

chapter,  $32^96$  points in  $x_j$  space were reduced to several tens of millions because of symmetry and steric hindrance. A set of the observed  $I_{\text{obs}}$  values is not arbitrary but, as was pointed out in the above, more or less restricted. It is therefore favourable to take the weight of the points in  $x_j$  space into consideration. The results on SiC in the previous chapter showed various expectation values for reflexion intensities. This comes from the non-uniformity in  $x_j$  space, because both the big set and the small set include only those structures which satisfy certain limitations.

In relation to this discussion, it should be mentioned here that Hauptman (1964) showed how to infer the shape of the molecule directly from the intensity distribution without the information about phases. Conversely, when the shape of a molecule or a chemical unit of a crystal is known, a kind of unitary intensity, or the ratio of the observed intensities and the square of an absolute value of the structure factor for the above-mentioned unit, is very helpful to reduce the number of parameters  $J$ .

Let  $M'$  denote the mapped points of  $x_j$  space limited by steric hindrance and other possible information; then  $M'$  is a subset of  $M$  and has more sparse distribution than  $M$  has in  $I^h$  space, and therefore the requirement of experimental accuracy of  $I_{\text{obs}}$  for determining the structure uniquely becomes less severe. The extreme case is seen in the structure analysis of 96R-SiC (Tokonami, 1966), in which only the qualitative observed values were used; on modification so as to make the structure point fall on  $M'$ , utilizing certain algebraic characters found in the Patterson function,

the unique solution was obtained. In usual crystal analyses, it often happens that a few reflexions are considered to be subject to extinction effects and their intensity data are taken into account with small weights. This may be allowed from the viewpoint that only the points on  $M'$  have meaning in  $I^h$  space.

The authors express their thanks to Prof. S. Miyake for his advice in improving the method of presentation of these concepts.

#### References

- DIAMOND, R. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 627.  
 GOEDKOOP, J. A., MACGILLAVRY, C. H. & PEPINSKY, R. (1951). *Acta Cryst.* **4**, 491.  
 HAUPTMAN, H. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1421.  
 HOSOYA, S. (1958). Dissertation, Univ. of Wales.  
 HOSOYA, S. (1961). *J. Cryst. Soc. Japan*, **3**, no. 1, 2 (in Japanese).  
 HOSOYA, S. (1964). *J. Cryst. Soc. Japan*, **6**, 56 (in Japanese).  
 JAGODZINSKI, H. (1949). *Acta Cryst.* **2**, 201.  
 KARLE, J. & HAUPTMAN, H. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 392.  
 KRISHNA, P. & VERMA, A. R. (1965). *Z. Kristallogr.* **121**, 36.  
 MILLEDGE, H. J. (1962). *Proc. Roy. Soc. A*, **267**, 566.  
 NIGGLI, A., VAND, V. & PEPINSKY, R. (1961). In *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, p. 161. Oxford: Pergamon Press.  
 SAYRE, D. (1952). *Acta Cryst.* **5**, 843.  
 SHANNON, C. E. (1948). *Bell Syst. T. J.* **27**, 379.  
 TOKONAMI, M. (1966). *Miner. J. Japan*, **4**, 401.  
 TOKONAMI, M. & HOSOYA, S. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 908.  
 VAND, V. & NIGGLI, A. (1961). In *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, p. 266. Oxford: Pergamon Press.

*Acta Cryst.* (1967). **23**, 25

## Prévision de quelques Images de Dislocations par Transmission des Rayons X (Cas de Laue symétrique)

PAR DANIEL TAUPIN

*Centre de Calcul Numérique, Laboratoire de Physique Théorique et Hautes Energies,  
Faculté des Sciences, 91-Orsay (Seine et Oise), France*

(Reçu le 12 octobre 1966)

The author's dynamical theory of the diffraction of X rays by distorted crystals is applied to the computation of the images obtained in the Laue case (transmission) when a single dislocation is contained in an otherwise perfect crystal. Some results which have been obtained for various orientations of the Burgers vector are presented: dislocation far from the upper surface (entry), the width of the incident beam being infinite; dislocation in the vicinity of the upper surface, the width of the incident beam being infinite; dislocation in the vicinity of the upper surface, the incident beam being very narrow. The results are in good agreement with topographs published by different authors.

Dans un précédent travail (Taupin, 1964a, b) nous avons montré comment, à partir des équations de Maxwell, on pouvait étendre la théorie dynamique, maintenant devenue classique, de la diffraction des ray-

ons X par les cristaux parfaits au cas où les cristaux comportaient des défauts ou déformations élastiques, sans toutefois être limité à l'approximation en colonne comme dans la théorie de Howie & Whelan (1961,

1962), ni être conduit à négliger les phénomènes de 'Pendellösung' comme dans la théorie de Penning & Polder (1961).

Cette théorie présente d'ailleurs une grande analogie avec celle que Takagi (1962) a développée en s'intéressant plus particulièrement à la diffraction des électrons, mais qui peut s'étendre au cas des rayons X, étant donnée l'analogie formelle de la propagation de ces deux types de rayonnement; en particulier, dans le cas des ondes planes les systèmes d'équations obtenus ne présentent que des différences de présentation mathématique.

Nous en avons présenté trois applications:

(i) Le calcul du pouvoir réflecteur intégré, dans le cas de Bragg, de cristaux parfaits subissant une distortion telle que la flexion circulaire; ce calcul s'est révélé en très bon accord avec des mesures expérimentales absolues.

(ii) L'évaluation de ce pouvoir réflecteur intégré pour des cristaux contenant un nombre assez important de dislocations.

(iii) Enfin, la prévision détaillée de la structure de l'image d'une dislocation isolée, obtenue dans le cas de Laue à l'aide d'un diffractomètre double; l'aspect des figures obtenues était en très bon accord avec les clichés obtenus par divers auteurs (Borrmann, Hartwig & Irmler, 1958; Borrmann, 1959; Authier, 1961). Nous nous étions toutefois limités à l'étude d'un seul type de dislocation, celle-ci étant située à grande distance de la surface d'entrée du cristal, les seuls paramètres variables étant la nature et l'incidence exacte du faisceau incident.

Nous nous proposons ici, à la suite de cette étude, de préciser l'influence:

- de la nature de la dislocation ,
- de sa distance à la surface ,
- de la forme du faisceau incident .

Dans notre précédente étude, nous avons établi un système d'équations aux dérivées partielles, permettant de calculer pratiquement la répartition des intensités des ondes réfléchie et transmise dans un cristal comportant des défauts tels qu'une dislocation. Nous rappelons ci-dessous l'expression de ce système dans le cas d'une onde incidente plane:

$$i \frac{\lambda}{\pi} \frac{\partial D_H}{\partial x_H} = \psi_0 D_H + \psi_H D_0 - \alpha_H(0) D_H + 2\lambda \left[ \frac{\partial}{\partial x_H} (\mathbf{B}_H \cdot \mathbf{W}) \right] D_H \quad (1a)$$

$$i \frac{\pi}{\lambda} \frac{\partial D_0}{\partial x_0} = \psi_0 D_0 + \psi_H D_H \quad (1b)$$

où:

- $\lambda$  est la longueur d'onde dans le vide ,
- $D_0$  est l'amplitude de l'onde incidente ,
- $D_H$  est l'amplitude de l'onde réfléchie ,

$$\psi_0 = \psi'_0 + i\psi''_0 = - \frac{\lambda^2 R_e}{\pi V_c} F(0) \quad (2a)$$

$$\psi_H = \psi'_H + i\psi''_H = - \frac{\lambda^2 R_e}{\pi V_c} F(H) \quad (2b)$$

(ce coefficient doit être éventuellement multiplié par  $\cos 2\theta$  (facteur de polarisation)

- $R_e$  est le rayon classique de l'électron
- $V_c$  est le volume de la maille
- $F(0)$  est le facteur de structure (complexe) dans la direction incidente ,
- $F(H)$  est le facteur de structure (complexe) dans la direction réfléchie

$$\alpha_H(0) = 2(\theta_b - \theta) \sin 2\theta_b \quad (3)$$

- $\theta_b$  est l'angle de Bragg théorique pour le cristal parfait considéré ,
- $\theta$  est l'angle d'incidence effectif mesuré pour les parties parfaites du cristal, ( $\alpha_H(0)$  mesure la désorientation générale de l'échantillon par rapport à la condition de Bragg) ,
- $\mathbf{B}_H$  est le vecteur du réseau réciproque correspondant à la réflexion  $H$  considérée ,
- $\mathbf{W}$  est le vecteur déplacement, mesurant la déformation du cristal par rapport au cristal parfait.

