

Conditions d'utilisation des contenus du Conservatoire numérique

1- [Le Conservatoire numérique](#) communément appelé [le Cnum](#) constitue une base de données, produite par le Conservatoire national des arts et métiers et protégée au sens des articles L341-1 et suivants du code de la propriété intellectuelle. La conception graphique du présent site a été réalisée par Eclydre (www.eclydre.fr).

2- Les contenus accessibles sur le site du Cnum sont majoritairement des reproductions numériques d'œuvres tombées dans le domaine public, provenant des collections patrimoniales imprimées du Cnam.

Leur réutilisation s'inscrit dans le cadre de la loi n° 78-753 du 17 juillet 1978 :

- la réutilisation non commerciale de ces contenus est libre et gratuite dans le respect de la législation en vigueur ; la mention de source doit être maintenue ([Cnum - Conservatoire numérique des Arts et Métiers - https://cnum.cnam.fr](#))
- la réutilisation commerciale de ces contenus doit faire l'objet d'une licence. Est entendue par réutilisation commerciale la revente de contenus sous forme de produits élaborés ou de fourniture de service.

3- Certains documents sont soumis à un régime de réutilisation particulier :

- les reproductions de documents protégés par le droit d'auteur, uniquement consultables dans l'enceinte de la bibliothèque centrale du Cnam. Ces reproductions ne peuvent être réutilisées, sauf dans le cadre de la copie privée, sans l'autorisation préalable du titulaire des droits.

4- Pour obtenir la reproduction numérique d'un document du Cnum en haute définition, contacter [cnum\(at\)cnam.fr](mailto:cnum(at)cnam.fr)

5- L'utilisateur s'engage à respecter les présentes conditions d'utilisation ainsi que la législation en vigueur. En cas de non respect de ces dispositions, il est notamment passible d'une amende prévue par la loi du 17 juillet 1978.

6- Les présentes conditions d'utilisation des contenus du Cnum sont régies par la loi française. En cas de réutilisation prévue dans un autre pays, il appartient à chaque utilisateur de vérifier la conformité de son projet avec le droit de ce pays.

NOTICE BIBLIOGRAPHIQUE

NOTICE DE LA REVUE	
Auteur(s) ou collectivité(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Auteur(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 193.-195.
Nombre de volumes	125
Cote	CNAM-BIB P 1329-B et P 1329-C
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Note	La collection comporte des lacunes : n°24; n°58; n°63; n°67; n°76-n°77
Notice complète	https://www.sudoc.abes.fr/cbs//DB=2.1/SET=17/TTL=3/REL?PPN=261820893&RELTYPE=NT
Permalien	https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B_P1329-C
LISTE DES VOLUMES	
	N°25 (1936)
	N°26 (1937)
	N°27 (1937)
	N°28 (1937)
	N°29 (1938)
	N°30 (1939)
	N°31 (1936)
	N°32 (1938)
	N°33 (1938)
	N°34 (1938)
	N°35 (1938)
	N°36 (1938)
	N°37 (1938)
	N°38 (1938)
	N°39 (1938)
	N°40 (1939)
	N°41 (1939)
	N°42 (1939)
	N°43 (1939)
	N°44 (1939)
	N°45 (1938)
	N°46 (1940)
	N°47 (1940)
	N°48 (1940)
	N°49 (1940)
	N°50 (1940)
	N°51 (1941)
	N°52 (1941)
	N°53 (1941)
	N°54 (1941)
	N°55 (1942)
	N°56 (1942)
	N°57 (1942)
	N°59 (1942)

	N°60 (1941)
	N°61 (1942)
	N°62 (1943)
	N°64 (1943)
	N°65 (1943)
	N°66 (1943)
	N°68 (1943)
	N°69 (1943)
	N°70 (1943)
	N°71 (1943)
	N°72 (1944)
	N°73 (1943)
	N°74 (1944)
	N°75 (1944)
	N°78 (1944)
	N°79 (1944)
	N°80 (1944)
	N°81 (1944)
	N°82 (1944)
	N°83 (1944)
	N°84 (1944)
	N°85 (1944)
	N°86 (1945)
	N°87 (1945)
	N°88 (1945)
	N°89 (1945)
	N°90 (1945)
	N°91 (1945)
	N°92 (1945)
	N°93 (1945)
	N°94 (1945)
	N°95 (1946)
VOLUME TÉLÉCHARGÉ	N°96 (1946)
	N°97 (1946)
	N°98 (1944)
	N°99 (1945)
	N°100 (1945)
	N°101 (1946)
	N°102 (1946)
	N°103 (1946)
	N°104 (1946)
	N°105 (1946)
	N°106 (1946)
	N°107 (1947)
	N°108 (1947)
	N°109 (1947)
	N°110 et 111 (1947)
	N° 112 (1947)
	N° 113 (1947)
	N° 114 (1947)
	N° 115 (1947)
	N° 116 (1947)
	N° 117 (1947)
	N° 118 (1948)
	N° 119 (1948)
	N° 120 (1948)
	N° 121 (1948)
	N° 122 (1947)

	N° 123 (1948)
	N° 124 (1948)
	N° 125 (1948)
	N° 126 (1948)
	N° 127 (1948)
	N° 128 (1948)
	N° 129 (1948)
	N° 130 (1949)
	N° 131 (1949)
	N° 132 (1949)
	N° 133 (1948)
	N° 134 (1949)
	N° 135 (1948)
	N° 136 (1949)
	N° 137 (1950)
	N° 138 (1950)
	N° 139 (1950)
	N° 140 (1950)
	N° 141 (1950)
	N° 142 (1948)
	N° 143 (1950)
	N° 144 (1950)
	N° 145 (1951)
	N° 146 (1951)
	N° 147 (1951)
	N° 148 (1951)
	N° 149 (1951)
	N° 150 (1951)
	N° 151 (1951)
	N° 152 (1951)
	N° 153 (1952)
	N° 154 (1952)
	N° 155 (1952)

NOTICE DU VOLUME TÉLÉCHARGÉ	
Auteur(s) volume	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Volume	N°96 (1946)
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 1946
Collation	1 vol. (p. [163-174]) : ill. ; 27 cm
Nombre de vues	16
Cote	CNAM-BIB P 1329-C (16)
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Thématique(s)	Histoire du Cnam
Typologie	Revue
Langue	Anglais Français
Date de mise en ligne	10/04/2025
Date de génération du PDF	07/02/2026
Recherche plein texte	Disponible
Notice complète	https://www.sudoc.fr/039014541
Permalien	https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-C.16

...

8° Km lot

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
LABORATOIRE D'ESSAIS



BULLETIN
DU
LABORATOIRE D'ESSAIS
1946 - N° 16

PUBLICATION N° 96

(Voir le sommaire au verso)

SOMMAIRE

J. DEVAUX — Contribution à l'étude de la mesure de l'absorption
des rayons X par la matière. (*à suivre*).



CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DE LA MESURE DE L'ABSORPTION DES RAYONS X PAR LA MATIÈRE

SOMMAIRE : 1° Le premier chapitre de ce travail rappelle la théorie du phénomène de l'absorption des rayons X par la matière; de cette étude théorique découle la nécessité absolue d'utiliser un rayonnement strictement monochromatique pour avoir des mesures précises. La discussion qui suit permet de fixer les conditions d'emploi d'un monochromateur à lame cristalline.

Méthode habituelle de mesure: mesures successives de l'intensité du rayonnement X sans échantillon et avec celui-ci; inconvénients de cette technique. Exemple de mesures.

2° Description de notre méthode permettant la mesure directe du rapport des intensités X avant et après l'échantillon demandé. L'échantillon est placé entre deux chambres d'ionisation dont les tensions sont de signes opposés; le réglage de la sensibilité de la première chambre permet d'amener, pour un échantillon donné, la somme des courants d'ionisation dans les deux chambres à être nulle; le zéro est observé à l'aide d'un amplificateur comprenant une lampe électromètre.

Détails de réalisation pratique de l'appareil. Etalonnage et méthode à employer pour effectuer une mesure. Approximation des résultats.

3° Résultats obtenus par une série de mesures sur des liquides organiques. Application à la détermination des coefficients d'absorption massiques de l'hydrogène, du carbone, de l'oxygène et de l'azote pour les longueurs d'onde $K\alpha$ du cuivre et du molybdène. Utilisation des coefficients trouvés à l'analyse des corps organiques.

4° Application de la méthode à l'étude point par point de la composition d'un alliage binaire en lame mince d'épaisseur connue.

5° Détermination, dans le cas d'un corps pur d'épaisseur constante, de l'épaisseur réelle du métal.

6° Mesure de l'épaisseur d'une lame mince d'un corps homogène, ou mesure de l'épaisseur d'un dépôt de composition connue sur un support dont on a, au préalable, mesuré l'absorption.

7° Enfin la mesure des noircissements photographiques est une autre application de l'appareil qui présente un intérêt particulièrement important dans le cas des grandes densités photographiques, là où les mesures photométriques sont totalement dépourvues de sensibilité.

INTRODUCTION

La rareté des documents précis, des renseignements numériques, concernant la mesure des coefficients d'absorption des rayons X pour les différents éléments, nous a incité à étudier et à réaliser un appareil commode permettant d'effectuer rapidement de telles mesures avec une précision satisfaisante.

Les résultats obtenus dans de nombreuses déterminations nous ont permis de vérifier, dans la plupart des cas, l'exactitude de la loi d'additivité des coefficients d'absorption, généralement admise.

Les seules données expérimentales dont nous avons pu prendre connaissance, données qui semblent comporter une approximation suffisante, sont celles puisées par ALLEN à des sources diverses, rassemblées par lui et publiées par COMPTON et ALLISON [1].

