

Sur Deux Variantes de la Méthode de Laue et leurs Applications

PAR A. GUINIER ET J. TENNEVIN

Laboratoire d'Essais du Conservatoire National des Arts et Métiers, Office National d'Études et de Recherches Aéronautiques, 292 rue St Martin, Paris III, France

(Reçu le 10 décembre 1948)

A geometrical property of white X-radiation diverging from a point source and reflected in a given family of crystal planes makes it possible to obtain photographs from which the scatter of the normals to these planes may be determined with an accuracy of 10 seconds of arc, even in a relatively large crystal. In this way the degree of perfection of certain crystals has been assessed and a new type of imperfection has been discovered. An alternative experimental arrangement gives an image of the crystal from which its position and orientation and the position of a region of imperfection can be determined.

Nous voudrions dans cet article attirer l'attention sur les possibilités nouvelles pour l'étude de la constitution des cristaux réels qu'offrent deux variantes de la technique classique des diagrammes de Laue.

1. ÉTUDE DE LA DÉSORIENTATION DES PLANS RÉTICULAIRES D'UN CRISTAL RÉEL

C'est un fait évident que nous n'avons encore à l'heure actuelle que peu de données expérimentales directes sur les imperfections cristallines englobées généralement sous le terme de 'structure mosaïque'. La définition de la structure réelle du réseau demanderait la connaissance d'un nombre considérable de paramètres. Si l'on adopte, par exemple, la représentation schématique du cristal réel par un ensemble de blocs cristallins parfaits contigus et légèrement désorientés, il faudrait connaître la taille des blocs individuels, leur forme, les angles qu'ils font entre eux, etc.

Le problème que nous nous proposons est un problème partiel bien défini: la mesure de la désorientation des plans réticulaires d'une certaine famille. D'une façon précise, soit un bloc cristallin donné (Fig. 1), nous menons en chaque point *M* du cristal la normale *MN* au plan réticulaire de la famille considérée passant par ce point; à partir d'une origine arbitraire *O*, nous menons les parallèles à toutes ces normales. Si le bloc cristallin était parfait géométriquement, nous obtiendrions une droite unique *ON*. S'il est imparfait, nous aurons un faisceau conique de droites plus ou moins ouvert, avec une répartition qui peut être continue ou discontinue. C'est la constitution de ce faisceau de droites que nous nous proposons de déterminer expérimentalement.

La méthode de rayons X que l'on songe naturellement à employer pour résoudre ce problème est celle des diagrammes de Laue. Si un pinceau de rayons polychromatiques tombe sur le cristal, le faisceau de normales à un plan donné se déduit du faisceau de rayons réfléchis vers une tache donnée en prenant l'ensemble des bissectrices du rayon incident et des

rayons réfléchis. La divergence entre deux rayons réfléchis dans un même plan d'incidence est le double de la divergence entre les normales.

Notre but étant de déceler de petites désorientations, on s'aperçoit facilement que le montage habituel des clichés de Laue est insuffisant. En effet, le faisceau

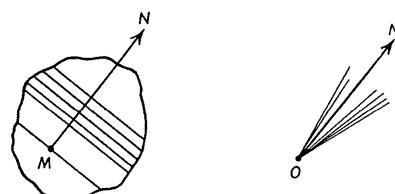


Fig. 1. Définition du faisceau des normales à un plan réticulaire.

incident a une certaine étendue et une certaine divergence; donc, même si le bloc est composé de deux éléments parfaits mais désorientés entre eux, les taches ne seront distinctes que si l'angle de désorientation dépasse une certaine valeur: ainsi, dans un montage usuel où le collimateur a un diamètre de 0,5 mm. et 40 mm. de longueur et où la distance échantillon-plaque est de 50 mm., la désorientation minimum décelable n'est guère inférieure à 1°.

Pour augmenter la sensibilité, il faudrait prendre un collimateur plus fin, mais on diminuerait en même temps le volume du cristal irradié. Par conséquent la méthode normale ne répond pas au but que nous nous proposons: explorer avec une grande sensibilité un volume notable de matière.

Principe de la méthode

Cette difficulté peut être levée grâce à un montage spécial, basé sur une propriété de focalisation des rayons X réfléchis. Cette propriété, déjà signalée (Bragg, 1912) a été, à diverses reprises utilisée dans des buts variés (voir notamment Barraud (1943) et Cauchois (1946)).

