

A. Němejcová-Kochanovská

Application d'un faisceau de rayons X légèrement divergents a l'étude des matieres polycristallines

Časopis pro pěstování matematiky a fysiky, Vol. 68 (1939), No. 3-4, 214--228

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/109442>

Terms of use:

© Union of Czech Mathematicians and Physicists, 1939

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://project.dml.cz>

Application d'un faisceau de rayons X légèrement divergents à l'étude des matières polycristallines.

A. Němejcová-Kochanovská, Praha.

(Reçu le 29 mars 1939.)

Nous montrons dans ce travail les analogies entre les cristaux mosaïques et les polycristallites d'où découle la possibilité d'appliquer aux matières polycristallines la même méthode que celle récemment indiquée par Bačkovský pour l'étude des monocristaux mosaïques. Nous donnons les formules pour la largeur et la variation de l'intensité des raies de Debye réfléchies par les polycristallites dans le cas d'un faisceau primaire divergent. Nous donnons une vérification expérimentale de ces formules. Nous indiquons l'application de cette méthode à la solution des principaux problèmes, qui se présentent en pratique dans l'étude des matières polycristallines.

Pour étudier les matières polycristallines on se sert en pratique de la méthode de Debye-Sherrer, qui utilise un faisceau des rayons X parallèles. Pour la définition du faisceau des rayons X parallèles on utilise un système de plusieurs fentes, généralement circulaires, ce qui a pour conséquence d'importantes pertes d'intensité. La matière à étudier a la forme d'une petite tige.

Pour étudier les monocristaux on se sert au contraire d'un faisceau légèrement divergent défini par une fente unique. Les monocristaux appelés mosaïques forment la transition entre les monocristaux idéaux et les polycristallites. La pratique a prouvé que justement les cristaux avec une forte structure mosaïque (sel gemme, blende) sont caractérisés par un grand pouvoir réflecteur.¹⁾ En plus, comme l'a montré Bačkovský,²⁾ on peut obtenir dans l'arrangement symétrique (les distances fente-cristal et cristal-film photographique étant égales) le même pouvoir séparateur c. à d. des raies de la même finesse qu'avec les monocristaux, qui partiellement, sont parfaits (quartz, calcite). Donc il s'en suit facilement qu'on peut utiliser un arrangement analogue aussi à l'étude des polycristallites.

¹⁾ V. Dolejšek, M. Jahoda, J. Ježek, M. Rozsival, *Nature*, **142** (1938), 253.

²⁾ J. Bačkovský, *Nature*, **141** (1934), 872.

Chez les cristaux mosaïques la quantité des microcristaux qui contribuent à la réflexion (quand on se sert d'un faisceau divergent) est donnée par la grandeur de la structure mosaïque, parce que celle-ci est d'ordinaire plus petite que la divergence du faisceau primaire. Au contraire chez les polycristallites (au moins tant qu'il n'y a pas une certaine orientation sensiblement privilégiée) p. ex. à cause d'un traitement mécanique), la quantité des microcristaux réfléchissants est donnée uniquement par la divergence du faisceau primaire. Une autre différence entre les monocristaux mosaïques et les polycristallites consiste en ce que chez les monocristaux mosaïques la dépendance de la quantité des microcristaux formant le mosaïque et déplacés d'un certain angle de la face de clivage, est donnée par la courbe de Gauss, tandis que chez les polycristallites les microcristaux sont, quant à leur orientation relativement à la surface plane réfléchissante, distribués uniformément, indépendamment de la direction.

Un faisceau primaire divergent a été utilisé pour l'étude des polycristallites par L. S. Palašnik³⁾ (avec application pratique à l'étude de la structure des dépôts électrolytiques). Cet auteur a envisagé dans son travail la question, quelle est la dépendance de la focalisation des raies de Debye réfléchies par un polycristallite plan, en supposant que le foyer de l'anticathode du tube des rayons X a une largeur finie mais une hauteur infiniment petite. Il a établi aussi les conditions pour que la diffusion totale des raies soit minimum.

Dans le travail présent il est montré comment la largeur et le parcours de la courbe d'intensité des raies de Debye, réfléchies par un polycristallite plan, dépendent de l'angle d'incidence, quand la position de la fente linéaire, qui délimite le faisceau primaire divergent, et qui est fixée à la circonférence d'un spectrographe circulaire, est fixe. Le film photographique est appliqué le long de la circonférence du spectrographe.