$x_0$  et  $x_H$  sont des coordonnées obliques dont les axes sont parallèles respectivement à la direction incidente et la direction réfléchie.

Afin d'éliminer des variables qui n'interviennent que comme facteur d'échelle, nous utilisons les variables réduites suivantes:

$$A_0 = - \frac{\pi \psi'_H x_0}{\lambda} \quad (4a)$$

$$A_H = - \frac{\pi \psi'_H x_H}{\lambda} \quad (4b)$$

$$y_0 = - \frac{\alpha_H(0)}{2\psi'_H} \quad (5)$$

$$h = \frac{\psi_H}{\psi'_H} = 1 + i\kappa \quad (6)$$

D'autre part, nous ne calculons pas directement  $D_0$  et  $D_H$ , mais le rapport entre ces quantités et ce qu'elles seraient dans un cristal parfait à une distance infinie de la surface (c'est-à-dire lorsqu'un seul 'champ d'onde' subsiste); comme nous l'avons déjà dit, ce changement de variable présente l'avantage que les nouvelles inconnues  $Q_0$  et  $Q_H$  varient beaucoup plus lentement (elles se ramèneraient même à des constantes si le cristal était parfait et les ondes infinies) et que par conséquent les imprécisions du calcul numérique sont beaucoup plus faibles. De plus ces nouvelles fonctions  $Q_0$  et  $Q_H$  ne tendent plus rapidement vers zéro du fait de l'absorption, ce qui facilite l'étude de leur comportement.

Afin de mieux mettre en évidence la symétrie entre l'onde incidente et l'onde réfléchie, avantage qui se traduit encore par une meilleure précision des calculs, nous utilisons un changement de variables légèrement différent de celui de notre précédente étude (par. V.3);

la différence en ce qui concerne les quantités calculées est un facteur

$$\exp(i\pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H)$$

qui n'influence que les phases et n'est non négligeable qu'au voisinage immédiat des défauts; par contre, les modules étant inchangés, les figures présentées ici sont entièrement comparables aux précédentes.

Nous posons donc:

$$D_0 = Q_0 \left( -\frac{y + \sqrt{y^2 + h^2}}{h} \right) \exp \left\{ i \left[ (A_H + A_0) \left( \frac{\psi_0}{\psi_H} + y - \sqrt{y^2 + h^2} \right) - \pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H \right] \right\} \quad (7a)$$

$$D_H = Q_H \exp \left\{ i \left[ (A_H + A_0) \left( \frac{\psi_0}{\psi_H} + y - \sqrt{y^2 + h^2} \right) - \pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H \right] \right\} \quad (7b)$$

D'où le système:

$$i \frac{\partial Q_H}{\partial A_H} = Q_H \left[ \frac{\partial}{\partial A_H} (\pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) + (y + \sqrt{y^2 + h^2})(Q_0 - Q_H) \right] \quad (8a)$$

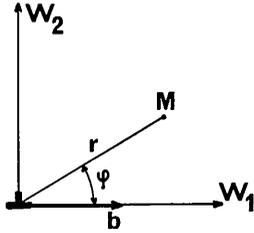


Fig. 1. Définition du vecteur déplacement.

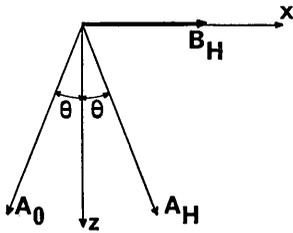


Fig. 2. Définition des axes de coordonnées par rapport aux directions incidente et réfléchie.

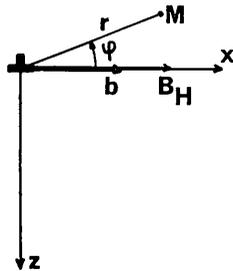


Fig. 3. Axes de coordonnées lorsque  $\mathbf{b}$  est parallèle à  $\mathbf{B}_H$ .

$$i \frac{\partial Q_0}{\partial A_0} = Q_0 \left[ \frac{\partial}{\partial A_0} (\pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) + (y - \sqrt{y^2 + h^2})(Q_0 - Q_H) \right] \quad (8b)$$

(convention: partie imaginaire du radical du signe de  $-\psi_H$ ).

Dans le cas d'une dislocation coin perpendiculaire au plan d'incidence, le déplacement  $\mathbf{W}$  en un point  $M(r, \varphi)$  (Fig. 1) est donné par l'expression:

$$W_1 = \frac{b}{2\pi} \left( \varphi + \frac{\sin 2\varphi}{4(1-\nu)} \right) \quad (9a)$$

$$W_2 = -\frac{b}{2\pi} \left[ \frac{(1-2\nu)}{2(1-\nu)} \log r + \frac{\cos 2\varphi}{4(1-\nu)} \right] \quad (9b)$$

Pour la résolution, nous utilisons deux axes de coordonnées:

$Ox$  parallèle à  $\mathbf{B}_H$  et  $Oz$  perpendiculaire à la surface d'entrée et dirigé vers la face de sortie, les unités de longueur étant égales à  $-\lambda/\pi\psi_H$  (voir Fig. 2).

Dans ces conditions:

$$x = (A_H - A_0) \sin \theta \quad (10a)$$

$$z = (A_H + A_0) \cos \theta \quad (10b)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial A_H} &= \frac{\partial}{\partial z} \frac{\partial z}{\partial A_H} + \frac{\partial}{\partial x} \frac{\partial x}{\partial A_H} \\ &= \cos \theta \frac{\partial}{\partial z} + \sin \theta \frac{\partial}{\partial x} \end{aligned} \quad (11a)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial A_0} &= \frac{\partial}{\partial z} \frac{\partial z}{\partial A_0} + \frac{\partial}{\partial x} \frac{\partial x}{\partial A_0} \\ &= \cos \theta \frac{\partial}{\partial z} - \sin \theta \frac{\partial}{\partial x} \end{aligned} \quad (11b)$$

Cas du vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  parallèle à  $\mathbf{B}_H$

Nous faisons partir les axes du centre de la dislocation. Dans ce cas (Fig. 3):

$$\cos \varphi = x/r \quad (12a)$$

$$\sin \varphi = -z/r \quad (12b)$$

$$r^2 = x^2 + z^2 \quad (13)$$

D'où:

$$\frac{\partial}{\partial x} (\pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) = (\mathbf{b} \cdot \mathbf{B}_H) \frac{z [(3-2\nu)x^2 + (1-2\nu)z^2]}{4(1-\nu)(x^2+z^2)^2} \quad (14a)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial z} (\pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) &= \\ &= -(\mathbf{b} \cdot \mathbf{B}_H) \frac{x [(3-2\nu)x^2 + (1-2\nu)z^2]}{4(1-\nu)(x^2+z^2)^2} \end{aligned} \quad (14b)$$

Soit:

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial A_H} (\pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) &= \\ &= \frac{(\mathbf{b} \cdot \mathbf{B}_H) [(3-2\nu)x^2 + (1-2\nu)z^2] [z \sin \theta - x \cos \theta]}{4(1-\nu)(x^2+z^2)^2} \end{aligned} \quad (15a)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial A_0} (\pi\mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) &= \\ &= \frac{(\mathbf{b} \cdot \mathbf{B}_H) [(3-2\nu)x^2 + (1-2\nu)z^2] [-z \sin \theta - x \cos \theta]}{4(1-\nu)(x^2+z^2)^2} \end{aligned} \quad (15b)$$

On peut alors constater, en reportant ces expressions dans le système (8) que les équations relatives à  $Q_0$  et  $Q_H$  sont identiques, à condition de changer  $x$  en  $-x$ . Nous retrouvons ici la symétrie évidente du phénomène physique, puisque la dislocation considérée est elle-même symétrique.