Soit un faisceau de rayons X polychromatiques issu

d'une source S , de très petites dimensions que nous considérerons d'abord comme ponctuelle, et une lamelle cristalline de centre O , mince, et de structure parfaite, traversée par ce rayonnement sous une incidence voisine de la normale (Fig. 2). Considérons une famille de plans réticulaires π faisant un grand angle avec le plan de la lamelle. Nous prenons comme plan de figure le plan d'incidence contenant SO et normal aux plans réticulaires réflecteurs. Tous les rayons du faisceau dans le plan d'incidence viennent après réflexion converger approximativement en un point M_0 , si l'angle d'ouverture du faisceau n'est que de quelques degrés. α étant l'angle du rayon moyen et de la normale à la lame et ϕ l'angle de la normale aux plans réticulaires

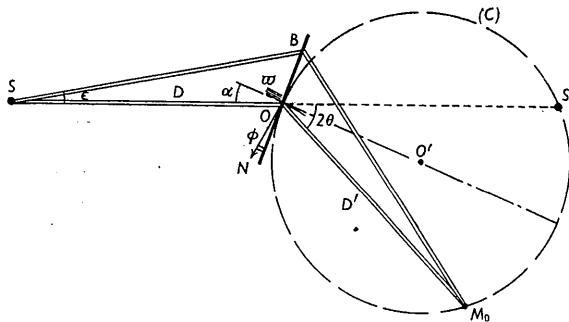


Fig. 2. Principe de la focalisation des rayons réfléchis sur une série de plans réticulaires.

avec la lame, l'angle de réflexion des rayons X sur ces plans est $\alpha + \phi$. Soit un rayon du faisceau SB faisant avec SO l'angle ϵ . Les rayons réfléchis se coupent en un point M tel que

$$OM = D \frac{\cos(\alpha + 2\phi + \epsilon)}{\cos(\alpha + \epsilon)};$$

c'est-à-dire, qu'il y a pour des faibles valeurs de ϵ focalisation approximative à la distance

$$OM_0 = D' = D \frac{\cos(\alpha + 2\phi)}{\cos \alpha}. \quad (1)$$

D'une manière plus précise, on calcule que pour un faisceau d'ouverture ω , la section du faisceau au point M_0 , vue de O , correspond à une largeur angulaire de

$$\eta = \frac{\omega^2 \phi}{2 \cos^2 \alpha}.$$

La focalisation est donc rigoureuse quand les plans réflecteurs sont normaux à la lamelle et elle est très bonne quand ω est petit. Ainsi pour une surface d'un diamètre de 10 mm. à 500 mm. de la source S et un angle ϕ de 6° , η est égal à 4 secondes d'arc.

Le point de focalisation M_0 se construit de la façon suivante: c'est l'intersection du rayon réfléchi et du cercle (C) tangent à la lamelle en O et passant par le symétrique S' du foyer S par rapport à O . En effet le diamètre de ce cercle est $2OO' = D/\cos \alpha$ et l'angle de OO' et OM_0 est $(2\phi + \alpha)$. Pour les différents plans réticulaires du cristal normaux au plan de la figure,

c'est-à-dire quand ϕ varie, le cercle (C) est le lieu des points de focalisation des faisceaux réfléchis.

Jusqu'à présent nous n'avons considéré que les rayons contenus dans le plan d'incidence. Nous opérons avec une lamelle cristalline normale au plan d'incidence (pratiquement la lamelle est verticale et on la tourne dans son plan jusqu'à ce que le plan réflecteur soit aussi vertical); dans ces conditions les rayons réfléchis s'appuient sur une petite droite verticale, c'est-à-dire normale au plan de figure, dont la longueur est égale à la hauteur de la partie irradiée de la lame agrandie dans le rapport $(D' + D)/D$.

Dans une expérience réelle, divers facteurs causent l'élargissement de la raie au point de focalisation: ce sont l'épaisseur finie de la lame et les dimensions de la source qui n'est pas rigoureusement ponctuelle. Voyons l'influence de ces facteurs.

(1) Épaisseur de la lame

Une couche infiniment mince de la lamelle située en O_1 (Fig. 3) donne du point S une image M' telle que O_1M' soit parallèle à OM et la relation (1) montre que

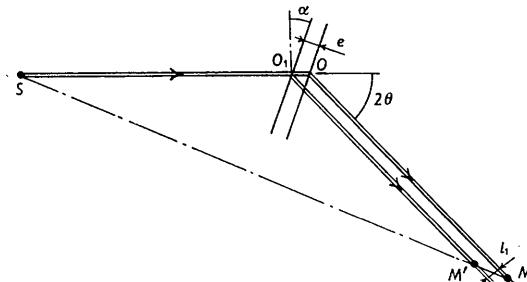


Fig. 3. Élargissement de l'image dû à l'épaisseur de la lame.

$O_1M'/O_1S = OM/OS$; c'est-à-dire que le lieu de M' est une portion de la droite SM . La largeur minimum du faisceau est, si e est l'épaisseur de la lame,

$$l_1 = \frac{e}{\cos \alpha} \sin 2(\alpha + \phi).$$

l_1 sera d'autant plus petit que $\alpha + \phi$ sera plus petit, comme cet angle n'est autre que l'angle d'incidence sur les plans réflecteurs, il a une valeur minimum pour une distance réticulaire donnée, imposée par la limite du spectre continu émis par le tube. On peut utiliser pratiquement des angles de Bragg de l'ordre de 6° , d'où, comme α est aussi petit, $l_1 = 0,2e$. Pour une épaisseur de 0,3 mm., on obtient un élargissement $l_1 = 0,06$ mm.

