



- ★ GEBRUIKSAANWIJZING
- ★ INSTRUCTION FOR USE
- ★ DIRECTION D'EMPLOI
- ★ GEBRAUCHSANLEITUNG

N.V. **N**EDERLANDSCHE
RÖNTGEN-APPARATENFABRIEK
EVERSHED-ENRAF
DELFT (HOLLAND)

Mode d'emploi de la chambre de Guinier De Wolff

Si l'on dispose d'un tube à rayons-X disposé horizontalement et possédant un foyer linéaire vertical, il sera bien préférable de s'en servir au lieu d'un tube à foyer ponctuel. Dans le cas d'un tube à rayons-X normal à quatre fenêtres en effet, la tache focale sur l'anticathode adopte les dimensions de 1×10 mm. Ceci signifie que pour un angle de sortie de 6° , la section de la source obtenue sera d'environ 1×1 mm pour le foyer ponctuel et d'environ 10×0.1 mm pour le foyer linéaire. Or, comme le monochromateur utilise de la source une bande d'environ 0,1 mm de largeur, il est bien évident que le foyer linéaire est beaucoup plus avantageux (temps d'exposition réduit approximativement au tiers).

Dans le cas d'un tube à rayons-X en disposition verticale, on veillera à ce que le support de la chambre soit approximativement horizontal et que le milieu de l'entrée du monochromateur soit de niveau avec celui de la fenêtre du tube à rayons-X. Si l'on ne dispose que d'un tube à rayons-X vertical, on pourra uniquement se servir du foyer ponctuel; le support de la chambre sera ajusté de manière à fournir par rapport au tube à rayons-X une pente d'environ 6° .

En vue de la protection contre le rayonnement direct, il est recommandable de monter au tube à rayons-X un court tube en plomb qui entre dans l'entrée ronde du monochromateur, en laissant un jeu de 2 mm environ. Avant de procéder à l'ajustement du monochromateur, on aura soin de prévoir un écran suffisant derrière la chambre. A cette fin, nous recommandons l'emploi d'une plaque de plomb. Pour orienter la chambre, on devra posséder deux petits écrans, de 3×7 cm par exemple, fixés à l'extrémité d'une petite barre de métal ou de plastique d'une vingtaine de centimètres. Pour suivre le faisceau de rayons-X au moyen de l'écran, la main de l'opérateur restera de la sorte à une distance sûre des rayons.

Pour ouvrir le corps du monochromateur, enlever le couvercle à coulisse et la plaque de pression 22 (fig. 1).

Mettre prudemment le cristal de quartz en place, en veillant à ce que la lame reçoive la position correcte, qui est indiquée sur la plaque de cristal au moyen de repères, ainsi que sur le dessin en annexe. Remettre la plaque de pression en place, et tourner la vis de réglage 2 (fig. 1, photo D) jusqu'à ce que la lame de quartz soit appuyée en place. Au moyen du bouton 3, retirer ensuite le diaphragme de façon que le cristal de quartz entier puisse être atteint par le faisceau de rayons-X.

Ajustement de la chambre

Placer la chambre devant le tube, en suivant les indications données ci-dessous pour la valeur de la distance 1 ainsi que pour l'angle 8 (voir fig. 1).

	rayonnement	l	δ	δ
lamе de cristal normale	{Mo, 2e ordre	11 cm	8°	17°
	{Cu, 1er ordre	11	9	18
	{Co, 1er ordre	12	11	20
	{Fe, 1er ordre	13	13	22
	{Cr, 1er ordre	15	16	24
Lame de cristal spéciale	Mo, 1er	11	4	8

L'angle de la ligne qui relie le foyer avec le milieu de monochromateur fera avec la surface de l'anode un angle de 6° environ. S'il y a lieu, la distance sera corrigée par la suite.

Placer l'écran fluorescent immédiatement derrière le monochromateur. Le tube à rayons-X reçoit alors la charge maximale; le local étant mis dans l'obscurité, une réflexion d'environ 2,5 cm de hauteur apparaîtra sur l'écran après la recherche de la position correcte par déplacement. Au moyen de la vis micrométrique 5 (photo A, B) diriger le faisceau de rayons-X réfracté de telle manière qu'il passe par le point 14 (photo B), en lui donnant de petites déviations (et en déplaçant s'il y a lieu le petit écran) etc. si bien que la réflexion reste visible. S'il n'est pas possible d'amener le corps du monochromateur dans la position correcte par la manoeuvre de la vis micrométrique 5 (photo A, B) on pourra donner au monochromateur la position correcte après avoir détaché 4 (photo D) et le contre-écrou sous le corps du monochromateur (à l'aide de la clef jointe à l'appareil). On constatera la présence d'une forte réflexion $K\alpha$ et, généralement pas simultanément, une plus faible réflexion sous un angle légèrement inférieur, qui est due au rayonnement $K\beta$. Plus tard, la raie β disparaîtra d'elle-même lorsque la chambre sera ajustée exactement sur $K\alpha$.

