

# TP1 : Spectre d'émission d'un tube à rayons X

## 1. Objectif du TP

**Le but de ce TP est d'analyser le rayonnement émis par un tube à rayons X, en utilisant un cristal analyseur pour discriminer les différentes composantes de longueur d'onde.** Le tube à rayons X est l'outil le plus commun pour produire des rayons X. Il est utilisé principalement pour des applications en imagerie (médecine, industrie, aéroports), analyse d'éléments (tests de qualité, dosage au cours de réactions chimiques), et diffraction (identification/étude d'espèces cristallines).

## 2. Rappel : description et fonctionnement d'un tube à rayons X

Un tube à rayons X génère du rayonnement par deux processus distincts : la fluorescence et le rayonnement de freinage. Ses trois constituants principaux sont (**Fig. 1a**) :

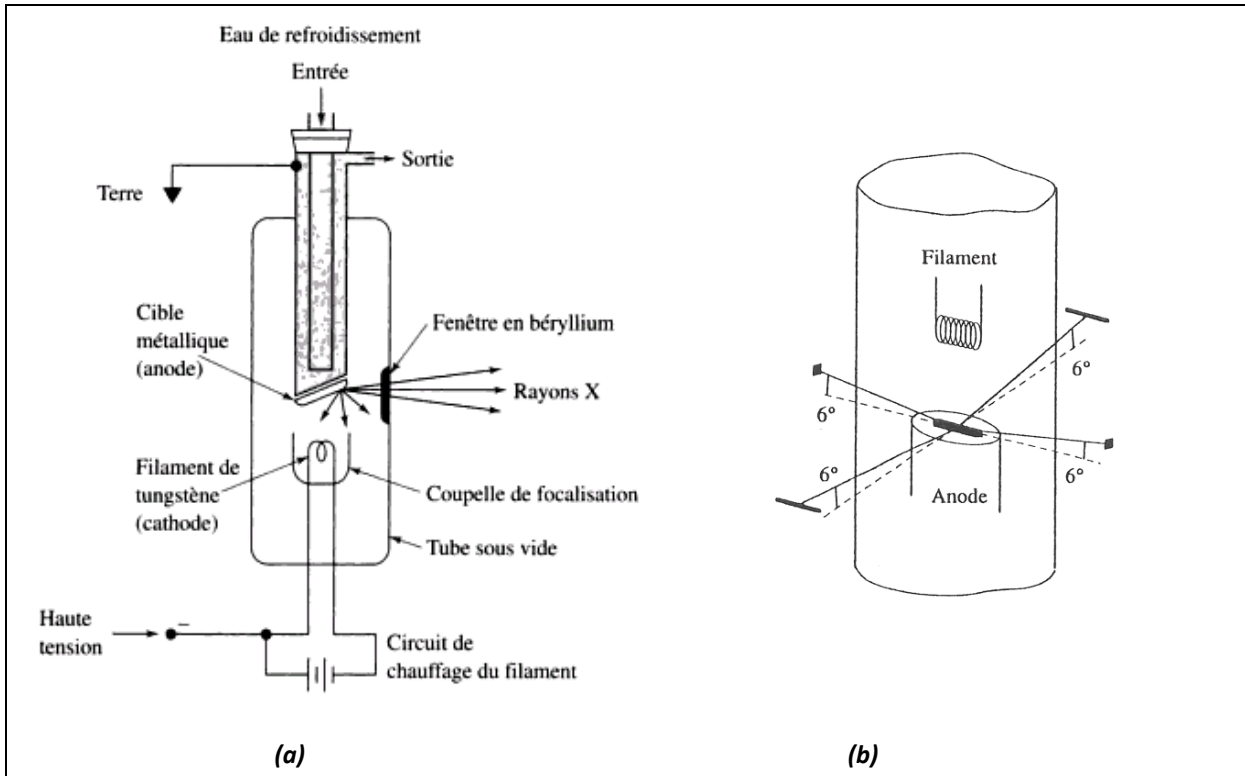
- une source d'électrons, appelée cathode et constituée par un filament de tungstène chauffé à environ 2000°C par un courant d'une dizaine d'ampères.
- une anode (ou anticathode) en métal pur (Cu, Fe, Ag...) recevant les électrons émis par le filament. Les électrons sont accélérés par une différence de potentiel de plusieurs dizaines de kV, obtenue en portant la cathode à un potentiel négatif.
- un dispositif de focalisation des électrons constitué par un cylindre « Wehnelt » porté au même potentiel que la cathode, dans lequel est logé le filament.