(2) Dimensions du foyer

La source utilisée est la tache focale même des électrons sur l'anticathode. Nous utilisons un foyer de 0,4 mm. de largeur observé sous l'incidence de 6° . Considérons d'abord les points-sources situés dans le plan de figure; la lamelle donne du foyer une image S' et comme D' est toujours voisin de D , on voit (Fig. 4)

que la largeur apparente de la raie est très voisine de la largeur apparente du foyer, soit dans l'exemple considéré 0,04 mm. Quant à la hauteur de l'image, elle est aussi égale à la hauteur du foyer; l'image apparaît donc sous forme d'une petite droite parallèle au plan de l'anticathode. Si l'on oriente le plan de l'anticathode normalement au plan d'incidence, la hauteur du foyer n'a pas d'influence sur la largeur de la raie obtenue. Mais il faut que ce réglage soit réalisé avec assez de soin, pour une erreur de 3° seulement, l'élargissement de la raie serait 0,05 mm.

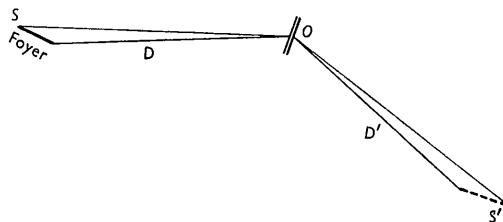


Fig. 4. Élargissement de l'image dû aux dimensions du foyer.

Évidemment ces divers effets d'élargissement s'ajoutent quand les diverses causes examinées se superposent. Mais le point important à remarquer, c'est que l'élargissement de la raie est indépendant de la distance D ou D' , ainsi que de la surface de l'échantillon. Par conséquent, la précision angulaire du dispositif augmente proportionnellement à D . C'est pourquoi il est utile d'employer de très grandes distances entre le foyer et l'échantillon. Nous avons employé des distances variant de 25 à 100 cm. Dans ce dernier cas, D' étant aussi de l'ordre de 100 cm., une raie d'une largeur de 0,1 mm. est vue du centre de la lame sous un angle de 20 secondes d'arc. Le montage décrit permet donc de repérer la direction d'un plan cristallographique avec précision, même si l'échantillon a une grande surface, de l'ordre du $\frac{1}{2}$ cm.² par exemple.

Qu'arrive-t-il si la lamelle irradiée est composée non d'un monocristal parfait mais de cristaux légèrement désorientés? Supposons, pour simplifier, que la lamelle cristalline soit composée de deux cristaux juxtaposés, dont les normales font entre elles un petit angle défini de la façon suivante: l'angle du plan réticulaire dans le second cristal avec la normale de la lame est $\alpha + d\alpha$ et les plans projetant cette normale sur les deux plans réticulaires forment un angle ψ , également petit. Supposons pour simplifier que le rayon moyen soit normal à la lame ($\phi=0$) et que la plaque photographique où sont enregistrés les raies soit tangente au cercle de focalisation en M , centre de la raie donné par le premier cristal.

Le deuxième cristal donne une raie parallèle à la première (à ψ près) et séparée par un intervalle $2D \sin \alpha$. La rotation du plan d'incidence a pour effet de déplacer légèrement en hauteur la raie de $D \sin 2\alpha\psi$. Mais ce déplacement est difficilement mesurable, en effet chacune des images a une hauteur qui dépend de

la hauteur du foyer et de celle du cristal qui lui donne naissance (en tout cas elle n'est jamais inférieure à la hauteur du foyer). De plus, tandis que grâce à la propriété de focalisation d'abscisse de la raie est indépendante de la position du cristal dans la partie irradiée de la lame, il n'en est pas de même pour son ordonnée. Par conséquent ce sont les désorientations provenant des rotations autour d'un axe perpendiculaire au plan d'incidence que le dispositif enregistre avec sensibilité et précision. En effet, dans les conditions expérimentales citées plus haut, on pourra séparer deux cristaux présentant une désorientation de 10'' seulement. Par contre, pour les désorientations perpendiculaires à celles-ci, on ne gagne pas beaucoup sur la méthode ordinaire de Laue.

En résumé, notre cliché donne avec grande sensibilité la répartition des orientations des cristaux dans un plan seulement. Il faudrait théoriquement faire deux clichés pour avoir l'orientation complète. Mais, à moins que l'on ait des raisons de supposer que le faisceau des normales, tel que nous l'avons défini au début soit très anisotrope, une projection sur un plan suffit à donner une représentation de l'imperfection du cristal.