Sur le bouton 2 (photo A, B) quelques petits traits indiquent la position correspondant aux rayonnement de Cu et de Fe pour la courbure correcte du cristal. Le petit écran fluorescent permet de suivre facilement la convergence du faisceau réfléchi par le cristal de quartz courbé. En tournant le bouton 2, on pourra régler la convergence du faisceau de telle manière que la ligne focale soit située au-dessus du point 14 (photo B). Il est possible que l'on constate de faibles différences par rapport aux repères marqués sur le bouton 2.

Glisser le couvercle sur le corps du monochromateur et mettre en place la cassette débarrassée de son rebord de caoutchouc au plomb. Le trou conique du fond de la chambre repose sur le point 14 (photo B) et la rainure en V en 12 (photo C) sur le point 15 (photo B). Ouvrir l'obturateur 19 (photo C), de façon que le faisceau de rayons-X puisse être examiné tant devant que derrière la cassette. Pousser le bouton 3 (photo D) pour régler la largeur du faisceau de telle façon qu'il ne dépasse pas celle de la fenêtre 7 (photo A).

A l'aide de 5 (photo A), amener la réflexion dans une telle position que l'ombre des tiges 17 (photo C) apparaisse sur un écran fluorescent que l'on aura placé derrière la cassette. Le support de préparation, vide (photo E), est ensuite glissé en place entre le guide à billes, et fixé au moyen de 9 (photo C). Sur l'écran derrière la chambre, le faisceau est maintenant interrompu, outre par 17, par les bandes horizontales qui se trouvent dans le support de préparation.

Tourner 5 jusqu'à ce que la ligne focale frappe les dents 16 (photo C). Placer l'écran fluorescent derrière la chambre, à une dizaine de centimètres de distance de celle-ci. Si l'ajustement est correct, les ombres des dents aplaties seront vues comme des interruptions droites du faisceau (fig. 2, cas a). Si la courbure du monochromateur n'est pas correctement ajustée, les interruptions adopteront la forme de coins (fig. 2, b et c). Dans ce dernier cas, enlever la vis à blocs 1 et modifier légèrement le réglage du bouton 2. Si l'angle des bandes augmente encore, tourner dans le sens inverse. Lorsque l'image correcte est obtenue (fig. 2, cas a), refixer la vis à blocs 1. Il est encore possible que les ombres soient plus larges ou plus étroites en leur milieu, tel que dans les cas d et e de la figure 2. On pourra y remédier en agissant sur les vis 28 (fig. 1). Si une des vis est par exemple tournée de 90° , l'autre devra être tournée du même angle (mais dans le sens opposé !). Cette manoeuvre fait déplacer le point où la vis 2 (fig. 1) détermine la flexion de la plaque de pression, jusqu'à ce que l'endroit correct soit trouvé.

