

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 04341

(54) Spectromètre fluorescent à rayons X.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). G 01 T 1/36.

(22) Date de dépôt 4 mars 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 36 du 10-9-1982.

(71) Déposant : LENINGRADSKOE NAUCHNO-PROIZVODSTVENNOE OBIEDINENIE « BUREVEST-
NIK », résidant en URSS.

(72) Invention de : Kliment Vladislavovich Anisovich, Nikolai Ivanovich Komyak et Zaurbek Kurma-
naevich Menbaev.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein,
20, av. de Friedland, 75008 Paris.

La présente invention concerne les spectromètres et a notamment pour objet un spectromètre fluorescent à rayons X.

La présente invention peut être utilisée en particulier pour la réalisation d'analyses chimiques dans la métallurgie, la géologie, l'industrie chimique, etc.

La détermination de la composition chimique d'une substance à l'aide d'un spectromètre fluorescent à rayons X est réalisée en irradiant l'échantillon à étudier par des rayons X et en enregistrant le rayonnement fluorescent secondaire émis par ledit échantillon. Pour permettre la dispersion ou "décomposition", en fonction des longueurs d'onde, du rayonnement fluorescent émis par l'échantillon, le spectromètre est pourvu d'un analyseur à cristal qui peut être soit plat (comme dans les spectromètres de Soller), soit courbé (spectromètres de Johann ou de Johansson). Dans ce dernier cas, l'analyseur à cristal assure la focalisation du rayonnement réfléchi par lui, sur une circonférence focale définie par la courbure de ses plans réfléchissants.

A l'heure actuelle, sont couramment employés des spectromètres fluorescents à rayons X, dans lesquels l'échantillon sous examen est placé à une distance importante (de 20 à 40 mm) du foyer de la source de rayons X (ampoule de Roentgen). Pour obtenir la sensibilité désirée, de tels spectromètres nécessitent l'emploi d'ampoules de Roentgen à puissance élevée, présentant de grandes dimensions.

On sait qu'un rayonnement X mou (à longueur d'onde relativement importante) est fortement absorbé par l'air, ce qui rend impossible la détermination de la teneur de la substance étudiée en éléments chimiques légers sans prendre des mesures spéciales visant à assurer une faible absorption des rayons X mous.

Cela est assuré, dans les spectromètres traditionnels, en disposant l'ensemble du système optique à

rayons X, y compris l'ampoule de Roentgen et le dispositif de chargement des échantillons, dans une chambre à vide ou bien dans une chambre remplie d'un gaz léger tel que l'hélium. De tels spectromètres permettent de déterminer
5 tant la teneur en éléments chimiques lourds qu'en éléments légers.

Cependant, les spectromètres dotés d'une chambre à vide du genre considéré ne peuvent pas assurer l'analyse d'échantillons susceptibles de se détruire sous l'action
10 du vide, par exemple de solutions, poudres, substances végétales ou analogues, ce qui se traduit par une réduction sensible de la gamme d'objets pouvant être soumis à l'examen. D'autre part, l'emploi d'une chambre remplie d'hélium complique la construction et l'utilisation de
15 l'appareil.

En outre, dans les spectromètres décrits, l'accès à l'échantillon est assez difficile, ce qui conduit à un accroissement du temps nécessaire à l'analyse, en réduisant ainsi le rendement du spectromètre et en compliquant la
20 structure du dispositif de chargement des échantillons.

Par surcroît, l'altération du vide ayant lieu dans de tels dispositifs pendant la mise en place et l'extraction de l'échantillon rend nécessaire le rétablissement du vide chaque fois qu'un nouvel échantillon est mis en place.
25 Ceci augmente encore plus le temps nécessaire à l'analyse, car on doit utiliser des pompes à vide puissantes, ce qui conduit à un accroissement considérable de l'encombrement et du poids du spectromètre.