Par des considérations trigonométriques simples, il est facile de déduire que, si la fente ponctuelle et le film photographique sont situés le long de la circonférence d'un spectrographe circulaire de rayon r , la surface plane réfléchissante du polycristallite étant déplacée du centre du spectrographe de η , en plus la divergence du faisceau primaire, dont le rayon central passe par le centre du spectrographe, étant $2\psi_0$, et α étant l'angle d'incidence du rayon central du faisceau primaire, et en supposant en plus que le foyer de l'anticathode du tube ait une largeur finie mais une hauteur infiniment petite, alors l'angle central γ du rayon réfléchi, qui dans le faisceau primaire était dévié de ψ du rayon central, est donné par l'expression

³⁾ L. S. Palašnik, *Žurnal tehničkej fiziki*, 7, 20—21 (1937), 1990—1996 et 7, 22 (1937), 2103—2110.

suivante:

$$\gamma = 2\varphi - \alpha - \psi - \omega, \quad \sin \omega = \frac{\eta \sin 2\varphi}{r} \frac{\sin \psi \cdot \sin (2\varphi - \alpha - \psi)}{\sin (\alpha + \psi)}$$

où φ est l'angle de Bragg de la raie en question. De cette relation il suit pour les angles centraux $\gamma_2, \gamma_3, \gamma_1$, correspondant aux réflexions des deux rayons extrêmes et du rayon central du faisceau primaire:

$$\begin{aligned} \gamma_1 &= 2\varphi - \alpha - \omega_1, & \sin \omega_1 &= \frac{\eta \sin 2\varphi}{r}, \\ \gamma_2 &= 2\varphi - \alpha - \psi_0 - \omega_2, & \sin \omega_2 &= \frac{\eta \sin 2\varphi}{r} \frac{\sin \psi_0 \sin (2\varphi - \alpha - \psi_0)}{\sin (\alpha + \psi_0)} \\ \gamma_3 &= 2\varphi - \alpha + \psi_0 - \omega_3, & \sin \omega_3 &= \frac{\eta \sin 2\varphi}{r} + \frac{\sin \psi_0 \sin (2\varphi - \alpha + \psi_0)}{\sin (\alpha - \psi_0)} \end{aligned} \quad (1)$$

(voir aussi fig. 1).

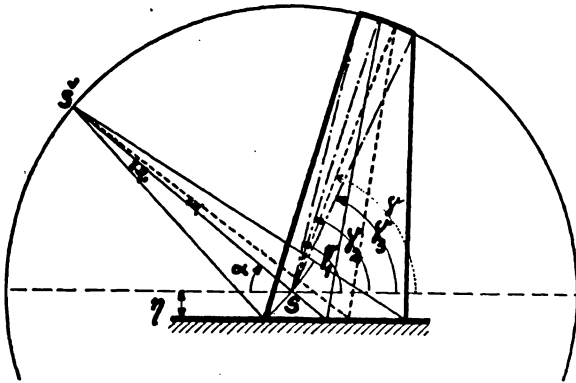


Fig. 1.

Alors la largeur angulaire⁴⁾ de la raie, dans le cas du faisceau primaire légèrement divergent, est donnée par la différence des angles des deux rayons extrêmes du faisceau réfléchi.⁵⁾

⁴⁾ Par l'expression „largeur de la raie“ nous ne comprenons pas la largeur de la raie à la demi-hauteur de la courbe de noircissement, comme d'ordinaire, mais la largeur totale de la raie entre les deux bases de la courbe de noircissement. Ce changement de la terminologie habituelle est bien justifié dans ce cas par le parcours asymétrique de la courbe de noircissement, l'intensité de la raie ne s'abaissant d'aucun côté continuellement jusqu'à zéro.

⁵⁾ Il faut bien remarquer, que les rayons extrêmes du faisceau réfléchi ne correspondent pas toujours forcément aux rayons extrêmes du faisceau primaire.

Dans ce qui suit nous allons envisager seulement le cas où $\eta = 0$, c. à. d. où la surface réfléchissante de la matière est située justement au centre du spectrographe. Ce cas a aussi dans l'application pratique de cette méthode le plus d'importance.

Pour des ψ_0 assez petits en négligeant les grandeurs du troisième et des ordres supérieurs en ψ , et pour $\eta = 0$, on déduit facilement que l'angle γ du rayon réfléchi, qui dans le faisceau primaire était dévié de ψ du rayon central, est donné par la relation suivante:

$$\gamma = 2\varphi - \alpha + 2\psi k_1 - \psi^2 k_2; \quad k_1 = \cos \varphi (\sin \varphi \cotg \alpha - \cos \varphi) \quad (1')$$

$$k_2 = \frac{\sin 2\varphi}{\sin^2 \alpha}.$$

La grandeur k_1 est toujours positive, supposé que l'angle d'incidence α est choisi égal ou plus petit que l'angle de Bragg de la raie de Debye, qui est dans l'ensemble des raies réfléchies caractérisée par les plus petits indices.