Cet ensemble est enfermé dans une enceinte où règne un vide secondaire ( $\sim 10^{-6}$  mbar). Les électrons émis par le filament frappent l'anode extrêmement violemment et perdent leur énergie sous forme de chaleur et de rayonnement X. Le rendement d'un tube à rayons X est très mauvais : moins de 1% de l'énergie est rayonnée. Le reste est dissipé par l'anticathode et évacué au moyen d'une circulation d'eau. Pour les applications exigeantes en flux de photons X, des systèmes à anodes tournantes peuvent être utilisés. Ils permettent de refroidir plus efficacement l'anode, donc de tolérer un courant électronique plus important et ainsi d'accroître le flux de photons produit.

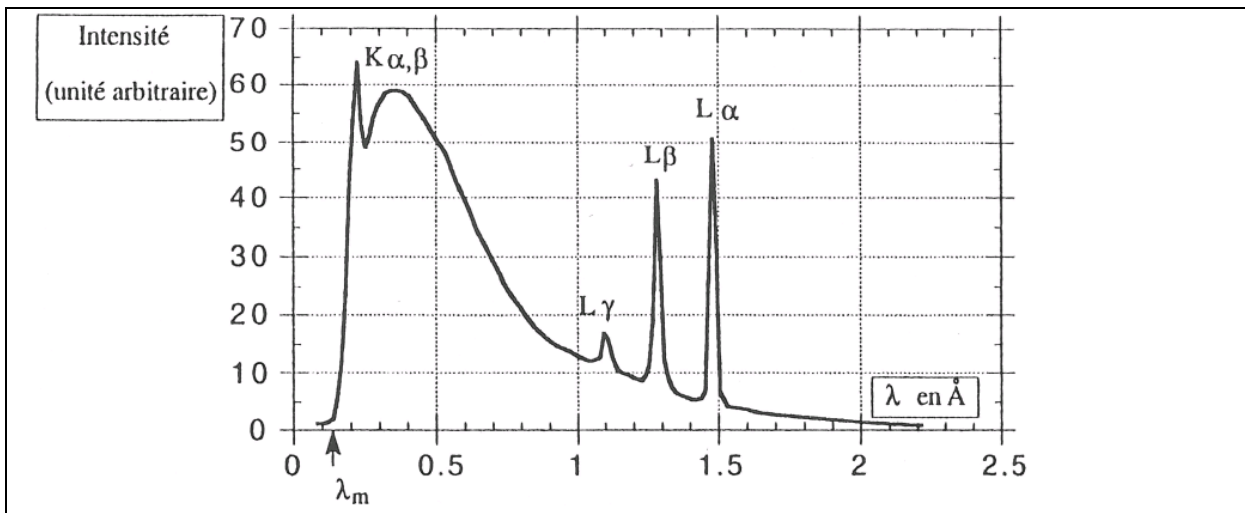
Le foyer du tube se définit comme l'ensemble des points source de rayons X. Il est constitué de la partie de l'anticathode recevant les électrons émis par le filament, de dimension typique  $10 \times 1 \text{ mm}^2$ . L'angle sous lequel on regarde le foyer à partir de l'échantillon est de l'ordre de  $6^\circ$ . Avec un seul tube, on peut ainsi disposer de deux foyers linéaires et de deux foyers carrés dont les dimensions apparentes valent :

- foyer linéaire :  $10 \times (1 \times \sin 6^\circ) = 10 \times 0.1 \text{ mm}^2$
- foyer carré :  $1 \times (10 \times \sin 6^\circ) = 1 \times 1 \text{ mm}^2$

Suivant les expériences envisagées, l'un ou l'autre des foyers pourra être choisi (**Fig. 1b**).



**Fig.1 - a)** Schéma de principe d'un tube à rayons X. Le cylindre Wehnelt est désigné par le terme « coupelle de focalisation ». Illustration tirée du livre « Principes d'analyse instrumentale », par D.A. Skoog, F.J. Holler et T.A. Nieman. **b)** Illustration des 4 foyers apparents d'un tube à rayons X.



