

Rayons X et applications

Examen du 11 mai 2018

Eléments de correction

Durée = 2h

Document autorisé = une feuille A4 manuscrite

Calculatrice autorisée

Les exercices sont indépendants. Le barème est donné à titre indicatif.

Exercice 1 : Miroirs en réflexion totale (6 points)

- 1) Rappeler brièvement pourquoi on peut réfléchir efficacement les rayons X avec un miroir en incidence rasante.
- 2) On envisage de choisir parmi 3 matériaux possibles pour le miroir : le silicium (Si), le chrome (Cr) et le platine (Pt). Calculer pour chaque matériau l'angle critique θ_c du miroir pour une énergie de photon de 2 keV puis de 10 keV.
- 3) Quel matériau vous semble le plus adapté pour réfléchir efficacement des rayons X d'énergie 2 keV ? Et pour une énergie de 10 keV ? Justifier vos réponses.
- 4) On souhaite réfléchir des rayons X d'énergie 2 keV sous un angle de rasance de 1 degré. Quel(s) matériau(x) parmi ceux proposés peut-on utiliser (justifier votre réponse) ?
- 5) On considère un miroir en Cr sous un angle de rasance de 2 degrés et on s'intéresse à sa réponse spectrale (réflectivité en fonction de l'énergie). Quelle fonction sera réalisée par ce composant ? Tracer l'allure de sa réponse spectrale en indiquant des valeurs sur l'échelle des énergies.

Données :

- Indices optiques ($n = 1 - \delta + i\beta$)

Élément	Longueur d'onde	delta	beta
Si	0,124 nm	$4,89 \times 10^{-6}$	$7,35 \times 10^{-8}$
Cr	0,124 nm	$1,39 \times 10^{-5}$	$9,71 \times 10^{-7}$
Pt	0,124 nm	$3,28 \times 10^{-5}$	$2,34 \times 10^{-6}$
Si	0,62 nm	$1,03 \times 10^{-4}$	$3,18 \times 10^{-5}$
Cr	0,62 nm	$3,44 \times 10^{-4}$	$4,47 \times 10^{-5}$
Pt	0,62 nm	$4,82 \times 10^{-4}$	$1,20 \times 10^{-4}$

- numéro atomique du Si = 14
- numéro atomique du Cr = 24
- numéro atomique du Pt = 78

1) voir cours

2) Angles critiques :

Si - 2keV : 0,824 deg - $\beta/\delta = 0,31$

Cr - 2keV : 1,5 deg - $\beta/\delta = 0,13$

Pt - 2keV : 1,78 deg - $\beta/\delta = 0,24$

Si - 10keV : 0,179 deg - $\beta/\delta = 1,5e-2$

Cr - 10keV : 0,302 deg - $\beta/\delta = 7e-2$

Pt - 10keV : 0,464 deg - $\beta/\delta = 7,1e-2$

- 3) A 2keV : le Cr (rapport beta/delta le plus faible et angle critique élevé)
A 10keV le Pt (angle critique le plus élevé)
- 4) Cr et Pt car leur angle critique est supérieur à 1 degré
- 5) Filtre passe-bas (en énergie)

Exercice 2 : Miroirs interférentiels multicouches (6 points)

On s'intéresse ici à des structures multicouches périodiques Mo/Si, composées de N périodes d'épaisseur d, utilisées pour réfléchir le rayonnement EUV sous un angle d'incidence ϕ .

Les 4 cas considérés sont les suivants :

- cas 1 : d = 8nm ; N = 10 ; $\phi = 0^\circ$
- cas 2 : d = 8nm ; N = 30 ; $\phi = 0^\circ$
- cas 3 : d = 8,5nm ; N = 30 ; $\phi = 0^\circ$
- cas 4 : d = 8nm ; N = 30 ; $\phi = 25^\circ$

- a) Rappeler brièvement le principe de fonctionnement d'un miroir interférentiel multicouche.
- b) Calculer dans chaque cas la position approximative du pic de Bragg (on utilisera la formule de Bragg approchée)
- c) Calculer dans chaque cas la longueur d'absorption moyenne de la multicouche et en déduire le nombre de période maximum que le rayonnement va pouvoir pénétrer. On supposera que les épaisseurs de Si et de Mo sont identiques et que les indices optiques de Si et Mo valent respectivement $n_{Si} = 1-0,008 + i 0,002$ et $n_{Mo} = 1-0,102 + i 0,011$ sur la plage de longueurs d'onde considérée.
- d) Les figures A, B, C et D représentent chacune la réflectivité simulée pour un des 4 cas. Retrouver à quel cas correspond chaque figure. Justifier vos réponses.