Les Figs. 5 et 6 montrent quel gain substantiel réalise ce montage sur la technique habituelle des diagrammes de Laue. La Fig. 5 (a) est le diagramme classique de Laue d'un monocristal d'aluminium, cintré légèrement sur un rayon de courbure de 20 cm. et recuit ensuite. Les taches sont un peu moins fines que celles du cristal avant déformation (Fig. 6 (a)) mais la différence n'est pas très nette. Les Figs. 5 (b) et 6 (b) donnent l'allure d'une tache focalisée de chacun des deux échantillons dans les mêmes états que précédemment. L'une est une raie dont la largeur indique que les désorientations des normales sont inférieures à 30''. L'autre montre que le cristal est constitué de très nombreux petits blocs donnant une série de raies fines et distinctes. Remarquons en outre qu'un des avantages de la méthode de focalisation est qu'on peut explorer une grande surface (6 mm. de large). Dans le cas envisagé d'une déformation par courbure, où la désorientation des plans réticulaires en deux points est proportionnelle à la distance entre ces points, l'effet sera bien plus grand que dans le montage ordinaire, où le diamètre de la surface irradiée n'est que d'environ 0,5 mm. Grâce à sa sensibilité, notre méthode, dans l'exemple cité, met en évidence un état particulier du cristal métallique sur lequel nous reviendrons plus loin, 'l'état polygonisé', que la méthode de Laue ne permettait pas de déceler.

Réalisation du montage

Le montage est particulièrement simple, si bien que peu de détails sont nécessaires. Nous utilisons un tube démontable où la finesse du foyer est obtenue par concentration électrostatique des électrons issus du filament (Guinier, 1943). L'anticathode est en tungstène ou en or et le régime du tube est 5 mA. sous 40 kV. Le

support de l'échantillon permet son orientation aisée et le film photographique est placé le plus près possible du cercle de focalisation pour le petit domaine angulaire exploré; nous n'avons pas trouvé nécessaire d'employer un film courbé le long de ce cercle.

Un point important à noter, c'est que les temps de pose sont assez courts. Ainsi, le diagramme donné par une lame de quartz (épaisseur 0,3 mm.) avec une distance D de 100 cm. est obtenu en 2 minutes, un cristal d'aluminium (épaisseur 0,5 mm.) à 50 cm. donne un bon cliché en 20 minutes, même alors que, déformé, il donne une tache large. Enfin, un bon cristal de fer sous une épaisseur de 0,3 mm., n'exige pas plus de 20 minutes de pose.

Exemples d'application

Nous nous sommes principalement servi de la méthode pour étudier la texture fine des cristaux métalliques en fonction du traitement mécanique ou thermique: les résultats de cette étude et, en particulier, ceux qui concernent l'état polygonisé des métaux seront publiés par ailleurs.

Nous donnerons ici quelques résultats généraux obtenus avec divers cristaux.

Cristaux 'parfaits' et 'imparfaits'

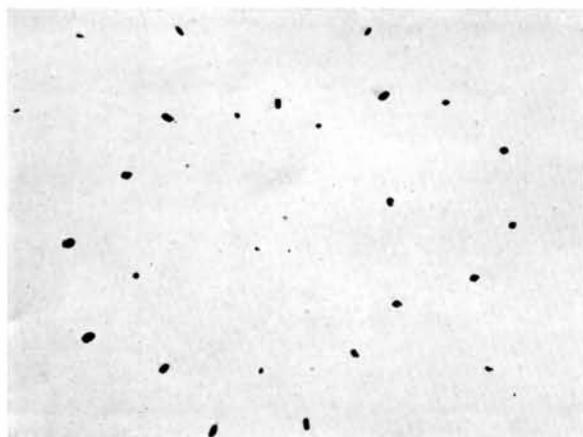
Avec une lame de quartz de 0,3 mm. d'épaisseur, taillée et polie optiquement, nous avons obtenu les raies les plus fines que nous ayons observées. En fait, la largeur observée pour cette raie s'explique entièrement par les causes géométriques analysées plus haut. Ce qu'on peut donc dire, c'est que les désorientations des plans réflecteurs n'ont pas d'effet perceptible à la sensibilité de notre expérience; c'est-à-dire que sur la surface de 25 mm.² explorée, elles sont de l'ordre de 10" ou plus petites. On sait que les mesures au double spectromètre (Compton & Allison, 1935) ont montré que les largeurs angulaires des domaines de réflexion des cristaux parfaits étaient de l'ordre de quelques secondes, donc inférieures à ce que notre montage permet d'atteindre. Il est donc normal que les cristaux comme le quartz, la calcite, certains diamants jouent ici le rôle de cristaux parfaits. Pour d'autres cristaux, la raie est fine mais néanmoins sa largeur est supérieure à la largeur 'géométrique'. C'est le cas, par exemple, des cristaux d'aluminium obtenus par recristallisation après écrouissage critique. La désorientation pour les meilleurs échantillons, n'est néanmoins pas supérieure à 30" (Fig. 6 (b)). Ces cristaux sont donc encore très bons, mais leur degré d'imperfection peut déjà être mesuré avec notre montage.

