

Physique des solides

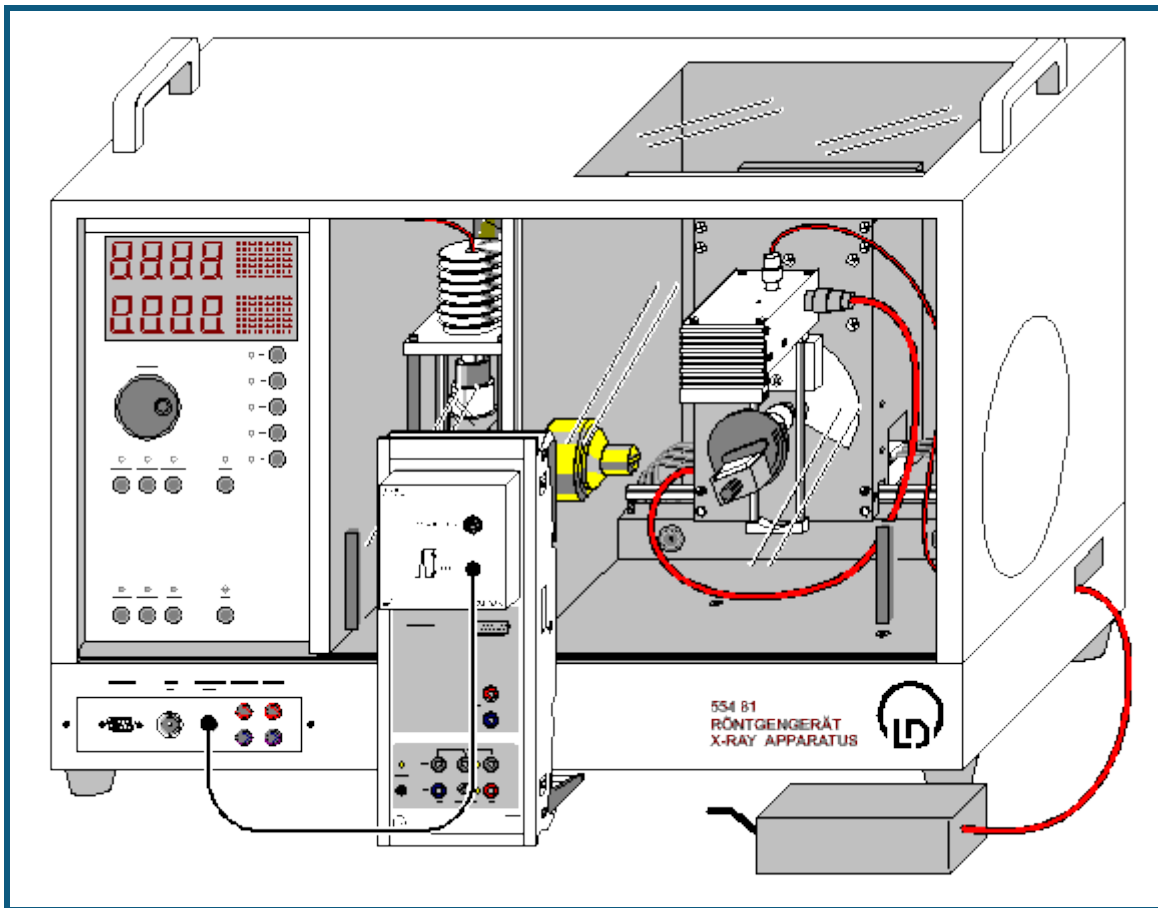
Physique appliquée des corps solides
Analyse par fluorescence X


Détermination de la composition chimique d'un échantillon en laiton au moyen de l'analyse par fluorescence X

Description tirée de CASSY Lab 2

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

Détermination de la composition chimique d'un échantillon de laiton (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.

Lors de l'utilisation de métaux lourds ou d'allergènes issus des jeux de cibles, respecter le mode d'emploi correspondant.

Description de l'expérience

Dans cette expérience, il s'agit de procéder à l'analyse quantitative de la composition chimique d'un échantillon de laiton contenant du plomb. Les constituants de cet alliage ont déjà été identifiés dans l'expérience [Analyse non destructive de la composition chimique](#).

