

Etude Expérimentale de la Propagation des Rayons X dans des Cristaux Parfaits Déformés Sous l'Action d'un Gradient Thermique*

PAR C. MALGRANGE

Laboratoire attaché à la chaire de physique théorique du Collège de France, Paris, France

(Reçu le 25 septembre 1968)

Silicon crystals are deformed by a uniform temperature gradient. The two X-ray wave fields emitted from a very weakly divergent wave packet incident on these crystals have been studied separately in the symmetric Laue case, with a double crystal spectrometer. The intensities of the two wave fields and the widths of the intrinsic rocking curves have been measured for values of the thermal gradient ranging from $-80^{\circ}\text{cm}^{-1}$ to $+80^{\circ}\text{cm}^{-1}$. The results obtained are compared with the theoretical results of Penning & Polder (1961, *Philips Res. Repts.* 16, 419). The agreement is very good.

Plusieurs auteurs ont étudié théoriquement la propagation des rayons X dans des cristaux légèrement déformés. Les diverses théories peuvent se classer en deux grands groupes: les théories que nous appellerons 'géométriques' (Penning & Polder, 1961; Kato, 1963, 1964*a, b*) et celles que nous appellerons 'générales' (Takagi, 1962; Taupin, 1964).

Nous avons comparé ces diverses théories et surtout montré dans quelle mesure elles se vérifiaient expérimentalement. Nous avons choisi comme déformation une courbure des plans réflecteurs due à l'action d'un gradient thermique appliqué entre les extrémités d'un cristal, d'une part parce que l'expression mathématique d'une telle déformation est simple et, d'autre part, parce que cette déformation se contrôle bien expérimentalement.

Les théories 'géométriques' font appel à des raisonnements d'optique géométrique. Les auteurs commencent par définir un vecteur d'onde 'local' satisfaisant localement aux équations de Laue. Le problème consiste alors à étudier la variation de ce vecteur d'onde en fonction de la position dans le cristal, pour une déformation donnée du réseau cristallin. Une fois ce problème résolu, il est facile de déduire des équations de Laue la direction de propagation de l'énergie en tout point du cristal, donc les trajets et l'intensité de chacun des champs d'ondes créés par l'onde incidente. Ces théories conservent le support de la surface de dispersion. Elles étudient, pour une déformation donnée, le déplacement du point caractéristique sur cette surface en fonction de la position dans le cristal. Pour obtenir la valeur de ce déplacement Penning & Polder traitent le problème par analogie avec la propagation des rayons lumineux dans un milieu d'indice variable; Kato démontre qu'on peut appliquer le principe de Fermat et il en déduit tous ses résultats.

Penning & Polder d'une part et Kato d'autre part, obtiennent les mêmes équations pour la variation du

vecteur d'onde en fonction de la profondeur dans le cristal. Ils en déduisent donc les mêmes trajets et les mêmes intensités des champs d'ondes.

Les théories 'générales' utilisent une méthode toute différente. Takagi, par exemple, résout les équations de Maxwell en cherchant comme solution une fonction de Bloch modifiée, formée d'ondes dont les amplitudes sont lentement variables. Il obtient, dans le cas à deux faisceaux, deux systèmes de deux équations aux dérivées partielles (un système pour chaque direction de polarisation). Ces systèmes ne peuvent pas être résolus analytiquement, sauf dans des cas très particuliers. Il faut, en général, les résoudre par le calcul numérique, à l'aide d'une calculatrice électronique (Authier, Malgrange & Tournarie, 1968). La théorie de Takagi est donc moins maniable que les théories géométriques et elle perd le support géométrique de la surface de dispersion. Par contre, elle ne fait pas appel à des notions d'optique géométrique (rayons) et elle tient compte des phénomènes de diffraction. Elle est donc très précieuse lorsqu'on s'intéresse aux phénomènes de diffraction.

Nous avons montré (Authier, Malgrange & Tournarie, 1968) que, si la déformation est due à l'action d'un gradient thermique s'exerçant entre les extrémités du cristal, les théories géométriques et la théorie de Takagi aboutissent aux mêmes résultats en ce qui concerne les trajets et les intensités. C'est pourquoi nous comparerons nos résultats expérimentaux à ceux de l'une quelconque de ces théories, soit, par exemple, celle de Penning & Polder qui est la plus facile à utiliser dans ce cas.

Les premières expériences faites sur des cristaux courbés sont dues à Hildebrandt (1959). Ce sont ses résultats qui ont suscité le calcul de Penning & Polder (1961). Ensuite Takagi, Kato puis Taupin ont publié leurs théories et plusieurs auteurs se sont alors intéressés à la vérification expérimentale de ces théories: Okkerse & Penning (1963); Hart (1966); Ando & Kato (1966). Les méthodes qu'ils ont utilisées ne leur permettaient pas d'étudier séparément les deux champs d'ondes. Les uns utilisaient des cristaux assez absorbants pour que subsiste seulement le champ 1, faible-

* Ce travail fait partie d'une thèse de doctorat d'Etat soutenue le 20 décembre 1967 (enregistrée au C.N.R.S. sous le numéro: A.O. 1895).

ment absorbé, les autres utilisaient des cristaux minces sur lesquels ils étudiaient les interférences entre les deux champs d'ondes.

Au contraire, le montage à deux cristaux que nous avons utilisé permet d'étudier séparément les deux champs d'ondes. Son principe est le suivant (Authier, 1961): un foyer linéaire F envoie un faisceau de rayons X sur un premier cristal C_1 , réglé en réflexion de Bragg, dans un montage en transmission (Fig. 1). Le faisceau réfléchi issu de ce cristal se focalise dans une région dont la distance au cristal est égale à celle du foyer au cristal. Une fente fine f ($50 \mu\text{m}$ environ) placée dans cette zone de focalisation permet d'isoler un pinceau de rayons X dont tous les rayons ont, quelle que soit leur longueur d'onde, le même écart à l'incidence de Bragg (à $0,1$ seconde près environ) par rapport à un second cristal, identique et parallèle au premier.