**Fig.2 -** Spectre d'émission d'un tube à rayons X.

Le rayonnement émis est extrait du tube par une fenêtre en béryllium (Be). Cet élément très léger ( $Z = 3$ ) absorbe peu le rayonnement X : une fenêtre de  $300\mu\text{m}$  d'épaisseur transmet 99% de l'intensité d'un rayonnement de longueur d'onde  $0.56 \text{ \AA}$  (Ag), 78% si la longueur d'onde vaut  $2.29 \text{ \AA}$  (Cr).

Le spectre du rayonnement émis par un tube à rayons X est constitué d'un fond continu issu du rayonnement de freinage des électrons dans la cathode (Bremsstrahlung) et de raies caractéristiques de la fluorescence de l'anticathode (**Fig. 2**). Nous allons maintenant décrire plus en détails ces deux mécanismes physiques impliqués dans la production du rayonnement X.

### **2a. Interprétation du spectre « blanc » issu du rayonnement de freinage**

Les électrons arrivent sur l'anode avec une très grande vitesse et subissent un freinage extrêmement violent du fait de la répulsion par les électrons du milieu. L'énergie cinétique des électrons est alors convertie en chaleur et en énergie électromagnétique. Il y a émission de rayonnements électromagnétiques dont la fréquence est d'autant plus grande que la décélération est grande (rayonnement de freinage). Si  $\frac{1}{2}mv_0^2 = eV_a$  est l'énergie cinétique d'un électron ( $V_a$  est la tension accélératrice appliquée entre le filament et l'anode) et si  $W_T$  est la partie de cette énergie qui se transforme en chaleur pendant le ralentissement, l'énergie  $h\nu$  du photon X émis est égale à :

$$h\nu = eV_a - W_T$$

L'énergie  $h\nu$  peut prendre toutes les valeurs comprises entre 0 et  $eV_a$ . L'énergie maximale  $eV_a$  correspond au cas où l'électron est stoppé instantanément dans l'anode ; la longueur d'onde associée vaut  $\lambda_m = hc/eV_a$ . **On remarque que  $\lambda_m$  est indépendante de la nature de l'anode.**

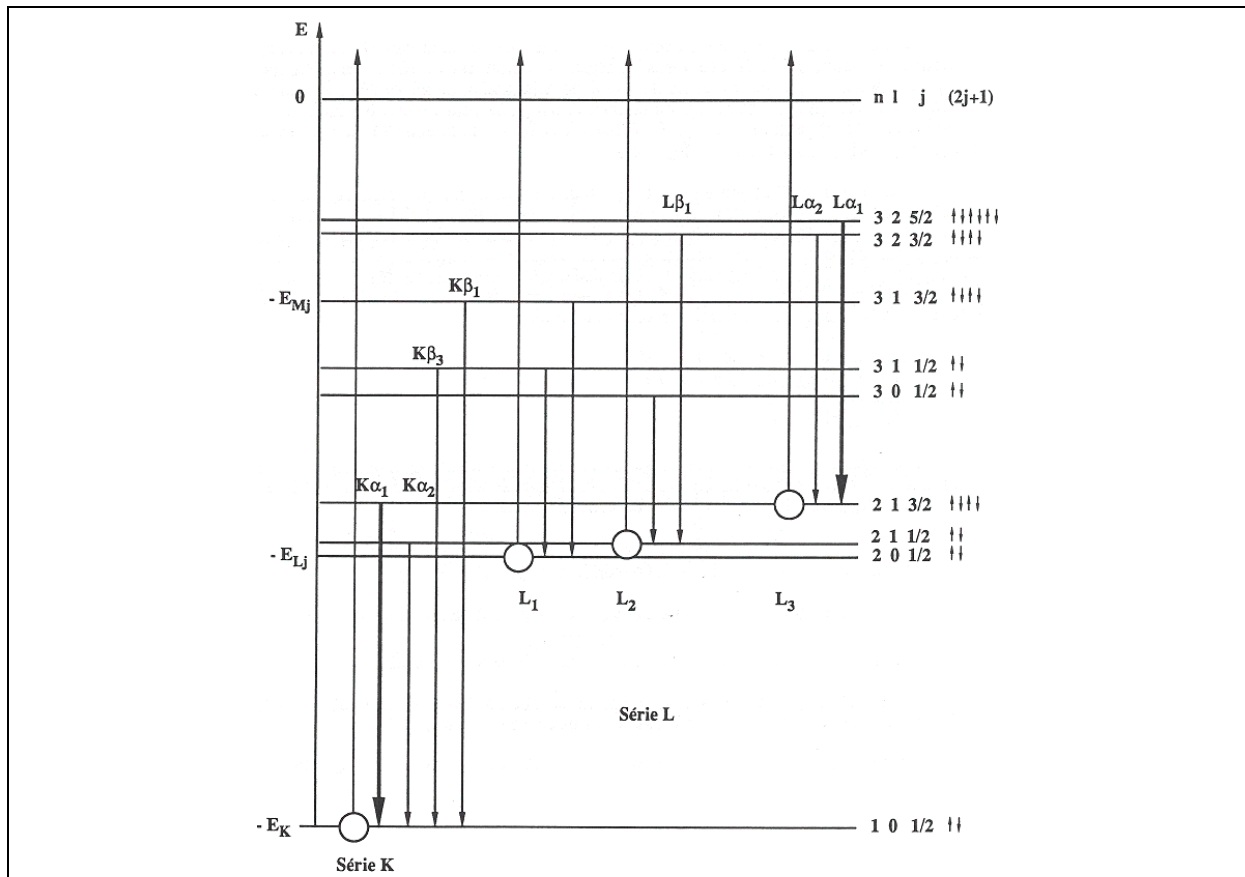
L'intensité du rayonnement « blanc » est donnée par la formule empirique :

