[Étalonnage énergétique](#) dans les [paramétrages EA](#), sélectionner **Étalonnage énergétique global à cette entrée** puis inscrire à droite les énergies de la raie  $K_{\alpha}$  du Fe (6,40 keV) et de la raie  $K_{\alpha}$  du Zn (8,64 keV).
- Dans le menu contextuel du graphe, sélectionner [Calcul valeur principale du pic](#), marquer la raie  $K_{\alpha}$  du Fe 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  $K_{\alpha}$  du Zn et également l'inscrire à gauche.
- Faire passer la représentation sur Énergie (par ex. par glisser-déposer de  $E_A$  vers le graphe)
- Pour l'identification et le marquage des lignes dans le menu contextuel du graphe, sélectionner [Placer une marque → Énergies des rayons X → Fe](#) et [Placer une marque → Énergies des rayons X → Zn](#).

Il s'avère que les quatre pics mesurés sont imputables à la fluorescence des principaux constituants Fe et Zn de la tôle d'acier galvanisée.

### Exploitation

Pour l'identification des constituants des alliages :

- Définir le spectre et une section appropriée.
- Sélectionner [Placer une marque → Énergies des rayons X](#) dans le menu contextuel du graphe, choisir des symboles et à l'aide des marques affichées, déterminer un élément correspondant aux énergies des rayons X.
- Cliquer sur le symbole pour placer la marque puis déterminer d'autres constituants de l'alliage.

Les résultats de l'analyse qualitative des alliages à l'appui de leurs spectres de fluorescence X coïncident avec la composition chimique connue :

- Cible 1 : acier X5CrNi18-10 – contient 72 % de Fe, 18 % de Cr, 10 % de Ni.
- Cible 2 : laiton CuZn36 – contient 64 % de Cu, 36 % de Zn.
- Cible 3 : laiton CuZn39Pb3 – contient 58 % de Cu, 39 % de Zn, 3 % de Pb.
- Cible 4 : aimant praséodyme-samarium-cobalt. Ces aimants peuvent contenir outre du Co, du Sm, du Pr aussi du Fe, du Cu et du Zr. Il peut également y avoir les raies K du brome issues de l'ignifuge du support en plastique.