Pour calculer la largeur de la raie de Debye correspondante à l'angle φ de Bragg, il faut d'abord calculer les angles centraux γ des deux rayons extrêmes du faisceau réfléchi. On trouve facilement que ces deux angles sont donnés par les expressions suivantes:

$$\gamma_{\max} = 2\varphi - \alpha + \frac{k_1^2}{k_2} \quad \text{au cas } \psi_0 \geq \frac{k_1}{k_2} \quad (2a)$$

$$\gamma_{\min} = 2\varphi - \alpha - 2\psi_0 k_1 - \psi_0^2 k_2$$

$$\gamma_{\max} = 2\varphi - \alpha + 2\psi_0 k_1 - \psi_0^2 k_2 \quad \text{au cas } \psi_0 < \frac{k_1}{k_2} \quad (2b)$$

$$\gamma_{\min} = 2\varphi - \alpha - 2\psi_0 k_1 - \psi_0^2 k_2$$

La largeur angulaire l_a de la raie de Debye correspondante à l'angle φ de Bragg est:

$$l_a = \frac{k_1^2}{k_2} + 2k_1\psi_0 + \psi_0^2 k_2 \quad \text{au cas } \psi_0 \geq \frac{k_1}{k_2}, \quad (3)$$

$$l_a = 4\psi_0 k_1 \quad \text{au cas } \psi_0 < \frac{k_1}{k_2}.$$

Pour la mesure précise des distances des raies il est nécessaire de connaître la position „du milieu“ de la raie c. à. d. de l'endroit de la raie correspondant au rayon central du faisceau primaire ($\psi = 0$). Des formules déduites il suit que la distance angulaire du milieu de la raie de sa frontière du côté des longueurs d'ondes croissantes est donnée par les expressions suivantes:

$$\Delta_0 = \frac{k_1^2}{k_2} \quad \text{au cas } \psi_0 \geq \frac{k_1}{k_2}, \quad (4)$$

$$\Delta_0 = 2\psi_0 k_1 - \psi_0^2 k_2 \quad \text{au cas } \psi_0 < \frac{k_1}{k_2}.$$

De ce qui précède il est évident que la raie est la plus étroite si l'angle d'incidence $\alpha = \varphi$. Alors k_1 est égal à 0 et $k_2 = 2 \cotg \varphi$, ce qui montre que l'influence de la divergence du faisceau primaire ne se fait remarquer que par les grandeurs du deuxième et des plus grands ordres, et est d'autant plus petite, que l'angle de Bragg de la raie envisagée est plus grand.

La variation de l'intensité de la raie réfléchie est déterminée de la façon suivante:

Supposons que dans le faisceau primaire incident l'intensité est distribuée d'une façon uniforme, de sorte que le domaine angulaire $d\psi$, défini par les rayons ψ et $\psi + d\psi$, contient une quantité d'énergie lumineuse $dI = a d\psi$. Chez les polycristallites (à la différence des monocristaux mosaïques) les microcristaux sont distribués, quant à l'orientation du plan cristallographique en question, d'une façon uniforme dans toutes les directions. On peut poser donc l'énergie réfléchie correspondante $dI_r = b d\psi$. Cette énergie réfléchie agit sur le film photographique dans un domaine angulaire $2(k_1 - \psi k_2) d\psi$ (voir la relation 1'). Donc le rayon dévié de ψ du rayon central tombe sur le film, après réflexion, avec une densité d'énergie lumineuse $I = \frac{b}{2(k_1 - \psi k_2)}$.

Pour la détermination de l'intensité de la raie à une place quelconque Δ il suffit de s'assurer quels rayons de faisceau primaire tombent après réflexion à cet endroit, Δ étant mesuré à partir du rayon réfléchi, qui correspond au rayon central du faisceau incident, positivement dans le sens des λ croissants et négativement dans le sens des λ décroissants.

Il faut distinguer deux cas:

a) Pour la raie en question est $\psi_0 \geq \frac{k_1}{k_2}$. A chaque endroit $\frac{k_1^2}{k_2^2} \geq \Delta \geq 2k_1\psi_0 - k_2\psi_0^2$ de la raie tombent après réflexion deux rayons du faisceau primaire dont les ψ sont $\psi_{1,2} = \frac{k_1}{k_2} \pm \sqrt{\left(\frac{k_1}{k_2}\right)^2 - \frac{\Delta}{k_2}}$, tandis qu'à chaque autre endroit de la raie c. à. d. à l'endroit $2k_1\psi_0 - k_2\psi_0^2 \leq \Delta < 2k_1\psi_0 - k_2\psi_0^2$ tombe après réflexion seulement un rayon, dont le ψ est $\psi = \frac{k_1}{k_2} - \sqrt{\left(\frac{k_1}{k_2}\right)^2 - \frac{\Delta}{k_2}}$. On vérifie facilement que l'énergie totale de la raie réfléchie est donnée par l'expression suivante:

$$I = \int_{-2k_1\psi_0 - k_1\psi_0^2}^{\frac{k_1^2}{k_2}} \frac{b}{2\sqrt{k_1^2 - \Delta k_2}} d\Delta + \int_{2k_1\psi_0 - k_1\psi_0^2}^{\frac{k_1^2}{k_2}} \frac{b}{-\sqrt{k_1^2 - \Delta k_2}} d\Delta = 2b\psi_0$$

ce qui est d'accord avec l'énergie totale réfléchie supposée.

b) Pour la raie en question est $\psi_0 < \frac{k_1}{k_2}$. A chaque endroit $2k_1\psi_0 - k_2\psi_0^2 \geq \Delta \geq -2k_1\psi_0 - k_2\psi_0^2$ de la raie tombe après réflexion un seul rayon du faisceau primaire dont le ψ est $\psi = \frac{k_1}{k_2} - \sqrt{\left(\frac{k_1}{k_2}\right)^2 - \frac{\Delta}{k_2}}$. Donc l'énergie totale de la raie est donnée par l'expression suivante:

$$I = \int_{-2k_1\psi_0 - k_1\psi_0^2}^{2k_1\psi_0 - k_1\psi_0^2} \frac{b}{2\sqrt{k_1^2 - \Delta k_2}} d\Delta = 2b\psi_0.$$

Si l'angle d'incidence justement égale à l'angle φ de Bragg de la raie correspondante, les formules ci dessus se simplifient. Pour $\alpha = \varphi$, est $k_1 = 0$ et $k_2 = 2 \operatorname{ctg} \varphi$. A chaque endroit $-\Delta$ de la raie arrivent deux rayons dont les ψ correspondants sont $\psi_{1,2} = \pm \sqrt{\frac{\Delta}{2 \operatorname{ctg} \varphi}}$ (aux endroits $+\Delta$ de la raie ne se réfléchit rien). Ces rayons agissent à l'endroit $-\Delta$ chacun avec une densité d'énergie $\frac{b}{2\sqrt{k_2\Delta}}$. Donc l'énergie totale de la raie entière est de nouveau:

$$I = 2 \int_0^{k_1\psi_0^2} \frac{b}{2\sqrt{k_2\Delta}} d\Delta = 2b\psi_0.$$

De ce qui précède on peut attendre que si l'angle d'incidence α ne correspond pas à l'angle φ de Bragg de la raie en question, qu'il ne se produit non seulement un élargissement de la raie, mais aussi que le maximum d'intensité se déplace à partir de la trace du rayon central réfléchi dans le sens des λ croissantes. La variation de l'intensité doit être d'autant moins rapide que α se distingue plus de φ . Si la raie doit être la plus étroite et le maximum de l'intensité doit se trouver justement à l'endroit d'incidence du rayon central réfléchi (la formule déduite théoriquement donne pour $\Delta = 0$, $I = \infty$). La variation de l'intensité doit être dans ce cas très brusque, de sorte que la raie devrait se montrer en cet endroit très exactement limitée. De l'analogie entre les polycristallites et les

cristaux mosaïques, de laquelle il a été question dans l'introduction de ce travail, découlerait que le parcours de la courbe de noircissement de la raie dans ce cas devrait ressembler à celui de la courbe de noircissement de la raie réfléchie par un monocristal mosaïque. La seule différence essentielle entre les deux courbes devrait être celle, que, tandis que pour les monocristaux mosaïques, par suite de la distribution des microcristaux dans les différentes directions d'après la courbe de Gausse, la courbe d'intensité devrait tendre vers zéro du côté des courtes longueurs d'ondes, alors que chez les polycristallites par suite de la distribution régulière des microcristaux dans les différentes directions, l'intensité de la raie du côté des courtes longueurs d'ondes devrait tendre vers une valeur limite $\left(I = \frac{b}{k_2 \psi_0}\right)$ différente de zéro. Le calcul du parcours de la

courbe de noircissement de la raie réfléchie par un monocristal mosaïque a été fait par Jahoda,⁶⁾ dans le travail duquel est aussi donné le graphique correspondant. On n'a pas encore réussi à prouver expérimentalement ce parcours théorique de l'intensité pour les monocristaux, sans doute pour la raison, que leur structure mosaïque n'était pas assez prononcée, de sorte que d'autres effets provoquaient l'élargissement de la raie dans le sens contraire que ne le provoquait le mosaïque seul. De sorte que par exemple, si le mosaïque est peu prononcé, l'élargissement de la raie $K\alpha$ chez les éléments légers (comme Cu) dans le sens des longueurs d'ondes croissantes, ainsi que l'a observé Spencer,⁷⁾ se fait plus remarquer que l'influence du mosaïque.