Le pinceau de rayons pratiquement parallèles, issus de la fente, donne naissance, dans le second cristal à deux champs d'ondes de directions de propagation distinctes. Ils se séparent dans le cristal à partir d'une certaine épaisseur d'autant plus faible que la largeur de la fente est plus petite. A la sortie du cristal chaque champ d'ondes donne naissance à deux ondes, une dans la direction de l'onde incidente, l'autre dans la direction de l'onde réfléchie. Sur un film photographique placé après le second cristal on obtient donc quatre pinceaux.

Dispositif expérimental

Nous avons appliqué un gradient thermique à des cristaux de silicium. Le dispositif expérimental que nous avons utilisé est analogue à celui de Hart (1966).

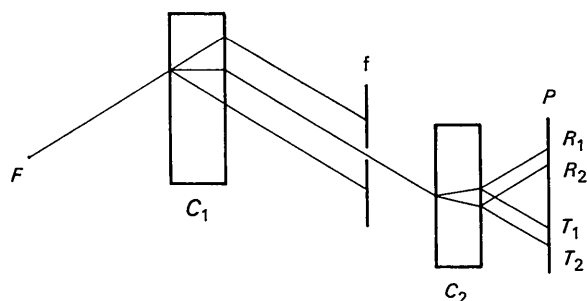


Fig. 1. Principe du montage à deux cristaux. $FC_1 = C_1f \approx 25 \text{ cm}$; $fC_2 = C_2P \approx 1 \text{ cm}$. P : plaque photographique. R : faisceau réfléchi; R_1 : champ 1; R_2 : champ 2. T : faisceau réfracté; T_1 : champ 1; T_2 : champ 2.

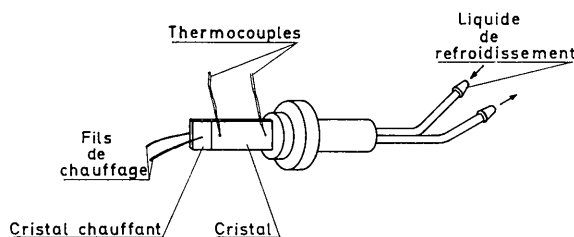


Fig. 2. Dispositif expérimental.

Une extrémité du cristal étudié est soudée à un petit réservoir de cuivre dans lequel circule un liquide thermostaté (Fig. 2). L'autre extrémité est soudée à un petit cristal de silicium peu résistant (15 ohms environ) qui sert de résistance chauffante. Deux fils fins soudés à cette résistance permettent de lui fournir un courant réglé. Des couples thermoélectriques du type chromel-alumel sont soudés à chaque extrémité du cristal étudié.

Les soudures sur le silicium sont faites à l'indium après nickelage du silicium par un procédé qu'on appelle 'electroless' (Brenner & Riddell Grace, 1946, 1947). Cette méthode nécessite une immersion complète de la pièce. On recouvre donc le cristal d'un vernis partout où l'on ne veut pas faire de soudures. Après le nickelage, le vernis est dissout dans un solvant.

L'ensemble de ce montage est fixé au porte cristal par l'intermédiaire du réservoir de cuivre uniquement, afin de créer le moins possible de tension.

Les couples ont été étalonnés par rapport à un thermomètre à mercure très précis. La température des extrémités du cristal, lue à l'aide des couples, varie de un degré au plus pendant douze heures, mais la valeur du gradient thermique dans le cristal ne varie que de $0,1^\circ\text{cm}^{-1}$ environ pendant le même temps. Cependant nous avons utilisé les couples pour obtenir simplement une courbe d'étalonnage nous donnant la valeur du gradient thermique en fonction de la puissance délivrée dans la résistance par l'alimentation stabilisée, lorsque le liquide thermostaté reste à une température fixe bien déterminée. Pendant les expériences, les couples sont dessoudés afin d'éliminer les tensions que provoquent ces soudures. La valeur du gradient thermique est alors obtenue à partir de la mesure de la puissance développée dans la résistance et de la courbe d'étalonnage.

On a donné au gradient thermique diverses valeurs comprises entre 0 et 80°cm^{-1} . La valeur de la température du cristal au niveau de l'impact du faisceau de rayons X varie d'une mesure à l'autre puisque la température du point chaud varie, tandis que le point froid reste à une température fixe au cours de l'ensemble des expériences. Nous avons vérifié que la différence de température entre le premier cristal (qui reste toujours à la température ambiante soit environ 22°) et le deuxième cristal ne détruisait pas la corrélation existant entre les diverses longueurs d'ondes composant le faisceau incident sur le second cristal et leur écart à l'incidence de Bragg sur ce même cristal.

Rappel des résultats théoriques obtenus par Penning & Polder

Nous donnerons les résultats de cette théorie dans le cas particulier où les plans réflecteurs utilisés sont perpendiculaires à la face d'entrée du cristal. Le paramètre qui indique l'efficacité de la déformation par rapport au trajet et à l'intensité des rayons X est:

$$\beta = \frac{2 \operatorname{tg} \theta_B}{\chi_h} (\mathbf{n} \cdot \nabla_{\mathbf{r}} \alpha T) \quad (1)$$

où θ_B est l'angle de Bragg,

χ_h , le terme de rang h du développement en série de Fourier de la susceptibilité électrique,

\mathbf{n} , un vecteur unitaire perpendiculaire aux plans réflecteurs et orienté ainsi que l'indique la Fig. 3,

α , le coefficient de dilatation linéaire du cristal,

T , la température.

On voit que la partie efficace du gradient thermique est sa composante perpendiculaire aux plans réflecteurs.

Nous avons indiqué sur la Fig. 3 dans quels cas la valeur de β est positive ou négative. Dorénavant, lorsque nous parlerons de gradient thermique positif ou négatif cela signifiera un gradient thermique correspondant à une valeur du paramètre β respectivement positive ou négative.