*Cas du vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  perpendiculaire à  $\mathbf{B}_H$*

Dans ce cas (Fig. 4):

$$\cos \varphi = z/r \quad (16a)$$

$$\sin \varphi = x/r \quad (16b)$$

$$r^2 = x^2 + z^2 \quad (17)$$

d'où:

$$\frac{\partial}{\partial x} (\pi \mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) = -(\mathbf{b}, \mathbf{B}_H, \mathbf{y}_0) \frac{x [(3-2\nu)x^2 + (1-2\nu)z^2]}{4(1-\nu)(x^2+z^2)} \quad (18a)$$

$$\frac{\partial}{\partial z} (\pi \mathbf{W} \cdot \mathbf{B}_H) = -(\mathbf{b}, \mathbf{B}_H, \mathbf{y}_0) \frac{z [(3-2\nu)x^2 + (1-2\nu)z^2]}{4(1-\nu)(x^2+z^2)} \quad (18b)$$

où  $\mathbf{y}_0$  est le vecteur unitaire porté par l'axe  $Oy$ .

Pour résoudre pratiquement le système différentiel (8) nous avons utilisé une extension de la méthode de Runge-Kutta du 3ème ordre.

Un programme (assez complexe) a été mis au point et utilisé sur l'ordinateur Univac 1107 de la Faculté des Sciences d'Orsay. Le calcul de chaque couple (incident et réfléchi) de figures demande de 15 à 30 minutes de calcul.

Nous avons déjà présenté, dans notre précédente étude, quelques répartitions d'intensités pour une dislocation donnée, en faisant varier la radiation utilisée, et l'écart à l'angle de Bragg.

Nous présentons ci-dessous quelques résultats obtenus pour la radiation  $\text{Cu } K\alpha$ , le silicium et la réflexion 220, la condition de Bragg étant rigoureusement satisfaite.

Les Figs. 7 et suivantes représentent, en courbes de niveau, les intensités, rapportées à ce qui se passerait dans le cas d'un seul champ d'onde, c'est-à-dire, les valeurs de  $|Q_0|^2$  et de  $|Q_H|^2$ .

Le haut de la figure est orienté vers la surface d'entrée; l'axe  $z$  (profondeurs croissantes) est vertical et orienté vers le bas, l'axe  $x$  horizontal orienté vers la droite.

Rappelons que, dans le cas de Laue dans lequel nous nous plaçons, la surface de sortie n'a évidemment aucune influence sur la propagation dans le cristal; par conséquent, n'importe quelle section horizontale de ces figures donne directement la répartition des intensités si le cristal était coupé à la profondeur correspondante. Mais on peut encore imaginer un échantillon taillé en biseau d'inclinaison assez faible, contenant une seule ligne de dislocation parallèle à la surface

d'entrée et perpendiculaire à son arête;\* les Figs. 7 et suivantes donnent alors directement, à une affinité près, les images bidimensionnelles obtenues (Fig. 5).

Le quadrillage correspond aux unités de longueurs réduites, dans les deux directions des axes, soit:

$$-\frac{\lambda}{\pi \psi'_H} = 5,13\mu.$$

Valeurs numériques utilisées:

$$\kappa = 0,037$$

$$\theta = 23,6^\circ$$

$$|\mathbf{b}| = a/\sqrt{2}$$

$$|\mathbf{b}| \cdot |\mathbf{B}_H| = 1.$$

*A. Dislocation placée à grande distance de la surface d'entrée:* c'est-à-dire à une distance telle que les ondes incidente et réfléchie aient atteint leur état d'équilibre (un seul champ d'onde). Les conditions à la partie supérieure du domaine d'intégration sont donc:

$$Q_0 = Q_H = 1.$$

Les Figs. 7 et 8 présentent la répartition des intensités de l'onde incidente en fonction de la profondeur pour une dislocation du vecteur de Burgers parallèle à  $\mathbf{B}_H$ . Nous n'avons pas représenté l'onde réfléchie, la répartition de celle-ci étant rigoureusement symétrique par rapport à un axe vertical passant par la dislocation.

On remarque, évidemment, le contraste 'noir-blanc' puis 'noir-blanc-noir' en dessous de la dislocation, ainsi que des franges du genre 'Pendellösung' s'atténuant progressivement.

On peut dire que l'effet de la dislocation est de rompre la propagation de l'énergie parallèlement aux plans réflecteurs, celle-ci étant renvoyée approximativement dans les directions incidente et réfléchie (un peu comme si le cristal s'arrêtait au niveau de la dislocation).

Remarquons une accumulation de rayonnement juste au-dessous de la dislocation pour laquelle  $\mathbf{b} \cdot \mathbf{B}_H > 0$ , et une ombre au-dessous de celle pour laquelle  $\mathbf{b} \cdot \mathbf{B}_H < 0$ . D'autre part, à grande distance, l'image de la première est plus contrastée; toutefois, ces effets sont assez faibles et il n'y aurait aucune différence si  $\kappa$  était nul. On peut donc en déduire que, pour des angles de Bragg de cet ordre de grandeur ( $23^\circ$ ), le signe du vecteur de Burgers ne pourra être déterminé que pour des dislocations situées à moins d'une distance

\* Nous avons négligé l'éventuelle influence de la proximité des surfaces du cristal sur les déformations causées par la dislocation.

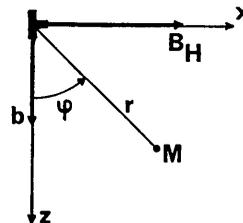


Fig. 4. Axes de coordonnées lorsque  $\mathbf{b}$  est perpendiculaire à  $\mathbf{B}_H$ .

d'extinction de la surface de sortie (approximativement).

Les Figs. 9 et 10 représentent la répartition des intensités (incidente et réfléchi) lorsque le vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  est parallèle à l'axe  $Oz$ , c'est-à-dire, perpendiculaire au vecteur de diffusion  $\mathbf{B}_H$ . Dans ce cas, la déformation des plans réticulaires, bien que plus faible et sans discontinuité, est suffisante pour créer une série de franges au-dessous de la dislocation. Nous n'avons pas trouvé dans la littérature d'exemples certains de ce cas, mais nous pensons qu'il doit expliquer dans certains cas l'observation de lignes d'ombre anormalement faibles.

*B. Dislocation à faible distance de la surface. Onde incidente illimitée:* Les Figs. 11 à 14 représentent la distribution des intensités pour une dislocation située approximativement à une période de 'Pendellösung' (c'est-à-dire une distance d'extinction, soit  $15,4\mu$ ) de la surface. Nos conditions initiales sont alors:

$$Q_H = 0$$

$$Q_0 = \sqrt{2}$$

pour

$$z = -3.$$

Le choix de cette constante  $\sqrt{2}$  est a priori arbitraire; son avantage est qu'à grande distance  $Q_0$  et  $Q_H$  tendront vers 1, ce qui facilitera la comparaison avec les Figs. précédentes 7 et 8. La surface se trouve au bord supérieur des figures.

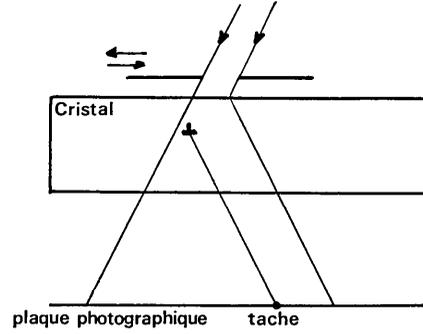


Fig. 6. Géométrie de la méthode de Lang.

