



HAL
open science

Application de la topographie par diffraction des rayons X à l'étude des métaux

G. Champier, B. Baudelet

► **To cite this version:**

G. Champier, B. Baudelet. Application de la topographie par diffraction des rayons X à l'étude des métaux. *Revue de Physique Appliquée*, 1968, 3 (4), pp.311-320. 10.1051/rphysap:0196800304031100 . jpa-00242865

HAL Id: jpa-00242865

<https://hal.science/jpa-00242865>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

APPLICATION DE LA TOPOGRAPHIE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X A L'ÉTUDE DES MÉTAUX

Par G. CHAMPIER et B. BAUDELET,

Laboratoire de Physique du Solide, ENSMIM, Parc de Saurupt, Nancy.

Résumé. — On rappelle le principe des différentes méthodes de topographie par diffraction des rayons X : méthode de Berg-Barrett par réflexion ; méthode de Lang et méthode de Borrmann par transmission. Dans le cas des métaux, ces techniques ont permis d'étudier la microstructure des monocristaux, les configurations des dislocations, les déplacements des dislocations, les fautes d'empilement, les macles et les parois des domaines ferromagnétiques. Elles présentent certains avantages par rapport aux autres méthodes d'observation des dislocations : elles sont non destructives, elles explorent des volumes importants du cristal, elles utilisent des échantillons épais et les effets des surfaces sont éliminés ; elles se trouvent cependant limitées en résolution et elles ne s'appliquent qu'à des échantillons à faible densité de dislocations ($N \leq 10^6$ disl. cm^{-2}). Les principaux résultats obtenus jusqu'à ce jour sont regroupés par métaux. On indique les améliorations à apporter dans le cadre de l'appareillage : tubes à rayons X plus puissants, intensificateurs d'image, porte-échantillon à haute et à basse température, dispositifs de déformation sur la chambre. On pourra utiliser ces techniques pour différentes études : mécanismes d'interaction entre dislocations, vitesse de déplacement des dislocations en fonction de la température et de la contrainte, origine et multiplication des dislocations, rôles respectifs des dislocations fraîches et des dislocations originelles, microdéformation plastique, transformation de phases, diffusion, précipitation... ; ces études supposent que l'on dispose d'échantillons ayant une densité de dislocations assez faible et une épaisseur convenable.

Abstract. — The methods of X-ray diffraction topography are reviewed : the reflection, Berg-Barrett method, and the transmission, Lang and Borrmann methods. In the case of metals, microstructure of crystals, dislocation configurations and movements, stacking faults, twins and magnetic walls have been studied. Compared with other observation techniques for dislocations, they have several advantages : they do not destroy the samples, they allow the exploration of large volumes, they do not require thin sample and thus surface effects are eliminated. There are also limitations : the resolution obtainable does not exceed a few microns and these methods can be applied only to crystals with a low density of dislocations ($N \leq 10^6$ disl. cm^{-2}). Important results obtained so far with metals are reported. Some improvements to be introduced in the experimental apparatus are discussed. If convenient samples can be used various investigations can be made by this technique such as : dislocation interactions, the origin and multiplication of fresh dislocations and plastic microdeformation.

1. Influence de la présence d'une imperfection sur la propagation des rayons X dans un cristal. — Un faisceau de rayons X arrivant sur un cristal placé en réflexion sélective donne lieu d'une part à un faisceau transmis et d'autre part à un faisceau réfléchi. Dans un cristal parfait l'amplitude du faisceau réfléchi résulte en partie de l'interférence des rayons réfléchis une fois et des rayons réfléchis plusieurs fois. Un rayon réfléchi trois fois, par exemple, à la même direction que le rayon réfléchi une fois ; chaque réflexion entraînant un changement de phase égal à $\pi/2$, ces deux rayons ont des phases opposées et l'amplitude résultante se trouve réduite. Les réflexions multiples et les interférences des différents rayons conduisent à une

atténuation sensible du faisceau diffracté, atténuation qui se superpose à l'absorption normale dans le cas où il émerge par la face antérieure ou dans le cas où il émerge par la face postérieure pour un cristal mince (produit du coefficient d'absorption linéaire par l'épaisseur e de l'ordre de l'unité) (*fig. 1 a* et *2 a*).

Si le cristal contient une imperfection qui perturbe la périodicité des positions atomiques, le rayon réfléchi une fois par la zone voisine de l'imperfection n'arrive plus exactement sur les plans réfléchissants sous l'incidence de Bragg pour donner lieu à une seconde réflexion ; de ce fait, le rayon initial émerge du cristal en ne subissant qu'une atténuation partielle : il y a *renforcement* de l'intensité des rayons réfléchis par la

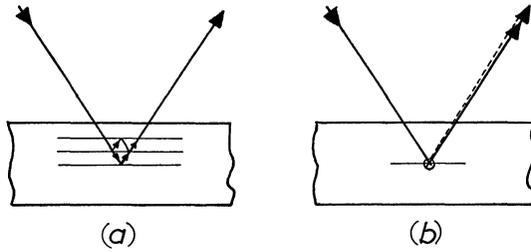


FIG. 1.

- (a) Schéma de principe des réflexions multiples dans un cristal placé en position de Bragg par réflexion.
 (b) Perturbation introduite par la présence d'une imperfection, image directe.

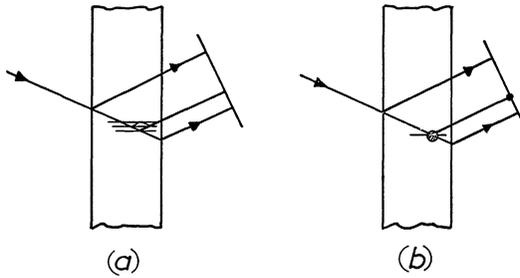


FIG. 2.

- (a) Schéma de principe des réflexions multiples dans un cristal placé en position de Bragg par transmission, cristal peu absorbant ($\mu e \approx 1$).
 (b) Perturbation introduite par la présence d'une imperfection, image directe.

zone de l'imperfection et donc possibilité de mettre cette zone en évidence. On dit que l'on obtient une image de l'imperfection par contraste d'extinction; l'image est appelée « image directe » (fig. 1 b et 2 b).