Figure A

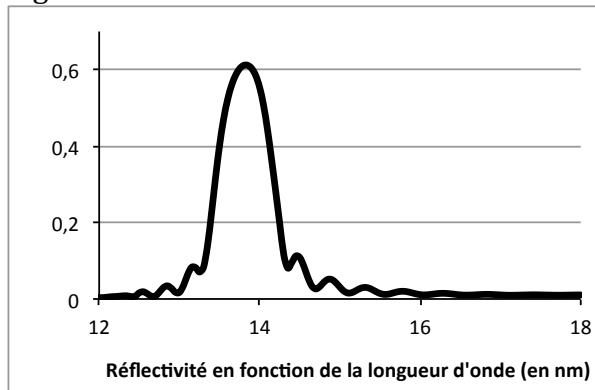


Figure B

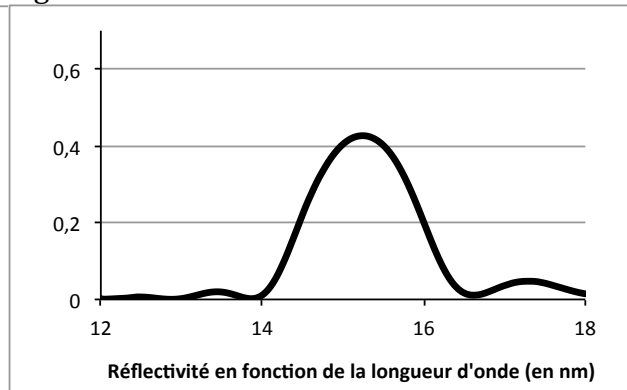
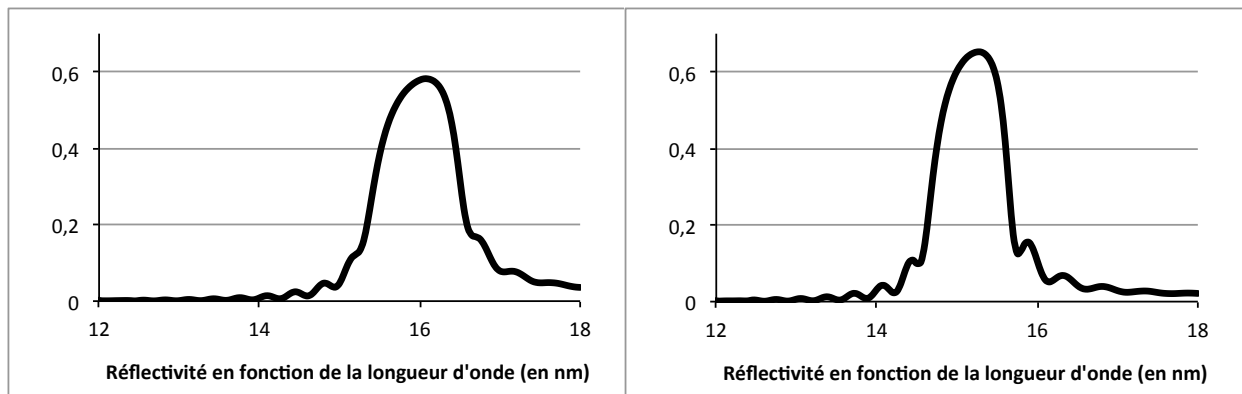


Figure C

Figure D



- a) Voir cours
- b) Cas 1 et 2 : pic à 16 nm
 Cas 3 : pic à 17 nm
 Cas 4 pic à 14,5 nm
- c) Cas 1 et 2 : $L_{\text{abs}} = 196 \text{ nm}$; $N_{\text{max}} = 24$ (x3)
 Cas 3 : $L_{\text{abs}} = 208 \text{ nm}$; $N_{\text{max}} = 24$ (x3)
 Cas 4 : $L_{\text{abs}} = 178 \text{ nm}$; $N_{\text{max}} = 20$ (x3)
- d) Cas 1 = B ; Cas 2 = D ; cas 3 = C et cas 4 = A

Exercice 3 : Microscope à rayons X (8 points)

On se propose d'étudier un microscope à rayons X dont le schéma de principe est donné en figure 3.1. Le but de ce microscope est de faire de l'imagerie à très bonne résolution spatiale (inférieure à 50 nm) d'échantillons biologiques. Ces échantillons sont composés principalement de tissus riches en carbone immergés dans un milieu aqueux. On donne en annexe les énergies de liaisons de électrons pour les premiers éléments du tableau périodique.