Mais ces mesures ont été obtenues par des auteurs divers ayant opéré avec des appareils différents, de sorte qu'on ignore, par cela même, à quel degré de précision on peut se fier dans l'étude de ces résultats.

Par ailleurs, le tableau publié par BRAGG [2], relatif à tous les éléments, paraît plus théorique qu'expérimental.

Dans ces conditions, il nous a paru opportun de reprendre la question et d'effectuer un grand nombre de mesures de contrôle et de recherche avec un même appareil, de manière à obtenir des résultats comparables entre eux, avec des approximations d'un même ordre de grandeur.

L'appareil que nous avons étudié et réalisé à cet effet, nous a permis de faire des mesures nombreuses et de bonne précision. Grâce au dispositif adopté on élimine pratiquement l'influence gênante des variations d'intensité du faisceau X incident par l'emploi efficace d'une méthode de zéro. L'usage constant du monochromateur de M. GUINIER [3], dispositif à lame de quartz taillée et courbée, nous assurait un faisceau strictement monochromatique et de très grande intensité.

Le dispositif choisi nous a permis de mesurer les coefficients d'absorption massiques de l'hydrogène, du carbone, de l'azote et de l'oxygène pour les longueurs d'onde des rayonnement $K\alpha$ du cuivre et du molybdène, à partir de l'absorption par des composés organiques liquides. Nous avons, en outre, fait usage du même appareil pour des mesures d'épaisseur de substances ayant un coefficient d'absorption connu.

Pour la commodité de notre exposé, nous le divisons en quatre chapitres :

I. — Théorie de l'absorption.

II. — Description et emploi de l'appareil.

III. — Application à la mesure des coefficients d'absorption des liquides.

IV. — Applications diverses.

Ce travail a été exécuté de 1942 à 1945 au Laboratoire d'Essais du Conservatoire National des Arts et Métiers,

sous la direction de M. André GUINIER.

Nous prions M. André GUINIER, directeur adjoint du *Laboratoire d'Essais*, chargé de cours au *Conservatoire National des Arts et Métiers*, de bien vouloir accepter l'expression de notre respectueuse et profonde gratitude pour la direction qu'il a donnée à nos recherches et l'intérêt qu'il n'a cessé de nous témoigner.

Nous tenons à exprimer à M. G.-A. BOUTRY, Directeur du *Laboratoire d'Essais*, Professeur au *Conservatoire Na-*

tional des Arts et Métiers, notre reconnaissance pour l'accueil qu'il nous a réservé dans ses Laboratoires.

Qu'il nous soit permis également de remercier ici le personnel du *Laboratoire d'Essais* à l'expérience duquel nous avons souvent eu recours pendant ces quatre années, et tout particulièrement M. FALLOT, chef du *Service de Métrologie*, dans le Laboratoire duquel nous avons pu faire effectuer les mesures très précises de longueurs et de densités dont nous avons un absolu besoin.

Chapitre premier

THÉORIE DE L'ABSORPTION

On sait qu'un faisceau de rayons X s'affaiblit en traversant la matière et que l'absorption qu'il subit dépend de la nature des éléments traversés et de la qualité du rayonnement incident.

1. — DÉFINITION DES COEFFICIENTS D'ABSORPTION.

Considérons un faisceau de rayons X monochromatique et d'intensité I traversant normalement un échantillon absorbant d'épaisseur infiniment petite dx . Après passage à travers le corps absorbant, l'intensité du rayonnement sera diminuée d'une quantité dI . On aura donc, en appliquant la loi générale qui régit l'absorption de toutes les radiations, la relation fondamentale :

$$(I. 1) \quad dI/I = -\mu dx$$

où l'on suppose que la fraction du rayonnement incident qui est absorbée est proportionnelle à l'épaisseur de la couche de matière absorbante. μ est le coefficient de

proportionnalité, il est fonction de la nature de l'absorbant et de la longueur d'onde du rayonnement : c'est le *coefficient d'absorption linéaire* de la substance pour la longueur d'onde considérée. Son équation aux dimensions est L^{-1} .

Si nous considérons un faisceau de 1 cm^2 de section, le coefficient d'absorption linéaire représentera la fraction de l'énergie de ce faisceau qui est absorbée par 1 cm^3 de matière traversée; mais il est généralement plus important de connaître la fraction d'énergie absorbée quand un faisceau de 1 cm^2 de section traverse un gramme de la matière. En effet, le *coefficient d'absorption massique* μ_m ainsi défini est, en première approximation, indépendant de l'état physique et chimique de l'absorbant.

On aura :

$$(I. 2) \quad \frac{dI}{I} = -\mu_m dm = -\mu_m \rho dx$$

où ρ est la densité de la matière et dm le poids en grammes de la matière traversée.

Le coefficient d'absorption massique est celui que nous emploierons par la suite, nous le noterons désormais μ sans l'affecter d'aucun indice. L'équation aux dimensions de μ est $M^{-1} \cdot L^2$.

La relation qui lie les coefficients linéaire et massique est

$$(I. 3) \quad \mu = \mu_m \rho$$

On a souvent besoin, dans les calculs, de connaître la quantité d'énergie absorbée par un atome. Si μ représente le coefficient d'absorption massique d'un élément et n le nombre d'atomes contenus dans une masse de 1 gr de cet élément, le *coefficient d'absorption atomique* μ_{at} sera donné par la relation :

$$(I. 4) \quad \mu_{at} = \frac{\mu}{n} = \mu \cdot \frac{A}{N}$$

où A est la masse atomique de l'élément considéré et N

de nombre d'AVOGRADO; A/N représente donc la masse d'un atome.

Si le coefficient d'absorption massique μ est constant, c'est-à-dire s'il ne dépend pas de l'épaisseur de matière traversée, on a en intégrant l'équation (I.2) pour une épaisseur finie x de l'absorbant :

$$(I. 5) \quad \int_{I_0}^I \frac{dI}{I} = \int_0^x -\mu \rho dx$$

$$\text{Log}_e I - \text{Log}_e I_0 = -\mu \rho x$$

où I_0 représente l'intensité du rayonnement incident ($x = 0$) et I l'intensité du rayonnement après avoir traversé une épaisseur x de matière.

On peut écrire également l'expression (I.5) sous la forme :

$$(I. 6) \quad \frac{I}{I_0} = e^{-\mu \rho x}$$

Nous n'avons considéré, jusqu'à présent, que le cas d'un échantillon composé d'une seule sorte d'atomes, mais on admet généralement que les coefficients d'absorption massiques ou atomiques des éléments formant un corps composé s'additionnent arithmétiquement. C'est d'ailleurs ce que les mesures que nous avons faites nous ont permis de vérifier, avec une approximation satisfaisante, pour un grand nombre de corps.

On peut ainsi définir un *coefficient d'absorption moléculaire* :

$$(I. 7) \quad \mu_{mol} = \sum A_a \left(\frac{\mu}{at} \right)_a$$

où A_a est le nombre d'atomes a entrant dans la molécule. Par exemple, pour l'acétone : $\text{CH}_3\text{-CO-CH}_3 = \text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ on aura :

$$\left(\frac{\mu}{mol} \right)_{\text{C}_3\text{H}_6\text{O}} = 3 \left(\frac{\mu}{at} \right)_C + 6 \left(\frac{\mu}{at} \right)_H + \left(\frac{\mu}{at} \right)_O$$

On aura pour le coefficient d'absorption massique d'un composé une formule analogue, puisque :

$$\mu = \frac{\mu_{mol}}{A} \cdot \frac{N}{A}$$

Dès lors, on peut écrire la relation :

$$(I. 8) \quad \mu = \sum p_i \mu_i$$

dans laquelle μ_i est le coefficient d'absorption massique d'un élément i et p_i sa proportion en poids dans un gramme du composé considéré.

2. — NATURE DE L'ABSORPTION.

Le phénomène de l'absorption des rayons X par la matière peut être considéré comme résultant de la superposition de deux processus différents qui sont :

1° *L'absorption photoélectrique* ou absorption vraie ou encore absorption de *fluorescence* dans laquelle l'énergie d'un quantum de rayonnement incident est transformée, partie en énergie cinétique d'un électron éjecté, partie en

accroissement de l'énergie potentielle d'un atome excité;
2° Les atomes frappés par les rayons X réémettent un rayonnement X dans toutes les directions, c'est le phénomène de diffusion. Il se décompose en *diffusion Compton* ou *incohérente* avec changement de longueur d'onde et en *diffusion cohérente* sans changement de longueur d'onde. L'effet total de la diffusion est exprimé par le coefficient σ .

Le coefficient d'absorption massique μ a donc pour valeur :

$$(I. 9) \quad \mu = \tau + \sigma$$

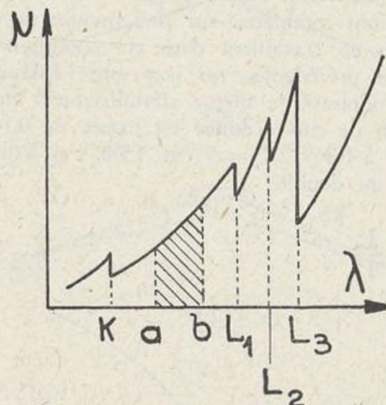


Fig. 1

3. — MESURE DE μ .

La variation du coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde est représentée schématiquement sur la figure 1. Entre chaque discontinuité, l'absorption croît à peu près comme le cube de la longueur d'onde.