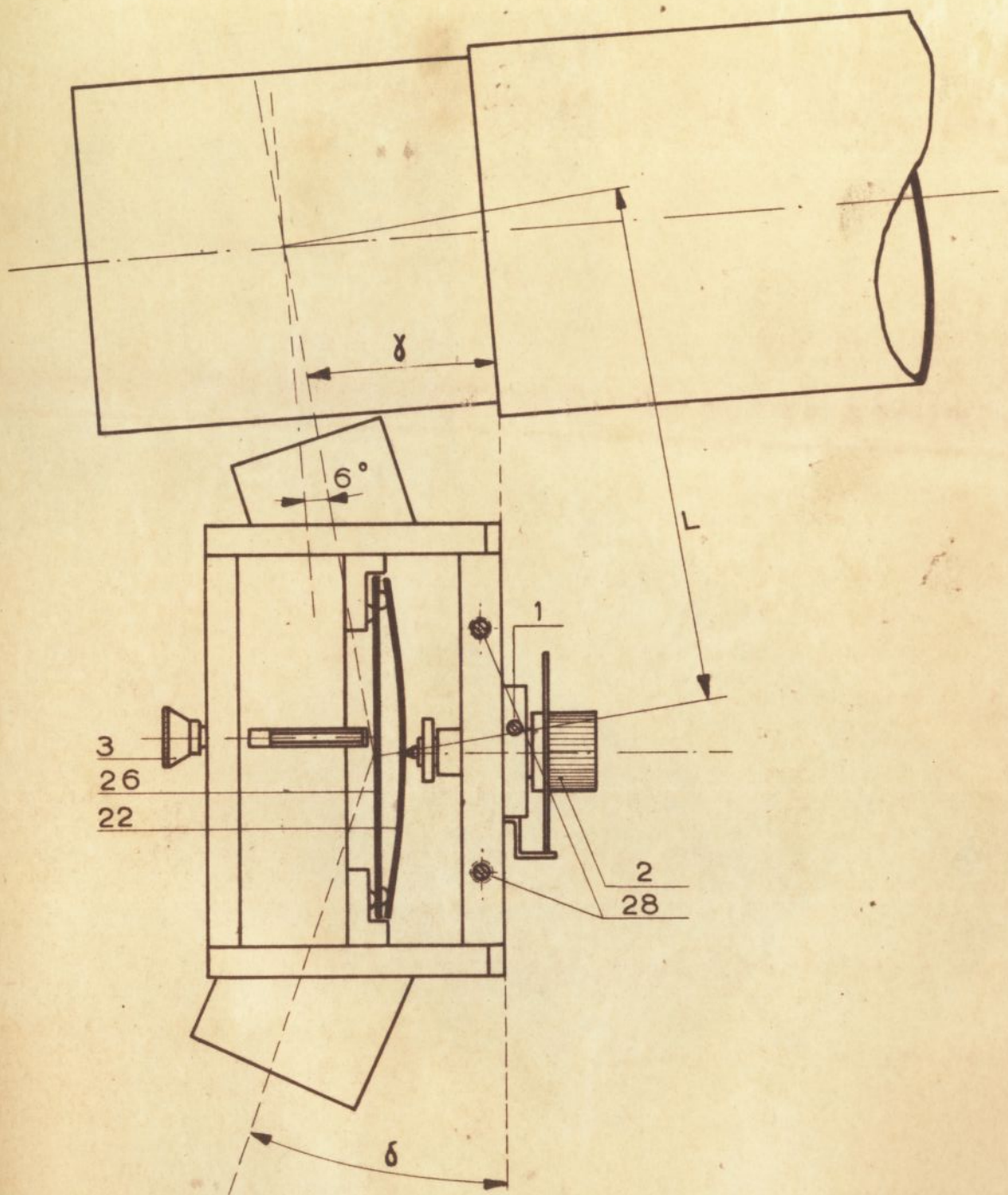
Enfin, procéder de la manière suivante au réglage définitif de la distance entre le tube et le monochromateur:

Au moyen de la vis micrométrique 5 (photo A, B), tourner lentement le monochromateur, de façon à le faire passer par sa position de réflexion, et suivre le mouvement du faisceau réfléchi sur un écran fluorescent placé immédiatement derrière le monochromateur. Si la distance est correcte, la réflexion apparaîtra symétriquement pendant la rotation, pour redisp paraître d'une façon également symétrique. Si par contre elle se présente d'un côté pour redisp paraître de l'autre, il faudra changer la distance jusqu'à ce que cette irrégularité soit éliminée.

Prise de clichés

1. Pour régler la largeur du faisceau, pousser le bouton 3 (fig. 1) suivant le besoin. Le faisceau doit toujours tomber juste long du bord de gauche de la fenêtre 7 (vue dans le sens du faisceau); il peut même toucher ce bord, mais jamais le bord de droite. Ce réglage peut se faire avec une grande précision au moyen de la vis 12 (photo A). Lorsque le faisceau est très étroit - le bouton 3 étant fort poussé - la partie inutilisable au début du film, noircie par le rayonnement diffus du cristal, se trouve réduite. De cette façon, il est donc possible d'enregistrer des raies à des angles très réduits.