Dans le cas d'un cristal épais, ou plus exactement absorbant (produit du coefficient d'absorption linéaire μ par l'épaisseur e très grand devant l'unité), l'interférence des ondes incidente et réfléchie produit, à l'intérieur du cristal, un système d'ondes stationnaires dont les plans nodaux coïncident avec les plans atomiques réfléchissants. L'énergie du champ d'onde électromagnétique est alors transportée à travers le réseau avec une absorption anormalement faible : c'est l'effet Borrmann. Sur la face postérieure de l'échantillon ce champ d'onde donne deux faisceaux : le premier dans la direction des rayons incidents, le second dans la direction des rayons réfléchis. Si le cristal n'est pas placé en position de réflexion sélective, l'absorption normale réduit rapidement l'amplitude de l'onde transmise (fig. 3 a).

Si le cristal contient une imperfection qui perturbe la périodicité des positions atomiques, les plans nodaux du système d'ondes stationnaires ne coïncident plus avec les plans atomiques réfléchissants dans la zone de l'imperfection; l'effet d'absorption anormalement faible ne joue plus et l'énergie du champ d'onde élec-

tromagnétique n'est plus transmise pour cette zone. L'imperfection donne une ombre sur le fond des faisceaux transmis et réfléchi. On dit que l'on obtient

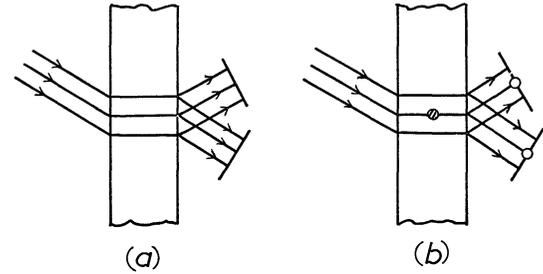


FIG. 3.

- (a) Schéma de principe de la transmission anormale des rayons X à travers un cristal absorbant ($\mu e \gg 1$).
 (b) Perturbation introduite par la présence d'une imperfection, image dynamique.

une image de l'imperfection par contraste dynamique, l'image est également appelée « image dynamique » (fig. 3 b).

Les deux effets précédents ont été mis à profit dans les techniques de topographie par diffraction des rayons X pour étudier les configurations des imperfections de réseau et leurs caractéristiques. Dans cet exposé on se bornera à rappeler schématiquement les différents dispositifs expérimentaux mis en œuvre, les imperfections qui peuvent être observées dans le cas des métaux, les avantages et les limitations de ces méthodes et les résultats obtenus; enfin, on indiquera les domaines de la métallurgie physique susceptibles d'une analyse plus approfondie grâce à ces techniques.

2. Les dispositifs expérimentaux. — Les dispositifs expérimentaux sont classés en deux types : ceux qui utilisent la technique par réflexion et ceux qui utilisent la technique par transmission; dans ce dernier cas, on distingue encore deux catégories suivant que l'échantillon est peu absorbant ($\mu e \approx 1$) ou très absorbant ($\mu e \gg 1$).

2.1. MÉTHODE DE BERG-BARRETT. — Cette méthode utilise la technique par réflexion d'un faisceau de rayons X monochromatique. La disposition des différents éléments est indiquée à la figure 4. Les imperfec-

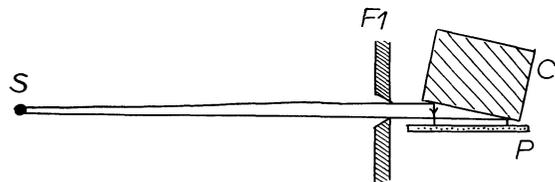


FIG. 4. — Schéma de principe du dispositif expérimental de la méthode de Berg-Barrett : S, source des rayons X ; F₁, fente limitant le faisceau incident ; C, cristal placé en position de réflexion sélective ; P, plaque photographique placée au voisinage immédiat de l'échantillon.

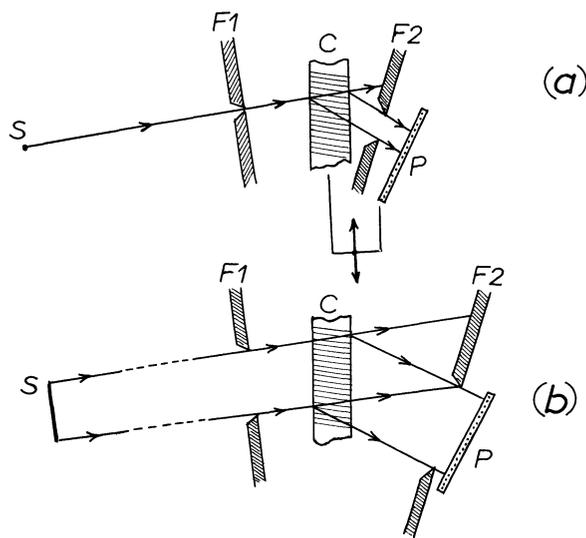


FIG. 5. — Schéma de principe du dispositif expérimental de la méthode de Lang :

(a) En faisceau étroit avec translation de l'échantillon et de la plaque.

(b) En faisceau large avec éléments fixes :

S, source de rayons X ponctuelle ou linéaire ; F_1 , fente limitant le faisceau incident ; C, cristal placé en position de réflexion sélective ; F_2 , fente laissant passer le faisceau réfléchi mais arrêtant le faisceau direct ; P, plaque photographique.