Au contraire chez les polycristallites où le mosaïque, se faisant remarquer à la réflexion, est d'un ordre beaucoup plus grand, parce qu'il est limité seulement par la divergence du faisceau primaire,⁸⁾ on peut justement attendre que l'influence de la structure mosaïque se fera remarquer dans le parcours de la courbe d'intensité de la raie réfléchie et dépassera beaucoup toutes les autres influences.

Pour la vérification expérimentale des résultats mathématiques précédents on a étudié l'influence des différentes positions du polycristallite et l'influence de divers angles d'incidence sur la largeur et le parcours de la courbe de l'intensité de la raie réfléchie.

Comme polycristallite on a choisi une plaque de Cu recuite, chez laquelle prédominait seulement d'une façon insignifiante

⁶⁾ Sous presse.

⁷⁾ Spencer, Phys. Rev. 38, 630 (1931).

⁸⁾ Dans notre cas la divergence du faisceau primaire était de 32', par suite le mosaïque qui prenait part à la réflexion était d'un ordre beaucoup plus grand que par ex. chez ZnS, qui d'après les résultats indiqués dans le travail de Feifer-Jahoda l. c. doit être regardé comme ayant une structure mosaïque très développée, $\Delta\sigma = 105''$.

l'orientation des microcristaux du plan (111) parallèlement à la surface réfléchissante. Par la méthode „du rayon de retour“ (Rückstrahlmethode) on s'est assuré que la matière n'avait pas de tensions internes, donc que $\Delta d = 0$, pour être sûr que l'influence „des défauts dans le réseau“ (qui se manifeste toujours également quelque soit le montage et qui a pour conséquence un élargissement des raies des deux côtés) ne se superpose pas à l'influence du mosaïque.

Comme source des rayons X on a utilisé un tube industriel avec anode de Cu sous une tension de 40 KV et une intensité de 10 MA. Alors la radiation caractéristique utilisée était Cu $K\alpha$ et $K\beta$. Le rayon du spectrographe était $r = 50$ mm. Le temps de pose étaient de 10 minutes.

L'influence de l'angle d'incidence sur la largeur et le parcours de l'intensité de la raie réfléchi est visible des clichés dans les figures 2 et 4 et des courbes microphotométriques correspondantes dans les figures 3 et 5.

Sur la fig. 2a, b sont reproduits deux clichés de la raie de Debye (111) du Cu (la radiation caractéristique était $K\alpha$ du Cu, $K\beta$ était éliminé par un filtre de Ni). La matière était fixée par la surface réfléchissante exactement au centre du spectrographe. La divergence du faisceau n'a pas été mesurée dans ce cas. Dans le cas de la fig. 2a on a exposé avec un angle d'incidence α égal à l'angle φ de Bragg, pour le plan (111), dans le cas 2b l'angle d'incidence était de 10° plus petit que l'angle correspondant de Bragg pour la raie (111). Comme on voit sur les clichés, dans le cas de la fig. 2a, quand α égale φ , la raie de Debye (111) est sensiblement plus étroite et sa frontière du côté des grandes longueurs d'ondes est plus nette que dans le cas b, quand l'angle d'incidence α est de 10° plus petit que l'angle de Bragg correspondant. La même chose est visible encore mieux sur les courbes microphotométriques dans les fig. 3a, b. L'allure de la courbe microphotométrique de la fig. 3a est en très bon accord avec l'allure de la courbe calculée théoriquement pour les monocristaux mosaïques, et indiquée dans le travail cité de Jahoda. Elle présente une croissance brusque du côté des longueurs d'ondes croissantes et lente du côté des longueurs d'ondes décroissantes. De même on voit des courbes microphotométriques que le rayonnement diffus, causant le noircissement continu du fond du film, est plus grand dans le cas b que a.