2. Dans l'obscure du labo, on chargera la chambre d'un film à rayons-X de 180 x 44 mm. Comme la lumière visible peut facilement pénétrer dans la chambre, le film doit être protégé au moyen d'un morceau de papier noir de 360 x 44 mm, plié à sa mi-longueur. La bande de caoutchouc au plomb tient le film exactement en place. Veiller à ce que le côté ouvert de l'enveloppe noire et le film restent dégagés du bord de la chambre en 17 (photo C).
3. Le support de préparations (photo E) est livré accompagné de quelques cadres à préparations 20 (photo E). Coller sur ces cadres de la fine cellophane (appliquer à l'état humide); on pourra alors facilement mettre les préparations en place de la manière suivante: De la matière à fixer, mélanger quelques milligrammes (bien pulvérulents) avec de la vaseline par exemple de façon à obtenir une pâte épaisse, que l'on appliquera en une fine couche sur une des fenêtres du cadre.
- Dans le cas de préparations dont on désire éviter l'orientation préférentielle (graphite, mica, argiles, etc.), on fera une pâte plus épaisse encore, que l'on déposera à l'aide d'une spatule sur la cellophane en donnant à la pâte une surface cannelée à la manière d'une lime. A cette fin, il est également possible de presser la poudre à sec de manière qu'elle forme dans le cadre une petite plaque, soutenue ou non au moyen de cellophane, ou encore, on répandra la poudre sur une fine couche de vaseline. La vaseline employée donne naissance à quelques raies, principalement en $d = 4,13$ et $d = 3,72$. Ces raies sont très appropriées pour l'étalonnage. Les préparations pourront également être déposées au moyen de graisse au silicone, qui ne produit pas de raies, mais bien une bande diffuse dans la région de $d = 5$.
4. Le support de préparations est alors glissé dans la chambre. Au moyen de 9 (photo A, C), il peut être bloqué dans la position correcte soit au moyen de 9 (photo A), soit par le moteur 23 (photo B), auquel un cœur 25 (photo B) est déplacé en va-et-vient au moyen du ressort 24 (photo B), une barre réglable 11 (photo E) et une vis de blocage 10 (photo E). En ajustant la barre réglable 11 (photo E), on veillera à ce que lors du mouvement en va-et-vient du support, les bords du cadre à préparations ne puissent être frappés par le faisceau de rayons-X. Les poudres d'une finesse meilleure que 5μ fournissent également des raies régulières de poudre lorsque la préparation est immobile.
5. Afin de permettre la mesure du diagramme enregistré, on marquera sur le film le faisceau primaire à environ 15 kV et quelques milliampères; à cette fin, on ouvrira un instant le capteur 19 (photo C). Vu à la loupe, le faisceau primaire doit se marquer sur le film sous forme d'un doublet de $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ (le cas échéant, tenir compte de la présence d'émulsion sensible sur les deux faces et de l'angle d'incidence).
6. Le voile de fond, déjà minime dans cette chambre, pourra encore subir une réduction considérable si l'on évacue la chambre (pompe par jet d'eau) ou par l'introduction d'hydrogène.
7. La durée de l'exposition à 35 kV et 20 mA varie généralement de une à quatre heures, selon la nature de la préparation.