$$\int_{\lambda_m}^{+\infty} I(\lambda) d\lambda = k i V_a^2 Z$$

Dans cette expression,  $k$  est un coefficient de proportionnalité,  $i$  est l'intensité du courant issu du filament, lue en mA sur le générateur de haute tension, et  $Z$  est le numéro atomique de l'élément choisi comme constituant de l'anode.

## 2b. Interprétation des raies caractéristiques

Les électrons d'un atome occupent des états définis par les nombres quantiques  $n$ ,  $l$ , et  $j$  [1]. Le nombre quantique principal  $n$  détermine la couche à laquelle appartient l'électron :  $K$  pour  $n = 1$ ,  $L$  pour  $n = 2$ ,  $M$  pour  $n = 3$ ...  $l$  et  $j$  représentent respectivement le moment orbital de l'électron, et son moment total (spin + orbite). La figure 3 représente la répartition des niveaux d'énergie des états électroniques d'un atome en fonction de ces trois nombres quantiques. Le nombre maximum d'électrons susceptibles d'occuper un niveau d'énergie défini par  $n$ ,  $l$  et  $j$  vaut  $2j+1$ .



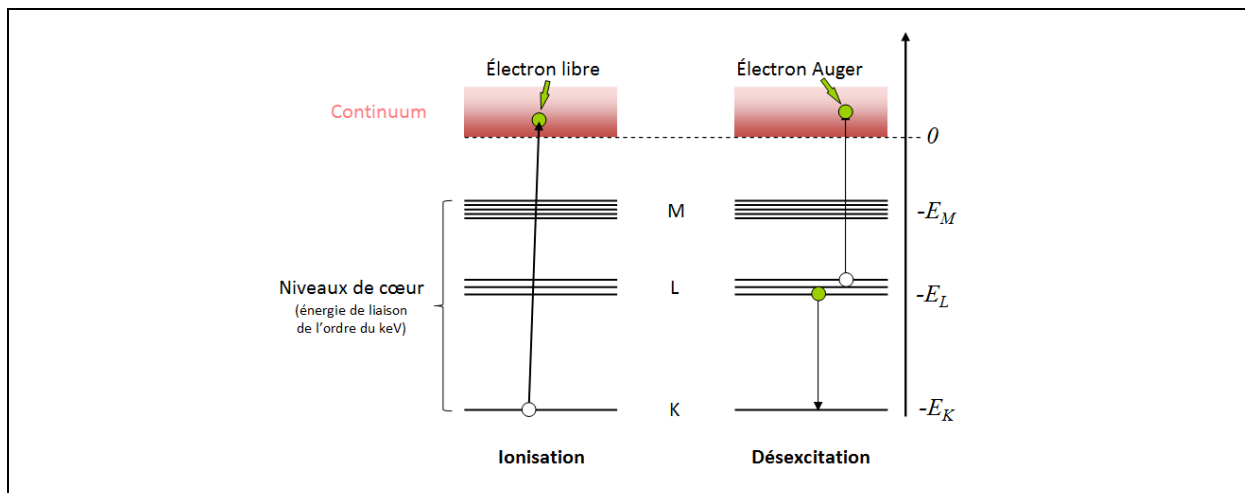
**Fig.3** – Schéma des niveaux d'énergie électronique dans un atome. L'énergie d'ionisation d'un niveau (notée  $E_K$ ,  $E_{Lj}$ ,  $E_{Mj}$  ...) représente l'énergie à apporter pour expulser un électron de ce niveau hors de l'atome. La nomenclature des désexcitations par fluorescence est donnée pour les séries K et L, observées après l'expulsion d'électrons K et L, respectivement.