Préons, à titre d'exemple, l'absorption par le mica en appliquant la formule empirique établie par WILLIAMS [4] qui donne le coefficient d'absorption linéaire en fonction de la longueur d'onde pour des longueurs d'onde comprises entre 0,4 et 2,3 Å

$$(I. 10) \quad \mu = 36,56 \lambda^{2,76} \quad (\lambda \text{ en } \text{\AA})$$

Voyons l'erreur que l'on commettrait si, au lieu d'une longueur d'onde monochromatique $\lambda_m = 0,62 \text{ \AA}$, on

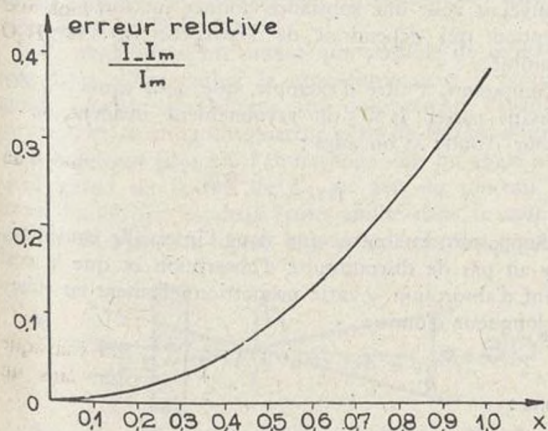


Fig. 2

utilisait une bande de longueurs d'onde comprises entre $\lambda_1 = 0,60$ et $\lambda_2 = 0,64 \text{ \AA}$, l'intensité incidente I_0 étant constante dans l'intervalle considéré. (Ce cas est théorique car il n'est pas possible expérimentalement d'isoler ainsi une bande de longueurs d'onde, le cas pratique est beaucoup plus complexe, les limites n'étant pas définies aussi

nettement. Nous avons choisi ces longueurs d'onde pour notre exemple car elles correspondent pratiquement à une intensité à peu près constante en utilisant le fond continu d'un tube à anticathode de tungstène avec une tension de 25 kV [5].)

Si dI_0 est l'intensité incidente pour l'intervalle de longueur d'onde $d\lambda$ comme on la suppose constante dans tout l'intervalle $\lambda_1 \lambda_2$ on aura :

$$(I. 11) \quad I_0 = \frac{dI_0}{d\lambda} (\lambda_2 - \lambda_1) = 1$$

en prenant l'intensité incidente totale égale à l'unité.

L'intensité transmise après absorption à travers un écran de mica d'épaisseur x cm pour un intervalle de longueur d'onde $d\lambda$ est :

$$(I. 12) \quad dI = dI_0 e^{-\mu x} = \frac{d\lambda}{\lambda_2 - \lambda_1} \left(e^{-36,56 \lambda^{2,76} x} \right)$$

et l'intensité totale pour la bande considérée :

$$(I. 13) \quad I = \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} dI = \frac{1}{\lambda_2 - \lambda_1} \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \left(e^{-36,56 \lambda^{2,76} x} \right) d\lambda$$

D'autre part, supposons que toute l'intensité incidente ($I_0 = 1$) soit concentrée à la longueur d'onde unique $\lambda_m = 0,62 \text{ \AA}$, dans ce cas, l'intensité, après absorption par l'écran de mica est :

$$(I. 14) \quad I_m = e^{-\mu x} = e^{-9,772 x} = (0,00057)^x$$

Nous avons calculé graphiquement l'intégrale (I-13) pour un certain nombre de valeurs de x et nous reproduisons sur la figure 2 la courbe représentant l'erreur relative $\frac{I - I_m}{I_m}$ en fonction de l'épaisseur de l'échantillon.

4. — MESURE DE L'ABSORPTION.

L'exemple précédent nous montre qu'il faut, pour faire des mesures d'absorption précises, utiliser un rayonnement monochromatique. La méthode, employée autrefois, dans laquelle on se sert d'un rayonnement filtré, est donc à rejeter. Elle conduit, en effet, à des résultats d'une interprétation très délicate, car, non seulement la bande passante est assez large, mais encore l'intensité n'est pas la même pour toutes les longueurs d'onde transmises.

La meilleure méthode est donc celle qui consiste à se servir d'un monochromateur utilisant la réflexion sélective des rayons X par les plans réticulaires d'un cristal.

L'emploi d'un monochromateur exige toutefois des précautions spéciales, car la réflexion sur les plans d'intervalle interréticulaire d obéissant à la loi de BRAGG.

$$(I. 15) \quad n\lambda = 2d \sin \theta$$

on obtient, pour une valeur fixe de l'angle de réflexion θ , des rayons diffractés non seulement de longueur d'onde λ mais aussi des harmoniques $\lambda/2, \lambda/3$, etc.

Il est donc indispensable de faire fonctionner le tube à rayons X à un potentiel assez bas pour que le rayonnement de longueur d'onde λ_3 et, a fortiori λ_2 , etc., qui se réfléchissent pour le même angle de BRAGG sur la lame cristalline, ne soient pas émis par l'anticathode du tube. En effet, les harmoniques réfléchis par le cristal du monochromateur sont des radiations provenant du fond continu émis par le tube en même temps que les raies caractéristiques du métal formant l'anticathode, et l'on sait que ce rayonnement « blanc » a une limite inférieure qui est donnée par la relation quantique :

$$(I. 16) \quad h\nu_m = \frac{hc}{\lambda_m} = eV$$

où h est la constante de Planck, ν_m et λ_m respectivement la fréquence et la longueur d'onde limites, eV l'énergie de l'électron.

Pour que la longueur d'onde $\lambda/2$ ne soit pas émise par le tube, il suffit donc que le potentiel d'accélération des électrons soit inférieur à la valeur :

$$(I-17) \quad V_{\max} = \frac{12,34}{\lambda}$$

où V est exprimé en kilovolts et λ en angströms.

Par exemple, pour une anticathode de cuivre, on a :

$$\lambda_{K\alpha} = 1,54 \text{ Å} \quad V_m = \frac{12,34}{0,77} = 16 \text{ kV}$$

pour une anticathode de molybdène :

$$\lambda_{K\alpha} = 0,71 \text{ Å} \quad V_{\max} = \frac{12,34}{0,355} = 35 \text{ kV}$$

Nous avons mesuré l'influence de la proportion d'har-

TABLEAU I

	Ecran de cuivre	Ecran d'aluminium
$\lambda_{CuK\alpha}$	$\mu_1 = 50,9$	$\mu_2 = 49,0$
λ_2	$\mu'_1 = 65$	$\mu'_2 = 6,6$
$p \text{ g/cm}^2$	$p_1 = 0,137$	$p_2 = 0,142$ $p'_2 = 0,369$

monique $\lambda/2$ présente dans le rayonnement d'un tube scellé à anticathode de cuivre sous une tension de 23 kV, tension pour laquelle l'harmonique $\lambda/3$ n'existe pas. (En effet $12,34 / (1,54/3) = 24 \text{ kV}$.)

Pour cela, nous avons comparé l'affaiblissement du faisceau par deux écrans, l'un d'aluminium, l'autre de cuivre, d'épaisseurs connues. Le choix de ces écrans a été déterminé par le fait que pour l'écran de cuivre la discontinuité d'absorption K se trouve entre les longueurs d'onde λ et $\lambda/2$, alors qu'il n'y a pas de discontinuité entre ces valeurs pour l'écran d'aluminium.

Le tableau I donne les valeurs des coefficients d'absorption massiques pour les longueurs d'onde $\lambda_{CuK\alpha}$ et $\lambda/2$ ainsi que les poids p par unité de surface, des écrans utilisés.

En rayonnement monochromatique λ , le rapport des intensités du rayonnement X avant et après l'écran est donné par :

$$(I-18) \quad \frac{I}{I_0} = e^{-\mu_1 p} = e^{-\mu_2 p}$$

les épaisseurs des écrans ayant été choisies de telle façon que leur absorption soit la même pour $\gamma_{Cu K\alpha}$.

Si maintenant nous considérons un faisceau incident comprenant un rayonnement de longueur d'onde λ d'intensité I_0 et un rayonnement de longueur d'onde $\lambda/2$ dont l'intensité I'_0 , faible par rapport à I_0 , est donnée par :

$$(I-19) \quad I'_0 = KI_0$$

Si $I + I'$ représente l'intensité du faisceau après passage à travers l'écran, on a :

$$(I-20) \quad \frac{I + I'}{I_0} = e^{-\mu_1 p} + Ke^{-\mu'_1 p} = e^{-\mu_2 p} + Ke^{-\mu'_2 p}$$

p'_2 étant le nouveau poids par unité de surface de l'écran d'aluminium donnant lieu à la même absorption que l'écran de cuivre.

Les valeurs numériques données dans le tableau I permettent de résoudre cette équation par rapport à K . On a :

$$e^{-50,9 \times 0,137} + Ke^{-65 \times 0,137} = e^{-49,0 \times 0,369} +$$

$$+ Ke^{-6,6 \times 0,369}$$

On en tire, en négligeant le premier terme du second membre :

$$K = 0,01$$

Si la chambre d'ionisation avait la même sensibilité pour les photons X de longueur d'onde λ et $\lambda/2$, K représenterait la proportion d'harmonique contenue dans le faisceau de rayons X utilisé; en réalité, ce coefficient représente le rapport de leurs actions ionisantes, c'est-à-dire le point de vue important pour les mesures.

Voyons maintenant l'ordre de grandeur de l'erreur que nous pourrions commettre sur une mesure de coefficient d'absorption en travaillant dans ces conditions. D'après les données précédentes, on voit que l'épaisseur d'aluminium produisant le même affaiblissement du faisceau qu'un écran de cuivre donné est passée de $0,142/2,7 = 0 \text{ cm}$, 0525 à $0,369/2,7 = 0 \text{ cm}$, 1366, c'est-à-dire a varié du simple au double.

