

PAULING, L. & EWING, F. Unpublished work.
 PAULING, L. (1949). *Proc. Roy. Soc. A*, **196**, 343.
 PAULING, L. (1950). *Proc. Nat. Acad. Sci. Wash.* **36**, 533.
 PAULING, L. (1955). *Amer. Scientist*, **43**, 285.
 RIEDERER, K. (1936). *Z. Metallk.* **28**, 312.

ROBERTSON, J. M. (1943). *J. Sci. Instrum.* **20**, 175.
 SAMSON, S. (1949). *Acta Chem. Scand.* **3**, 809, 835.
 STRAWBRIDGE, D. J., HUME-ROTHERY, W. & LITTLE,
 A. T. (1947). *J. Inst. Met.* **74**, 191.
 VOGEL, P. (1919). *Z. anorg. Chem.* **117**, 265.

Acta Cryst. (1957). **10**, 259

Dispositif Permettant l'Étude aux Rayons X par Réflexion de la Diffusion au Voisinage des Nœuds du Réseau Reciproque

PAR J. MANENC

O.N.E.R.A., Chatillon-sous-Bagneux, France

(Reçu le 15 octobre 1956)

A technique is described for studying the diffuse scattering in the neighbourhood of the Bragg reflexions from alloy crystals which undergo structural hardening. It employs strictly monochromatic radiation focused by reflexion.

Description de la méthode

L'étude de la répartition de l'intensité diffusée au voisinage immédiat des taches de Bragg, est souvent difficile pour les alliages à durcissement structural, par suite de l'étalement géométrique de la tache elle-même, étalement qui réduit le pouvoir séparateur. On peut utiliser un microfaisceau ou un microcristal, mais les temps de pose sont longs, parce que l'intensité diffusée est faible et que le rayonnement n'est pas rigoureusement monochromatique.

Nous avons employé la méthode suivante pour déterminer la forme des nœuds satellites qui appa-

raissent lors du vieillissement d'alliages à base de nickel. La méthode est dérivée du montage à deux monochromateurs croisés de Shenfil, Danielson & DuMond (1952) reprise par Rose & Barraud (1955).

Ici nous avons utilisé un seul monochromateur et remplacé le deuxième par le ou les cristaux à étudier (Fig. 1(a) et (b)).

Sur le dessin (Fig. 1(a)), l'axe de courbure du monochromateur M est vertical.

Les rayons X issus du foyer ponctuel F du tube sont réfléchis par le monochromateur dissymétrique M , et viennent se concentrer en F' en l'absence du cristal C , suivant une focale presque rectiligne. Le monochromateur peut réfléchir le rayonnement avec une ouverture de 2° environ grâce à la largeur spectrale de $\lambda K\alpha_1$ utilisée et des imperfections du cristal de quartz. C'est surtout la première cause qui intervient.

Les rayons qui passent en F' semblent provenir d'un arc de cercle $f'f''$.

Le cristal à étudier C est une plaquette; il a son plan réflecteur parallèle à la face, elle-même contenant l'axe $I'I''$ horizontal et perpendiculaire à fF' . Le point I de l'axe $I'I''$ est situé à mi-distance de fF' et au centre du cristal C . Lorsque C tourne autour de l'axe $I'I''$ les rayons issus de f sont réfléchis et viennent passer successivement en un point F'' tel que $fI = IF''$. Pour les rayons issus de $f'f''$ il y a focalisation approximative au point F'' .

Les causes d'aberrations sont les suivantes:

- La hauteur du foyer F .
- La dissymétrie des distances focales du monochromateur M , d'où il résulte une différence des distances $f'F'$, fF' et $f''F'$ donc un élargissement radial de la tache focale.

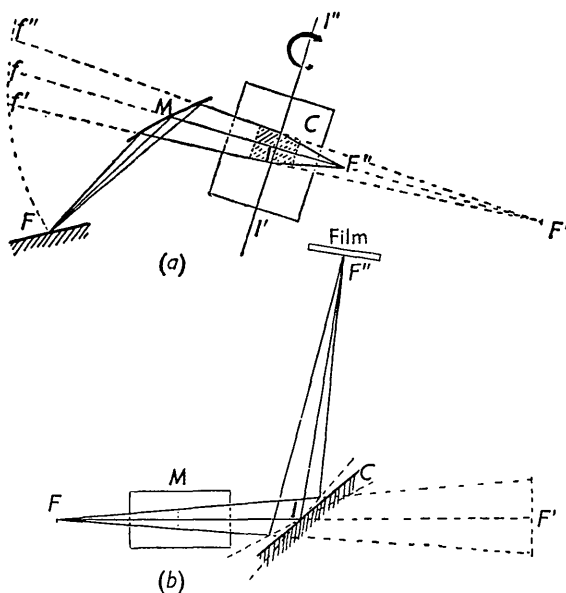


Fig. 1. Schémas de principe du montage.