D'autre part, nous utiliserons le paramètre η défini par Authier*. Dans le cas symétrique, la valeur de η est donnée par la formule:

$$\eta = \frac{\Delta\theta \sin 2\theta_B}{C\chi_h} \quad (2)$$

où $\Delta\theta$ est l'écart à l'incidence de Bragg de l'onde incidente, et C est un paramètre qui vaut 1 ou $\cos 2\theta$ selon que l'onde incidente est polarisée perpendiculairement ou parallèlement au plan d'incidence.

Trajet des rayons dans le cristal

Les trajets des rayons X dans le cristal sont des fractions d'hyperboles dont les equations sont de la forme:

$$\left(\frac{\beta x}{\text{tg } \theta_B} \pm \sqrt{\eta_i^2 + 1}\right)^2 - (\beta z - \eta_i)^2 = 1, \quad (3)$$

où η_i est la valeur du paramètre η à l'entrée du cristal.

Les axes Ox et Oz représentés sur la Fig. 4 sont parallèles respectivement à la face d'entrée du cristal et à la normale à cette face d'entrée.

Le signe supérieur correspond au trajet du champ 1, le signe inférieur à celui du champ 2.

Cette équation montre que les asymptotes des trajets sont parallèles aux directions de l'onde incidente et de l'onde réfléchie et que, pour un gradient thermique donné, les trajets sont parallèles à des fractions de l'hyperbole H d'équation:

$$\left(\frac{\beta x}{\text{tg } \theta_B}\right)^2 - (\beta z)^2 = 1.$$

Pour connaître les trajets des rayons X pour une valeur quelconque de l'écart à l'incidence de Bragg de l'onde incidente, c'est à dire pour une valeur quelconque du paramètre η_i , il suffit de choisir sur cette hyperbole deux origines: une pour le champ 1, soit A de coordonnées:

$$x = \frac{\text{tg } \theta}{\beta} \cdot \sqrt{\eta_i^2 + 1}, \quad z = -\frac{\eta_i}{\beta}; \quad (4)$$

* Dans le cas symétrique η défini par Authier = $-\eta$ défini par Penning & Polder.

une pour le champ 2, soit A' de coordonnées:

$$x = -\frac{\text{tg } \theta}{\beta} \cdot \sqrt{\eta_i^2 + 1}, \quad z = -\frac{\eta_i}{\beta}. \quad (5)$$

Les trajets des rayons X sont les parties de l'hyperbole H , d'origines A et A' , dirigées dans le même sens que l'axe Oz , que l'on translate de façon que A et A' viennent en O (Fig. 4).

On peut remarquer que, dans tous les cas, la courbure du champ 1 est de même signe que celle des plans réflecteurs et la courbure du champ 2 est de signe opposé.

On voit aussi, d'après l'équation (3), que les trajets des rayons X au niveau de la face d'entrée sont évidemment tangents aux directions qu'auraient les champs d'ondes si le cristal était parfait.

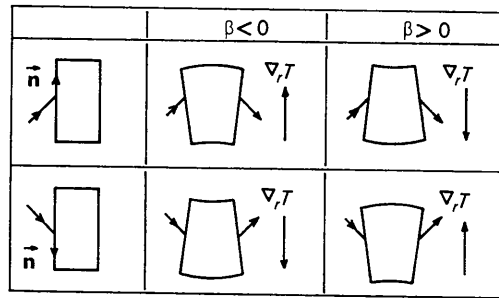


Fig. 3. Signe du paramètre β en fonction de l'orientation du gradient thermique par rapport au faisceau incident.

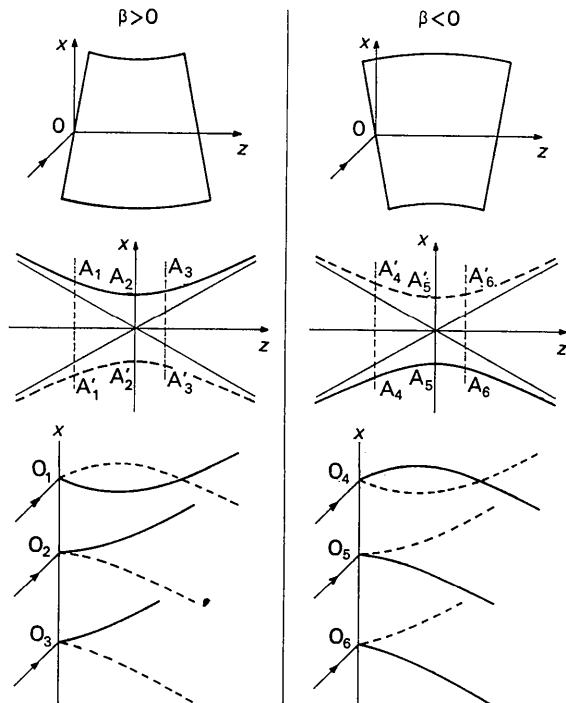


Fig. 4. Trajet des champs d'ondes en fonction du sens du gradient pour divers écarts à l'incidence de Bragg de l'onde incidente. — champ 1; ---- champ 2.