Enfin, nous avons observé dans beaucoup de cas des raies larges qui, même, deviennent parfois des taches de formes compliquées. Le faisceau des normales peut atteindre une ouverture de l'ordre de plusieurs minutes ou même du degré et la figure tend vers celles qui donnent les cristaux volontairement déformés par traction, torsion, etc. Le noircissement de la tache

est continu mais d'intensité irrégulière en général. On peut donc se représenter les plans réticulaires comme étant distordus, plus ou moins régulièrement, de telle sorte que les normales à ces plans sont plus nombreuses dans certaines directions. Les cristaux obtenus par solidification d'un liquide semblent être de ce type. Ainsi la Fig. 7 (a) est relative à un cristal d'aluminium obtenu par solidification lente et aussi régulière que possible. Un cristal de sel gemme artificiel préparé par emersion lente d'un germe hors du bain de sel fondu présente les mêmes caractères. Les distorsions du réseau sont corrélatives de tensions internes. Dans le cas de sel gemme, celles-ci sont révélées d'ailleurs par l'examen en lumière polarisée.

Quelle est la relation entre la classification que nous venons de faire et la classification par ordre de perfection déduite des mesures de pouvoir réflecteur? Pour répondre de façon sûre à cette question, il aurait fallu faire de telles mesures sur les échantillons même dont nous nous étions servis pour la mesure de la désorientation réticulaire. Cela n'a pas été fait encore, mais si nous confrontons nos résultats avec les conclusions des travaux antérieurs, il apparaît des contradictions. Ainsi Dehlinger (1933) a trouvé que l'aluminium coulé était plus 'parfait' que le même métal recristallisé. D'autre part James, Brindley & Wood (1929), par des mesures absolues, avaient trouvé que l'aluminium (cristal de recristallisation) se rapprochait beaucoup du cristal idéalement imparfait: il en est de même, d'après Wooster & Macdonald (1948), pour le quartz quand la surface du cristal a été rodée, c'est-à-dire dans l'état où nous l'avons utilisé. Une cause de ces divergences est que l'on n'examine pas le même objet par les deux méthodes: les mesures de pouvoir réflecteur se font par réflexion sur la surface du cristal: donc ce qu'on atteint, c'est uniquement la couche superficielle. Au contraire nous opérons par transmission, donc toute l'épaisseur de la lamelle intervient. Certes on a montré dans les clichés de Laue de cristal épais, que les faces d'entrée et de sortie donnaient une réflexion bien plus intense que l'intérieur du cristal (nous reviendrons sur ce point dans le seconde partie) mais si les réflexions produites dans les couches superficielles sont intenses à cause de leur imperfection, pour cette même raison elles donnent des taches très larges sur les clichés en position de focalisation; l'énergie reçue par unité de surface par le film sera bien plus faible que dans l'étroite ligne due aux régions parfaites du cristal: et c'est pourquoi sur le cliché, la raie apparaît seule pour les faibles temps de pose que nous avons utilisés.

Mais il y a peut-être une raison plus profonde à ces divergences. En effet, ce qui cause l'augmentation de l'intensité de réflexion dans les cristaux imparfaits, c'est l'incohérence des ondes diffusées par des blocs voisins à une distance de l'ordre de 1000 Å. On peut imaginer des défauts locaux à cette échelle qui n'entraînent pas de grandes désorientations de plans réticulaires.

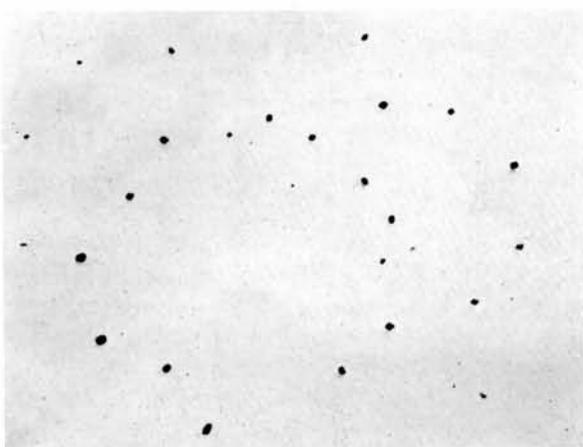


(a)



(b)

Fig. 5. Diagrammes d'un cristal d'aluminium légèrement cintré et recuit. (a) Avec le montage de Laue classique.
 (b) Une tache avec le montage à focalisation.



(a)



(b)

Fig. 6. Diagrammes d'un cristal d'aluminium recristallisé. (a) Avec le montage de Laue classique.
 (b) Une tache avec le montage à focalisation.

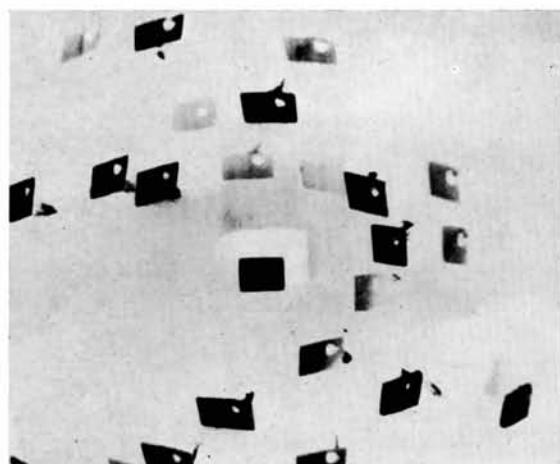


(a)