**S'il a suffisamment d'énergie, un électron entrant en collision avec l'anode d'un tube à rayons X peut ioniser un atome de l'anode** en éjectant un électron hors de cet atome (vers le continuum d'états d'énergie  $\hbar k^2/2m_e$ ). L'atome ionisé se trouve alors dans un état électronique excité et instable, avec une « place » vacante dans une de ses couches internes. Deux types de processus permettent au système de retourner à son état fondamental : **la fluorescence et l'effet Auger** (désexcitation radiative couplée à l'émission d'un électron Auger).

[1] Le développement détaillé du calcul de ces états peut être trouvé dans « Mécanique quantique II » par C. Cohen-Tannoudji, B. Diu et F. Laloë, dans le complément « AXIV : Atomes à plusieurs électrons ».

- La fluorescence est à l'origine des raies caractéristiques du spectre du tube à rayons X. Il s'agit d'un processus de désexcitation **radiative** des atomes. L'édifice électronique est réorganisé par le retour d'un électron d'une couche d'énergie supérieure vers le niveau vacant. Lors de ce processus, un photon est émis avec une énergie  $h\nu$  égale à la différence entre les niveaux d'énergie de départ et d'arrivée de l'électron. Les règles de sélection de la physique atomique ( $\Delta l = \pm 1$ ,  $\Delta j = 0$  ou  $\pm 1$ ) permettent de prévoir le spectre de fluorescence de tous les éléments du tableau de Mendeleiev (**Fig. 3**) [2]. Il est important de noter que les niveaux électroniques sont caractéristiques d'un atome. **L'analyse de l'énergie des photons de fluorescence permet donc de remonter à la nature des atomes qui les ont émis.** Ainsi, le spectre de raies caractéristiques d'un tube à rayons X va dépendre de la nature de son anode, contrairement au spectre de rayonnement « blanc ».

- L'effet Auger est un processus de désexcitation **non radiatif** se déroulant en deux temps (**Fig. 4**) :
  - 1) Un électron des couches supérieures va venir combler le niveau vacant.
  - 2) L'énergie du photon émis à la transition est directement réabsorbée par l'atome, provoquant une ionisation de l'atome.



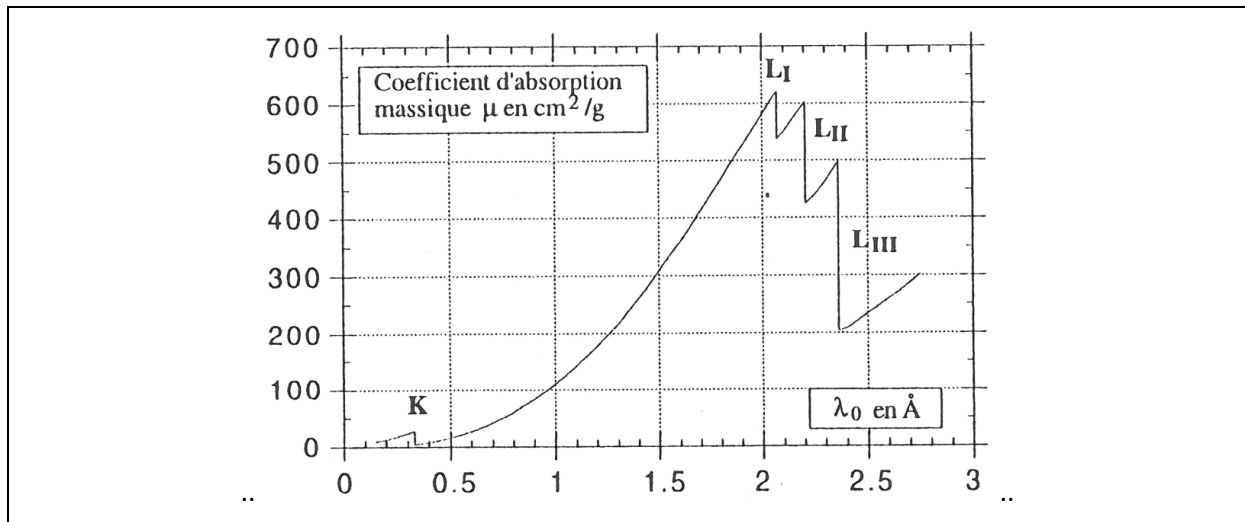
**Fig.4** – Illustration de l'effet Auger, l'un des deux processus de désexcitation après ionisation d'un atome.