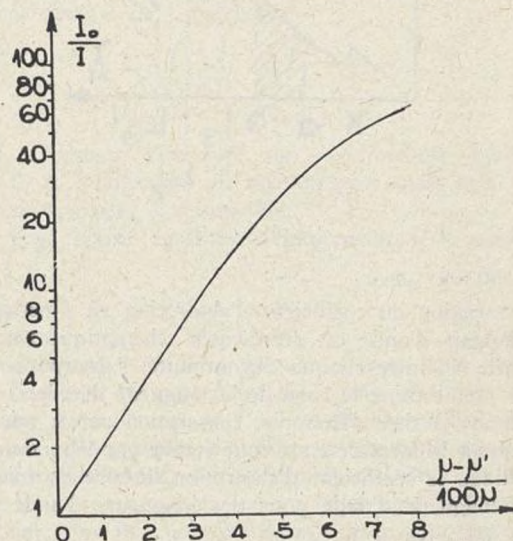


Fig. 3

L'erreur serait bien moindre si l'un des deux écrans n'avait pas sa discontinuité d'absorption située entre λ et $\lambda/2$; néanmoins elle serait encore appréciable et on trouverait pour une substance donnée un coefficient d'absorption qui dépendrait de l'épaisseur de l'échantillon examiné.

Supposons, à titre d'exemple, que nous ayons un écran laissant passer $1/50^e$ du rayonnement incident de longueur d'onde λ ; on aura :

$$I/I_0 = e^{-3,91}$$

Supposons, en outre, que dans l'intervalle considéré, il n'y ait pas de discontinuité d'absorption et que le coefficient d'absorption γ varie proportionnellement au cube de la longueur d'onde :

$$\mu = A\lambda^3 \text{ et } \mu' = A\left(\frac{\lambda}{2}\right)^3 = \frac{\mu}{8}$$

donc :

$$\frac{I + I'}{I_0} = e^{-\frac{3,91}{8}} + 0,01 e^{-\frac{3,91}{8}} = \frac{2,6}{100} \quad \frac{I}{I_0} = \frac{2}{100}$$

d'où :

$$\frac{I + I'}{I} = 1,3$$

L'erreur relative sera donnée par :

$$\frac{\mu - \mu'}{\mu}$$

comme

$$\mu = \frac{\text{Log}_e I_0 - \text{Log}_e I}{\rho x} \quad \text{et} \quad \mu' = \frac{\text{Log}_e I_0 - \text{Log}_e (I + I')}{\rho x}$$

on a :

$$\frac{\mu - \mu'}{\mu} = \frac{\text{Log}_e \frac{I + I'}{I}}{\text{Log}_e \frac{I_0}{I}} = \frac{\text{Log}_e 1,3}{\text{Log}_e 50} = 0,067$$

soit une erreur d'environ 7 % sur la valeur de μ trouvée.

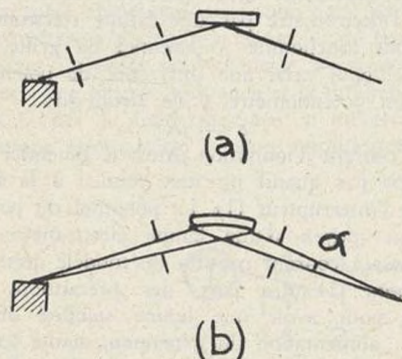


Fig. 4

Nous avons reporté sur le graphique (fig. 3) les valeurs de $\frac{\mu - \mu'}{100 \mu}$, c'est-à-dire l'erreur en % en fonction de I_0/I pris avec une échelle logarithmique; on voit que si l'absorbant laisse passer la moitié du rayonnement incident, l'erreur sur la mesure de μ est encore de 1 % pour une valeur de $K = 0,01$.

Ceci montre donc la nécessité absolue, pour faire des mesures précises, de travailler constamment avec un potentiel d'accélération des électrons inférieur à celui d'excitation de l'harmonique $\lambda/2$.

5. — UTILISATION D'UN MONOCHROMATEUR A LAME COURBE.

Les considérations précédentes nous ont amené à n'utiliser que des tensions assez basses; or, pour de telles tensions, un monochromateur à lame plane donne un faisceau diffracté d'intensité faible, ce qui conduit à l'utilisation d'appareils de mesure excessivement sensibles, donc d'emploi délicat.

Pour nous affranchir autant que possible de cette sujétion, nous avons utilisé le monochromateur à lame de quartz courbée de GUINIER [6] qui présente l'avantage, par rapport au monochromateur plan de BRAGG, d'utiliser le rayonnement émis par l'anticathode sous un angle solide assez grand de l'ordre de 3° , au lieu du pinceau très étroit, limité par les deux fentes utilisé dans le montage avec cristal plan. La figure 4 montre le chemin parcouru

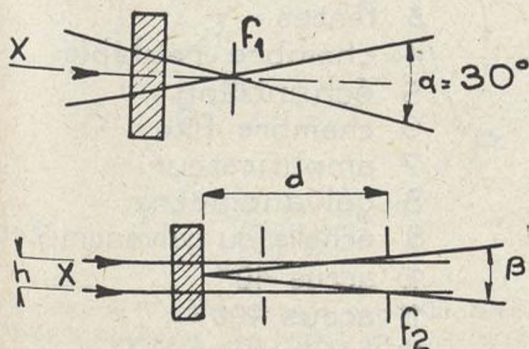


Fig. 5 et 6

par le faisceau de rayons X en (a) dans un montage à monochromateur plan, en (b) dans un monochromateur à lame courbe.

Malgré la convergence du faisceau dans l'absorbant, du fait que l'angle α est petit (3°) on peut quand même, sans introduire d'erreur appréciable, appliquer les formules établies précédemment pour un faisceau parallèle. En effet, la différence du chemin parcouru dans l'absorbant par les rayons les plus obliques et par les rayons normaux est, si l est la longueur suivant la normale, et $l + \Delta l$ la longueur oblique :

$$(1-21) \quad \Delta l = l \left(\frac{1}{\cos \alpha} - 1 \right) = 0,0004 l$$

On voit donc que l'on commet une erreur relative de beaucoup inférieure à $4/10.000$ en appliquant sans correction les formules précédentes.

6. — PLACE DE L'ABSORBANT.

MOSELEY et DARWIN [7], puis Woo [8] ont montré qu'aucune différence appréciable dans les mesures des coefficients d'absorption n'est constatée lorsqu'on place l'absorbant avant ou après le monochromateur.

Par contre, il ne faut pas placer l'échantillon contre la fenêtre de la chambre d'ionisation, car on ne mesurerait plus dans ce cas l'absorption totale. En effet, une partie appréciable de la radiation diffusée entrerait dans la chambre.

Avec le monochromateur à lame courbe, pour que, dans le plan horizontal, ne pénètrent dans la chambre que les rayons diffusés dans la direction du faisceau incident, il suffit de placer l'échantillon avant la focalisation et de disposer une fente étroite f_1 qui limite le faisceau sans

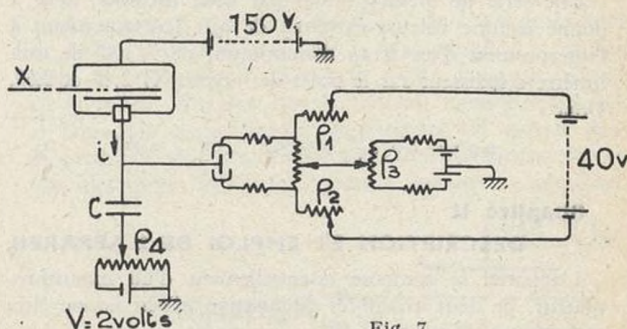


Fig. 7

le toucher, juste au point de focalisation, comme il est indiqué sur la figure 5.

Dans le plan vertical, la marche des rayons X est montrée sur la figure 6, en plaçant la fente f_2 le plus loin possible de l'échantillon, c'est-à-dire sur la fenêtre même de la chambre d'ionisation, on a un angle de diffusion β assez petit.

7. — MÉTHODE DE MESURE.

La méthode classique de mesure des coefficients d'absorption consiste à mesurer successivement l'intensité du faisceau sans absorbant (mesure de I_0) puis à interposer l'absorbant entre le tube et la chambre d'ionisation et à mesurer à nouveau l'intensité (mesure de I). Cette méthode est longue, puisqu'elle exige au moins trois mesures successives de l'intensité (une nouvelle mesure de I_0 est en effet nécessaire pour vérification); d'autre part, elle a le grave inconvénient de supposer implicitement que l'intensité du rayonnement X émis par le tube n'a pas varié pendant les quelques minutes nécessaires à la mesure.

Nous avons fait des mesures par cette méthode en employant deux procédés différents.

1° Nous utilisons un électromètre de LINDEMANN monté comme indiqué sur la figure (7) où ρ_1 et ρ_2 sont des résistances permettant de régler la sensibilité et ρ_3 un potentiomètre pour ajuster le zéro.