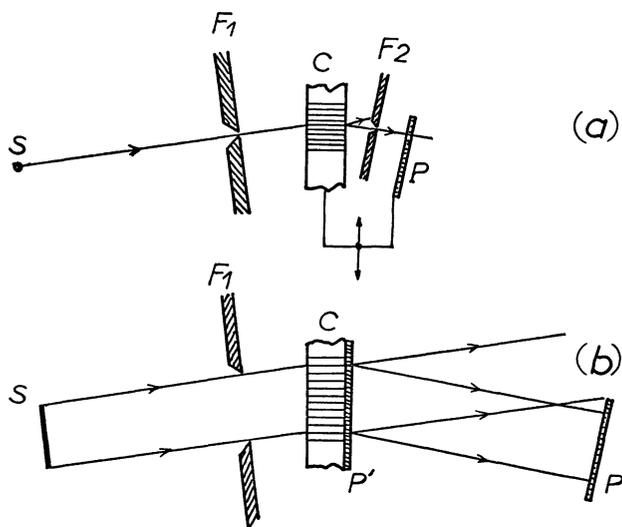


FIG. 6. — Schéma de principe du dispositif expérimental de la méthode de Borrmann :

(a) En faisceau étroit avec translation de l'échantillon et de la plaque.

(b) En faisceau large avec éléments fixes :

S, source de rayons X ; F_1 , fente limitant le faisceau incident ; C, cristal placé en position de réflexion sélective ; F_2 , fente laissant passer le faisceau réfléchi mais arrêtant le faisceau direct ; P, P', plaque photographique.

tions qui sont voisines de la surface produisent un contraste dans l'image diffractée recueillie sur la plaque photographique.

2.2. MÉTHODE DE LANG. — Cette méthode utilise la technique par transmission pour un échantillon peu absorbant. Le rayonnement incident peut être un faisceau large de rayons parallèles (à ± 1 minute d'arc près), l'échantillon et la plaque photographique étant immobiles (fig. 5 b) ; il peut aussi être un faisceau étroit dont l'ouverture est de l'ordre de la minute d'arc, l'échantillon et la plaque photographique devant alors être mobiles si l'on souhaite explorer l'ensemble du cristal (fig. 5 a).

2.3. MÉTHODE DE BORRMANN. — Elle utilise également la technique par transmission mais pour un échantillon très absorbant. A nouveau le rayonnement incident peut être un faisceau étroit, l'échantillon et la plaque étant animés d'un mouvement de va-et-vient si l'on souhaite explorer l'échantillon (fig. 6 a) ; il peut également être un faisceau de rayons parallèles, l'échantillon et la plaque étant immobiles et cette dernière pouvant être placée en P ou en P' (fig. 6 b).

3. Les imperfections étudiées. — Les méthodes exposées au paragraphe précédent permettent d'observer, suivant les cas, différents types d'imperfections dans les cristaux : dislocations, sous-grains, fautes d'empilement, précipités, parois des domaines ferromagnétiques et des domaines ferroélectriques.

Dans le cas d'une dislocation l'observation des images obtenues par plusieurs réflexions sélectives permet de déterminer la direction du vecteur de Burgers : une dislocation-vis ne donnera pas d'image si le plan réfléchissant est parallèle au vecteur de Burgers ; cette condition est également valable pour une dislocation-cocin si, en plus, le plan réfléchissant est normal à la ligne de dislocation ; dans le cas d'une dislocation mixte on pose la première condition comme une bonne approximation. La géométrie des lignes est déduite d'une observation stéréographique obtenue par les réflexions sélectives (h, k, l) et $(\bar{h}, \bar{k}, \bar{l})$.

Les défauts d'empilement donnent également des images dont le contraste varie en fonction de la position du vecteur défaut par rapport au plan réfléchissant ; il est alors facile de déterminer la direction de ce vecteur.

Avec un faisceau de rayons X incident dont l'ouverture est très faible les différents sous-grains d'un monocristal apparaissent avec des contrastes très différents. Il est possible de déterminer leur topographie exacte et leurs désorientations respectives. Si un sous-grain est peu parfait, le contraste n'est pas uniforme et une sous-structure plus fine peut être mise en évidence.

L'effet de magnétostriction permet de révéler les parois des domaines ferromagnétiques pour lesquelles le vecteur aimantation tourne de 90° : il apparaît,

	MÉTHODE DE BERG-BARRETT	MÉTHODE DE LANG	MÉTHODE DE BORRMANN
Type de contraste	Extinction	Extinction	Dynamique
Imperfections détectées	Dislocations Sous-grains	Dislocations Sous-grains Fautes d'empilement Parois domaines ferro.	Dislocations
Sensibilité à la déformation	Faible	Faible	Forte
Largeur de l'image d'une dislocation	1-5 μm	1-10 μm	Jusqu'à 150 μm
Résolution optimale	1 μm	1 μm	1 μm
Densité maximale des dislocations	10^6 cmcm^{-3}	10^5 cmcm^{-3}	10^3 cmcm^{-3}
Métaux étudiés (épaisseur)	Al Cu Fe — 3 % at. Si Nb Sn Zn W	Al (750-1 000 μm) Be (550 μm) Cd (50 μm) Cu (50 μm) Fe — 3 % at. Si (< 100 μm) Mg (300 μm) Zn (50 μm)	Cu ($\leq 1\ 000 \mu\text{m}$) Fe — 3 % at. Si (150-300 μm) Ga (500 μm) Nb (700 μm)

en effet, une légère déformation au raccordement des deux domaines.

Les caractéristiques de chaque méthode expérimentale sont rassemblées au tableau ci-dessus et on a indiqué à la dernière ligne la liste des principaux métaux étudiés.

4. Avantages et limitations de la topographie par diffraction des rayons X. — La méthode de Berg-Barrett ne permet qu'un examen superficiel (de 0 à 50 μm) du cristal. Elle est très facile à mettre en œuvre tant par la conception de la chambre que par l'épaisseur de l'échantillon, cependant elle donne des images relativement larges et, de ce fait, elle ne s'applique bien qu'à des cristaux dont la densité des dislocations ne dépasse pas $1\ 000 \text{ cmcm}^{-3}$.