**Il est à noter que l'ionisation d'un atome peut avoir plusieurs origines :**

- Transfert d'énergie depuis un électron fortement accéléré, comme évoqué à la p.4 de ce chapitre.
- Effet photoélectrique : absorption d'un photon par l'atome, suivie de l'expulsion d'un électron hors du cortège électronique. Le photo-électron a une énergie cinétique égale à  $h\nu - E_l$ ,  $h\nu$  étant l'énergie du photon absorbé et  $E_l$  l'énergie de liaison de l'électron expulsé. Ce processus n'est bien évidemment observé que si  $h\nu \geq E_l$ . Il y a donc un effet de seuil par rapport à l'énergie du photon incident (**Fig. 5**).

Dans le tube à rayons X, les photons les plus énergétiques du rayonnement de freinage pourront ainsi être absorbés par les atomes de l'anode, et émettre des photons de fluorescence supplémentaires (phénomène d'autoabsorption).

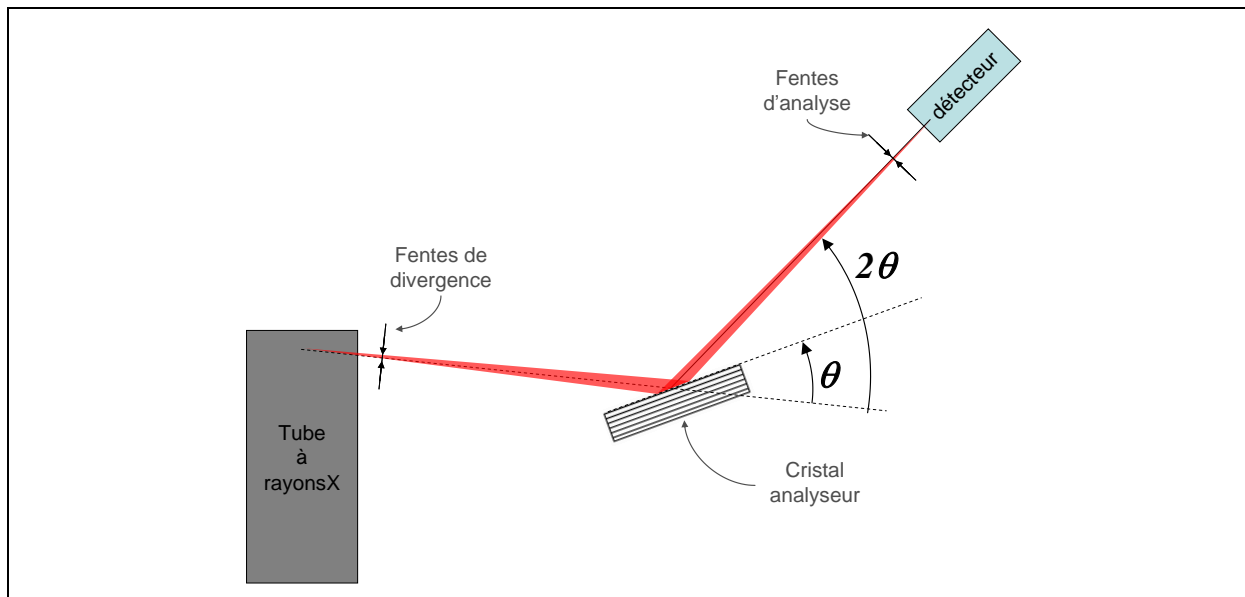
[2] Pour plus de détails sur le traitement quantique des transitions radiatives, consulter « Mécanique quantique II » par C. Cohen-Tanoudji, B. Diu et F. Laloë – Chap. XIII et complément AXIII.