On mesure le temps t nécessaire au déplacement du curseur du potentiomètre ρ_3 d'un bout à l'autre de sa course; ce temps est inversement proportionnel au courant passant dans la chambre d'ionisation. En effet, si i est ce courant, la charge accumulée sur l'aiguille est :

$$q = it$$

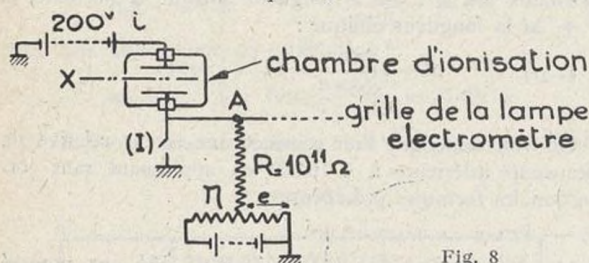


Fig. 8

D'autre part, la charge prise par l'armature du condensateur C est :

$$q' = Cv$$

Pour que l'aiguille reste au zéro, il faut que l'on ait à tout instant :

$$|q| = |q'|$$

c'est-à-dire :

$$i = \frac{Cv}{t}$$

On aura donc :

$$\frac{i_0}{i} = \frac{t}{t_0}$$

Une série de mesures faites par cette méthode nous a donné comme valeurs extrêmes de i_0/i (correspondant à l'interposition d'un écran d'aluminium de 7/100° de millimètre d'épaisseur sur le trajet des rayons X) 2,45 et 2,60. Donc :

$$\mu \rho x = \text{Loge} \frac{I_0}{I} = 0,895 \quad \text{et} \quad 0,953$$

comme

$$\rho = 2,70 \quad \text{et} \quad x = 0,007 \text{ cm} \quad \rho x = 0,0189$$

d'où

$$\mu_{Al} = 47,3 \quad \text{et} \quad 50,5$$

soit une erreur relative de $\pm 2\%$ par rapport à la valeur (49,0) donnée par ALLEN [1] comme coefficient d'absorption massique de l'aluminium pour la longueur d'onde $K\alpha$ du cuivre;

2° Nous avons fait également des mesures en utilisant le dispositif représenté figure (8) dans lequel nous avons remplacé l'électromètre par une lampe électromètre que nous faisons fonctionner à potentiel de grille constant. On oppose, pour cela, une différence de potentiel e au moyen d'un potentiomètre π de façon que

$$e = iR$$

i étant le courant d'ionisation. Ainsi le potentiel au point A ne varie pas quand on met celui-ci à la masse au moyen de l'interrupteur (1). Le potentiel du point A est observé au moyen d'une lampe électromètre et d'un amplificateur à courant continu du modèle décrit au chapitre suivant. D'autre part, des précautions spéciales ont été prises pour avoir une bonne stabilité du tube à rayons X : alimentation du générateur haute tension par un transformateur à fer saturé et chauffage du filament avec un accumulateur.

Une série de mesures, faite en interposant sur le trajet des rayons X un écran de cellophane (écran appelé (2)) au chapitre suivant, nous a donné les valeurs extrêmes 1,295 et 1,302 pour e_0/e , soit 0,259 et 0,264 pour μx ; ce qui fait une erreur relative de 2%.

Etant donnée la précision faible des mesures faites par cette méthode, nous avons mis au point une méthode permettant de faire une mesure directe du rapport I_0/I qui ne dépend pas, dans une large mesure, de la valeur de I_0 ; donc, qui soit absolument indépendante des variations d'intensité du rayonnement X émis par le tube qui pourraient se produire au cours de la mesure.

C'est la description de cet appareil qui va faire l'objet du chapitre suivant.

Chapitre II

DESCRIPTION ET EMPLOI DE L'APPAREIL

L'appareil se compose essentiellement d'un monochromateur, de deux chambres d'ionisation, d'une lampe électromètre et d'un amplificateur à courant continu.

I. — PRINCIPE.

Le faisceau de rayons X, après s'être « réfléchi » sur la lame cristalline du monochromateur, traverse deux cham-

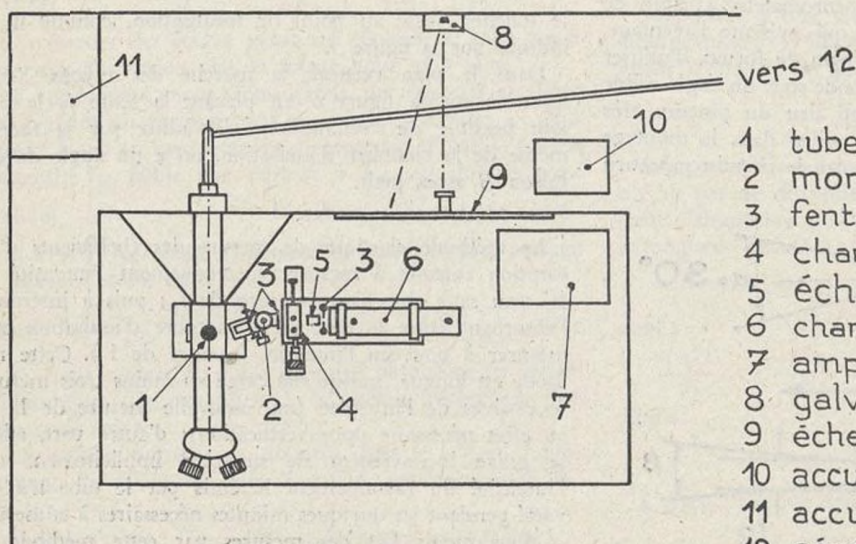


Fig. 9

- 1 tube à rayons X
- 2 monochromateur
- 3 fentes
- 4 chambre réglable
- 5 échantillon
- 6 chambre fixe
- 7 amplificateur
- 8 galvanomètre
- 9 échelle du galvanomètre
- 10 accus 10V
- 11 accus 400V
- 12 générateur H.T.

bres d'ionisation entre lesquelles est intercalé l'absorbant à examiner. Les tensions appliquées aux deux chambres d'ionisation sont de signes opposés afin que les courants d'ionisation soient de sens inverse.

La chambre qui reçoit le faisceau directement à la sortie du monochromateur est peu sensible et sa sensibilité est d'ailleurs réglable; l'autre, celle qui reçoit le faisceau affaibli, est au contraire très sensible (remplie d'air ou d'argon).

Pour une sensibilité donnée de la chambre réglable, il existe un absorbant tel que le rapport des intensités X , avant et après absorption, provoque dans les deux chambres des courants d'ionisation égaux et de sens contraires. Le courant résultant de ces deux courants d'ionisation passe dans une grande résistance et la différence de potentiel aux bornes de cette résistance est mesurée au moyen d'une lampe électromètre et d'un amplificateur à courant continu.

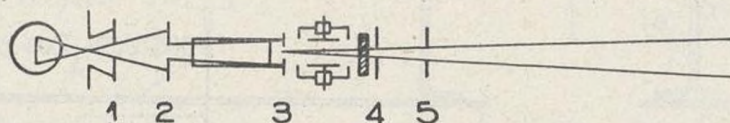


Fig. 10

Ainsi, quand les deux chambres sont équilibrées, la différence de potentiel aux bornes de la résistance est nulle, et le galvanomètre ne dévie pas quand on intercepte le faisceau de rayons X .

La figure 9 représente une vue d'ensemble de l'appareil.

2. — SOURCE DE RAYONS X .

Comme source de rayons X , nous utilisons des tubes scellés Philips type M.U.R. à fenêtres en verre de LINDEMANN et anticathode de cuivre ou de molybdène. Le tube est placé horizontalement. Cette position facilite beaucoup les réglages, car le faisceau de rayons X reste dans un plan horizontal après réflexion sur le monochromateur. D'autre part, la distance du foyer du tube au monochromateur doit être bien définie, afin que celui-ci donne un faisceau monochromatique et bien focalisé. Comme le foyer du tube que nous employons est linéaire, il faut que sa plus grande dimension soit parallèle à l'axe de rotation du cristal. Cependant, comme cette dimension est de l'ordre de 1 cm, on doit en masquer une partie avec un écran de plomb pour éviter que le faisceau ne soit trop divergent en hauteur.

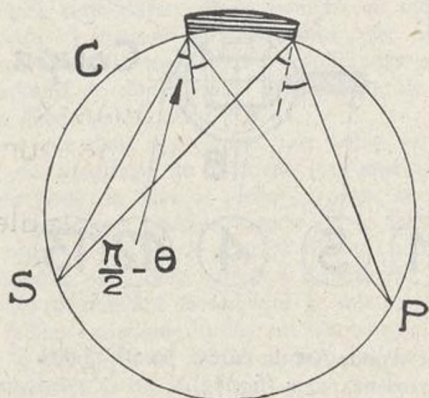


Fig. 11

La figure 10 représente une coupe du faisceau de rayons X suivant un plan vertical, on y voit en 1, 2, 3, 4, 5, les différentes fentes limitant le faisceau en hauteur, les angles ont été agrandis pour la clarté du dessin.

3. — MONOCHROMATEUR.

Le rayonnement émis par l'anticathode est rendu strictement monochromatique par l'emploi du monochromateur GUINIER à lame de quartz taillée et courbée [6] [9]. La lame est taillée parallèlement aux plans 10^{-1} (une des faces de la pyramide des cristaux naturels) qui ont un fort pouvoir réflecteur; c'est une lamelle à faces cylindriques de rayons $2R$ qui est ensuite placée dans une presse de rayon R ; les plans réticulaires ont alors la courbure :

$$\frac{1}{R} - \frac{1}{2R} = \frac{1}{2R}$$

Si la source de rayons X (foyer du tube) se trouve sur le cercle (C) de rayon R (figure 11), tous les rayons issus de ce point ayant la longueur d'onde λ se réfléchiront sur la lame sous l'angle θ et viendront converger en un autre point P du même cercle. Pour la longueur d'onde $CuK\alpha$, le rayon de courbure de taille de la lame est de 600 mm, celui de la presse de 300 mm; pour la longueur

d'onde $MoK\alpha$, ces rayons de courbure sont respectivement 1.200 et 600 mm.