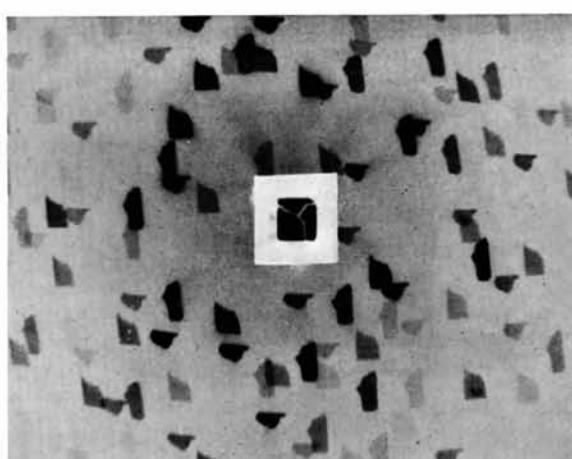


(b)

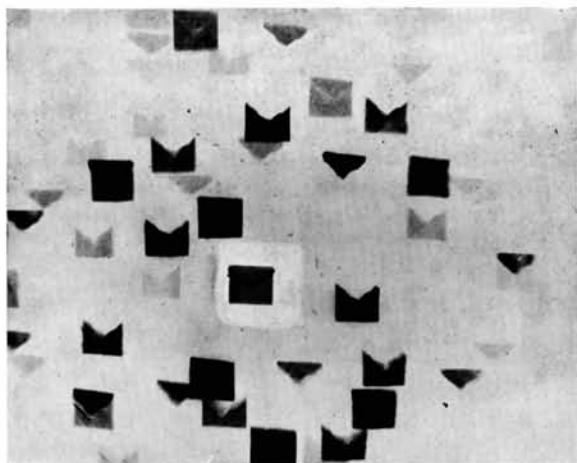
Fig. 7. (a) Tache focalisée d'un monocristal d'aluminium fondu. (b) Tache focalisée d'un cristal de sel gemme artificiel.



(a)

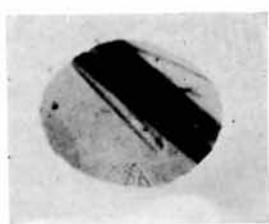


(b)

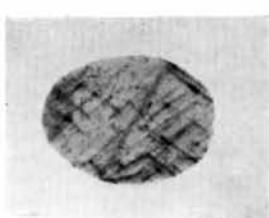


(c)

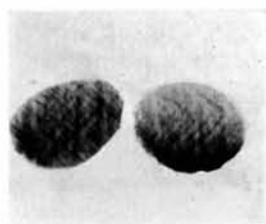
Fig. 8. Diagrammes de Laue donnant l'image du cristal. (a) Monocristal d'aluminium avec inclusion d'un petit cristal très peu désorienté. (b) Trois cristaux jointifs de fer. (c) Deux cristaux maclés d'aluminium.



(a)



(b)



(c)

Fig. 9. Détail d'une tache (agr. $\times 3$) de diagrammes obtenus par la méthode précédente. (a) Cristal de quartz rayé à la pointe d'acier. (b) Cristal de quartz poli (rayures de polissage). (c) Monocristal d'aluminium.

Cristaux à sous-grains

Ce type de cristal peut être défini ainsi: ce qui nous paraît macroscopiquement comme un monocristal est en réalité un assemblage de petits blocs où les plans réticulaires ont des orientations légèrement différentes, chaque petit bloc étant parfait ou, plus précisément, les désorientations réticulaires à l'intérieur du bloc étant faibles par rapport aux décalages entre blocs.

Un exemple de ce type de cristal est donné par le sel gemme préparé comme il a été dit au paragraphe précédent et soumis ensuite au traitement classique destiné à faire disparaître les tensions internes: très long recuit suivi d'un refroidissement très lent. Le cliché (Fig. 7 (b)) montre que le cristal n'est pas devenu parfait, la forme extérieure de la tache n'est pas sensiblement modifiée, mais au lieu d'être continue, celle-ci est composée d'un très grand nombre de raies fines. Chaque raie fine est donnée par un des petits blocs; l'ensemble du cristal est la juxtaposition de tels blocs désorientés entre eux, la désorientation totale restant celle qui était constatée dans le bloc distordu avant le recuit. Ces observations rejoignent celles déjà anciennes de Renninger (1934) qui, explorant point par point la surface d'un cristal de sel gemme, avait trouvé des blocs élémentaires légèrement désorientés dont le pouvoir réflecteur était très proche de la valeur théorique pour le cristal parfait.

Le même phénomène de 'polygonisation' est comme nous l'avons dit observable sur les cristaux métalliques déformés puis recuits dans des conditions convenables. Il semble que l'état polygonisé correspond à un état de stabilité du cristal réel qui se rencontre assez fréquemment.