**Fig.5** – Evolution du coefficient d'absorption massique d'un photon en fonction de sa longueur d'onde, dans une cible d'atomes de baryum. Le coefficient d'absorption massique indique la probabilité qu'a un photon d'être absorbé dans une épaisseur  $dx$  de matière (cf. texte du TP2). Les seuils correspondent à « l'allumage » d'un nouveau processus d'absorption, lorsque l'énergie du photon incident devient suffisante pour ioniser une nouvelle couche plus profonde des états électroniques de l'atome.

### 3. Description du montage expérimental utilisé

Le montage expérimental est constitué d'un diffractomètre deux cercles ( $\theta - 2\theta$ ) utilisé en spectromètre à l'aide d'un monocristal analyseur (**Fig. 6**).



**Fig.6** – Schéma de principe du montage utilisé pour étudier le spectre d'un tube à rayons X. Le cristal analyseur est taillé parallèlement à la famille de plans (0 0 2), représentée schématiquement par des hachures.

On cherche à étudier le spectre du rayonnement d'un tube à rayons X, c'est-à-dire la distribution d'intensité du rayonnement en fonction de l'énergie des photons. Comme il n'existe pas de détecteur suffisamment sensible à l'énergie des photons, on utilise un **cristal analyseur** placé sur un support plan entraîné par l'axe de rotation  $\theta$ . Il s'agit d'un cristal connu dont la surface est taillée

parallèlement à une famille de plans réticulaires. L'appareil situé en salle 217 fonctionne avec un cristal analyseur de LiF taillé parallèlement à la famille de plans (0 0 2) [paramètres de maille du LiF :  $a = b = c = 4.027 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ]. L'appareil situé en salle 216 fonctionne avec un cristal analyseur de NaCl taillé parallèlement à la famille de plans (0 0 2) [paramètres de maille du NaCl :  $a = b = c = 5.640 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ]. Un **dispositif de comptage des photons X** est placé sur l'axe de rotation  $2\theta$ , concentrique avec l'axe  $\theta$ . Le mouvement de l'ensemble analyseur/détecteur est tel que le détecteur tourne à une vitesse angulaire rigoureusement double de celle du cristal analyseur. Ainsi, **les rayons incidents et émergents sont maintenus en géométrie de réflexion sur le cristal analyseur.**

Les différentes composantes du rayonnement polychromatique du tube sont séparées par **diffraction** sur le cristal analyseur (**Fig. 7**). Pour un angle d'incidence  $\theta$  sur le cristal, on observera de la diffraction à l'angle  $2\theta$  pour la composante du rayonnement de longueur d'onde  $\lambda$  vérifiant la loi de Bragg  $2d_{002} \sin \theta = n\lambda$  :

- $d_{002}$  est la distance inter-réticulaire des plans (0 0 2) parallèles à la surface du cristal analyseur. On ne mesure que la diffraction par ces plans, puisque le montage maintient une géométrie de réflexion entre faisceaux incident et mesuré par rapport à la surface du cristal analyseur.
- $n$  est l'ordre de diffraction. Une même composante  $\lambda$  du rayonnement du tube peut ainsi générer de la diffraction à plusieurs angles  $\theta_n$ , tant que  $\theta_n \leq 90^\circ$ .

Les fentes de divergence et d'analyse permettent d'améliorer la résolution instrumentale, c'est-à-dire la capacité du montage à séparer deux composantes diffractées à des angles  $\theta$  différents.

## 4. Manipulations et analyse

Vous pourrez utiliser le logiciel de votre choix pour le traitement des données. Nous vous recommandons d'utiliser « Origin » ou « Scilab » qui sont installés sur les ordinateurs de la salle de TP. Vous pouvez également amener votre ordinateur portable et y installer « Scilab » ou une version de démonstration de « Origin ».