8

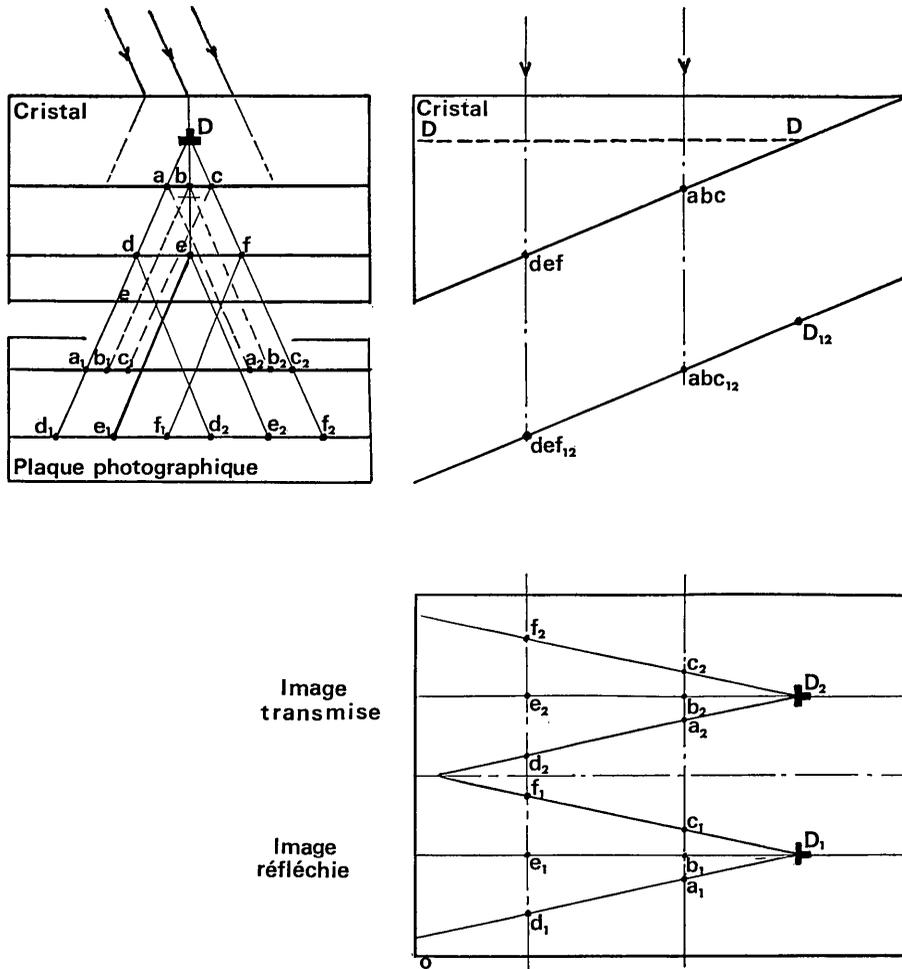


Fig. 5. Géométrie de l'expérience correspondant aux Figs. 7 et suivantes.

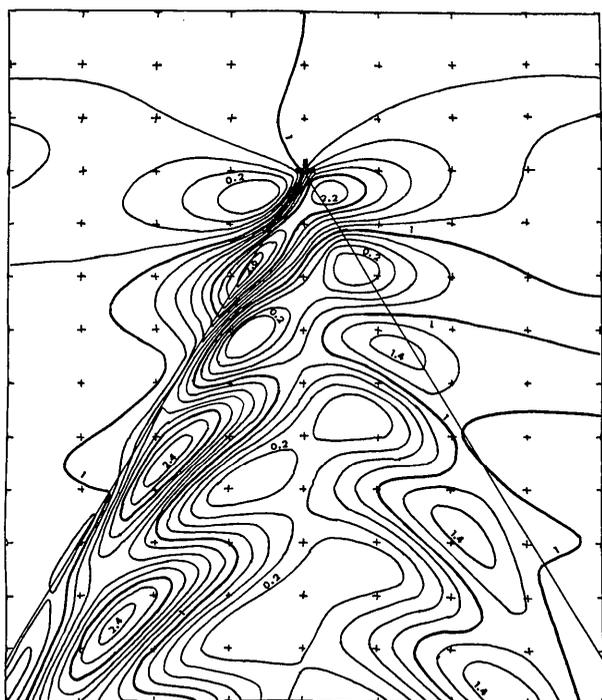


Fig.7. Intensité de l'onde incidente, silicium 220, Cu  $K\alpha$ , dislocation située à grande distance de la surface (vers le haut), incidence de Bragg exacte.  $b \cdot \mathbf{B}_H = 1$ . Quadrillage = (distance d'extinction/ $\pi$ ).

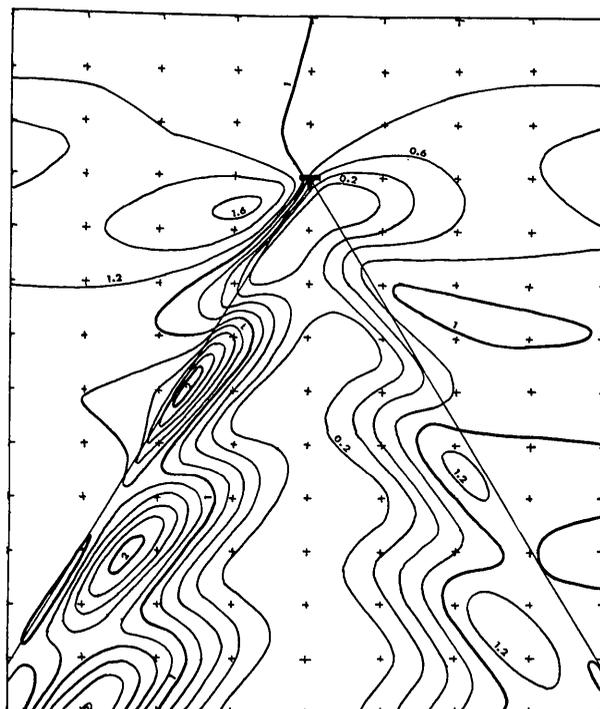


Fig.8. Intensité de l'onde incidente, silicium 220, Cu  $K\alpha$ , dislocation située à grande distance de la surface (vers le haut), incidence de Bragg exacte.  $b \cdot \mathbf{B}_H = -1$ . Quadrillage = (distance d'extinction/ $\pi$ ).

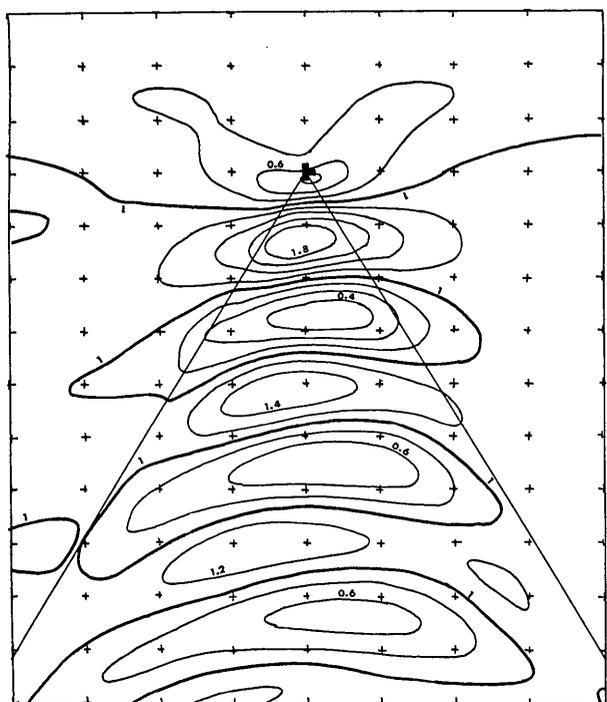


Fig.9. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220, Cu  $K\alpha$ , dislocation située à grande distance de la surface (vers le haut), incidence de Bragg exacte.  $b \perp \mathbf{B}_H$ . Quadrillage = (distance d'extinction/ $\pi$ ).