a



b



c

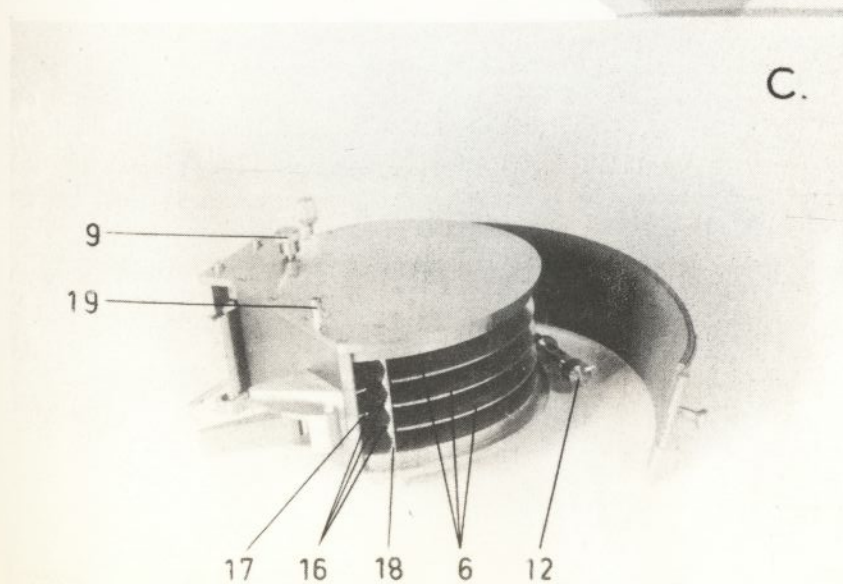
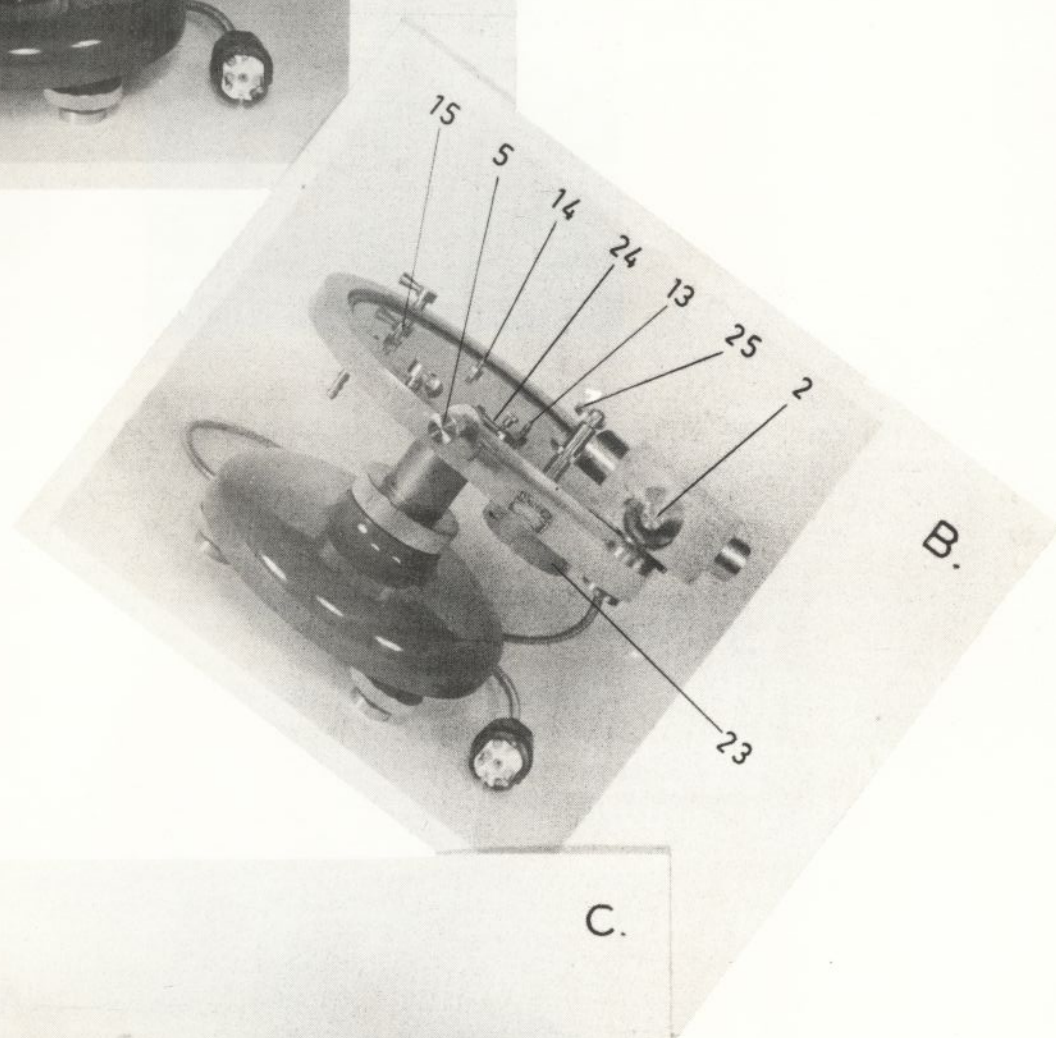
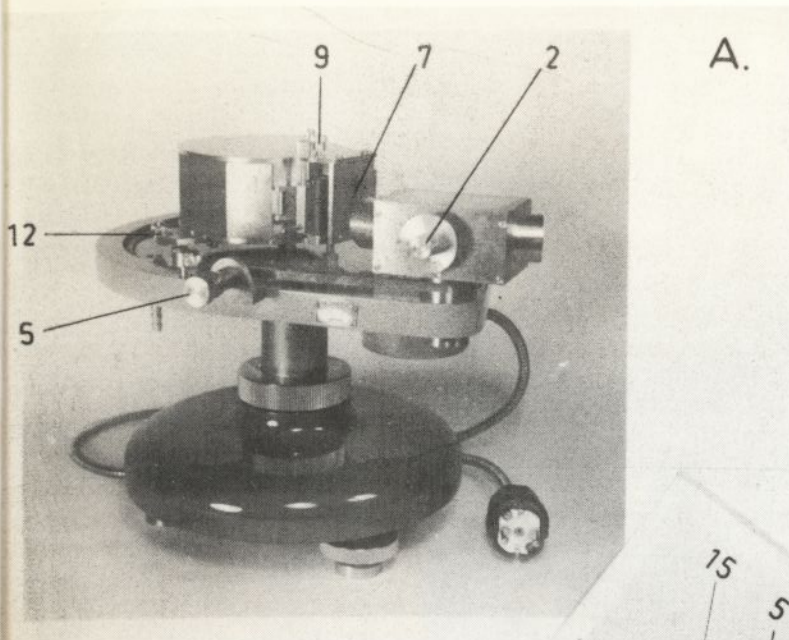