- 1) A quoi correspondent les discontinuités sur les différentes courbes tracées sur la figure 3.2 ? En vous aidant de cette figure, déterminer quelle page de longueur d'onde est la plus adaptée pour faire fonctionner ce microscope.
- 2) Dans la suite, on choisit de travailler à une longueur d'onde de 2,88 nm. Quelle épaisseur maximale d'échantillon pourra t'on imager avec ce microscope (donner un ordre de grandeur et justifier votre réponse) ?

La source utilisée pour ce microscope est un plasma d'azote (N_2) créé en focalisant un laser Nd :YAG intense dans un jet de gaz. Ce plasma génère un rayonnement visible intense ainsi que différentes raies de l'azote ionisé, notamment les raies N^{5+} ($\lambda=2,88 \text{ nm}$) et N^{6+} ($\lambda=2,48 \text{ nm}$). Le condenseur (voir figure 3.1) collecte une partie des photons émis et fait l'image de la source sur l'échantillon à imager.

- 3) Quel(s) type(s) de composant peut-on utiliser pour réaliser le condenseur ?

Un filtre métallique en titane (Ti) est inséré entre la sortie du collecteur et l'échantillon. Le coefficient d'absorption (béta) du Ti est tracé sur la figure 3.3.

- 4) Quelle est le rôle de ce filtre ? Justifier le choix du titane.
- 5) Calculer la transmission d'un filtre de 200 nm d'épaisseur à $\lambda=2,48 \text{ nm}$ et à $\lambda=2,88 \text{ nm}$. Que deviennent ces valeurs si on double l'épaisseur du filtre ? Quels critères faut-il prendre en compte pour choisir l'épaisseur du filtre ?

L'objectif du microscope est réalisé à l'aide d'une lentille à zone de Fresnel.

- 6) Comment doit-on choisir la largeur Δr de la zone externe (la plus éloignée du centre) ?
 7) Comment doit-on choisir l'épaisseur des anneaux d'or pour qu'ils soient opaques au rayonnement X utilisé ?

L'indice optique de l'or à $\lambda=2,88$ nm vaut $n_{Au} = 1-0,0055 + i 0,0062$.

- 8) On envisage de remplacer la lentille précédente par une lentille à zone de Fresnel à décalage de phase. Calculer l'épaisseur des anneaux de nitrure de silicium (Si_3N_4) pour obtenir un déphasage de π à la longueur d'onde de travail (on négligera l'absorption pour ce calcul). Quel est l'intérêt d'utiliser du Si_3N_4 plutôt que de l'or pour ce type de lentilles ? Quels sont les avantages et inconvénients de ce type de lentille par rapport aux lentilles à anneaux opaques ?
 9) On souhaite imager des échantillons ayant une épaisseur de 4 μm . On rappelle que la profondeur de champ Δz s'exprime par : $\Delta z = \lambda / NA^2$ avec NA l'ouverture numérique de la lentille.

En admettant que l'on peut calculer la largeur du dernier anneau avec la formule : $\Delta r = \lambda f / D$ (avec D le diamètre de la lentille), exprimer Δz en fonction de Δr et de λ .
 En déduire la valeur minimale que l'on peut utiliser pour Δr .
 Que peut-on en conclure quant à la résolution du microscope ?