Intensité des ondes à la sortie du cristal

A la sortie du cristal, les deux ondes composant chaque champ d'ondes se séparent. On obtient ainsi quatre pinceaux, deux dans la direction de l'onde incidente, deux dans la direction de l'onde réfléchie. Soient I_{R1} et I_{R2} les intensités dans la direction réfléchie des ondes issues des champs 1 et 2 respectivement, et I_{T1} et I_{T2} celles des ondes issues des champs 1 et 2 dans la direction réfractée. Ces intensités sont données, d'après Penning & Polder, par les formules suivantes:

$$\frac{I_{T1}}{I_0} = \frac{1}{4\sqrt{\eta_i^2+1}\sqrt{\eta_e^2+1}(\sqrt{\eta_i^2+1}+\eta_i)(\sqrt{\eta_e^2+1}+\eta_e)} \times \exp\left[-\frac{\mu d}{\cos\theta}\left(1+\frac{\chi_{ih}}{\chi_{io}}\frac{1}{\beta d}\log\frac{\sqrt{\eta_e^2+1}+\eta_e}{\sqrt{\eta_i^2+1}+\eta_i}\right)\right]$$

$$\frac{I_{T2}}{I_0} = \frac{1}{4\sqrt{\eta_i^2+1}\sqrt{\eta_e^2+1}(\sqrt{\eta_i^2+1}-\eta_i)(\sqrt{\eta_e^2+1}-\eta_e)} \times \exp\left[-\frac{\mu d}{\cos\theta}\left(1-\frac{\chi_{ih}}{\chi_{io}}\frac{1}{\beta d}\log\frac{\sqrt{\eta_e^2+1}+\eta_e}{\sqrt{\eta_i^2+1}+\eta_i}\right)\right]$$

$$\frac{I_{R1}}{I_0} = \frac{\sqrt{\eta_e^2+1}+\eta_e}{4\sqrt{\eta_i^2+1}\sqrt{\eta_e^2+1}(\sqrt{\eta_i^2+1}+\eta_i)} \times \exp\left[-\frac{\mu d}{\cos\theta}\left(1+\frac{\chi_{ih}}{\chi_{io}}\frac{1}{\beta d}\log\frac{\sqrt{\eta_e^2+1}+\eta_e}{\sqrt{\eta_i^2+1}+\eta_i}\right)\right]$$

$$\frac{I_{R2}}{I_0} = \frac{\sqrt{\eta_e^2+1}-\eta_e}{4\sqrt{\eta_i^2+1}\sqrt{\eta_e^2+1}(\sqrt{\eta_i^2+1}-\eta_i)} \times \exp\left[-\frac{\mu d}{\cos\theta}\left(1-\frac{\chi_{ih}}{\chi_{io}}\frac{1}{\beta d}\log\frac{\sqrt{\eta_e^2+1}+\eta_e}{\sqrt{\eta_i^2+1}+\eta_i}\right)\right]$$

où I_0 est l'intensité du faisceau incident;

d l'épaisseur du cristal;

μ le coefficient d'absorption linéaire;

χ_{io} et χ_{ih} les termes de rang 0 et h respectivement du développement en série de Fourier de la partie imaginaire de la susceptibilité électrique;

η_i la valeur du paramètre η au niveau de la face d'entrée du cristal, η_e sa valeur au niveau de la face de sortie du cristal.

η_e est donné par la relation:

$$\eta_e = \eta_i - \beta d.$$

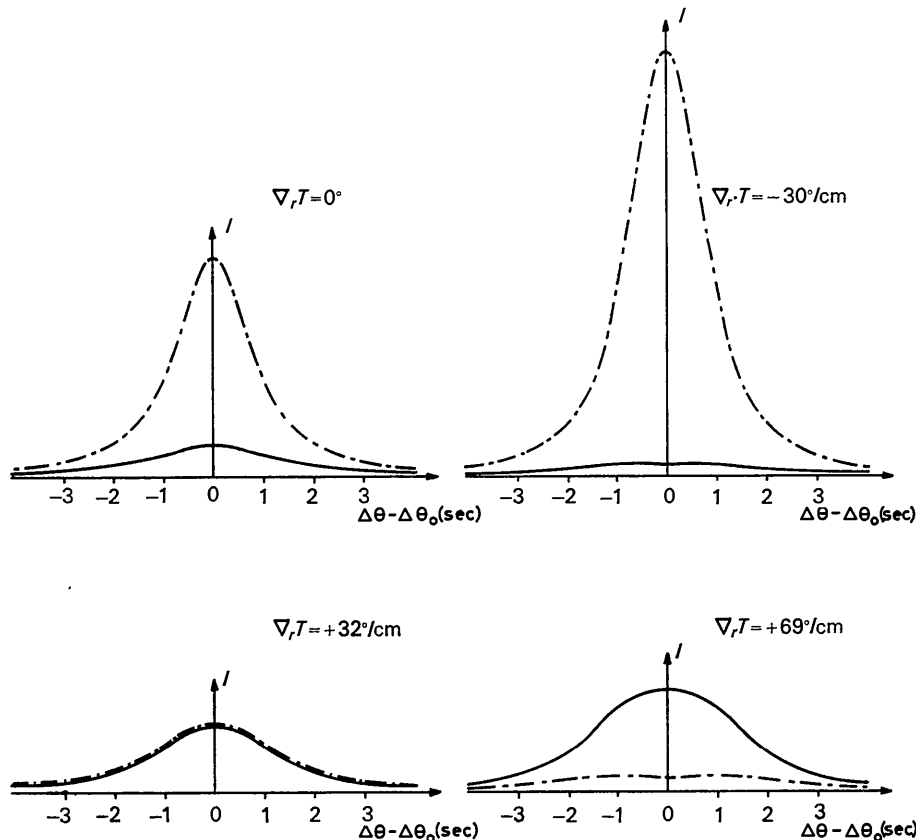


Fig. 5. Profils de réflexion théoriques calculés pour diverses valeurs du gradient thermique. Cristal de silicium d'épaisseur 0,7 mm; réflexion 220; rayonnement incident de longueur d'onde 0,7 Å. · · · champ 1; — champ 2.

Ces formules permettent de voir comment les profils de réflexion et de réfraction sont modifiés lorsqu'on applique un gradient thermique donné.

Si l'on considère uniquement les intensités dans la direction réfléchie on remarque les points suivants :

(1) Les profils de réflexion, tracés en fonction de η_i , restent symétriques, non plus par rapport à $\eta_i = 0$ comme dans le cas à gradient nul, mais par rapport à $\eta_i = \beta d/2$. Nous appellerons $\Delta\theta_0$ l'écart à l'incidence de Bragg correspondant à cette valeur particulière du paramètre η_i .