Nous avons vu au chapitre premier (page) les raisons qui nous ont amené à employer ce dispositif. En ne dépassant pas la tension de 15 kV pour le cuivre et de 34 kV pour le molybdène, les harmoniques des raies $CuK\alpha$ et $MoK\alpha$ ne perturbent pas les mesures. D'autre part, surtout pour le molybdène, il faut faire attention à ce que le rayonnement X émis par des taches de LAUE de la lame de quartz peut se trouver dans le faisceau utilisé et, du fait que ce rayonnement n'a ni la même longueur d'onde ni la même direction que le faisceau monochromatique, il fausserait complètement les mesures s'il entraînait dans la première chambre d'ionisation. Une judicieuse disposition des fentes limitant le faisceau permet d'y remédier.

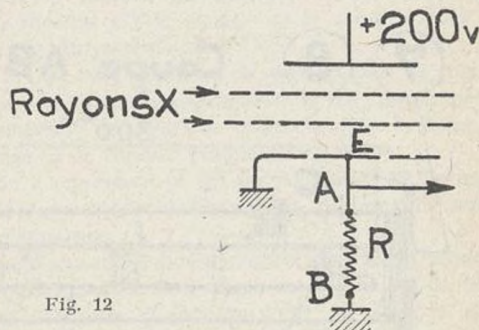


Fig. 12

4. — CHAMBRE D'IONISATION RÉGLABLE.

On sait que, lorsque le champ entre les électrodes d'une chambre d'ionisation est suffisant pour qu'il y ait saturation, c'est-à-dire pour qu'il n'y ait pas recombinaison des ions formés, le courant est proportionnel au nombre p d'ions produits par seconde et par centimètre cube, à la surface s des électrodes et à la charge e de l'électron

$$i = pSe$$

Pour faire varier la sensibilité de la chambre, c'est-à-dire pour modifier le courant i quand le rayonnement ionisant reste constant, nous avons utilisé une méthode consistant à faire varier la surface de l'électrode reliée à l'électromètre tout en conservant le champ uniforme. Ce facteur est en effet celui dont la variation est la plus commode à réaliser par un moyen mécanique.

Pour que le champ reste uniforme malgré les variations de surface de l'électrode, nous avons employé un dispositif analogue à celui de l'anneau de garde utilisé pour les condensateurs. Pour que l'anneau de garde joue un rôle efficace, il faut que son potentiel soit le même que celui de l'électrode intérieure *E*, ceci est réalisé dans nos mesures, puisque nous les faisons lorsque la différence de potentiel entre les points A et B (figure 12) est nulle.

1/50° de mm. ce qui correspond à une variation de surface de l'électrode de 0,1 mm². La course totale de la vis est de 30 mm; les positions extrêmes correspondent à des surfaces d'électrodes respectivement de 175 mm² et 25 mm², ce qui donne un rapport de sensibilité de 7. Les électrodes (4) et (8) sont isolées par rapport à la masse par des coussinets (9) et (10) en « plexiglass ». Un cylindre d'ébonite (11) contenant du « carbagel »

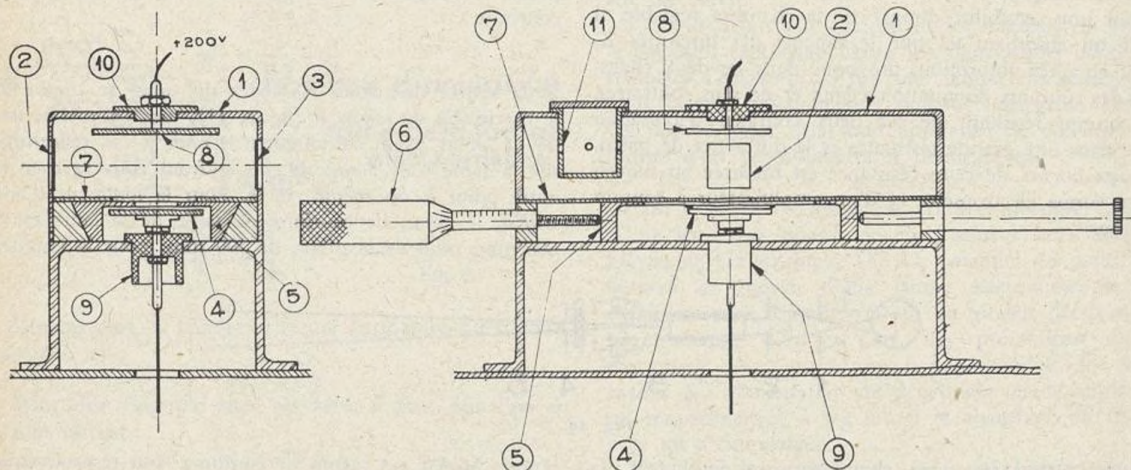


Fig. 13

En réalité, pour une question de réalisation mécanique commode, l'anneau de garde n'est pas placé exactement dans le plan de l'électrode *E*, mais légèrement au-dessus, toutefois, la différence de distance est faible vis-à-vis de la distance des électrodes, le champ est ainsi pratiquement uniforme.

RÉALISATION PRATIQUE.

La chambre réglable (figure 13) est formée d'un parallélépipède métallique (1) relié à la terre, percé de deux fenêtres (2) et (3) fermées par des feuilles d'aluminium de 1/100° de millimètre d'épaisseur collées au « glyptal ». La variation de surface active de l'électrode collectrice

permet de maintenir l'air sec à l'intérieur de la chambre. 5. — CHAMBRE D'IONISATION.

La seconde chambre a une sensibilité constante pendant toute la durée des mesures; on peut la rendre plus ou moins sensible, suivant l'absorption de l'échantillon étudié, en la remplissant d'un mélange d'air sec et d'argon en proportions variables.

La grande sensibilité est obtenue par une longueur de 30 cm, ce qui correspond à une forte absorption du rayonnement X; en effet, quand elle est remplie entièrement d'argon, pour la longueur d'onde $K\alpha$ du molybdène, la moitié du rayonnement incident est absorbée et pour la

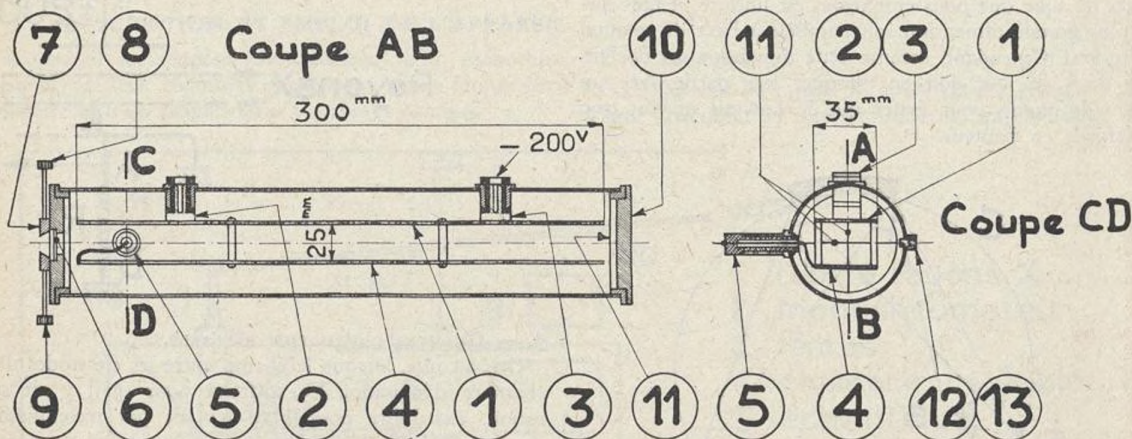


Fig. 14

d'ions (4) est obtenue par le déplacement d'un chariot à glissières (5) au moyen d'une vis micrométrique (6). Le dispositif d'anneau de garde est formée d'une plaque fixe (7) percée d'un trou rectangulaire de dimensions légèrement inférieures à celles de l'électrode, et du chariot à glissières (5) dans lequel est découpée une ouverture en forme de triangle isocèle; le déplacement au moyen de la vis micrométrique (6) permet d'apprécier

longueur d'onde $K\alpha$ du cuivre, les 998/1.000. RÉALISATION PRATIQUE (fig. 14).

La chambre est formée d'un cylindre de laiton formant blindage, relié à la terre, de 6 cm de diamètre, à l'intérieur duquel sont fixées les électrodes; celles-ci sont constituées par deux plaques d'acier rectifiées parallèles, celle (1) qui est reliée aux batteries d'accumulateurs est fixée au cylindre extérieur au moyen de deux pièces (2) (3)

isolées au « plexiglass » et rendues étanches par vernissage au « glyptal »; ces pièces forment prises de courant. L'électrode (4) connectée à la grille de la lampe électromètre est maintenue sur l'autre par cinq entretoises en « plexiglass », la connexion traversant le blindage est isolée par un long cylindre de « plexiglass » (5).

La fenêtre (6) par où pénètrent les rayons X dans la chambre est fermée par une feuille d'aluminium de un centième de millimètre d'épaisseur, collée au « glyptal », elle est munie d'une fente (7) avec réglage indépendant de chaque lèvre, au moyen de deux vis à pas fin (8) et (9). Cette fente permet de limiter le faisceau sans le toucher et d'éviter ainsi que les rayons diffusés par l'échantillon, en dehors de l'angle solide défini par le faisceau direct ne pénètrent dans la chambre.

Le fond de la chambre (10) est démontable; sur le cylindre est fixée une croix formée de deux fils de cuivre (11); cette croix permet, par une photographie du faisceau, de centrer très exactement celui-ci et d'éviter ainsi qu'il ne touche les électrodes.