On connaît un spectromètre fluorescent à rayons X,
30 dans lequel la source de rayons X est très proche de la surface de l'échantillon à étudier. Ce spectromètre comporte une source de rayons X, un porte-échantillon disposé sur le trajet du faisceau de rayonnement de la source, à une distance, par rapport à cette dernière, assurant un
35 éclaircissement spécifique de la partie centrale de la surface de l'échantillon égal à au moins $0,3 \text{ ZU erg/s.cm}^2 \cdot \text{W}$, où Z est le nombre atomique du matériau de l'anode de la source

de rayons X, et U, la tension aux bornes de ladite source de rayons X, en kilovolts, un analyseur courbé à cristal focalisant le rayonnement fluorescent émis par l'échantillon en examen et définissant, par la courbure de ses plans, une
5 circonférence focale, et un détecteur enregistrant la rayonnement fluorescent réfléchi par l'analyseur à cristal, le porte-échantillon étant disposé de sorte que la distance entre la circonférence focale et la surface irradiée de l'échantillon ne dépasse pas le produit de la distance
10 entre le foyer de la source de rayons X et la surface de l'échantillon par le rapport entre le diamètre de la circonférence focale et la longueur de l'analyseur à cristal (brevet d'invention américain N° 4091282).

Afin d'assurer ledit éclaircissement spécifique de la
15 surface de l'échantillon, la source de rayons X doit être disposée à une très faible distance de l'échantillon. Dans un tel spectromètre, la distance entre la circonférence focale et l'échantillon est elle aussi très faible. Grâce à la faible distance entre la source de rayons X et
20 l'échantillon étudié, une telle conception de l'appareil permet d'accroître de façon sensible l'intensité lumineuse du spectromètre et par conséquent de réduire très considérablement (de plusieurs dizaines de fois), la puissance et, donc, l'encombrement de l'ampoule de Roentgen
25 utilisée en tant que source de rayonnement X.

Toutefois, vu l'absence d'une chambre à vide, ces spectromètres ne permettent pas de déterminer la teneur de la substance examinée en éléments légers, par exemple en éléments à nombre atomique inférieur à 22, étant donné
30 la forte absorption par l'air des rayons X mous.

La présente invention vise donc un spectromètre fluorescent à rayons X qui serait réalisé de manière à assurer un faible degré d'absorption des rayons X mous dans le circuit optique à rayons X de l'appareil, et à
35 permettre ainsi la détermination de la teneur de la substance étudiée en éléments chimiques légers sans rendre difficile l'accès à l'échantillon sous examen et sans

nécessiter la reconstitution du vide chaque fois qu'un nouvel échantillon est mis en place, ainsi qu'à permettre l'analyse d'échantillons se détruisant sous l'action du vide.

5 Le problème ainsi posé est résolu du fait que le spectromètre fluorescent à rayons X, comportant une source de rayons X, un porte-échantillon placé sur le trajet du faisceau de rayonnement de la source à une distance de cette dernière assurant un éclairage spécifique de la
10 partie centrale de la surface de l'échantillon d'au moins $0,3 ZU \text{ erg/s.cm}^2.W$, où Z est le nombre atomique du matériau de l'anode de la source de rayons X, et U, la tension aux bornes de ladite source de rayons X en kilovolts, un analyseur courbé à cristal focalisant le
15 rayonnement fluorescent de l'échantillon et définissant, par la courbure de ses plans, une circonférence focale, et un détecteur pour l'enregistrement du rayonnement fluorescent réfléchi par ledit analyseur à cristal, est caractérisé, suivant l'invention, en ce que l'analyseur à cristal et
20 le détecteur se trouvent dans une chambre à vide, alors que la source de rayons X et le porte-échantillon sont disposés en dehors de ladite chambre, cette dernière présentant une fenêtre située sur la circonférence focale, sur le trajet du rayonnement fluorescent de l'échantillon
25 sous examen, et le porte-échantillon étant positionné de telle sorte que la distance moyenne entre, d'une part, la partie de la surface de l'échantillon dont le rayonnement fluorescent tombe sur l'analyseur à cristal, et d'autre part, ladite fenêtre, ne dépasse pas la distance entre
30 cette partie de la surface de l'échantillon et le foyer de la source de rayons X.