**Données utiles reportées en annexe :**

**Annexe I :** table des longueurs d'onde des seuils d'absorption en fonction du numéro atomique  $Z$ .

**Annexe II :** table des longueurs d'onde des raies de fluorescence des séries K et L en fonction de  $Z$ .

### **Spectre d'un tube à anode Cu / montage de haute résolution (salle 217)**

#### **Manipulation 1 :**

- 1- Réglez les paramètres du tube : tension 20 kV, courant d'électrons 6 mA.
- 2- Assurez-vous que les fentes et le filtre  $K_\beta$  sont bien retirés. Placez l'écran fluorescent au centre du goniomètre et visualiser l'impact du faisceau. Répétez l'opération après avoir placé les fentes de divergence d' $1/12^\circ$ , et les fentes d'analyse d' $1/4^\circ$ . Quel est le rôle des fentes ? Quelle est l'élément constituant les fentes ?

3- Lancez une acquisition balayant l'angle  $2\theta$  entre 5 et  $120^\circ$  par pas de  $0.05^\circ$ , avec un temps de comptage de 1s par pas. Calculez le temps d'acquisition.

- A l'aide du logiciel « Origin » ou Scilab, tracez le spectre du tube en fonction de l'angle  $2\theta$  puis de la longueur d'onde en Å.
- Dans les conditions de fonctionnement choisies, quels éléments peut-on ioniser ? Donner l'intervalle des longueurs d'onde observables. En déduire l'ensemble des éléments observables par fluorescence.
- Définir une méthode systématique d'identification des éléments du spectre obtenu. Dressez un tableau indiquant pour chaque élément identifié l'angle  $2\theta$ , la longueur d'onde et l'ordre de chacune des transitions observées.
- Quel est l'élément principal de l'anode ? Identifiez les autres éléments (dits « polluants ») et indiquez si possible leur origine.
- Procédez maintenant à une étude détaillée du fond continu (spectre « blanc »), en adaptant notamment l'échelle des ordonnées. Quelle est la longueur d'onde minimale  $\lambda_{min}$  émise dans le spectre « blanc » du tube ? Peut-on réellement qualifier le spectre du rayonnement de freinage de *continu* ? Interprétez vos observations sur la base de l'effet photoélectrique. Expliquez le terme « discontinuité d'auto-absorption » utilisé pour désigner ce phénomène physique. D'autres discontinuités peuvent souvent être observées, notamment au voisinage du maximum du fond continu. Si tel est le cas, identifiez les éléments associés à ces discontinuités.
- Pouvoir de résolution : En différenciant la loi de Bragg, trouvez une relation donnant l'écart angulaire  $\Delta\theta$  mesuré en fonction de l'écart entre deux composantes de longueurs d'onde différentes,  $\Delta\lambda$ . Que pouvez-vous dire de la résolution spectrale du montage utilisé ? Procédez à une vérification expérimentale en comparant l'écartement angulaire du doublet  $K_\alpha$  du cuivre à l'ordre 1 et à l'ordre 2.

### Manipulation 2 :

- 1- En gardant les paramètres de la manipulation 1, installez le filtre en nickel (Ni) en amont ou en aval du cristal analyseur.
- 2- Lancez une acquisition balayant l'angle  $2\theta$  entre 5 et  $120^\circ$  par pas de  $0.05^\circ$ , avec un temps de comptage de 1s par pas.

- Comme précédemment, tracez le spectre du tube en fonction de la longueur d'onde en Å, en faisant l'hypothèse d'une diffraction à l'ordre 1 sur le cristal analyseur.
- Quelles sont les différences avec l'enregistrement précédent ? En admettant que le filtre de Ni interagit avec le faisceau X principalement par absorption, expliquez l'allure du nouveau spectre. Représentez de façon schématique et sur un même graphe le coefficient d'absorption du Ni  $\mu(\lambda)$  et le spectre  $I(\lambda)$  du cuivre.
- Utilisé après un tube à anode de cuivre, le nickel est appelé « filtre  $\beta$  ». Pourrait-on utiliser un autre élément du tableau périodique ? Pourquoi ?
- Quelle est l'utilité d'un filtre  $\beta$  ? Le rayonnement obtenu est-il rigoureusement monochromatique ? Proposez une autre méthode permettant d'obtenir un rayonnement réellement monochromatique.