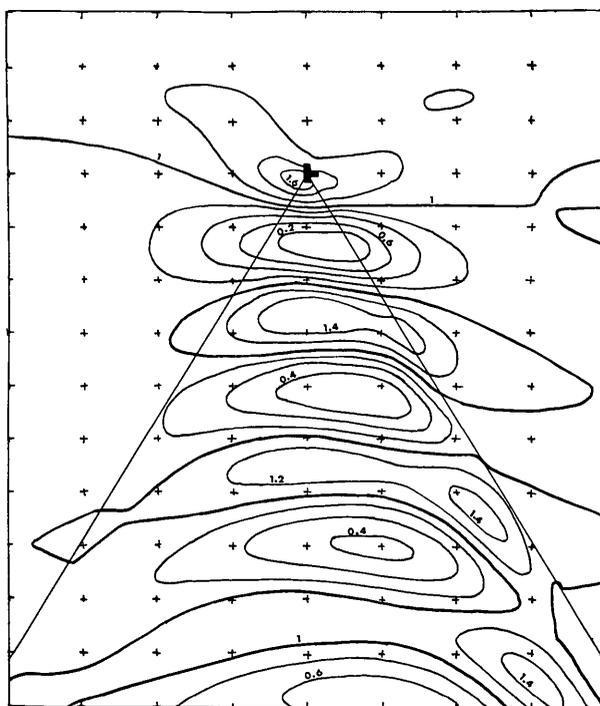


Fig.10. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220, Cu  $K\alpha$ , dislocation située à grande distance de la surface (vers le haut), incidence de Bragg exacte.  $b \perp \mathbf{B}_H$ . Quadrillage = (distance d'extinction/ $\pi$ ).

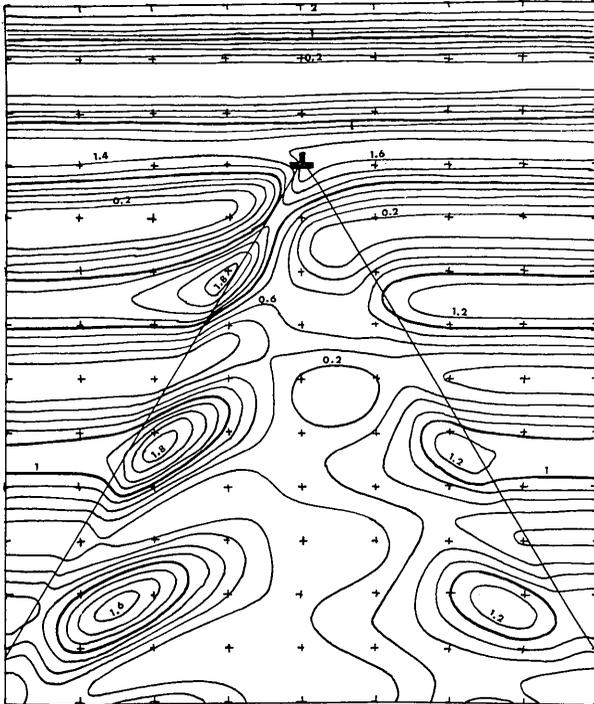


Fig.11. Intensité de l'onde incidente, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation située à  $3/\pi$  distances d'extinction de la surface (bord supérieur de la figure), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot \mathbf{B}_H = 1$ .

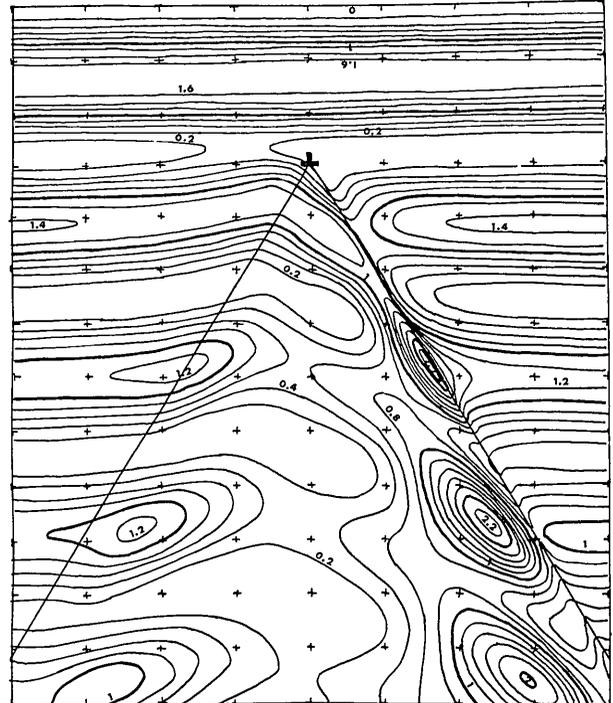


Fig.12. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation située à  $3/\pi$  distances d'extinction de la surface (bord supérieur de la figure), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot \mathbf{B}_H = 1$ .

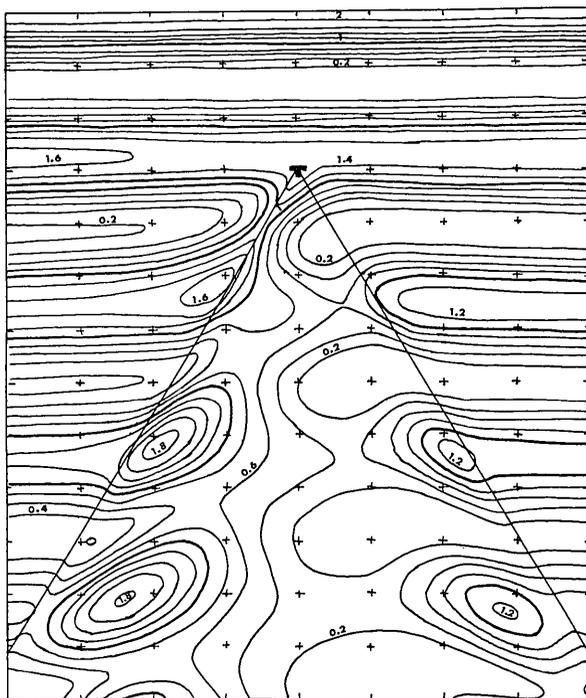


Fig.13. Intensité de l'onde incidente, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation située à  $3/\pi$  distances d'extinction de la surface (bord supérieur de la figure), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot \mathbf{B}_H = -1$ .

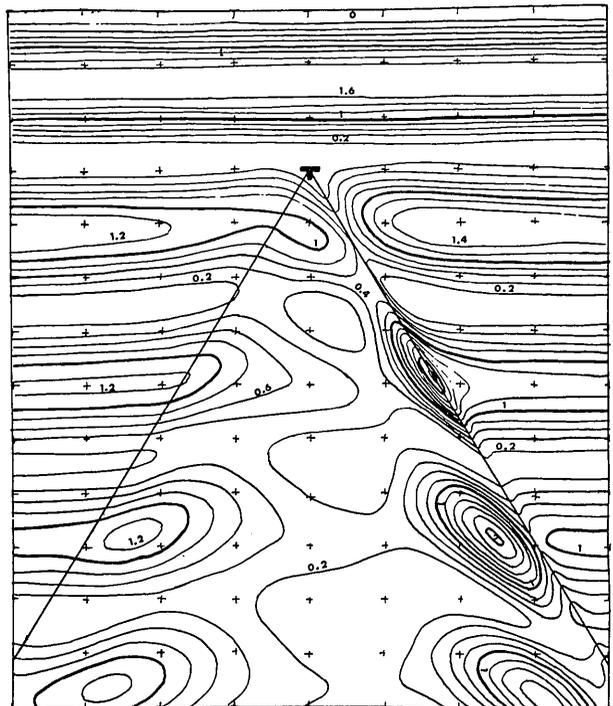


Fig.14. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation située à  $3/\pi$  distances d'extinction de la surface (bord supérieur de la figure), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot \mathbf{B}_H = -1$ .