Le spectromètre proposé permet d'effectuer la détermination de la teneur en éléments légers de la substance à étudier grâce au fait que les distances
35 indiquées entre l'échantillon et la fenêtre de la chambre à vide, ainsi qu'entre la source de rayons X et l'échantillon, sont suffisamment petites pour éviter une forte

absorption du rayonnement X mou.

En même temps, le spectromètre proposé donne la possibilité d'analyser une large gamme d'objets, y compris ceux qui se détériorent sous l'effet du vide, assure un accès aisé à l'échantillon à étudier et permet d'éviter la reconstitution du vide chaque fois qu'un nouvel échantillon est mis en place, grâce à la disposition du porte-échantillon et de la source de rayons X en dehors de la chambre à vide. Une telle disposition du porte-échantillon et de la source de rayons X est très facile à réaliser malgré la faible distance entre l'échantillon et la source, puisque, dans ce cas, la sensibilité prescrite de l'appareil est atteinte en utilisant une source de rayons X de faible puissance et de faible encombrement. Etant donné l'accès aisé à l'échantillon et le fait qu'il ne soit plus nécessaire de reconstituer le vide à chaque mise en place d'un nouvel échantillon, le spectromètre permet d'exécuter une analyse rapide de la substance à examiner tout en étant d'un encombrement et d'un poids faibles.

Il est avantageux de disposer la fenêtre de la chambre à vide au sommet d'un bossage réalisé dans cette dernière, la projection dudit bossage sur le plan de la circonférence focale étant délimitée par deux segments de droite convergents se rejoignant sur ladite circonférence focale sous un angle, l'un par rapport à l'autre, égal à l'ouverture angulaire de l'analyseur à cristal.

L'invention sera mieux comprise et d'autres buts, détails et avantages de celle-ci apparaîtront mieux à la lumière de la description explicative qui va suivre de différents modes de réalisation donnés uniquement à titre d'exemples non limitatifs, avec références au dessin unique non limitatif annexé sur lequel est représentée la disposition des parties constitutives du spectromètre fluorescent à rayons X conçu conformément à la présente invention.

En se référant au dessin, on voit que le spectromètre fluorescent à rayons X comprend une source de

rayons X constituée par une ampoule de Roentgen 1 à tache focale 2, ainsi qu'un porte-échantillon 3 disposé sur le trajet du faisceau de rayonnement émis par l'ampoule 1. Sur le dessin, le spectromètre est représenté avec un
5 échantillon 4 réalisé sous la forme d'une pastille placée dans le porte-échantillon 3. Le spectromètre comprend en outre un analyseur courbé 5 à cristal, dont la courbure des plans définit la position d'une circonférence focale 6, et un détecteur 7 servant à enregistrer le rayonnement
10 réfléchi sur ledit analyseur à cristal 5. On peut utiliser en qualité de détecteur 7, par exemple, un compteur à décharge du type proportionnel.

L'analyseur à cristal 5 et le détecteur 7 sont installés dans une chambre à vide 8, tandis que l'ampoule
15 de Roentgen 1 et le porte-échantillon 3 avec l'échantillon 4 sont disposés en dehors de ladite chambre.

La chambre à vide 8 est dotée d'un bossage ou d'une partie en saillie analogue 9 dont la forme et la disposition sont telles que sa projection sur le plan de la
20 circonférence focale 6 est délimitée par deux segments de droite qui convergent sur ladite circonférence focale 6 sous un angle, l'un par rapport à l'autre, égal à l'ouverture angulaire de l'analyseur à cristal 5. Au sommet du bossage 9 se trouve disposée une fenêtre 10 pour le
25 passage des rayons X. Cette fenêtre 10 se situe sur le trajet du rayonnement fluorescent émis par l'échantillon 4, l'analyseur à cristal 5 se trouvant sur le trajet du rayonnement fluorescent passant à travers la fenêtre 10. La fenêtre est réalisée en un matériau laissant passer les
30 rayons X, par exemple en polypropylène.