Dans les fig. 4a, b, c sont encore reproduits les clichés des

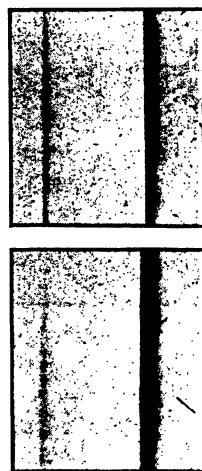


Fig. 2ab.

réflexions de la raie (111) de la plaque de Cu. La plaque de Cu était placée dans le cas a au milieu du spectrographe, l'exposition étant faite avec un angle d'incidence $\alpha = \varphi$ aussi pour la raie de Debye (111). Dans le cas b et c la plaque a été déplacée du milieu du spectrographe de $\eta = 3$ mm, où dans le cas b l'angle d'incidence était

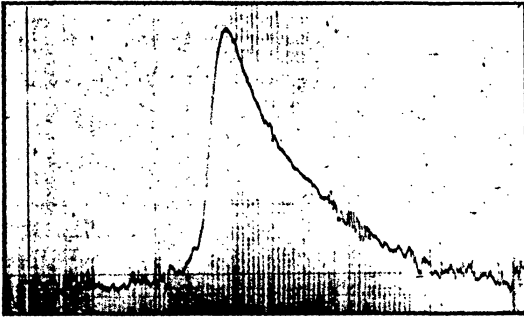


Fig. 3a.



Fig. 3b.



Fig. 4abc.

de nouveau égal à l'angle de Bragg pour le système des plans (111), tandis que dans le cas c l'angle d'incidence a été de 10° plus petit que l'angle de Bragg correspondant. La divergence ψ_0 du faisceau était égale en ce cas à $16' 19''$. Les courbes microphotométriques correspondantes de la raie de Debye (111) sont reproduites dans la fig. 5a, b, c. Comme on voit, il n'y a pas de différence sensible dans la finesse de la raie (111) entre les clichés 4a, b (mais

ceci n'est pas vrai en général, et était causé dans ce cas accidentellement parce que les valeurs de η et de r étaient dans un rapport convenable) mais dans le cas b le rayonnement diffus est considé-

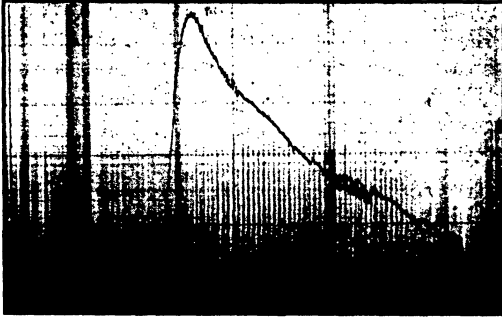


Fig. 5a.

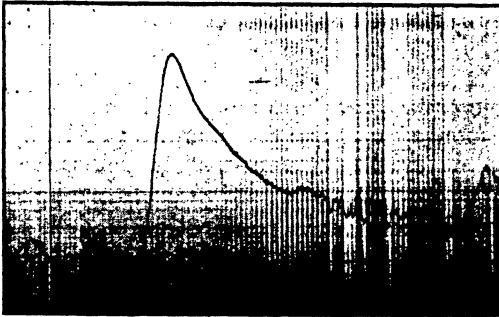


Fig. 5b.

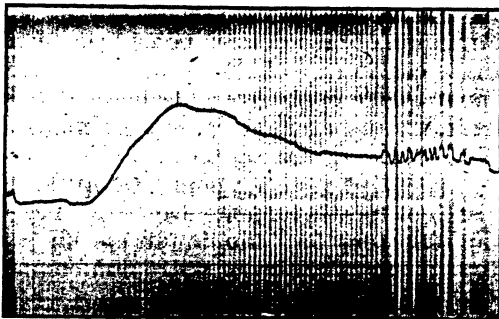


Fig. 5c.

ablement plus grand. Dans le cas 4c, où ni l'angle d'incidence ne correspond à l'angle φ de Bragg, ni la surface réfléchissante située dans l'axe du spectrographe (de sorte que la condition de la dispo-

sition symétrique n'est pas remplie), il se produit non seulement une forte diminution de la finesse de la raie mais encore un accroissement d'intensité des rayons diffus. Mais en même temps il est visible, que dans cette position complètement asymétrique la structure de la surface de la matière examinée commence à devenir visible dans le cliché. L'utilisation de la position asymétrique pour l'étude de la microstructure de la face de clivage des monocristaux mosaïques a été faite par Bačkovský.⁹⁾ Ses résultats obtenus par la même méthode pour la microstructure de la surface des polycristallites sont préparés pour la presse.

Sur les clichés reproduits dans la fig. 2a, b on a mesuré en projection la largeur de la raie (111). On a trouvé dans le cas a pour la largeur de la raie 0,12₂ mm, dans le cas b 0,68₇ mm. La largeur de la raie dans le cas a est causé par la divergence du faisceau primaire dans le sens vertical et, dans une mesure insensible, par ce que la fente n'est pas linéaire mais d'une largeur finie, conditions qui n'ont pas été respectées dans les formules (3), car il s'agissait seulement de la détermination du changement dans la largeur des raies causé par la divergence du faisceau primaire dans le sens horizontal. La différence dans la largeur des raies dans le cas a et b (en négligeant la variation insensible causée par l'influence de la largeur de la fente) correspond à l'influence du mosaïque délimité par l'angle de divergence du faisceau, et éventuellement par la pénétration des rayons dans le polycristallite.