Nous nous étendrons plus longuement sur la méthode de Lang qui permet d'obtenir un grand nombre d'informations et qui a un domaine d'application plus large. Le dispositif expérimental a la réputation, peut-être à tort, d'être compliqué : l'exploration d'un volume parfois important du cristal exige en effet une mise en place très précise. On peut classer les avantages de la méthode de Lang sous les différentes rubriques :

— elle est non destructive; elle permet donc d'observer un échantillon avant et après un traitement thermique, mécanique, magnétique... et de suivre ainsi ses effets;

— elle n'exige, avant l'observation, aucune préparation préalable de l'échantillon, préparation qui risque toujours de modifier la configuration et la densité des imperfections;

— elle permet d'explorer un volume important du cristal et d'avoir ainsi une vue d'ensemble de la configuration des dislocations; elle permet, en particulier, de révéler des configurations de grandes dimensions, plusieurs millimètres;

— compte tenu de l'épaisseur de l'échantillon, les effets de surface sont éliminés.

Cependant, la méthode de Lang n'est pas sans limitations :

— l'image obtenue représente le cristal à l'échelle 1 et il n'est pas possible d'en avoir un agrandissement direct;

— la limite de résolution, 5 μm dans les cas courants, est supérieure à celle du microscope électronique de plusieurs ordres de grandeur;

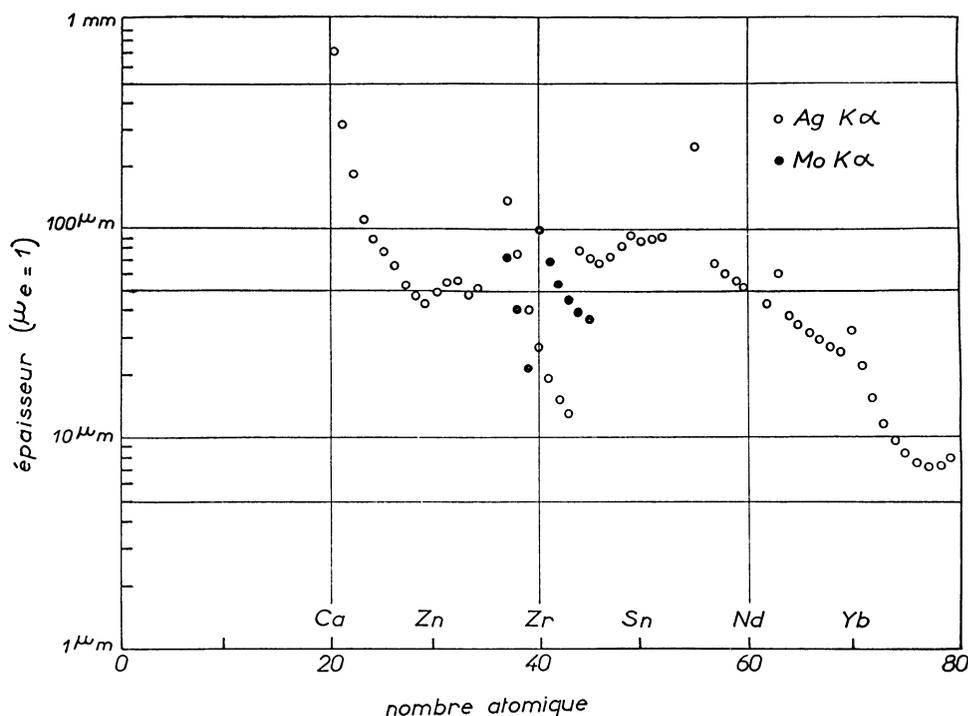


FIG. 7.

Variation en fonction du nombre atomique de l'épaisseur d'un échantillon qui satisfait à la condition $\mu_e = 1$, μ étant le coefficient d'absorption linéaire : \circ pour $\text{AgK}\alpha$ et \bullet pour $\text{MoK}\alpha$.

— l'échantillon doit être un cristal assez parfait; l'observation est d'autant plus facile que la densité des dislocations est faible;

— le contraste optimal est obtenu pour une valeur du produit μ_e voisine de l'unité; on a tracé sur la figure 7 la courbe qui représente les variations de l'épaisseur, qui donne $\mu_e = 1$ en fonction du nombre atomique de l'élément : pour les éléments dont le nombre atomique est inférieur à 19 (K), cette épaisseur est supérieure ou égale à 1 mm avec le rayonnement $\text{AgK}\alpha$; pour le calcium, le scandium, le titane, le vanadium, le rubidium et le césium, elle se situe entre 100 μm et 1 mm; pour les éléments ($24 \leq Z \leq 64$), l'épaisseur est de l'ordre de 40 à 100 μm avec un avantage à utiliser $\text{MoK}\alpha$ pour le zirconium, le niobium et le molybdène; au-delà de $Z = 64$ (Gd) l'épaisseur va diminuant. Il est certain que la préparation et la manipulation d'échantillons monocristallins et à faible densité de dislocations posent un certain nombre de problèmes, compte tenu des épaisseurs à réaliser.

5. Exemples d'études faites par topographie par diffraction des rayons X. — 5.1. L'application la plus récente de méthode *Berg-Barrett* se rapporte à la détermination de la vitesse de déplacement des dislocations-coin sur le plan de base du zinc (Vreeland *et al.*, 1967) : la mesure du déplacement ΔL des dislocations après avoir appliqué une contrainte τ pendant un temps court Δt

permet d'atteindre la vitesse $v = \Delta L/\Delta t$; l'expérience a donné v (cms^{-1}) = $3,4 \times 10^{-5} \tau$ (dycm^{-2}). Bien que la méthode de *Berg-Barrett* ne permette qu'un examen de la zone voisine de la surface, elle s'est révélée néanmoins supérieure à celle des figures d'attaque : d'une part elle a donné des informations sur le caractère de la dislocation et d'autre part elle a permis de vérifier que les interactions entre dislocations ne limitaient pas le mouvement.

5.2. La méthode de *Berg-Barrett* a été utilisée pour suivre la déformation plastique de l'aluminium (Roberts et Gow, 1958) et celle du cuivre (Wilkins, 1967). Elle a permis de détecter des bandes de glissement qui n'apparaissaient pas par les autres méthodes et de mettre en évidence les interactions entre systèmes de glissement à la transition du stade I au stade II.