Le porte-échantillon 3 est éloigné de la tache focale 2 de l'ampoule de Roentgen 1 d'une distance h pour laquelle l'éclairement spécifique de la partie centrale de la surface de l'échantillon 4 est d'au moins
35 $0,3 \text{ ZU erg.cm}^2.W$, où Z est le nombre atomique du matériau de l'anode de l'ampoule de Roentgen 1, et U, la tension aux bornes de cette dernière, en kilovolts. Le porte-

échantillon 3 est disposé, par rapport à la fenêtre 10, de telle sorte que la distance moyenne $\underline{r}$ entre, d'une part, la partie de la surface de l'échantillon 4 dont le rayonnement fluorescent tombe sur l'analyseur à cristal 5, et d'autre part, la fenêtre 10, ne dépasse pas la distance $\underline{h}$ entre ladite partie de surface et la tache focale 2 de l'ampoule de Roentgen 1.

Le fonctionnement du spectromètre décrit est le suivant.

10 Le rayonnement primaire de l'ampoule de Roentgen 1 émanant de la tache focale 2 tombe sur l'échantillon 4 à examiner, dans lequel se crée alors un rayonnement fluorescent X secondaire qui, à travers la fenêtre 10, arrive dans la chambre à vide 8, est réfléchi par l'analyseur à cristal 5, focalisé sur le détecteur 7 et enregistré
15 par ce dernier.

Avec un éclairage spécifique de la partie centrale de la surface de l'échantillon 4 d'au moins $0,3 \text{ ZU erg/s.cm}^2.\text{W}$, la distance $\underline{h}$ entre la tache focale 2
20 de l'ampoule de Roentgen 1 et la surface de l'échantillon 4 est suffisamment petite pour ne pas provoquer un affaiblissement sensible du rayonnement X mou (à grande longueur d'onde) émanant de l'ampoule 1. On obtient ainsi une excitation suffisamment efficace des éléments chimiques
25 légers présents dans l'échantillon 4 sous examen. Comme la distance moyenne $\underline{r}$ entre, d'une part, la partie de la surface de l'échantillon 4 qui émet le rayonnement fluorescent tombant sur l'analyseur à cristal 5, et d'autre part, la fenêtre 10, est choisie de sorte qu'elle ne
30 dépasse pas la valeur $\underline{h}$, cette distance $\underline{r}$ est suffisamment faible pour ne pas provoquer, dans la zone entre l'échantillon 4 et la fenêtre 10, un affaiblissement sensible du rayonnement X fluorescent émis par les éléments légers dont l'excitation efficace est assurée par la
35 valeur choisie de $\underline{h}$. Lorsque le rayonnement X fluorescent passe ensuite à travers la chambre à vide 8, il ne se produit pratiquement aucun affaiblissement de ce rayonnement.

De cette façon, l'intensité des rayons X mous produits par les éléments chimiques légers présents dans l'échantillon 4 est suffisante pour permettre de déterminer la teneur en lesdits éléments du matériau de l'échantillon 4.

Grâce au fait que la fenêtre 10 est située au sommet du bossage 9 configuré et disposé comme mentionné plus haut, on peut rapprocher au maximum la fenêtre 10 de l'échantillon 4 sans pour autant provoquer des pertes du rayonnement fluorescent pendant le passage de ce dernier dans le bossage 9, en réduisant ainsi à un minimum l'absorption du rayonnement fluorescent émis par l'échantillon 4 dans la zone située entre celui-ci et la fenêtre 10. La disposition de la fenêtre 10 sur la circonférence focale 6 permet une réduction maximale de sa superficie, et, par conséquent, de l'épaisseur du matériau de la fenêtre et du degré d'absorption du rayonnement fluorescent de l'échantillon 4 par ledit matériau.