(2) Lorsque le cristal est parfait ($\beta = 0$), on sait que, dans la direction réfléchie, l'intensité maximale du champ 1 est supérieure à celle du champ 2. Le profil I_{R1} se situe nettement au dessus du profil I_{R2} (Fig. 5).

Lorsqu'on applique un gradient thermique négatif ($\beta < 0$), l'intensité I_{R1} augmente et I_{R2} diminue par rapport à leurs valeurs respectives lorsque $\beta = 0$. L'intensité du champ 2 devient de plus en plus négligeable par rapport à celle du champ 1.

Lorsqu'on applique un gradient thermique positif ($\beta > 0$), l'intensité I_{R1} diminue et I_{R2} augmente par rapport à leurs valeurs respectives à gradient nul. Les profils I_{R1} et I_{R2} se rapprochent et deviennent confon-

dus quand $\beta = \frac{\mu}{\cos \theta} \frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}}$. Remarquons que cette valeur

de β ne dépend pas de l'épaisseur, d , du cristal. Si on augmente encore le gradient, le champ 2 devient plus intense que le champ 1 (Fig. 5).

Largeur des profils de réflexion

Si l'on calcule, à l'aide des équations (6), un certain nombre de profils de réflexion, somme des profils de réflexion des champs 1 et 2 ($I_{R1} + I_{R2}$), pour une épaisseur donnée du cristal, on voit que la largeur de ces profils varie lorsque le gradient thermique varie. La variation de la largeur de ces profils en fonction du gradient thermique est représentée sur la Fig. 6, pour deux cristaux de silicium d'épaisseurs respectives 0,7 mm et 10 mm qui reçoivent le rayonnement $K\alpha$ du molybdène pour une réflexion 220.

On remarque sur la courbe en trait plein, c'est-à-dire pour une épaisseur de 0,7 mm, que la largeur augmente dès que le gradient est positif. Elle diminue légèrement pour de faibles gradients négatifs puis augmente pour des gradients négatifs de plus en plus forts.

La courbe en traits pointillés correspondant à un cristal de 10 mm d'épaisseur est très différente. La largeur du profil de réflexion augmente beaucoup plus vite lorsque le gradient thermique augmente. De tels cristaux sont donc très sensibles à de faibles gradients thermiques. Ceci explique que Hildebrandt (1959) ait pu étudier l'influence d'une déformation due à un gradient thermique, en appliquant un gradient thermique variant dans le très faible intervalle de $-0,6^\circ\text{cm}^{-1}$ à $+0,6^\circ\text{cm}^{-1}$. En effet, il utilisait un cristal de calcite (de coefficient d'absorption de 22 cm^{-1} pour la radiation utilisée) de 3,2 cm d'épaisseur.

Mais, sur un cristal aussi absorbant, le champ 2 est complètement absorbé. Hildebrandt ne pouvait donc étudier que l'influence d'un gradient thermique sur la propagation et l'intensité du champ 1, faiblement absorbé.

Si l'on veut étudier l'effet d'un gradient thermique sur chacun des deux champs d'ondes, il faut utiliser des cristaux minces. C'est la raison pour laquelle nous avons utilisé un cristal de silicium de 0,7 mm d'épaisseur; mais il faut alors appliquer un gradient thermique beaucoup plus élevé, de l'ordre de plusieurs dizaines de degrés.

Résultats expérimentaux

Nous avons mis en évidence un certain nombre de ces propriétés en utilisant un cristal de silicium de 0,7 mm d'épaisseur, recevant le rayonnement $\text{Mo } K\alpha$, de longueur d'onde $0,7\text{ \AA}$. Nous avons pu faire varier le gradient thermique de -80°cm^{-1} à $+80^\circ\text{cm}^{-1}$.

Intensité de chacun des champs d'ondes

Nous avons vu qu'on obtient, après le second cristal, quatre pinceaux: deux dans la direction de l'onde incidente, deux dans la direction de l'onde réfléchie. Ces quatre pinceaux impressionnent un film photographique placé après le second cristal. Nous avons étudié les deux pinceaux obtenus dans la direction réfléchie. La Fig. 7 représente ces pinceaux obtenus pour un gradient thermique nul [Fig. 7(a)] et pour un gradient thermique de 35°cm^{-1} [Fig. 7(b)]. Pour un gradient nul, le champ 1 est beaucoup plus intense que le champ 2. Pour un gradient positif de 35°cm^{-1} il est un peu moins intense que le champ 2. Or c'est pour un gradient de 32°cm^{-1} qu'on doit obtenir théoriquement des champs d'ondes d'intensités égales. L'expérience est donc en bon accord avec la théorie puisque pour un gradient supérieur à 32°cm^{-1} le champ 2 doit devenir plus intense que le champ 1.

On peut mesurer l'intensité de ces pinceaux. Il suffit de mesurer le noircissement des films photographiques

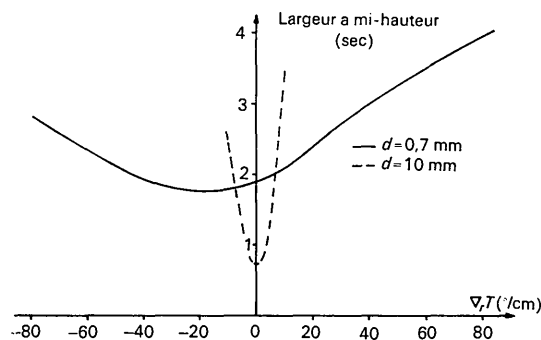


Fig. 6. Largeur des profils de réflexion théoriques en fonction du gradient thermique appliqué. Les courbes ont été calculées pour des cristaux de silicium recevant le rayonnement $\text{Mo } K\alpha$ et pour une réflexion 220. - - - - cristal d'épaisseur 0,7 mm; - - - - cristal d'épaisseur 10 mm.