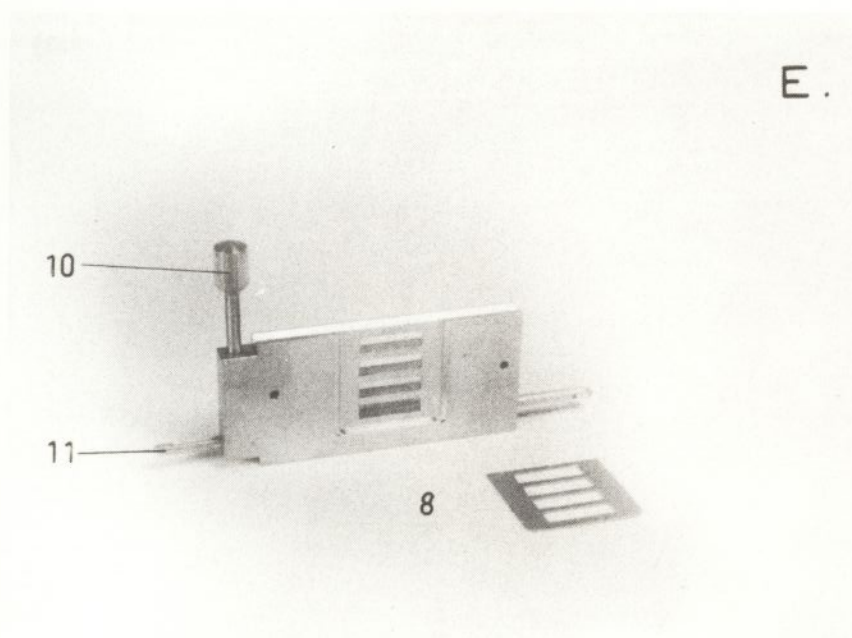
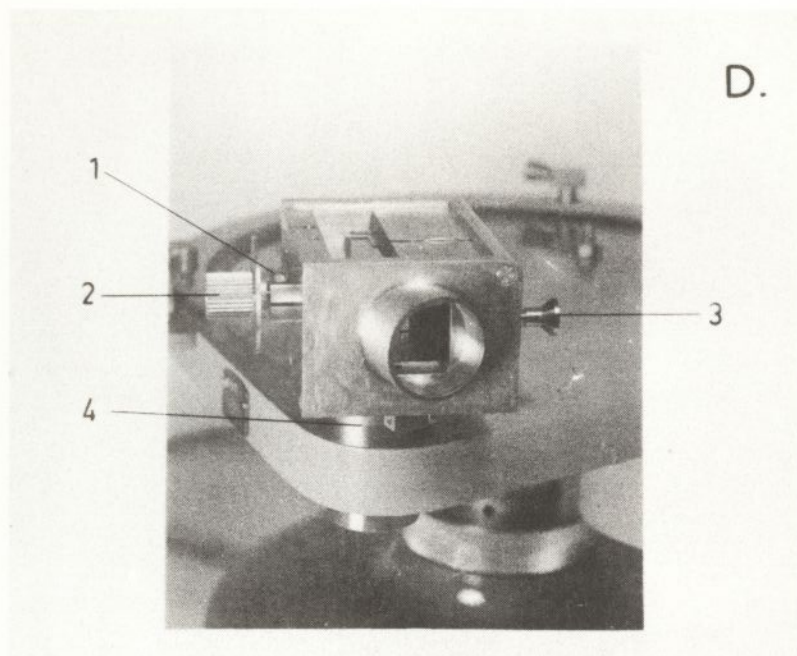
d



e

A. W.





ENRAF-NONIUS FRANCE S.A.

3, rue Troyon, PARIS-17

Tél. 75.55.11 et 12 75.67.27