Pour décider, quelle est la part de la pénétration et celle du mosaïque sur l'élargissement de la raie dans le cas a, b, on a déterminé de la façon suivante la profondeur de la pénétration des rayons X dans la plaque de Cu utilisée:

De la plaque de Cu on a obtenu par corrosion des feuilles d'épaisseur variant de 0,03 mm à 0,005 mm. On a déposé ces feuilles sur une couche d'aluminium et on a déterminé pour le même angle d'incidence α que dans le cas 2a ($\alpha = 21^\circ$) et pour les mêmes conditions expérimentales pour quelle épaisseur de la feuille de Cu les raies de Debye de l'aluminium disparaissaient. Il s'est montré, que pour une épaisseur de la feuille de Cu de 0,01 mm, les raies d'aluminium étaient encore faiblement visibles; pour une épaisseur de 0,015 mm elles disparaissaient pratiquement. Donc, en négligeant le fait, que le pouvoir réflecteur de l'aluminium est un peu différent de celui du Cu, on peut fixer l'épaisseur 0,015 mm comme la limite de la profondeur de laquelle, pour cet angle d'incidence, la réflexion des rayons X peut encore avoir l'influence sur la largeur des raies de Debye. Mais un calcul simple montre, que si nous prenons cette épaisseur maximum de pénétration, l'élargissement de

⁹⁾ Bačkovský, Journal de Physique, sous presse.

la raie dans le cas b par rapport au cas a, dû à la pénétration, est seulement de 0,011 mm. Mais l'élargissement total de la raie dans le cas b par rapport à a a été mesuré à quelques dixièmes de millimètres près. Donc on voit qu'on peut négliger l'influence de la pénétration sur l'élargissement et la variation de l'intensité des raies par rapport à l'influence du mosaïque. L'allure de la courbe microphotométrique dans la fig. 3a est donc une vérification du calcul dans le travail cité de Jahoda, car la pénétration ne peut pas se manifester dans la variation de l'intensité de la raie.

On peut donc dire que, d'accord avec ce qui a été déduit dans le commencement de ce travail pour la largeur de la raie et le parcours de son intensité, que la raie est réellement la plus étroite et la plus nettement définie du côté des grandes longueurs d'ondes, si l'angle d'incidence α est justement égal à l'angle φ de Bragg et si la matière est placée au milieu du spectrographe. Dans ce cas le noircissement du film dû au rayonnement diffus est aussi minimum. Le changement de l'angle de l'incidence et le déplacement de la surface réfléchissante de la matière examinée du milieu du spectrographe entraîne un élargissement et une perte de netteté de la raie et un accroissement du noircissement continu du fond du film.

La vérification des formules (3, 1) pour l'élargissement de la raie a été effectuée sur les clichés reproduits à la fig. 4a, b, c. Pour cela on a mesuré¹⁰⁾ la divergence du faisceau primaire et on a trouvé $\psi_0 = 16' 19''$. Les largeurs mesurées des raies dans ces trois cas, de même que les différences correspondantes des largeurs des raies dans les cas b et c par rapport à la largeur dans le cas a, mesurées et calculées d'après les formules (3, 1) sont données dans le tableau 1:

Tableau 1.

cliché	largeur de la raie mesurée en mm	différences des largeurs des raies en mm	
		mesurées	calculées
a	0,17 ₃		
b	0,17 ₅	0,00 ₂	0,001
c	0,90 ₀	0,72 ₇	0,813

Comme on voit, les valeurs calculées d'après les formules (3, 1) sont généralement en bon accord avec les valeurs mesurées, en tenant compte de ce que dans le cas c la raie est très diffuse, de sorte que la mesure de sa largeur est purement subjective et soumise à d'importantes fautes.

¹⁰⁾ La divergence du faisceau primaire fut déterminée photographiquement en fixant sur un film photographique l'image de la fente en deux distances connues.

Il est vraie, que ces dernières considérations valables pour les dispositions asymétriques ne sont pas d'une importance directe pour l'utilisation de la méthode décrite. En pratique il s'agit toujours des dispositions symétriques pour obtenir des raies aussi nettes que possible. Mais ces considérations nous donnent la possibilité de nous faire une image correcte de l'influence du mosaïque sur les mesures précises chez les monocristaux, pour lesquels, jusqu'alors, nous n'avons pas des preuves expérimentales directes, parce que d'autres effets de la même grandeur se superposent à l'influence du mosaïque.



Fig. 6.