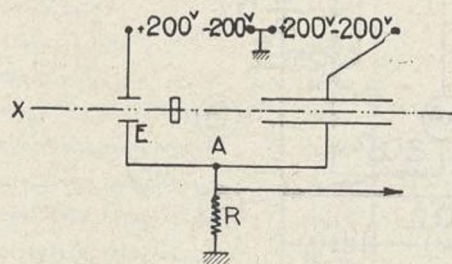


Fig. 15

La chambre est munie également de deux ajutages (12) et (13), fermés par vis-pointeau, par lesquels on fait le remplissage d'argon, on serre ensuite les vis que l'on scelle avec de la cire.

6. — AMPLIFICATEUR.

Les électrodes collectrices (E) (E') (fig. 15) des deux chambres, reliées entre elles, sont connectées à la masse de l'appareil par l'intermédiaire d'une résistance (R) d'environ $10^{11} \Omega$. Cette résistance peut être une résistance SS. White ou une résistance obtenue par pulvérisation cathodique d'un métal sur une tige de quartz (résistance Vodar [10]). Ces deux sortes de résistances ont, l'une et l'autre, bonne stabilité. Quand l'appareil est équilibré, il ne doit y avoir aucune variation de différence de potentiel aux bornes de la résistance (R) lorsqu'on met le faisceau de rayons X ou qu'on le supprime.

On décèle cette différence de potentiel au moyen d'un amplificateur à courant continu monté avec une lampe électromètre bigrille Mazda E1. L'amplificateur est équipé d'un dispositif de compensation automatique de la dérive du type décrit par GILLOD [11].

On sait que dans une lampe, une faible variation de courant de chauffage du filament provoque une variation importante du courant plaque, si donc la valeur du courant plaque sert pour la mesure de la tension grille de la lampe, il faut que le courant filament soit parfaitement constant, on a donc intérêt à substituer à la lecture du courant plaque une lecture qui ne soit pas influencée par de faibles variations du courant filament de la lampe.

Dans le circuit fermé ABCA (figure 16) on a, quand le galvanomètre G est au zéro :

$$(11-2) \quad R_1 I_f - E = R_3 I_p$$

Comme une faible variation ΔI_f du courant de chauffage provoque une variation ΔI_f du courant plaque de la lampe donnée par la relation :

$$(11-3) \quad \Delta I_f = K \Delta I_p$$

où K est une constante au point de fonctionnement utilisé de la lampe; pour qu'une variation ΔI_f du courant de chauffage ne provoque par la naissance d'un courant dans le circuit du galvanomètre G, il suffit que l'on ait :

$$(11-4) \quad R_1 \Delta I_f = R_3 \Delta I_p \quad \text{ou} \quad K = \frac{R_3}{R_1}$$

On peut déterminer K en traçant les courbes caractéristiques de la lampe utilisée, mais il est plus simple de

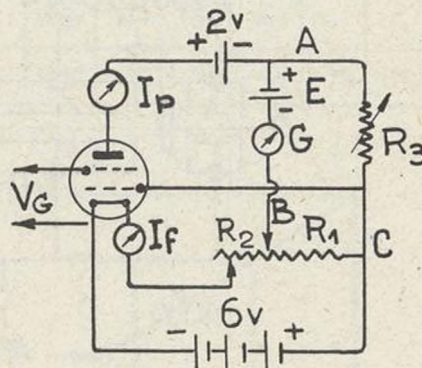


Fig. 16

déterminer expérimentalement les valeurs à donner à R_3 et R_1 en provoquant ΔI_f par une variation de la résistance R_2 et en modifiant les valeurs de R_3 et R_1 jusqu'à ce que la variation de R_2 ne fasse plus dévier le spot du galvanomètre.

Dans ce dispositif, la force électromotrice E utilisée pour la compensation ne débite aucun courant, puisqu'elle est montée en série avec le galvanomètre, lequel est utilisé comme appareil de zéro. Cette force électromotrice ne risque donc pas de varier, et l'on peut employer sans inconvénient une pile sèche.

La figure 17 représente l'ensemble du montage électrique.

Le potentiomètre (1) de 50.000Ω sert à régler la polarisation de la lampe, son curseur est relié à la masse; la tension auxiliaire de polarisation est fournie par deux piles sèches.

On ajuste le courant de chauffage de la lampe au moyen du rhéostat (2) le réglage de la compensation se fait au moyen du potentiomètre (3) et de la résistance de plaque (4). Une clé (5) permet de shunter plus ou moins le galvanomètre. Un milliampèremètre et un microampèremètre permettent de contrôler respectivement le courant de chauffage et le courant plaque de la lampe.

Enfin, on a représenté en (6) un potentiomètre permettant de faire des mesures absolues en utilisant une seule chambre d'ionisation.

La lampe électromètre, soigneusement blindée et montée sur un support antimicrophonique est placée sur le bâti portant les chambres d'ionisation; elle est reliée à une boîte blindée contenant les appareils de contrôle et de réglage, les accumulateurs sont placés dans une boîte également blindée; toutes les connexions entre les différentes boîtes sont faites par des fils sous gaines métalliques tressées soudées aux boîtes. On évite ainsi les perturbations dues surtout à la présence près de l'appareil de la source de haute tension alimentant le tube à rayons X.

7. — PORTE-ÉCHANTILLONS.

Le porte-échantillons est constitué, d'une part, d'un support permettant de fixer dans une position bien définie, normale au faisceau de rayons X, les écrans étalons que l'on substitue à l'échantillon à étudier, lors de la mesure; d'autre part, un support pour l'échantillon étudié.

Dans le cas des liquides, l'échantillon est placé dans

une cuve fermée soit par deux lames couvre-objet de microscope, soit par des lames à faces parallèles en quartz. Pour la longueur d'onde $CuK\alpha$ on emploie de préférence les fenêtres en quartz. On a mesuré au service de Métrologie du *Laboratoire d'Essais*, l'épaisseur du cylindre contenant le liquide avec une très bonne précision (± 1 mi-

Laboratoire d'Essais). Nous avons pris, pour coefficient d'absorption de l'aluminium, le nombre donné par ALLEN, $\mu_{Al} = 49,0$ pour la longueur d'onde caractéristique $K\alpha$ du cuivre ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). Ceci donne donc, pour cet écran, une absorption :

$$\mu_{pX} = 6,6018$$

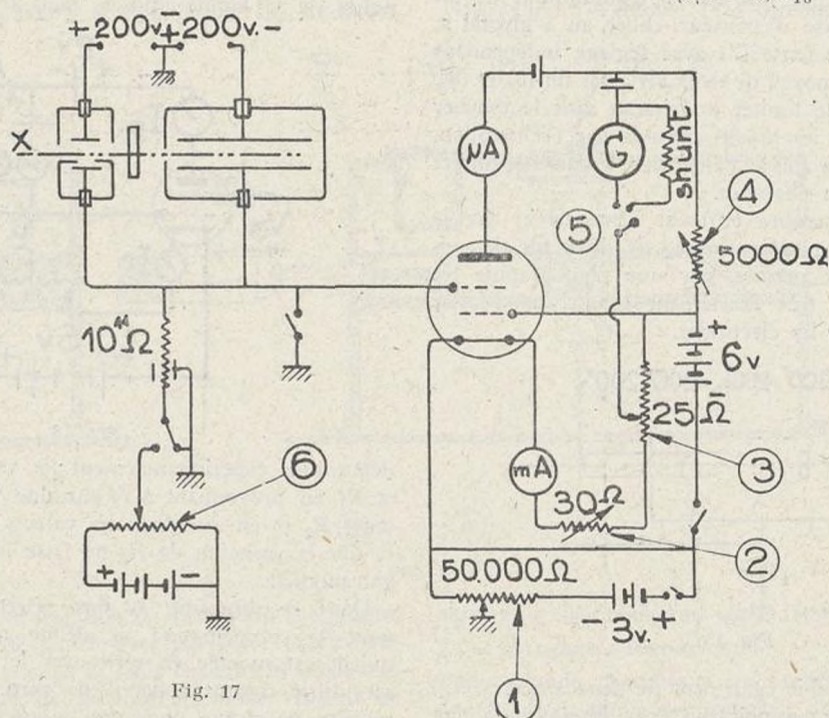


Fig. 17

cron pour une épaisseur de 1 cm, soit 1/10.000); l'erreur due à la mesure de l'épaisseur de l'échantillon n'intervient donc pas dans les mesures sur les liquides.

8. — ETALONS D'ABSORPTION.

On ne peut se contenter de repérer la position de la vis micrométrique de réglage de la sensibilité de la première chambre pour en déduire l'absorption, car la grande différence de sensibilité des deux chambres fait que l'appareil est très sensible aux variations de conditions de l'expérience, notamment de la température.

En effet, nous avons vu par la formule (II-1), que le courant dans une chambre d'ionisation est proportionnel au nombre d'ions formés par seconde et par centimètre cube, donc, en dernière analyse, de la température et de la pression régnant dans la chambre. On doit donc, d'une part, opérer à température constante pendant la mesure, ce qui est très aisé, étant donné le temps très bref nécessaire à celle-ci. D'autre part, on comparera l'absorption à celle d'écrans étalons. On encadre l'absorption due à l'échantillon entre celles dues à deux écrans étalons et on interpole graphiquement pour trouver l'absorption vraie.