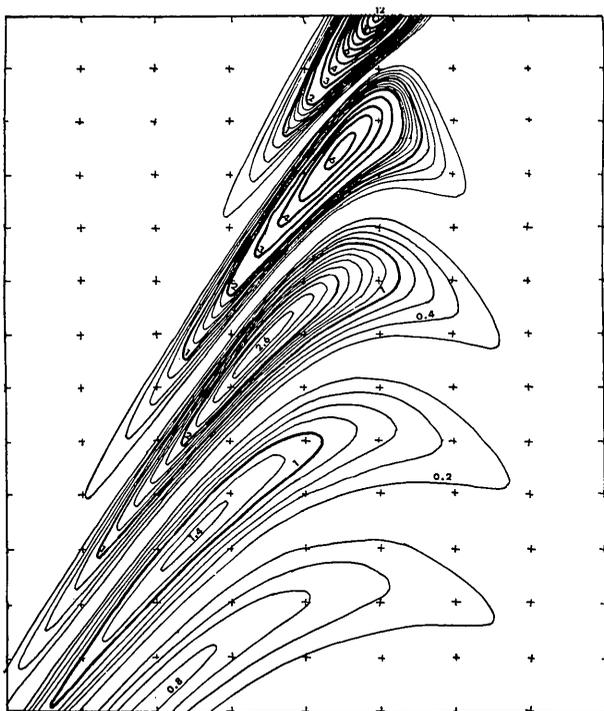


Fig. 15. Intensité de l'onde incidente, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , en l'absence de dislocation, le faisceau incident étant limité (largeur environ  $\frac{1}{3}$  distance d'extinction). Incidence de Bragg exacte.

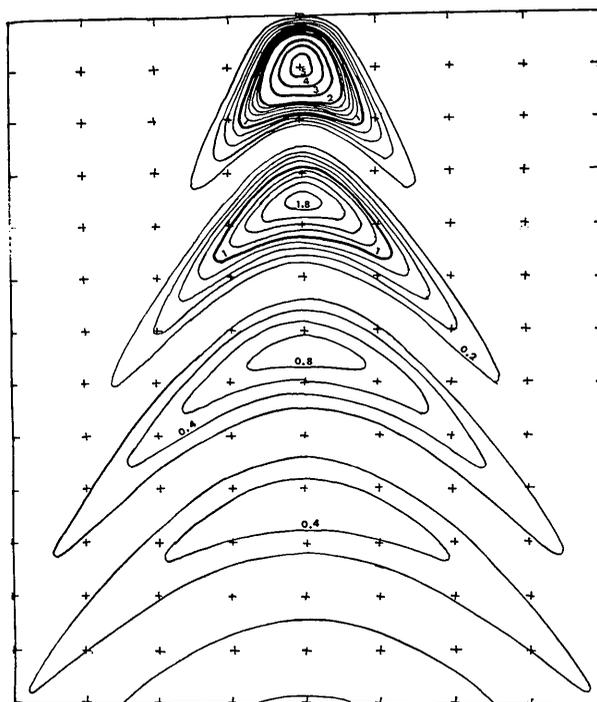


Fig. 16. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , en l'absence de dislocation, le faisceau incident étant limité (largeur environ  $\frac{1}{3}$  distance d'extinction). Incidence de Bragg exacte.

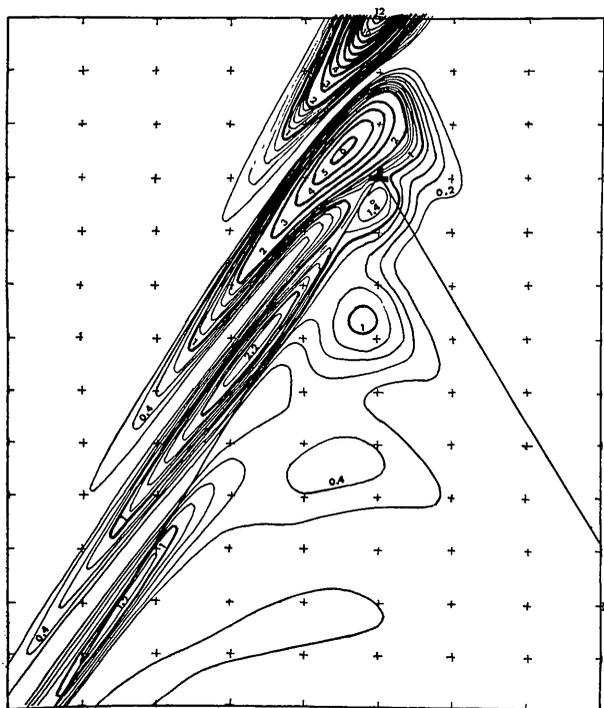


Fig. 17. Intensité de l'onde incidente, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation située à l'aplomb du faisceau à  $3/\pi$  distance d'extinction de la surface; faisceau limité (largeur  $\frac{1}{3}$  distance d'extinction), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot B_H = 1$ .

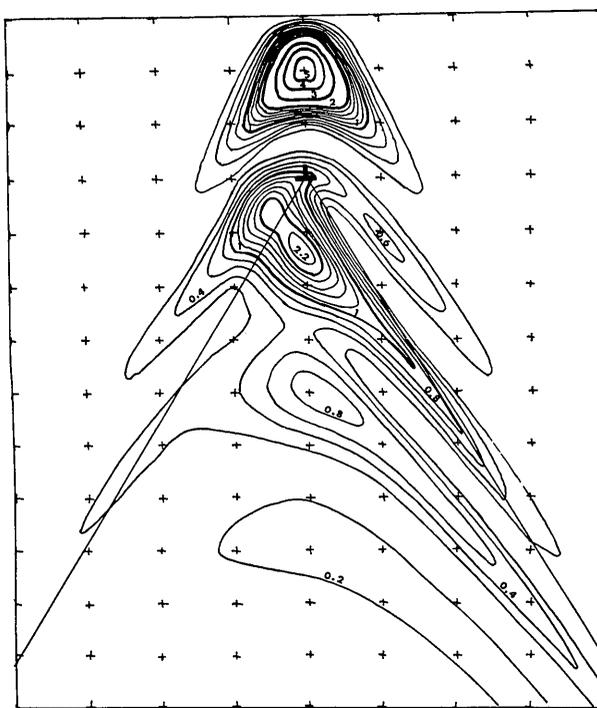


Fig. 18. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation située à l'aplomb du faisceau à  $3/\pi$  distance d'extinction de la surface; faisceau limité (largeur  $\frac{1}{3}$  distance d'extinction), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot B_H = 1$ .

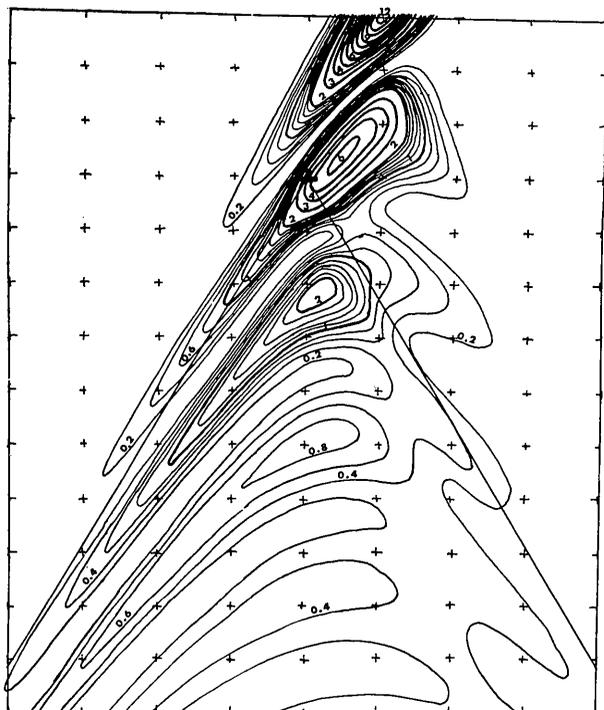


Fig.19. Intensité de l'onde incidente, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation décalée de  $1/\pi$  distance d'extinction et située à  $3/\pi$  distances d'extinction de la surface; faisceau limité (largeur  $\frac{1}{2}$  distance d'extinction), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot B_H = 1$ .