Fig. 7. Pinceaux obtenus après le second cristal dans la direction du faisceau réfléchi. (a) $\nabla_r T = 0^\circ \text{cm}^{-1}$; (b) $\nabla_r T = 35^\circ \text{cm}^{-1}$
1: champ 1; 2: champ 2.

à l'aide d'un microdensitomètre. La Fig.8 représente les enregistrements de ces mesures pour diverses valeurs du gradient thermique. Toutes les photographies explorées au microdensitomètre correspondent à une valeur de l'écart à l'incidence de Bragg telle que l'intensité totale du faisceau réfléchi ($I_{R1} + I_{R2}$) soit égale à la moitié de l'intensité maximale de ce faisceau global.

L'aire mesurée sous chacun des pics obtenus nous donne l'intensité de chacun des champs d'ondes. Nous avons calculé le rapport des intensités des champs d'ondes ainsi mesurées soit I_{R1}/I_{R2} et nous l'avons com-

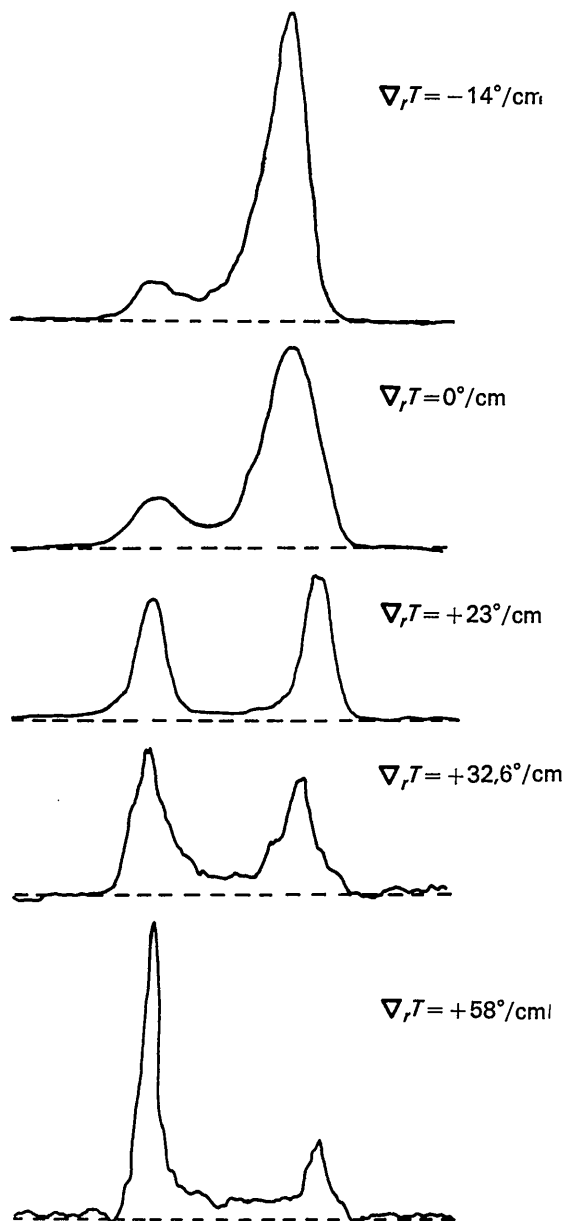


Fig.8. Intensités des champs d'ondes obtenues expérimentalement dans la direction réfléchi pour diverses valeurs du gradient thermique; à droite: champ 1; à gauche: champ 2.

paré aux résultats théoriques. La Fig.9 représente la courbe théorique et les valeurs obtenues expérimentalement. Il y a un bon accord entre les valeurs expérimentales et la courbe théorique.

Largeur des profils de réflexion

Nous avons mesuré les largeurs L des profils de réflexion pour diverses valeurs du gradient allant de -70°cm^{-1} à $+84^\circ\text{cm}^{-1}$. Les points expérimentaux sont représentés sur la Fig.10 où les trois signes différents correspondent à trois séries d'expériences différentes. Entre chacune de ces séries le cristal a été dessoudé puis ressoudé. Les résultats obtenus concordent assez bien avec la courbe théorique (en trait plein) bien que l'ensemble des points soient situés plutôt au dessus de cette courbe. Ces faibles divergences s'expliquent très bien. Nous y reviendrons dans la discussion.

Intensité maximale du faisceau réfléchi

On peut mesurer l'intensité maximale du faisceau réfléchi en fonction de la valeur du gradient thermique. Les valeurs que nous avons obtenues correspondent aux points représentés sur la Fig.11 où la courbe en trait plein est la courbe théorique dont l'échelle a été ajustée pour faire correspondre au mieux les valeurs théorique et les valeurs expérimentales.

L'ensemble de ces résultats montre que l'accord entre l'expérience et la théorie est très bon.

Discussion

Les soudures que nous avons dû faire sur le cristal de silicium le déforment légèrement. En effet, lorsque le cristal ne comporte aucune soudure, les traces des champs d'ondes obtenues après le second cristal sont parallèles entre elles. Par contre, lorsque ce même cristal comporte des soudures, ces traces ne sont plus parallèles entre elles mais courbées. Le faisceau incident étant formé de rayons qui ont tous la même incidence sur un cristal parfait, cela prouve que le cristal est légèrement déformé. Heureusement cette déformation est faible. Nous avons pris soin de tester les cristaux soudés, par la méthode de topographies de Lang. Les images obtenues ne révélèrent aucun défaut. Rappelons d'ailleurs que Hart (1966) qui a utilisé des cristaux taillés en forme de coin et soudés à peu près de la même façon n'a pas mis en évidence de déformations en utilisant cette même technique de Lang. Hart a étudié des topographies en pose fixe, qui sont très bonnes et présentent de nombreuses franges hyperboliques dont il a mesuré le déplacement en fonction du gradient thermique appliqué. (Signalons que notre interprétation des résultats de la théorie de Penning & Polder permet d'expliquer facilement les différences de contraste des topographies obtenues par Hart, pour deux réflexions symétriques (220 et $\bar{2}\bar{2}0$ par exemple) et que nous avons d'ailleurs retrouvées en faisant quelques topographies en pose fixe sur notre échantillon pour diverses valeurs du gradient thermique. En effet, prendre deux