Pour calculer les pourcentages massiques, on exploite le fait que la hauteur d'un pic est proportionnelle au nombre n des atomes rayonnants. Dans le spectre de référence, ce nombre n_0 est déterminé par la densité de la substance ρ , son poids atomique A , la surface irradiée S et l'épaisseur effective d de la couche radiographiée :

$$n_0 = S \cdot d \cdot \rho / A.$$

Pour le nombre d'atomes de chaque sorte dans l'alliage, l'expression

$$n = n_0 \cdot H / H_0 = V \cdot \rho / A \cdot H / H_0$$

peut être utilisée dans la première approximation, avec H et H_0 les hauteurs des pics correspondants dans le spectre à analyser ou dans le spectre de référence, $V = S \cdot d$ le volume irradié. Le pourcentage massique C_i de l'élément numéro i de l'alliage est ainsi exprimé par

$$C_i = \frac{n_i \cdot A_i}{\sum_j n_j \cdot A_j} = \frac{\rho_i \cdot \frac{H_i}{H_{0i}}}{\sum_j \rho_j \cdot \frac{H_{0j}}{H_{0j}}}$$


Matériel requis

1	Sensor-CASSY	524 010 ou 524 013
1	CASSY Lab 2	524 220
1	adaptateur AMC	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	jeu de cibles Raies de fluorescence K	554 844
1	jeu de cibles Raies de fluorescence L	554 846
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° 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° 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 paramétrages
- 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 3 (laiton contenant du plomb) du jeu de cibles Alliages 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 cibles Cu, Zn et Pb des jeux de cibles Raies de fluorescence K et L comme spectres de référence.

Étalonnage énergétique

L'étalonnage énergétique est réalisé sur les spectres du cuivre et du plomb (spectres de référence).

- 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_{α} du Cu (8,04 keV) et de la raie L_{α} du Pb (10,56 keV).
- Dans le menu contextuel du graphe, sélectionner [Calcul valeur principale du pic](#), marquer la raie K_{α} 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 L_{α} du Pb et également l'inscrire à gauche
- Faire passer la représentation sur Énergie (par ex. par glisser-déposer de E_A vers le graphe)

Exploitation

Pour l'identification et le marquage des raies du spectre du laiton :

- Dans le menu contextuel du graphe, sélectionner [Placer une marque → Énergies des rayons X → Fe](#)
- Tracer ensuite les raies du zinc (**Zn**) et du plomb (**Pb**).

Il s'avère que le deuxième grand pic du spectre est constitué de deux raies non décomposées : K_{α} du Zn et K_{β} du Cu. La raie K_{β} du Cu est en partie superposée à la raie K_{α} du Zn.

Les pourcentages massiques des constituants de l'alliage sont calculés par comparaison des hauteurs des raies les plus fortes du spectre de fluorescence du laiton et des spectres de référence. Ces raies sont : la raie K_{α} du cuivre, la raie K_{α} du zinc et la raie L_{α} du plomb.

Pour la détermination des hauteurs de la raie K_{α} du Cu et de la raie K_{α} du Zn, le spectre de fluorescence du laiton doit être déployé dans le domaine énergétique allant de 7,5 keV à 9,1 keV. Pour ce faire, le spectre est adapté dans ce domaine avec trois courbes de Gauss de même largeur pour les énergies connues des raies K_{α} du Cu ($E = 8,04$ keV), K_{β} du Cu (8,91 keV) et raie K_{α} du Zn (8,64 keV). Pour ce faire, la fonction de modélisation [Courbes de Gauss d'énergie prédéfinie](#) est celle qui convient le mieux. Pour marquer le domaine, veiller à ce que les trois marques d'énergie requises soient dans le domaine en question (ne pas marquer la raie L_{α} du plomb).

Le résultat est un contour adapté du spectre de fluorescence. Les hauteurs H déterminées sont disponibles dans la ligne d'état et doivent être inscrites (par ex. par glisser-déposer) dans la représentation **Pourcentages massiques** avec les densités ρ du Cu ($\rho = 8,96$ g/cm³), du Zn ($\rho = 7,10$ g/cm³) et du Pb ($\rho = 11,34$ g/cm³).

C'est la même chose pour les hauteurs H_0 des trois spectres de référence. Lorsque les trois densités et les six hauteurs sont inscrites, les trois pourcentages massiques sont alors calculés automatiquement.

Les pourcentages massiques déterminés des constituants de l'alliage de l'échantillon de laiton coïncident bien avec la composition chimique connue (CuZn39Pb3).

Élément	donné	trouvé expérimentalement
Cuivre	58 %	61,6 %
Zinc	39 %	35,6 %
Plomb	3 %	2,9 %

Informations supplémentaires

L'exemple d'alliages de cuivre et de zinc (laiton) montre comment la fluorescence secondaire modifie la forme du spectre. Lors de l'irradiation d'un tel échantillon avec des photons X, aussi bien les raies K du cuivre que celles du zinc sont excitées. Mais comme la raie K_{β} du zinc ($E = 9,57$ keV) est au-dessus de l'arête K du cuivre ($E = 8,99$ keV), elle peut aussi exciter « secondairement » les raies K du cuivre.

Ceci est la raison pour laquelle dans le rayonnement de fluorescence émis de l'échantillon, l'intensité des raies du cuivre est supérieure au détriment de la raie K_{β} du zinc et le rapport des intensités des raies K_{α} et K_{β} du Zn ne coïncide pas avec ce rapport dans l'échantillon de zinc pur. C'est pourquoi le rapport massique des constituants de l'alliage déterminé sur les raies K_{α} présente une teneur en cuivre légèrement trop importante.