5.3. La méthode de *Berg-Barrett* est souvent utilisée pour contrôler rapidement la perfection des monocristaux métalliques bruts de préparation; des études récentes ont porté sur l'étain (Takaki *et al.*, 1967) et sur le niobium (Reed *et al.*, 1967). Dans ce dernier cas, les sous-grains étaient assez parfaits pour donner lieu à une observation des dislocations par la méthode de Borrmann.

5.4. La méthode de *Lang* a été appliquée à l'étude de la microstructure des monocristaux de béryllium (Cham-pier et Le Bot, 1965); la taille des sous-grains, leur

forme, leur désorientation mutuelle, leur perfection et leur évolution au cours de recuits successifs ont été précisées (fig. 8). L'obtention par solidification de

cristaux plus parfaits est peu probable à cause du changement de la structure cristalline un peu au-dessous du point de fusion.

5.5. L'étude de la *configuration des dislocations* par la *méthode de Lang* a donné lieu à de nombreux travaux sur l'aluminium (Authier *et al.*, 1965; Nøst *et al.*, 1967; Frémiot, Baudalet et Champier, 1967, 1968) et à quelques observations sur le cuivre (Young, 1962; Latière, 1967, 1968), sur le magnésium (Baudalet et Louchet, 1967), sur le zinc et le cadmium (Michell et Ogilvie, 1966).

Dans les cristaux d'aluminium on a observé de nombreuses hélices et boucles prismatiques dont les tailles, jusqu'à plusieurs centaines de microns, ne permettaient pas de les rendre visibles au microscope électronique. Pour les cristaux recuits à l'air (fig. 9) les lignes étaient courbes, elles ne se situaient pas dans

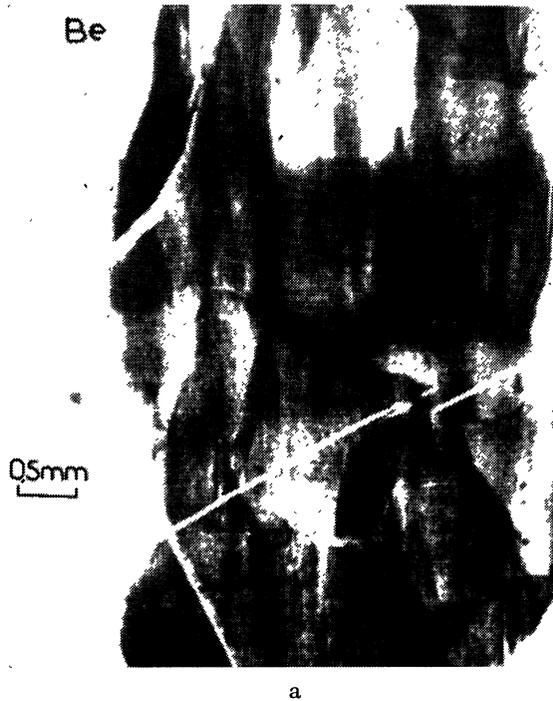


FIG. 8. — Topogramme d'un cristal de béryllium :
a) Brut de préparation.
b) Recuit (Champier *et al.*, 1965).

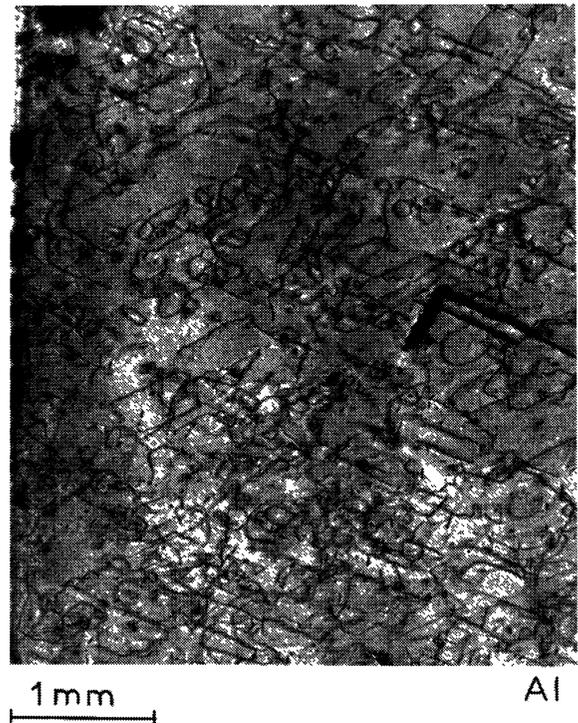


FIG. 9. — Topogramme Lang d'un cristal d'aluminium recuit à l'air (Frémiot et Champier, 1967).

leur plan de glissement et elles étaient très chargées en crans. Pour les cristaux recuits sous vide la configuration était différente : hélices plus régulières, rangées de boucles coaxiales, dislocations-vis rectilignes (fig. 10). On peut rendre compte de cette observation par les valeurs différentes de la sursaturation en lacunes qui existe au cours du refroidissement dans un cristal avec ou sans couche d'oxyde, en supposant celle-ci imperméable aux lacunes.

Dans des cristaux parfaits de zinc et de cadmium

préparés à partir de la phase vapeur on a noté au cours du temps l'apparition d'un réseau de dislocations, réseau créé par l'agglomération des lacunes laissées par



FIG. 10. — Topogramme Lang d'un cristal d'aluminium recuit sous vide (Frémiot *et al.*, 1968).

les atomes de métal qui ont migré vers la couche d'oxyde sur la surface. C'est également à l'agglomération des lacunes que McFarlane et Elbaum (1967) ont attribué l'origine des boucles qu'ils ont observées par la méthode de Borrmann dans des cristaux de gallium initialement parfaits.

5.6. L'évolution de la configuration des dislocations au cours de la *microdéformation plastique* des monocristaux à faible densité de dislocations a été observée d'une part dans l'aluminium par la *méthode de Lang* (Frémiot et Champier, 1968) et d'autre part dans le cuivre par la *méthode de Borrmann* (Young *et al.*, 1967). Le mouvement et la multiplication ont commencé par une scission de l'ordre de 4 gmm^{-2} pour l'aluminium et de 7 gmm^{-2} pour le cuivre. La microdéformation a été produite par le déplacement de dislocations fraîches, rectilignes, très longues (plusieurs millimètres) issues de sources placées sur la surface ou à son voisinage immédiat. Les dislocations originelles ne se sont pas déplacées et elles semblaient même faire obstacle au mouvement des dislocations fraîches; on a pu observer un certain nombre de réactions entre dislocations (fig. 11 et 12).