- 1) Discontinuité = seuil K du C et de l'O ; plage de fonctionnement possible = entre ces 2 seuils
- 2) La longueur d'absorption de l'eau (principal constituant des cellules) à 2,88 nm (=430,5 eV) est d'après la figure 3.2 environ 5 μm . C'est environ l'épaisseur maximale que l'on pourra imager.
- 3) Le condenseur peut être réaliser à l'aide de miroirs multicouches ou d'une lentille de Fresnel.
- 4) Le filtre métallique permet de rejeter la lumière visible émise par la source. Le fait de choisir du Ti permet de rejeter également la raie N6+ pour ne laisser passer que la raie N5+ qui nous intéresse. Cela est possible car le Ti a un seuil d'absorption situé entre ces 2 raies.
- 5) Pour 200 nm de Ti , la transmission vaut environ 72% à 2,88 nm et environ 11 % à 2,48 nm
 Pour 400 nm de Ti les valeurs de transmission deviennent respectivement 52 % et 1,2 %
 Les critères à prendre en compte pour choisir l'épaisseur du filtre sont : la transmission à 2,88 nm et la rejection relative de la raie à 2,48 nm (= rapport des transmissions) ; ces 2 paramètres influencent respectivement l'intensité et la pureté spectrale du faisceau incident sur l'échantillon. Les chiffres ci-dessus montrent qu'il faut faire un compromis entre ces 2 grandeurs.
- 6) Il faut $\Delta r < 50$ nm pour obtenir la résolution voulue.
- 7) épaisseur d'au $> 3 \text{ Labs} = 3 \lambda / 4 \pi \beta = 110$ nm
- 8) épaisseur pour déphaser de $\pi = \lambda / 2\Delta = 480$ nm ; l'avantage de Si_3N_4 est qu'il est moins absorbant ; l'avantage de ce type de lentille (à déphasage) est que l'on obtient une meilleure efficacité ; par contre elles sont beaucoup plus difficiles à réaliser à cause de l'épaisseur nécessaire (rapport d'aspect très élevé)
- 9) $NA = D/2f \Rightarrow \Delta z = 4 (\Delta r)^2 / \lambda$
 $\Delta z > 4 \mu m \Rightarrow \Delta r > (\lambda \times 4 \mu m / 4)^{0.5} = 53$ nm
 On ne pourra donc pas atteindre la résolution souhaitée (< 50 nm) ; il faudra faire un compromis entre résolution et profondeur de champ.

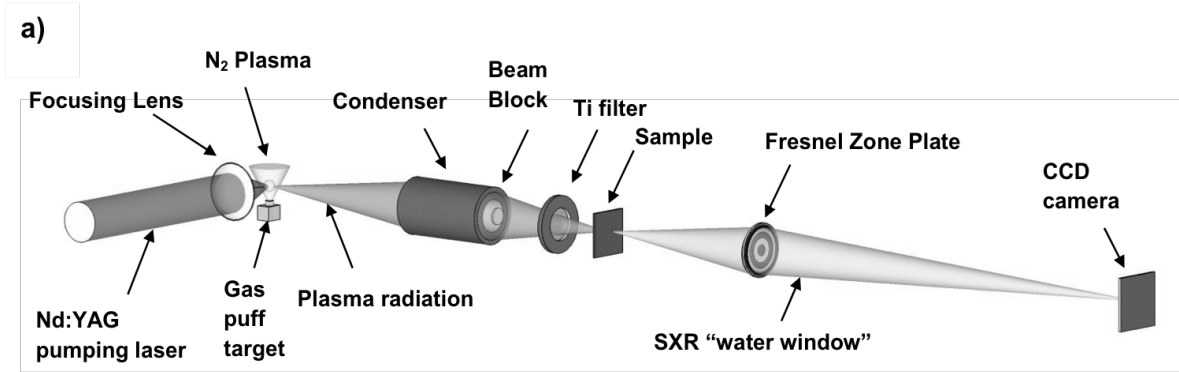


Figure 3.1 : Schéma de principe d'un microscope à rayons X (d'après A. Torrisi et al., Proc. of SPIE Vol. 9510, 2015).