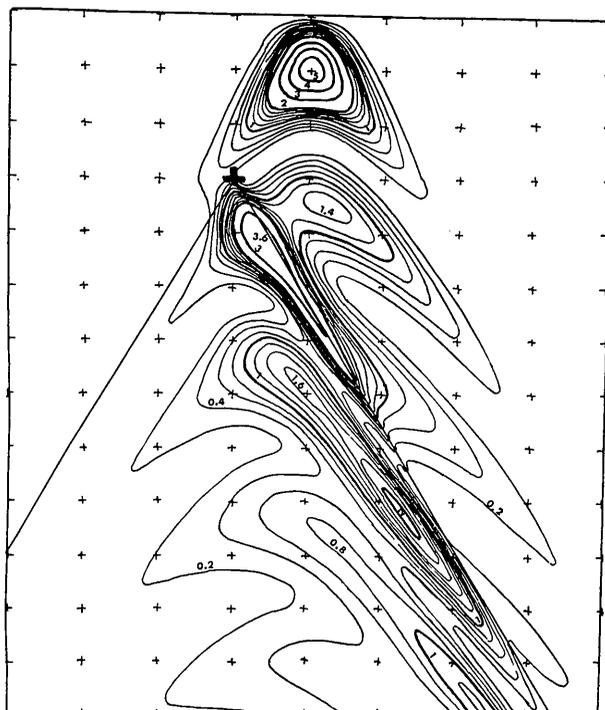


Fig.20. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation décalée de  $1/\pi$  distance d'extinction et située à  $3/\pi$  distances d'extinction de la surface, faisceau limité (largeur  $\frac{1}{2}$  distance d'extinction), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot B_H = 1$ .

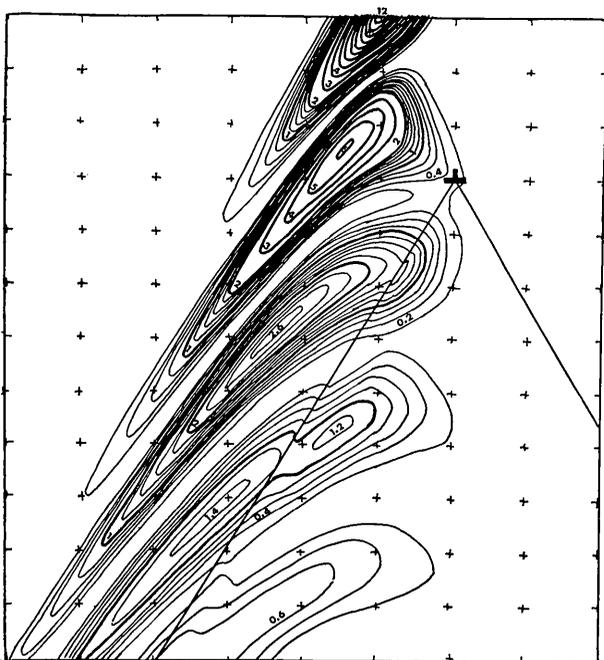


Fig.21. Intensité de l'onde incidente, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation décalée dans la direction réfléchie de  $1/\pi$  distance d'extinction et située à  $3/\pi$  distance d'extinction de la surface; faisceau limité (largeur  $\frac{1}{2}$  distance d'extinction), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot B_H = 1$ .

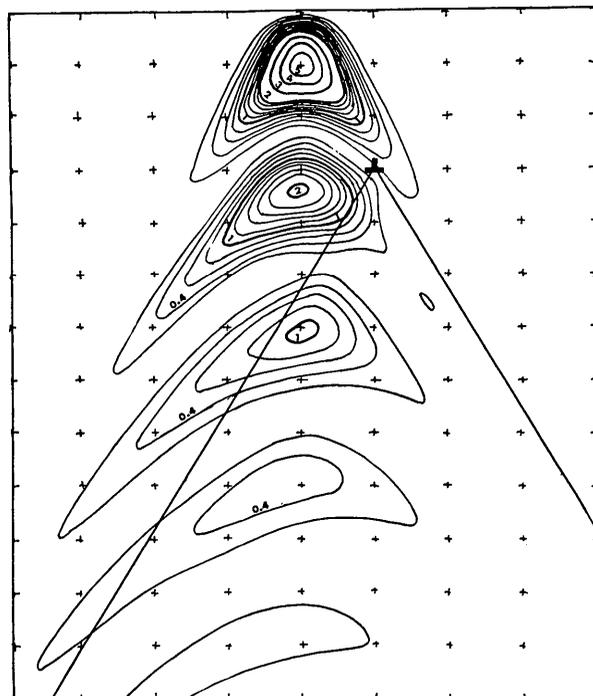


Fig.22. Intensité de l'onde réfléchie, silicium 220,  $\text{Cu } K\alpha$ , dislocation décalée dans la direction réfléchie de  $1/\pi$  distance d'extinction et située à  $3/\pi$  distances d'extinction de la surface; faisceau limité (largeur  $\frac{1}{2}$  distance d'extinction), incidence de Bragg exacte,  $b \cdot B_H = 1$ .

On remarquera, en dehors de la zone perturbée, les franges classiques, s'atténuant progressivement.

Quant aux répartitions en-dessous de la dislocation, elles ressemblent beaucoup à celles du cas précédent (Figs. 7 et 8), à savoir un contraste noir-blanc, puis noir-blanc-noir et un renforcement des franges sur les bords (ici encore, l'effet de la dislocation est d'interrompre la propagation parallèlement aux plans réflecteurs pour renvoyer l'énergie dans les directions incidente et réfléchie).

L'influence du signe du vecteur de Burgers est assez peu évidente, le contraste étant toutefois plus accentué si  $\mathbf{b} \cdot \mathbf{B}_H > 0$ .

*C. Dislocation à faible distance de la surface. Onde incidente limitée:* Nous avons choisi, comme condition à la surface:

$$Q_H = 0; Q_0 = 3,5 \exp(-4x)^2$$

soit un faisceau incident d'une largeur approximative de 5 microns. La constante 3,5 est ici encore choisie pour des raisons de commodité.

Les Figs. 15 et 16 représentent les intensités des ondes incidente et réfléchie en l'absence de dislocation; comparées aux figures suivantes elles permettront de distinguer plus aisément ce qui est dû à la nature du faisceau incident de ce qui est dû aux dislocations.

Étant donné la faible influence du signe du vecteur de Burgers pour la valeur de  $\kappa$  utilisée, nous nous limitons par la suite au cas où il est dirigé vers la droite (plan interstitiel vers le haut de la figure).

Les Figs. 17 et 18, concernant une dislocation placée juste à l'aplomb du centre du faisceau incident, à une distance d'environ une période de 'Pendellösung' de la surface (bord supérieur de la figure), montrent que la dislocation interrompt la propagation de l'énergie qui se faisait essentiellement dans la direction incidente (nous sommes encore loin de l'équilibre entre les ondes incidente et réfléchie) pour renforcer l'onde réfléchie, dans une direction parallèle à sa propagation dans le vide.

Les Figs. 19 à 22, correspondant à des positions variables de la dislocation par rapport au centre du faisceau incident, montrent que son influence est d'autant plus importante qu'elle se trouve à un endroit où l'intensité est grande, en renforçant en général l'onde réfléchie.

Ceci explique qualitativement les images obtenues par la méthode de Lang (1958) (intégration des intensités, la position du centre du faisceau étant variable), c'est-à-dire un accroissement de lumière dans une direction parallèle à la direction réfléchie, partant de la dislocation elle-même (Fig. 6).