topographies symétriques pour une valeur déterminée du gradient thermique, revient à obtenir deux valeurs opposées du gradient thermique (voir la Fig. 3). Or nous avons vu que pour un gradient positif, les intensités de chacun des deux champs d'ondes tendent à se rapprocher, deviennent même égales pour une valeur bien définie du gradient, puis le champ 2 devient plus intense que le champ 1. Il est donc normal que lorsqu'on applique un gradient positif progressivement à partir de 0°cm^{-1} , le contraste des interférences entre les champs d'ondes augmente (pour être maximum lorsque les champs d'ondes ont même intensité), puis qu'il diminue. Pour un gradient négatif, les intensités des deux champs d'ondes diffèrent de plus en plus, aussi le contraste ne fait que diminuer et les franges sont donc rapidement invisibles).

Les expériences faites avec un montage à deux cristaux révèlent donc une légère déformation due aux soudures. Heureusement, la légère déformation que nous avons créée en soudant le cristal ne masque pas les effets du gradient thermique mais elle explique que les largeurs des profils de réflexion obtenus soient en général situées au dessus de la courbe.

La courbe théorique (en trait plein) de la Fig. 10 a été tracée en prenant comme valeur du coefficient de dilatation linéaire du silicium, α , celle que donne Gibbons (1958) soit $\alpha = 2,35 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$. Hart (1966) a utilisé une valeur de α égale à $2,89 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ car cette valeur rendait le mieux compte de ses résultats expérimentaux. Sur la Fig. 10 nous avons représenté en pointillé la courbe théorique qu'on obtiendrait en prenant α égal à $2,89 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ (courbe 2). Nos résultats expérimentaux s'accordent plutôt mieux avec la courbe en trait plein si l'on tient compte d'une déformation résiduelle due aux soudures, mais la précision des mesures

ne permet pas de trancher entre l'une ou l'autre valeur de α .

On peut affirmer que les résultats expérimentaux que nous avons obtenus sont en bon accord avec les diverses théories faites jusqu'à présent et qu'on peut ainsi utiliser en toute sécurité les théories de Penning & Polder (1961) ou de Kato (1963, 1964a,b) tant qu'il s'agit d'intensités ou de trajets des rayons X. Naturellement si on s'intéresse aux phénomènes de diffraction, il faut faire appel à la théorie de Takagi (1962).

Je remercie vivement Monsieur le Professeur A. Authier pour ses nombreux conseils et encouragements. Je tiens à remercier Monsieur Y. Bernard, technicien du laboratoire, pour son aide efficace tout au long des expériences.

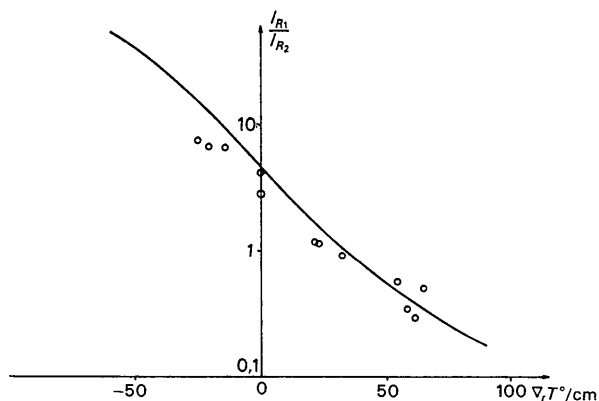


Fig. 9. Rapport des intensités des ondes réfléchies issues du champ 1 et du champ 2, obtenues expérimentalement en fonction du gradient thermique appliqué au cristal. — courbe théorique; \circ points expérimentaux.

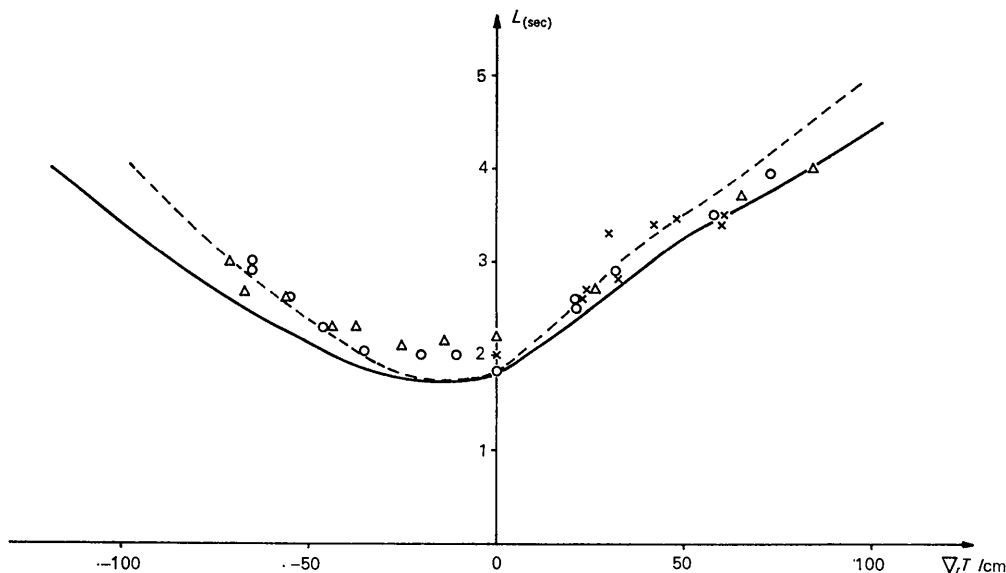


Fig. 10. Largeurs des profils de réflexion obtenus expérimentalement pour diverses valeurs du gradient thermique. — courbe théorique calculée pour $\alpha = 2,35 \cdot 10^{-6}$; - - - courbe théorique calculée pour $\alpha = 2,89 \cdot 10^{-6}$; Δ , \circ , \times points expérimentaux.