2. DIAGRAMMES DE LAUE DONNANT L'IMAGE DU CRISTAL

Gardant une source quasi-ponctuelle de rayons X ainsi qu'une très grande distance entre la source et l'échantillon (qui a la forme d'une mince lamelle irradiée sur une large surface), nous plaçons la plaque photographique très près de l'échantillon, au lieu de l'en éloigner comme dans l'expérience précédente. Si la source était ponctuelle et à l'infini, chaque tache du diagramme de Laue aurait la forme du cristal qui lui donne naissance, ou plus précisément de la projection de ce cristal sur le plan de la lame auquel la plaque photographique est parallèle (Fig. 10). Quand la source est à distance finie, l'image est un peu distordue: dans le plan d'incidence, la diminution relative est égale au rapport Om/OM , M étant le point de focalisation précédemment considéré; dans le plan perpendiculaire, l'agrandissement est $(D+Om)/D$. On voit donc que la plaque étant à une distance donnée, les taches les moins distordues sont celles qui correspondent aux plus faibles angles de diffraction. Une autre cause de distorsion est le fait que nous avons jusqu'ici employé des foyers ayant la forme d'une droite de 0,5 à 1 mm. de haut; or à un point de l'échantillon,

correspond une image semblable au foyer dans le rapport Om/D . L'image du cristal est ainsi allongée de cette quantité parallèlement à la direction du foyer. Pour cette seconde raison comme pour la première, il y a intérêt à réduire le rapport Om/D . En outre, les taches sont aussi déformées si le cristal n'est pas parfait, c'est-à-dire si les rayons diffractés ne sont pas exactement convergents en M . Quand les désorientations des plans réfléchissants ne sont pas trop fortes, l'image reste encore bonne, si on place le film à très petite distance de l'échantillon. Toute cette discussion montre qu'on a intérêt à réduire le plus possible la distance échantillon-film. On est seulement limité dans ce cas par la nécessité de séparer les taches de la trace du faisceau non dévié. Pour pouvoir étudier des plages de quelques millimètres de diamètre, nous avons pris la distance D maximum compatible avec des temps de pose acceptables, D a varié en fait de 20 à 100 cm.

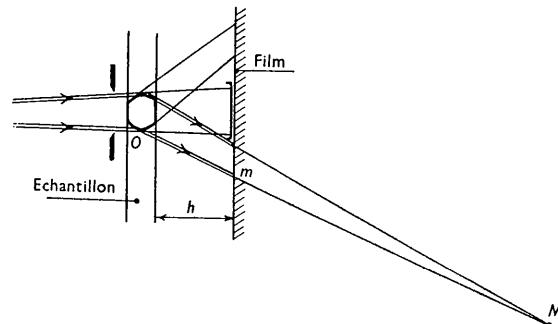


Fig. 10. Principe du diagramme de Laue donnant l'image du cristal.

Nous avons constaté que les diagrammes obtenus par cette technique avaient des applications variées assez intéressantes pour que la méthode mérite d'être signalée. Nous en citerons quelques unes.

(1) Dans le cas d'échantillons composés de cristaux assez gros pour que, dans la partie irradiée, il n'en existe qu'un petit nombre, on peut d'après la forme des taches de diffraction séparer celles qui proviennent des différents cristaux, et, dans les cas simples, déterminer sur un seul cliché les orientations respectives des cristaux en même temps que leur place dans l'échantillon. Nous donnons quelques clichés pour illustrer ce fait. La Fig. 8(a) représente un gros cristal d'aluminium dans lequel un petit cristal est inclus celui-ci, d'ailleurs, étant assez déformé. On voit immédiatement que ce petit cristal a une orientation très voisine de celle du grand, car les taches sont toujours groupées par deux. Ceci illustre une remarque de Burgers (1948): quand au cours de la recristallisation après un faible écrouissement, un nouveau cristal grossit, aux dépens de cristaux primaires, parmi ceux-ci, ce sont ceux dont l'orientation est peu différente qui résistent le mieux à l'absorption par le grand cristal. Fig. 8 (b) est relative à une surface de 5×5 mm. d'une tôle de fer contenant trois cristaux: ce cliché permet de déterminer les orientations des cristaux

voisins et l'on peut voir en même temps la direction des joints par rapport aux axes de l'un et l'autre: données qui sont intéressantes dans certaines études sur la recristallisation des métaux.

Un cas particulièrement frappant est celui des cristaux maclés, tels les deux cristaux de la Fig. 8 (c). Les images des deux cristaux, en général séparées, deviennent contigües quand le plan réticulaire réflecteur est commun aux deux réseaux: le simple aspect du cliché prouve donc instantanément la mâcle sans aucun calcul ni mesure. On remarque aussi sur la figure des taches de Laue qui sont contigües mais de teintes différentes. Il s'agit là de plans qui ont même direction dans les deux réseaux mais qui n'ont pas les mêmes indices. Pour les macles sur le plan (111), cela se produit par exemple pour le plan (111) d'un des cristaux, et (115) de l'autre. Par suite de leurs distances réticulaires différentes, les longueurs d'onde réfléchies ne sont pas les mêmes, et ainsi l'intensité réfléchie n'a pas la même valeur.

Signalons en outre que nous avons étudié par la méthode des clichés focalisés la perfection des cristaux maclés. Nous avons constaté que la perfection des plans communs aux deux réseaux dans l'ensemble du volume des deux cristaux maclés est exactement du même ordre que celle des plans réticulaires particuliers à l'un des cristaux.