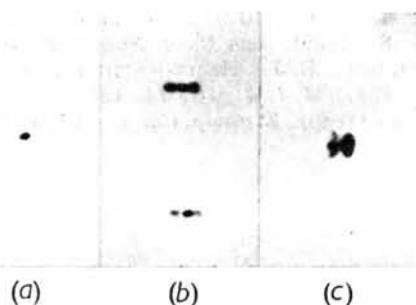


Fig. 2. Exemples de taches de Bragg obtenues avec cette méthode. (a) Réflexion de deuxième ordre d'une lame de quartz taillée suivant le plan (10 $\bar{1}$ 1); pose de 10 minutes; oscillation 10°. ($\times 4$.) (b) Nœuds satellites au voisinage de taches (200); stade de préprécipitation pour un alliage nickel-chrome 80/20 durci avec de l'aluminium et du titane; ouvertures horizontale et verticale: 0,25°. Les deux taches et leurs satellites proviennent de deux cristaux légèrement désorientés l'un par rapport à l'autre. ($\times 4$.) (c) Taches (111) correspondant à deux phases intermédiaires de structures légèrement quadratiques qui apparaissent au cours du vieillissement d'alliages nickel à 7,5% d'aluminium (750° C.; 290 heures). Plaquettes orientées suivant les trois directions [100]. Ouvertures: 0,25°. ($\times 4$.)

- (c) La convergence horizontale des rayons sur l'échantillon laquelle correspond à une rotation de la sphère de réflexion autour d'un axe vertical ce qui, pour une position fixe de l'échantillon autour de l'axe $I'I''$, donne une zone de réflexion élargie dans l'espace réciproque; mais l'ouverture étant faible, cette zone n'intervient pratiquement pas pour des angles de Bragg inférieurs à 80°.
- (d) L'élargissement chromatique lequel peut être évalué de la même manière que l'ont fait Shenfil *et al.*

Pratiquement avec des ouvertures verticales et horizontales inférieures à 1° d'angle, on obtient une tache de Bragg inférieure à 0,3 mm. de plus grande dimension. Les conditions sont les suivantes: foyer du tube 0,1 mm. de diamètre, anticathode cuivre, on ne prend que $\lambda K\alpha_1$, rayon de courbure du monochromateur 800 mm., angle de taille du quartz $\alpha = 6^\circ$, distance échantillon-film = 18 cm., angle de réflexion $\theta = 26^\circ$.

On peut obtenir des taches plus fines en diaphrag-

mant davantage mais par contre on accroît les temps de pose.

Ce qui précède n'est valable que pour un point de l'espace réciproque.

À la surface du film récepteur, correspond dans l'espace réciproque une portion de surface pour les points de laquelle la focalisation est réalisée. Pour les autres points la focalisation radiale se fait d'autant plus loin du film que l'on s'éloigne de la surface correspondante. L'exploration ne devra donc être faite qu'au voisinage immédiat du nœud où l'élargissement est suffisamment faible. La zone utile sera d'autant plus grande que l'ouverture du faisceau sera plus petite et l'angle de Bragg plus grand.

Il est donc possible avec cette méthode d'explorer l'espace réciproque autour d'un nœud par section (cristal fixe, ouverture verticale petite) ou par balayage (cristal tournant). Dans ce dernier cas on peut choisir l'axe de rotation de la sphère de réflexion par rapport au réseau réciproque en faisant pivoter convenablement le cristal autour de la normale au plan de réflexion.

Bien entendu, le cristal qui donne la tache de Bragg ne doit pas être déformé, ni polygonisé, autrement on obtient un arc sur l'anneau Debye-Scherrer correspondant. (La méthode pourrait, moyennant certaines précautions, servir pour l'étude de la désorientation des cristaux perturbés.)

Avantages de la méthode

Du fait de la focalisation, l'intensité est très grande et l'emploi d'un tube à foyer très fin et très brillant est un avantage.

Elle complète les méthodes classiques pour une étude très locale.

Les taches sont fines avec une distance échantillon-film qui peut être plus de cinq fois celle d'un cristallogramme ordinaire. De plus on opère en rayonnement rigoureusement monochromatique.

Bibliographie

- ROSE, J. & BARRAUD, J. (1955). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **78**, 449.
- SHENFIL, L., DANIELSON, W. E. & DUMOND, J. W. M. (1952). *J. Appl. Phys.* **23**, 854.