FIG. 11. — Lignes de dislocations fraîches, longues et à caractère vis apparues dans un cristal d'aluminium à la suite d'un collage à l'araldite (Frémiot *et al.*, 1968).

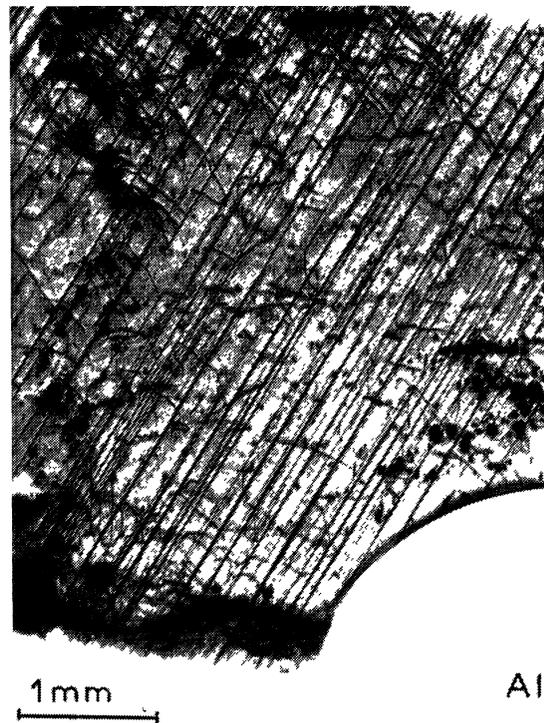
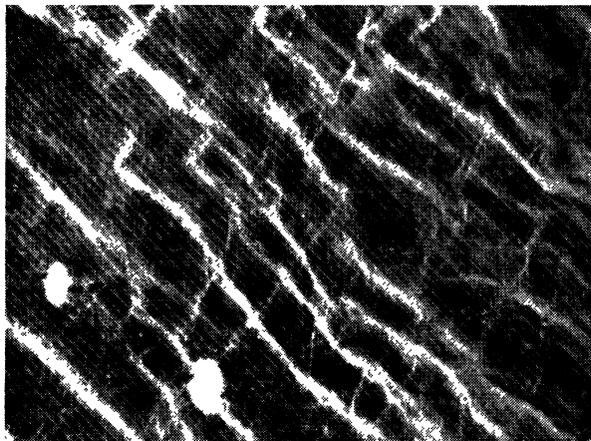


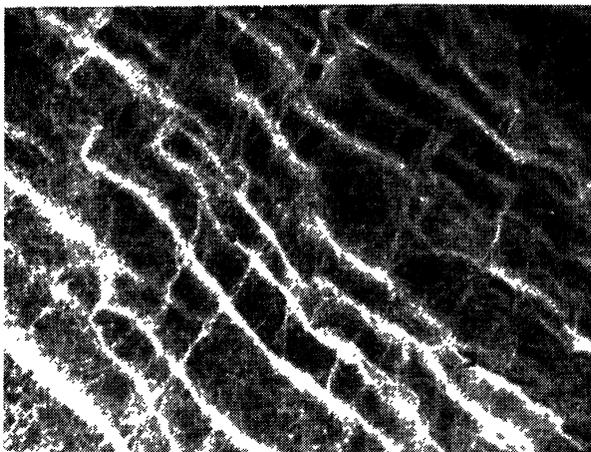
FIG. 12. — Lignes de dislocations fraîches, longues et à caractère vis apparues dans un cristal d'aluminium microdéformé plastiquement. Les longues lignes obliques étaient absentes dans le cristal brut de préparation avant la déformation (Frémiot *et al.*, 1968).

5.7. Dans le cas de l'alliage fer — 3 % at. silicium, Lang et Polcarova (1965-1967) ont observé la configuration des dislocations et ils ont, en particulier, confirmé l'existence de dislocations ayant pour vecteur de Burgers \mathbf{a} [100]; ils ont, en effet, trouvé des segments de telles dislocations longs de plusieurs centaines de microns et ils ont mis en évidence leur caractère coin.

Les *domaines ferromagnétiques* dans cet alliage ont également donné lieu à des observations par la *méthode de Lang* (Polcarova, 1967) et par la *méthode de Borrmann* (Kuriyama *et al.*, 1965, 1968) (fig. 13).



Fe.Si



500 μm

FIG. 13.

a) Topogramme Borrmann d'un cristal Fe — 3 % at. Si permettant de révéler les sous-grains, les dislocations individuelles et les parois des domaines ferromagnétiques.

b) Même topogramme en présence d'un champ magnétique ; les images des parois des domaines ferromagnétiques ne sont plus visibles (Roessler *et al.*, 1965).

6. Perspectives des méthodes de topographie par diffraction des rayons X pour l'étude des problèmes de la métallurgie physique.

6.1. AMÉLIORATIONS SOUHAITÉES POUR L'APPAREILLAGE. — Une des difficultés de la topographie par diffraction des rayons X vient de l'importance des temps de pose à utiliser : par exemple dans le cas de la méthode de Lang, avec translation de l'échantillon et de la plaque photographique, le temps de pose peut varier de 1 à 12 heures par millimètre de translation; ce temps varie avec la nature de l'échantillon, son épaisseur, son orientation et la réflexion sélective utilisée. Pour réduire ces temps de pose et, voire même, envisager une étude dynamique, il serait souhaitable de disposer de tubes à rayons X à foyer fin très puissants (type tubes à anode tournante) et de dispositifs intensificateurs d'image (type *Vidicon*).