(2) Un autre élément d'information de ce type de clichés, c'est l'aspect d'une tache particulière. Nous avons déjà dit que celle-ci a la forme du cristal, mais, en général, le noircissement de la tache n'est pas uniforme; comme il y a correspondance entre un point de la tache et un très petit volume de cristal, cela veut dire que le pouvoir réflecteur du cristal varie d'un point à l'autre de celui-ci. On a déjà signalé souvent de telles variations, Barrett (1945) et Smoluchowski (1946) ont décrit des méthodes pour obtenir des 'images' des cristaux, l'un par réflexion, l'autre par transmission. La différence avec notre expérience c'est qu'ils opéraient l'un et l'autre avec un rayonnement monochromatique. Dans ces conditions on pouvait expliquer une variation d'intensité réfléchie par une variation de l'orientation du plan réflecteur puisque pour qu'il y ait réflexion il fallait que l'angle d'incidence ait une valeur particulière égale à l'angle de Bragg pour la longueur d'onde incidente. Comme nous opérons avec un rayonnement polychromatique, de petites variations de l'angle d'incidence ne font que changer très peu la longueur d'onde réfléchie et ne peuvent provoquer les grandes variations d'intensité réfléchie observées. On doit en rendre responsable principalement les variations de la perfection du cristal qui fait varier d'un point à un autre la valeur de *l'extinction*. C'est donc là une méthode pour étudier un autre aspect de la perfection des cristaux. On peut de cette façon localiser les imperfections, mais, contrairement à ce que donne la méthode décrite dans la première partie, la nature de l'imperfection n'est pas déterminée.

Nous ne ferons ici que signaler les premières observations que nous avons faites dans ce domaine et qui montrent quelques possibilités d'utilisation de cette technique pour l'étude de la texture réelle des cristaux. La méthode est plus rapide que celle de Barrett et chaque cristal donne une image alors qu'il faut, dans la méthode de Barrett, qu'il y ait une orientation convenable: mais nous ne pensons pas qu'elle puisse permettre des grossissements aussi forts, à moins d'employer des échantillons *tres minces*.

Une expérience simple montre que la surface de la lame joue un rôle très important: nous avons constaté qu'il suffisait de rayer la surface d'une lame de quartz, pour que cette raie apparaisse en noir sur les taches de Laue (Fig. 9 (a) et (b)) ce qui prouve combien l'intensité du faisceau réfléchi est sensible à la perturbation causée pourtant sur une épaisseur très faible de la lame de quartz. Cette trace noire est encore visible quand la rayure a été effacée sur la lame par un polissage optique. Si on décape ensuite la lame à l'acide fluorhydrique, on fait réapparaître la rayure sur la lame mais la trace noire disparaît sur la tache de Laue, parce que même, si le sillon subsiste en creux dans la matière, on a enlevé les couches perturbées.

L'expérience montre qu'il est extrêmement rare de trouver des cristaux donnant des taches de Laue de teinte rigoureusement uniforme. Même quand les taches focalisées sont étroites et par conséquent quand le cristal dans la majeure partie de son volume n'a pas de gros défauts d'orientation, on aperçoit souvent des points noirs prouvant l'existence de petites régions perturbées, probablement en surface.

Dans certains cas, il est certain que les irrégularités de la figure ne sont pas dues à un état de la surface car l'image n'est pas changée après un décapage de celle-ci. A titre d'exemple nous citerons les figures très complexes que montrent certains cristaux métalliques (aluminium pur, Fig. 9 (c)), mais l'interprétation de cette figure avec son réseau de lignes entrecroisées est encore incertaine.

Bibliographie

- BARRAUD, J. (1943). *C.R. Acad. Sci., Paris*, **217**, 683.
- BARRETT, C. S. (1945). *Tech. Publ. Amer. Inst. Mech. Engrs*, no. 1865.
- BRAGG, W. L. (1912). *Proc. Camb. Phil. Soc.* **17**, 43.
- BURGERS, W. G. (1948). *Comptes Rendus Congrès de Phys. des Métaux*. Amsterdam.
- CAUCHOIS, Y. (1946). *C.R. Acad. Sci., Paris*, **223**, 82.
- COMPTON, A. H. & ALLISON, S. K. (1935). *X-rays in Theory and Experiment*. London: Macmillan.
- DEHLINGER, U. (1933). *Z. Phys.* **83**, 832.
- GUINIER, A. (1943). *Rev. Sci., Paris*, p. 341.
- JAMES, R. W., BRINDLEY, G. W. & WOOD, R. G. (1929). *Proc. Roy. Soc. A*, **125**, 401.
- RENNINGER, M. (1934). *Z. Krystallogr.* **89**, 344.
- SMOLUCHOWSKI, R. (1946). *C.R. Acad. Sci., Paris*, **222**, 1496.
- WOOSTER, W. A. & MACDONALD, G. L. (1948). *Acta Cryst.* **1**, 49.