L'étalonnage des écrans a été une partie importante de notre travail. Nous avons utilisé, pour ce faire, une méthode employée pour l'étalonnage des boîtes de poids, ce qui permet d'avoir de nombreux recoupements et de comparer les divers écrans à un écran étalon initial. Nous avons pris, pour celui-ci, un écran d'aluminium extra-pur, laminé avec précision (1) et dont l'épaisseur, constante sur toute la surface soumise au rayonnement X à 0,5 micron près avait été très soigneusement mesurée :

$$x = 0,04990 \text{ cm}$$

Sa densité est :

$$\rho = 2,700$$

(Ces deux mesures ont été faites au service des étalons du

Comme écrans secondaires, nous avons utilisé des écrans formés de plusieurs couches de cellophane d'environ 0,1 mm d'épaisseur. Nous avons constitué la série suivante :

(1₁) (1₂) (1₃) (2₀) (2₁) (2₂) (5₀) (5) (10₀) (10₁) (10₂) (20) et un écran que nous appelons A et qui contient 30 épaisseurs de cellophane. Nous définissons arbitrairement une cellophane comme 1/30 de cet écran, et nous affectons à chacun des écrans ci-dessus un nombre n représentant ainsi son épaisseur, ou mieux son absorption. Avec ces écrans, nous avons constitué les combinaisons indiquées au tableau II où $\Sigma(10)$ représente les écrans (5) + (2₁) + (2₂) + (1₁) et $\Sigma(5)$; (2₁) + (2₂) + (1₁).

Avant et après chacune des mesures correspondant à l'une de ces combinaisons d'écrans, nous avons repéré l'absorption de l'écran A et de la combinaison A + (1₃); par interpolation des positions N de la vis pour ces deux mesures et pour la mesure de la combinaison envisagée (figure 18), nous avons déduit la valeur de n lui correspondant, qui est indiquée dans le tableau II.

De ce système d'équations, on tire les valeurs de n correspondant à chaque écran indiquées au tableau III.

Enfin, en comparant l'écran d'aluminium aux cellophanes, on a obtenu :

$$\mu_{cX(Al)} = 6,6018 = \mu_{cX} (55,32) \text{ cellophane}$$

donc, l'absorption de la cellophane est :

$$\mu_{cX} = 0,1195$$

Pour les mesures, on évaluera les nombres (p) et $(p+1)$ de cellophanes dont l'absorption encadre celle de l'échantillon examiné et on interpolera d'après les graduations de la vis micrométrique correspondant à ces deux valeurs; on aura ainsi le nombre n correspondant à l'échantillon et son absorption sera donnée par :

$$\mu_{pX} = n \times 0,1195$$

Connaissant l'épaisseur et la densité, ou la masse par unité de surface de l'échantillon, on en déduira son coefficient d'absorption.

De même, s'il s'agit d'un corps dont on connaît le coefficient d'absorption, si ce corps est pur, on pourra

de seconde, et on repère le sens de la déviation du spot du galvanomètre, on tourne la vis micrométrique dans le sens voulu jusqu'à ce que la déviation du spot soit nulle quand on fait passer les rayons X dans l'appareil. Ici, comme absorbant, on a adjoint à la cuve vide un écran

TABLEAU II

Ecrans	n
(20)+(10 ₁)	30,50
(20)+(10 ₂)	30,64
(20)+ \sum (10)	30,33
(10 ₁)+(10 ₂)+ \sum (10)	30,36
(10 ₀)+(10 ₂)+ \sum (10)	30,89
(10 ₀)+(10 ₁)+ \sum (10)	30,81
(10 ₀)+(10 ₁)+(10 ₂)	31,11
(10 ₀)+(20)	31,08
(20)+(5 ₀)+(5)	30,72
(20)+(5 ₀)+ \sum (5)	30,78
(20)+(5)+ \sum (5)	30,35
(20)+(5)+(2 ₀)+(1 ₁)+(1 ₂)+(1 ₃)	30,52
(20)+(5)+(2 ₀)+(2 ₁)+(1 ₃)	30,57
(20)+(5)+(2 ₀)+(2 ₂)+(1 ₃)	30,46
(20)+(5)+(2 ₀)+(2 ₂)+(1 ₂)	30,47
(20)+(5)+(2 ₀)+(2 ₁)+(1 ₂)	30,56
(20)+(5)+(2 ₀)+(2 ₁)+(1 ₁)	30,56
(20)+(5)+(2 ₀)+(2 ₂)+(1 ₁)	30,44
(20)+(5)+(2 ₀)+(1 ₁)+(1 ₂)+(1 ₃)	30,51

déterminer son épaisseur ou si son épaisseur est connue, on pourra en vérifier la pureté et même doser le pourcentage de l'impureté, si sa nature est connue.

9. — EXEMPLE DE MESURE.

Nous allons matérialiser par un exemple concret, la méthode employée pour nos mesures : prenons le cas de la mesure du coefficient d'absorption du nitrobenzène (formule brute $C_6H_5NO_2$) pour la longueur d'onde $CuK\alpha$.

Nous avons pris comme récipient devant contenir le nitrobenzène, une cuve en acier inoxydable, d'épaisseur $x = 0,2895$ cm, fermée par deux lames de quartz mince. Une première série de mesures nous permet de déterminer l'absorption due aux fenêtres de la cuve.

Le tableau IV donne les valeurs de (N), c'est-à-dire le repère porté sur la vis micrométrique de réglage de la chambre (10) représente l'écran composé de 10 épaisseurs

TABLEAU IV

Absorbant	N
Cuve vide +(10)	20,45
(27)	19,42
(28)	21,42
Cuve vide +(10)	20,45

de cellophane auquel correspond un nombre $n = 10,13$ comme défini précédemment; (27) (28) représentent les combinaisons d'écrans dont les valeurs respectives sont : $n_1 = 27,35$ et $n_2 = 28,33$.

Pour faire une lecture de N, à l'aide de l'obturateur, on démasque le faisceau de rayons X pendant une fraction

TABLEAU III

Ecran	A	(20)	(10 ₁)	(10 ₂)	(5)	(2 ₁)	(2 ₂)	(1 ₁)	(1 ₂)	(1 ₃)
n	30	20,37	10,13	10,27	4,95 ₀	2,035	1,92 ₇	0,98 ₂	0,99 ₈	0,99 ₈

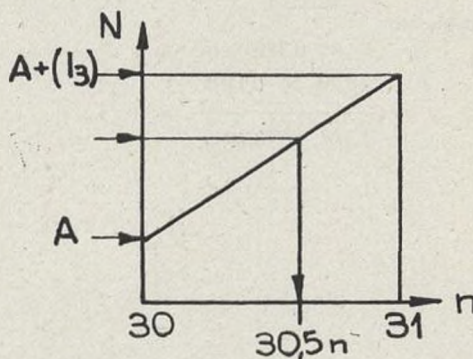


Fig. 18

de cellophane de façon que l'absorption totale soit dans les limites du rapport de sensibilité des deux chambres. On remplace ensuite cet absorbant par un autre, composé uniquement de cellophanes dont l'absorption soit légèrement inférieure, on repère N, puis on ajoute 1 cellophane et on repère à nouveau N.

L'interpolation par le graphique (figure 19) nous donne pour l'absorption due aux fenêtres de la cuve :

$$n_0 = 27,86 - 10,13 = 17,73.$$

La deuxième série de mesures, avec la cuve pleine, nous a donné les résultats indiqués au tableau V où, aux combinaisons d'écrans (35) et (36) correspondent respective-

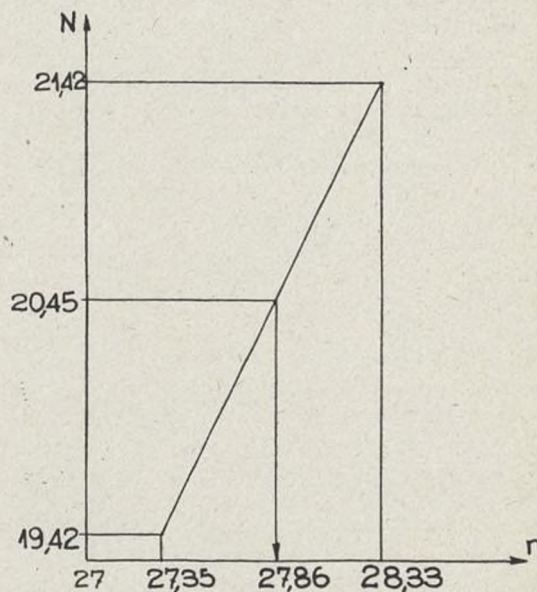


Fig. 19

ment $n_1 = 34,95$ et $n_2 = 35,93_2$; à l'absorption par le nitrobenzène correspond donc le nombre :

$$n = 35,93 - n_0 = 18,20$$

son absorption est donc :

$$\mu_p x = 18,20 \times 0,1195$$

La mesure a été faite à la température de $20^{\circ},0$ C, la

densité de l'échantillon à cette température étant :

$$\rho = 1,203$$

TABLEAU V

Absorbant	N
Cuve pleine nitrobenzène	30,33
(35)	29,43
(36)	30,34
Cuve pleine nitrobenzène	30,33

et son épaisseur

$x = 0,2895$ cm, on a :

$$\mu = \frac{18,20 \times 0,1195}{1,203 \times 0,2895} = 6,24_5$$

Les coefficients d'absorption massiques que nous avons adoptés d'après nos mesures pour les éléments contenus dans le nitrobenzène étant :

$$\mu_C = 4,28; \quad \mu_H = 0,70; \quad \mu_O = 11,25; \quad \mu_N = 7,10$$

La loi d'additivité donne :

$$\mu_{C_6H_5NO_2} = \frac{1}{123} 6 \times (4,28 \times 12) + 5 \times 0,7 + (14 \times 7,10) + 2 \times 11,25 \times 16 = 6,26_9$$

L'erreur relative sur notre mesure est donc :

$$\frac{\mu - \mu_{\text{exp. th}}}{\mu_{\text{th}}} = \frac{6,245 - 6,26_9}{6,26_9} = -0,0038 \text{ soit } 4\text{‰}$$

(A suivre.)

M. DEVAUX.