Pour étendre le champ d'investigation de la topographie par diffraction des rayons X il faudrait envisager de doter les chambres d'un certain nombre d'accessoires : par exemple porte-cristal pour haute ou basse température sans gradient de température : c'est une condition essentielle pour ne pas perturber la configuration des dislocations à étudier; dispositif de déformation par traction : le problème de la fixation de l'échantillon sans le déformer puis de le déformer dans un champ de contrainte bien déterminé n'est pas encore résolu de façon satisfaisante.

6.2. PROBLÈMES SUSCEPTIBLES D'ÊTRE ÉTUDIÉS. — Nous avons vu au paragraphe 4 que la topographie par diffraction des rayons X présente un certain nombre d'avantages par rapport aux autres méthodes d'observation des dislocations; cependant son utilisation optimale suppose des échantillons ayant une faible densité de dislocations et souvent l'épaisseur de ces échantillons rend leur manipulation très délicate.

La topographie aux rayons X est particulièrement précieuse pour l'étude de la perfection d'un cristal en fonction de son mode de préparation; au-dessous d'une densité de dislocations de 10^4 cmcm^{-3} la microscopie électronique est hors de son domaine d'application et les figures d'attaque, quand elles sont possibles, ne donnent des informations que sur les points d'émergence.

Avec ces cristaux à faible densité de dislocations, l'étude de la microdéformation plastique permet de préciser les rôles respectifs des dislocations originelles et des dislocations fraîches, l'origine de ces dernières, la localisation des sources (volume ou voisinage de la surface libre ou joint de grains), les mécanismes de multiplication, les interactions et les réactions entre dislocation mobile et dislocation immobile et entre dislocation mobile et sous-joint.

Les mesures des vitesses de déplacement des dislocations ont été effectuées jusqu'ici essentiellement par la méthode des figures d'attaque, donc par une observation en surface. Les valeurs de ces vitesses, en fonction de la température et de la contrainte, seront très

précieuses dans l'étude de l'interaction dislocation-réseau. La topographie par diffraction des rayons X, en permettant d'observer la dislocation dans le volume, apparaît comme une méthode de choix si l'on dispose d'un appareillage d'application d'une contrainte donnée pendant un temps très court. Ces études pourraient encore être envisagées par microfluage en fonction de la température.

L'étude des effets produits par des traitements thermiques qui ne modifient pas trop la perfection du cristal conduit à des informations sur le comportement des dislocations en présence d'une sursaturation de lacunes, sur l'interaction lacune-dislocation et sur la diffusion des lacunes le long des lignes de dislocations.

Avec des porte-cristaux à haute température, il serait intéressant d'étudier les changements de structure de certains métaux et de déterminer ainsi le rôle éventuel des imperfections dans le processus de nucléation de la nouvelle phase.

Il serait enfin très intéressant de transposer au cas des métaux les nombreuses études qui ont été entreprises sur la diffusion et la précipitation dans le silicium : apparition de dislocations dans un gradient de concentration de soluté, mesure de la diffusion du soluté le long d'une ligne de dislocation (quand la dislocation est chargée en soluté, le champ de déformation qui l'entoure est modifié et il en est de même des conditions de contraste) et rôle éventuel des dislocations comme zone préférentielle pour la nucléation de la phase qui précipite.

La topographie par diffraction des rayons X se présente comme une technique susceptible d'apporter des informations originales sur les mécanismes élémentaires qui font intervenir les dislocations et elle apparaît comme complémentaire des autres méthodes, en particulier de la microscopie électronique ordinaire et surtout de la microscopie électronique sous très haute tension.

BIBLIOGRAPHIE

1. Théorie du contraste. Articles de récapitulation.

AUTHIER (A.), Contrast of dislocation images in X-ray transmission topography, *Adv. in X-ray analysis*, 1967, **10**, 9 (New York, Plenum).

BONSE (U. K.), HART (M.) et NEWKIRK (J. B.), X-ray diffraction topography, *Adv. in X-ray analysis*, 1967, **10**, 1 (New York, Plenum).

WEBB (W. W.), X-ray diffraction topography, Direct observation of imperfections in crystals, 1962, 29 (New York, Interscience).

Une grande partie du volume 10 de la série « Advances in X-ray analysis » est consacrée à la topographie par diffraction des rayons X (1967, New York, Plenum).

2. Dispositifs expérimentaux (article de récapitulation et quelques articles récents).

AUSTERMAN (S. B.) et NEWKIRK (J. B.), Experimental procedures in X-ray diffraction topography, *Adv. in X-ray analysis*, 1967, **10**, 134 (New York, Plenum).

BLECH (I. A.), GUYAUX (J.) et COOPER (G.), High temperature camera for X-ray topography, *Rev. Sci. Instr.*, 1967, **38**, 638.

DIONNE (G.), High resolution diffraction topography using $K\beta$ radiation, *J. Appl. Phys.*, 1967, **38**, 4094.

CARRON (G. J.), X-ray topographic camera, *Rev. Sci. Instr.*, 1967, **38**, 628.

TURNER (A. P. L.), VREELAND (T.) et POPE (D. P.), Experimental techniques for observing dislocations by Berg-Barrett method, *Acta Cryst.*, 1968, A **24**, 452.

YOSHIMATSU (M.), SHIBATA (A.) et KOHRA (K.), A modification of the scanning X-ray topographic camera (Lang's method), *Adv. in X-ray analysis*, 1966, **9**, 14 (New York, Plenum).

3. Les résultats obtenus dans le cas des métaux.

3.1. ALUMINIUM.

AUTHIER (A.), ROGERS (C. B.) et LANG (A. R.), On the macroscopic distribution of dislocations in single crystals

of high purity recrystallized aluminium, *Phil. Mag.*, 1965, **12**, 547.

BASU (B. K.) et ELBAUM (C.), Dislocations in recrystallized aluminium crystals, *Phil. Mag.*, 1964, **9**, 533.

FRÉMIOT (M.) et CHAMPIER (G.), Observation par topographie aux rayons X d'hélices et de grandes boucles de dislocations prismatiques dans l'aluminium recuit, *C. R. Acad. Sc.*, 1967, **265**, 1331.