L'avantage de cette méthode, travaillant avec un faisceau primaire des rayons X légèrement divergents, en comparaison avec les méthodes travaillant avec des faisceaux primaires parallèles, est sa grande luminosité, d'où résulte une importante diminution du temps de pose. De ce qui précède il semblerait, au premier coup d'oeil, que cette méthode ne s'applique qu'aux cas où il s'agit des raies réfléchies dans un petit domaine angulaire, parce que seulement dans ces cas on pourrait à peu près satisfaire à la condition que l'angle d'incidence α soit égal à l'angle φ de Bragg. Mais la pratique montre qu'on peut utiliser cette méthode aussi pour la détermination ou pour la comparaison des réseaux cristallins où il s'agit des raies réfléchies dans un très large domaine angulaire. Dans la fig. 6 est reproduit un tel cliché de la radiation $\text{Cu K}\alpha$, β réfléchi sur la plaque de Cu, l'angle d'incidence α égalant l'angle φ de Bragg de la raie de Debye (111). Comme on le voit, la finesse des raies de Debye qui correspondent à de φ plus grands, est tout à fait suffisante. Il est vraie, que, s'il s'agit de la mesure précise des distances, par ex. pour la détermination des constantes réticulaires des polycristallites, il est nécessaire d'effectuer les corrections appropriées pour le déplacement du centre des raies (voir formules 4).¹¹⁾

¹¹⁾ En ce cas il suffit de substituer dans les formules (4) pour φ les valeurs approximatives calculées directement du cliché.

Enfin je remercie M. le professeur Dr. V. Dolejšek, dans l'institut duquel ce travail a été fait, pour ses précieux conseils et son grand intérêt avec lequel il a suivi tout ce travail.

Prague, le 27. mars 1939.

Institut spectroscopie de l'Université Charles à Prague.

*

Použití svazku mírně rozbíhavých paprsků X ke studiu polykrystalitů.

(Obsah předchozího článku.)

Analogie mezi mosaikovými jednodokrystaly a polykrystalitami vede na myšlenku použití ke studiu polykrystalitů podobné metody, jaké se používá u mosaikových jednodokrystalů, a to bez újmy ostroty čar. Použije-li se u mosaikových jednodokrystalů primárního rozbíhavého svazku paprsků X, vyloučí se prakticky vliv mosaiky na šířku čáry — jak ukázal Bačkovský — v symetrickém uspořádání (reflektující plocha jednodokryystalu ve středu spektrografu, vzdálenost krystal-šterbina rovna vzdálenosti krystal-fotografický film).

Jsou odvozeny vzorce udávající šířku čar a průběh jejich intenzity při použití této metody (t. j. rozbíhavého primárního svazku) u polykrystalitů. Z odvozených vzorců plyne, že čára je nejužší a nejostřeji definována (spád intenzity nejstrmější), je-li úhel dopadu právě roven příslušnému Braggovu úhlu dotyčné čáry a je-li reflektující plocha polykrystalitu umístěna ve středu spektrografu.

Pokud se týče průběhu intenzity reflektovaných čar, plyne obecně z odvozených vzorců pro případ rozbíhavého primárního svazku prudký vzestup intenzity na dlouhovlnné straně a pozvolný pokles na krátkovlnné straně čáry. Průběh intenzity reflektovaných čar je analogický průběhu intenzity čar reflektovaných mosaikovými jednodokrystaly, jak byl spočítán Jahodou (tento průběh intenzity u mosaikových jednodokrystalů nebyl zatím experimentálně prokázán, protože jiné vlivy působící v opačném smyslu převažují vliv mosaiky, která je poměrně malá).

Je podána experimentální verifikace odvozených vzorců na šířce a průběhu intenzity čáry (111) pro různé polohy rovinné reflexní plochy deštičky mědi a pro různé úhly dopadu.

Výhodou této metody, která používá mírně rozbíhavého svazku paprsků X je oproti metodám používajícím primární svazky rovnoběžných paprsků X její velká světelnost a zkrácení expoziční doby z toho plynoucí. Je ukázáno, že možnost použití této metody

ke studiu polykrystalitů v praxi není omezena pouze na případy, kde se jedná o Debyeovy čáry reflektované v malém úhlovém rozmezí (v kterémžto případě lze zhruba splnit podmínku rovnosti úhlu dopadu a příslušného úhlu Braggova), nýbrž že této metody lze také použít v případech, kdy se jedná o čáry reflektované ve velmi širokém úhlovém rozmezí, tedy v první řadě při kvalitativním srovnání mřížek polykrystalitů a dále také k přesnému určení mřížkové konstanty polykrystalitů (za předpokladu, že byly provedeny korekce Δ_0 pro posuv středu čar, který je udán v této práci).