Ces résultats sont en accord avec les calculs faits par Authier (1966) et Malgrange & Dumesnil (1966) correspondant à une dislocation située à une profondeur beaucoup plus grande dans le cristal.

### Conclusions

L'originalité des calculs dont nous avons présenté ici quelques résultats réside dans le fait qu'ils sont quan-

titatifs, qu'ils rendent compte des interférences entre les champs d'onde (cf. les calculs de Kambe (1963), d'après la théorie de Penning et Polder), et que d'autre part ils sont affranchis de l'approximation de 'colonne' utilisée par Howie et Whelan entre autres, valable en microscopie électronique (angles de Bragg inférieurs à  $1^\circ$ ), mais beaucoup plus discutable dans le cas des rayons X. Par contre, ils présentent l'inconvénient d'être très longs et de nécessiter des ordinateurs très puissants, à la fois du point de vue vitesse de calcul\* pour la résolution du système différentiel, et du point de vue capacité de stockage pour la mise en forme des courbes de niveau présentées ici.

Ces résultats permettent, en résumé, de prévoir:

(1) un contraste 'noir-blanc' ou 'blanc-noir', selon le signe du vecteur de Burgers, pour une dislocation proche de la surface de sortie dans un cristal épais;

(2) un contraste 'noir-blanc-noir' quel que soit le signe du vecteur de Burgers, pour une dislocation située assez loin de la surface de sortie (plusieurs distances d'extinction);

(3) pour une dislocation située à distance moyenne de la surface de sortie dans le cristal épais, on observe aussi le contraste 'noir-blanc-noir', mais si la dislocation n'est pas exactement parallèle à la surface, l'image de celle-ci apparaîtra ponctuée sur les bords, et ondulée, même si la ligne de dislocation elle-même est parfaitement rectiligne,

(4) pour une dislocation contenue dans un cristal mince taillé en biseau (d'angle très faible) on observe encore les phénomènes ci-dessus mais, la ponctuation sur les bords de l'image apparaît comme un simple renforcement des franges de 'Pendellösung' dues aux variations d'épaisseur; si la dislocation est proche de la surface de sortie, on observe aussi un contraste 'noir-blanc' dont le sens dépend du signe du vecteur de Burgers, mais probablement aussi (nous nous proposons de le vérifier ultérieurement) de sa distance à la face d'entrée;

(5) si le cristal est mince et le faisceau très étroit, une dislocation perturbe évidemment les franges hyperboliques calculées par divers auteurs (Takagi, 1962; Kato, 1963), et une partie de l'énergie est renvoyée dans la direction réfléchie [méthode de Lang (1958)].

(6) enfin, nous prévoyons que des dislocations dont le vecteur de Burgers est perpendiculaire au vecteur de diffusion, ne doivent pas être complètement invisibles si elles sont proches de la surface de sortie.

Nous nous proposons de poursuivre cette étude en examinant plus en détail l'influence de la profondeur de la dislocation dans des cristaux minces, ainsi que

\* Le calcul et le tracé de chacune des figures présentées ici demande environ 20 minutes sur l'ordinateur Univac 1107 que nous avons utilisé, dont le cycle de base est de  $4\mu\text{s}$  et la capacité de 65000 mots plus deux tambours magnétiques de 750000 mots chacun. Le programme, écrit en majeure partie en Fortran IV peut être facilement transposé pour un autre ordinateur de performances analogues.

l'influence de l'ordre de grandeur de l'angle de Bragg, ce qui nous permettra de savoir dans quelles limites l'approximation de 'colonne' (cas limite pour lequel l'angle de Bragg est nul) reste acceptable.

### Références

- AUTHIER, A. (1961). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **84**, 61.  
 AUTHIER, A. (1966). Denver Conference on X-Ray Analysis (à paraître – *Advances in X-Ray analysis*).  
 BORRMANN, G., HARTWIG, W. & IRMLER, H. (1958). *Z. Naturforsch.* **13A**, 423.  
 BORRMANN, G. (1959). *Physik. Blätter*, **15**, 508.  
 HOWIE, A. & WHELAN, M. (1961). *Proc. Roy. Soc. A*, **263**, 217.  
 HOWIE, A. & WHELAN, M. (1962). *Proc. Roy. Soc. A*, **267**, 206.  
 KAMBE, K. (1963). *Z. Naturforschung*, **18A**, 1010.  
 KATO, N. (1963). *Crystallography and Crystal Perfection*, p. 153. New York: Academic Press.  
 LANG, A. R. (1958). *J. Appl. Phys.* **29**, 597.  
 MALGRANGE, C. & DUMESNIL, F. (1966). *Acta Cryst.* **21**, A 22.  
 PENNING, P. & POLDER, D. (1961). *Philips Res. Rep.* **16**, 419.  
 TAKAGI, S. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 1311.  
 TAUPIN, D. (1964a). Thèse, Paris.  
 TAUPIN, D. (1964b). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **87**, 469.

*Acta Cryst.* (1967). **23**, 35

## The Determination of Accurate Unit-cell Dimensions from Inclined Weissenberg Photographs

BY N. W. ALCOCK\* AND G. M. SHELDRIK

*University Chemical Laboratory, Cambridge, England*

(Received 26 October 1966)

The method of Main and Woolfson for obtaining accurate unit-cell dimensions from ordinary zero-layer Weissenberg photographs is extended to general (including equi-inclination) upper-layer Weissenberg and oscillation photographs.

### Introduction

Main & Woolfson (1963) showed that accurate unit-cell dimensions could be obtained from the separations of the  $\alpha_1 - \alpha_2$  doublets on ordinary zero-layer Weissenberg photographs. The results are insensitive to errors in the camera radius and the same photographs are used for the intensity measurements and the determination of unit-cell dimensions; thus the method is particularly appropriate to low temperature studies. However when a crystal is grown *in situ* it is sometimes possible to obtain good photographs only about a single oscillation axis, with the result that not all the unit-cell dimensions can be determined from the single zero-layer photograph. Hence we have extended the technique to upper-layer photographs.

### Theory

The basis of our method is the determination of  $\sin^2\theta$  from the  $\alpha$  doublet separation  $t$  on the film at right angles to the oscillation axis direction. The unit-cell dimensions are then calculated analytically and their standard deviations estimated statistically. Main & Woolfson determined  $\sin \theta$ , which required a least-

squares iteration starting with approximate values of the cell constants.

For the zero-layers, instead of the approximation proposed by Main & Woolfson, we use the corresponding exact expression:

$$\sin^2\theta = \{1 + [(\delta\lambda/\lambda \sin \delta\theta) + \tan(\delta\theta/2)]^2\}^{-1} \quad (1)$$

where  $\delta\theta = t/2r$ ,  $r$  is the camera radius,  $\lambda$  is the  $\alpha_1$  wavelength and  $\delta\lambda$  the difference in  $\alpha_1$  and  $\alpha_2$  wavelengths.

For the upper layers it is necessary to know the value of the real unit-cell length  $a$  appropriate to the oscillation axis in order to calculate  $\sin^2\theta$ . In practice we begin with the approximation  $\delta\theta = t \cos \mu/2r$  where  $-\mu$  is the camera inclination angle (see below); this effectively assumes equi-inclination for both  $\alpha_1$  and  $\alpha_2$ , and that  $\sin^2\theta$  approaches unity. Hence, *via* (1) and the route outlined in the following section, an approximate value of  $a$  is found and substituted in the exact expression (below) for  $\sin^2\theta$ . This leads to a better approximation for  $a$ , which is resubstituted in the exact expression for  $\sin^2\theta$ , *etc.* This procedure is found to converge in three or four cycles.

Consider the stereographic projection shown in Fig. 1. The symbols (and signs thereof) are the same as in *International Tables for X-ray Crystallography* (1959), which is also the source for (7) below. Note that some authors give the opposite sign for  $\mu$ .  $I$  is the incident

\* Present address: School of Molecular Sciences, University of Warwick, Coventry, England.