FRÉMIOT (M.), BAUDELET (B.) et CHAMPIER (C.), Comparison of observed configurations of dislocations in crystals of aluminium annealed in air and under vacuum, *Int. Conf. Crystal Growth*, Birmingham, 1968.

FRÉMIOT (M.) et CHAMPIER (G.), Contribution des dislocations originelles et des dislocations fraîches à la microdéformation plastique (à paraître, 1968).

LANG (A. R.) et MEYRICK (G.), Dislocation structures observed in high purity recrystallized aluminium by X-ray diffraction, *Phil. Mag.*, 1959, **4**, 878.

LOHNE (O.) et NØST (B.), On the formation of vacancy clusters in aluminium, *Phil. Mag.*, 1967, **16**, 341.

NØST (B.), SØRENSEN (G.) et NES (E.), On the formation of dislocations in aluminium during slow heating and cooling, *J. Cryst. Growth*, 1967, **1**, 149.

NØST (B.), SØRENSEN (G.) et NES (E.), On the origin of dislocations in strain-anneal grown single crystals of zone refined aluminium, *Proc. Int. Conf. Crystal Growth*, 1967, 801.

ROBERTS (J. M.) et GOW (K. V.), The deformation of single crystals of aluminium, *Trans. A.I.M.E.*, 1958, **212**, 648.

3.2. BÉRYLLIUM.

CHAMPIER (G.) et LE BOT (A.), Observation par topographie aux rayons X de monocristaux de béryllium, *Conférence Int. sur la Métallurgie du Béryllium*, Grenoble, 1965, 229.

3.3. CUIVRE.

LATTÈRE (H.), Structure des trichites de cuivre. Mise en évidence des boucles de dislocations, *C. R. Acad. Sci.*, 1967, **262**, 866.

LATTÈRE (H.) et MICHAUD (R.), Étude à l'aide de la chambre de Lang de la répartition des défauts dans les trichites de cuivre, *Mém. Sci. Rev. Mét.*, 1968, **65**, 83.

MERLINI (A.) et YOUNG (F. W.), Borrmann topographic investigation on dislocation configuration in well annealed and highly deformed copper crystals, *J. Physique*, Colloque C 3, 1966, **27**, 219.

WILKENS (M.), Application of X-ray topography to the analysis of the dislocation arrangement in deformed copper single crystals, *Canad. J. Phys.*, 1967, **43**, 567.

WITTELS (M. C.), SHERILL (F. A.) et YOUNG (F. W.), X-ray observations of nearly perfect copper single crystals, *Appl. Phys. Lett.*, 1962, **1**, 22.

YOUNG (F. W.), The characterization of nearly perfect copper crystals, Proc. Int. Conf. Crystal Growth, 1967, 789.

YOUNG (F. W.) et SHERILL (F. A.) Study of dislocations in lightly deformed copper crystals using Borrmann X-ray topography, *Canad. J. Phys.*, 1967, **45**, 757.

YOUNG (F. W.) et SHERILL (F. A.), Initial stage of dislocation motion and multiplication in copper, *Bull. Am. Phys. Soc.*, 1967, **12**, 1072.

3.4. FER — 3 % AT. SILICIUM.

KURIYAMA (M.) et MCMANUS (G. M.), X-ray interference fringes and domain arrangements in Fe + 3 at. % Si single crystals, *Phys. Stat. Sol.*, 1968, **25**, 667.

LANG (A. R.) et POLCAROVA (M.), X-ray topography studies of dislocations in iron-silicon alloy single crystals, *Proc. Roy. Soc.*, 1965, A **285**, 297.

POLCAROVA (M.) et LANG (A. R.), X-ray topographic studies of magnetic domain configurations and movements, *Appl. Phys. Letters*, 1962, **1**, 13.

POLCAROVA (M.), The observation of dislocations with Burgers vector a [100] in a single crystal of Fe-Si alloy, *Czech. J. Phys.*, 1967, B **17**, 95.

POLCAROVA (M.) et KACZNER (J.), X-ray diffraction contrast on ferromagnetic domain walls in Fe-Si single crystals, *Phys. Stat. Sol.*, 1967, **21**, 635.

ROESSLER (B.), KRAMER (J. J.) et KURIYAMA (M.), Anomalous transmission of X-rays in Fe — 3 pct Si crystals and the observation of ferromagnetic domains, *Phys. Stat. Sol.*, 1965, **11**, 117.

3.5. GALLIUM.

MCFARLANE (S. H.) et ELBAUM (C.), Formation of dislocation networks in gallium single crystals, *J. Appl. Phys.*, 1967, **38**, 2024.

3.6. MAGNÉSIUM.

LOUCHET (F.) et BAUDELET (B.), Examen par topographie aux rayons X des whiskers et platelets de magnésium, Rapport D.E.A., 1967 (publication en préparation).

3.7. NIOBIUM.

REED (R. E.), Niobium : purification and perfection, Rep. ORNL-UC-25, 1967, 20.

REED (R. E.), GUBERMAN (H. D.) et BALDWIN (T. O.), The growth of niobium single crystals with good crystalline perfection, Proc. Int. Conf. Crystal Growth, 1967, 829.

3.8. ÉTAIN.

TAKAKI (H.), KOYAMA (M.), TSUJII (Y.) et MAEDA (S.), Production of tin single crystals foils from the melt and their degrees of perfection, *Trans. Jap. Inst. Met.*, 1967, **8**, 195.

3.9. ZINC (ET CADMIUM).

BLISH (R. C.) et VREELAND (T.), Twinning and slip in zinc by indentation, *J. Appl. Phys.*, 1968, **39**, 2290.

MICHELL (D.) et OGLIVIE (G. J.), The affect of exposure to air on dislocations in zinc and cadmium crystals, *Phys. Stat. Sol.*, 1966, **15**, 83.

POPE (D. P.), VREELAND et WOOD (D. S.), Mobility of edge dislocations in the basal slip system of zinc, *J. Appl. Phys.*, 1967, **38**, 4011.

SCHULTZ (J. M.) et ARMSTRONG (R. W.), Seeing dislocations in zinc, *Phil. Mag.*, 1964, **10**, 497.