Quoique, dans la description qui précède, l'élément disperseur ait été considéré comme étant un analyseur à cristal, il est évident qu'on peut lui substituer un équivalent technique quelconque, tel que, par exemple, un réseau de diffraction.

On a construit, conformément au schéma représenté sur le dessin ci-joint, un spectromètre fluorescent à rayons X, dans lequel la fonction de la source de rayons X est remplie par une ampoule de Roentgen de 5W, 25 kV, à foyer punctiforme et dotée d'une anode en argent. Les distances h et r ont été choisies égales à 3 mm, et le diamètre de la circonférence focale, à 150 mm. On a utilisé un analyseur à cristal de Johansson fabriqué en RbAP, mesurant 20 x 40 mm. En tant que détecteur on a utilisé un compteur à l'argon du type proportionnel. Ce spectromètre permet la détermination de la teneur en éléments chimiques à nombre atomique de 11 (sodium) à 92 (uranium). Le spectromètre est de poids et d'encombrement assez faibles (environ 15 kg et environ 400 x 400 x 150 mm,

respectivement).

Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée aux modes de réalisation décrits et représentés qui n'ont été donnés qu'à titre d'exemple. En particulier, elle
5 comprend tous les moyens constituant des équivalents techniques des moyens décrits ainsi que leurs combinaisons si celles-ci sont exécutées suivant son esprit et mises en oeuvre dans le cadre de la protection comme revendiquée.

R E V E N D I C A T I O N S

1.- Spectromètre fluorescent à rayons X, du type
comprenant une source de rayons X, un porte-échantillon
placé sur le trajet du faisceau de rayonnement de ladite
5 source et séparé de cette dernière par une distance pour
laquelle l'éclairement spécifique de la partie centrale de
la surface de l'échantillon à examiner est d'au moins
 $0,3 \text{ ZU erg/s.cm}^2 \cdot \text{W}$, où Z est le nombre atomique du matériau
de l'anode de la source de rayons X, et U, la tension aux
10 bornes de ladite source en kilovolts, un analyseur courbé
à cristal, focalisant le rayonnement fluorescent de
l'échantillon à étudier et définissant, par la courbure de
ses plans, une circonférence focale, et un détecteur pour
l'enregistrement du rayonnement fluorescent réfléchi par
15 ledit analyseur à cristal, caractérisé en ce que l'analyseur
à cristal (5) et le détecteur (7) sont placés dans une
chambre à vide (8), alors que la source (1) de rayons X et
le porte-échantillon (3) sont disposés en dehors de ladite
chambre, cette dernière présentant une fenêtre (10) située
20 sur la circonférence focale (6), sur le trajet du
rayonnement fluorescent de l'échantillon en examen, et
ledit porte-échantillon étant disposé de telle sorte que
la distance moyenne entre, d'une part, la partie de la
surface de l'échantillon (4) dont le rayonnement fluorescent
25 tombe sur ledit analyseur à cristal, et d'autre part, ladite
fenêtre, ne dépasse pas la distance entre ladite partie de
surface de l'échantillon (4) et le foyer de ladite source
de rayons X.

2.- Spectromètre fluorescent à rayons X suivant la
30 revendication 1, caractérisé en ce que ladite fenêtre est
disposée au sommet d'un bossage (9) réalisé dans cette
dernière, la projection dudit bossage sur le plan de la
circonférence focale (6) étant délimitée par deux segments
de droite qui convergent et se rejoignent sur ladite

circonférence focale sous un angle, l'un par rapport à l'autre, égal à l'ouverture angulaire dudit analyseur à cristal.

Pl. unique

2501379