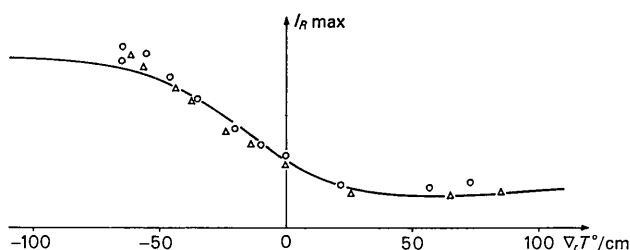


Fig. 11. Valeurs du maximum du profil de réflexion total obtenues expérimentalement pour diverses valeurs du gradient thermique. — courbe théorique dont l'échelle a été ajustée pour correspondre aux valeurs expérimentales. ○, △, valeurs expérimentales.

Références

- ANDO, Y. & KATO, N. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 284.
 AUTHIER A., (1961). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **84**, 51.

- AUTHIER, A., MALGRANGE, C. & TOURNARIE, M. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 126.
 BRENNER, A. & RIDDELL GRACE, E. J. (1946). *J. Res. Nat. Bur. Stand.* **37**, 31.
 BRENNER, A. & RIDDELL GRACE, E. J. (1947) *J. Res. Nat. Bur. Stand.* **39**, 385.
 GIBBONS, D. F. (1958). *Phys. Rev.* **112**, 136.
 HART, M. (1966). *Z. Phys.* **189**, 268.
 HILDEBRANDT, G. (1959). *Z. Kristallogr.* **112**, 312.
 KATO, N. (1963). *J. Phys. Soc. Japan*, **18**, 1785.
 KATO, N. (1964a). *J. Phys. Soc. Japan*, **19**, 67.
 KATO, N. (1964b). *J. Phys. Soc. Japan*, **19**, 971.
 KATO, N. & ANDO, Y. (1966). *J. Phys. Soc. Japan*, **21**, 964.
 OKKERSE, B. & PENNING, P. (1963). *Philips Res. Repts.* **18**, 82.
 PENNING, P. & POLDER, D. (1961). *Philips Res. Repts.* **16**, 419.
 TAKAGI, S. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 1311.
 TAUPIN, D. (1964). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **87**, 469.

Acta Cryst. (1969). **A25**, 363

Propriétés des Groupes d'Espace de Classe et de Réseau Donnés. Construction des Groupes d'Espace et des Groupes Magnétiques

PAR J. SIVARDIÈRE

Centre d'Etudes Nucléaires, Rue des Martyrs 38, Grenoble, France

(Reçu le 8 juillet 1968)

Space groups having the same translation subgroup and the same point group form an Abelian finite group. This property is used to simplify the construction of space groups. The case of magnetic groups is examined too, and the results are interpreted in Fourier space.

Propriété d'additivité des groupes d'espace

Soit G_e un groupe d'espace de réseau T et de classe G , $(\alpha|\tau_\alpha)$ et $(\beta|\tau_\beta)$ deux éléments de G_e :

$$\begin{aligned} (\alpha|\tau_\alpha) (\beta|\tau_\beta) &= (\alpha\beta|\alpha\tau_\beta + \tau_\alpha) \\ &= (\varepsilon|\mathbf{T}_{\alpha, \beta}) (\alpha\beta|\tau_{\alpha\beta}). \end{aligned} \quad (1)$$

On voit que G_e est une extension de G par T , définie par une application A de $G \times G$ dans T : à tout couple de rotations ponctuelles α et β , on associe une translation entière $\mathbf{T}_{\alpha, \beta}$. [Si on ajoute aux translations τ_α et τ_β des translations entières arbitraires, on obtient une application A' équivalente, définissant le même groupe G_e (Ascher & Janner, 1965.)]

L'application A satisfait la relation fonctionnelle suivante exigée par l'associativité du produit $(\alpha|\tau_\alpha) (\beta|\tau_\beta) (\gamma|\tau_\gamma)$:

$$\mathbf{T}_{\alpha, \beta} + \mathbf{T}_{\alpha\beta, \gamma} = \mathbf{T}_{\alpha, \beta\gamma} + \alpha\mathbf{T}_{\beta, \gamma}, \quad (2)$$

soit au total $g^2 - g$ relations.

Réciproquement soit A une application de $G \times G$ dans T satisfaisant ces $g^2 - g$ relations, elle définit un groupe d'espace de réseau T et de classe G . On peut en effet déterminer g vecteurs τ_α satisfaisant les g^2 relations linéaires:

$$\alpha\tau_\beta + \tau_\alpha = \mathbf{T}_{\alpha, \beta} + \tau_{\alpha\beta}. \quad (3)$$

Considérons alors deux groupes G_e^1 et G_e^2 de réseau T et de classe G , définis par les applications A_1 et A_2 (à une équivalence près). Soit A l'application somme de A_1 et A_2 , définie par:

$$\mathbf{T}_{\alpha, \beta} = \mathbf{T}_{\alpha, \beta}^1 + \mathbf{T}_{\alpha, \beta}^2. \quad (4)$$

L'application A satisfait la même relation fonctionnelle que A_1 et A_2 et par suite elle définit un groupe d'espace G_e de même réseau T et de même classe G , que nous appellerons somme de G_e^1 et G_e^2 .

Plus précisément, si τ_α^1 et τ_α^2 sont les translations non primitives associées à α dans G_e^1 et G_e^2 , $\tau_\alpha = \tau_\alpha^1 + \tau_\alpha^2$ est la translation associée à α dans G_e .