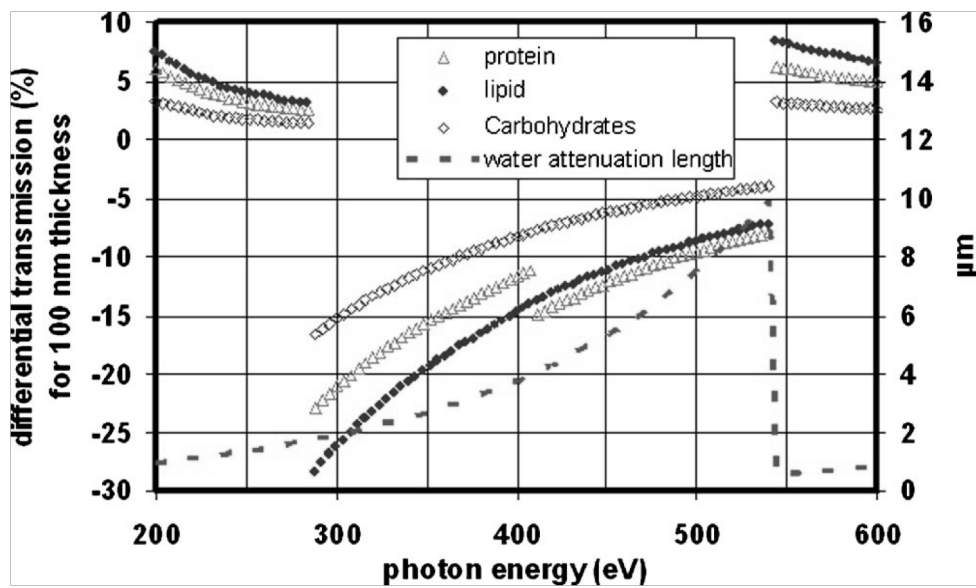


FIG. 1. Differential transmission of a 100 nm layer of average proteins (34 at. % C, 50% H, 8% O, 8% N), lipids (32 at. % C, 64% H, 4% O), carbohydrates (25 at. % C, 50% H, 25% O), replacing the same thickness of water: e.g. @400 eV, a 100 nm thick drop of lipid transmits 15% less than the water it replaces. The contrast between such a drop and the surrounding water will be 15%, and the attenuation length in water is 3.7 μm.

Figure 3.2 : Transmission différentielle de tissus biologiques (protéines, lipides) par rapport à l'eau et longueur d'atténuation de l'eau (d'après J-F. Adam et al., RSI 76, 091301, 2005).

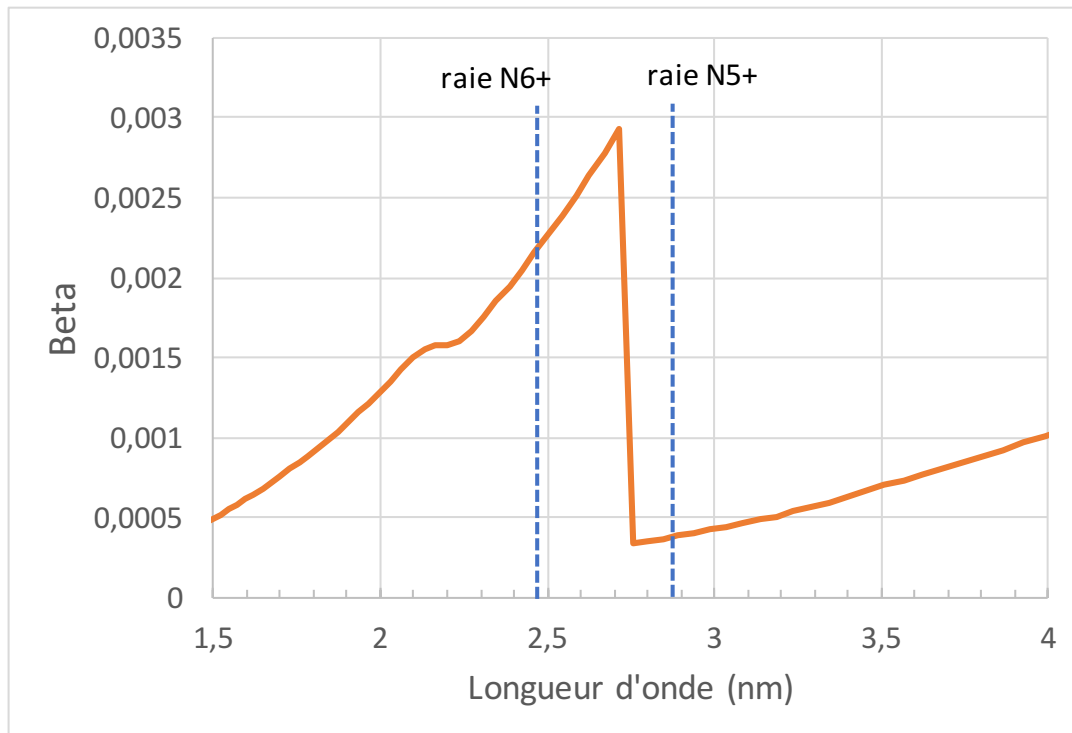


Figure 3.3 : Coefficient d'absorption (béta) du Ti en fonction de la longueur d'onde. Les positions des raies d'émissions N^{5+} et N^{6+} sont également représentées.

ANNEXE: Energie de liaison des électrons en eV (d'après CXRO X-ray Data Booklet).

Element	K 1s	L ₁ 2s
1 H	13.6	
2 He	24.6*	
3 Li	54.7*	
4 Be	111.5*	
5 B	188*	
6 C	284.2*	
7 N	409.9*	37.3*
8 O	543.1*	41.6*
9 F	696.7*	