

T0059
1970/DS

1970. 7
(043) DE

THÈSES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Michel SCHLENKER

Centre National de la Recherche
Scientifique
Laboratoire d'Electronique
et de Physique
Centre de Recherche sur les
Nouvelles Technologies
BIBLIOTHEQUE

PREMIÈRE THÈSE

Etude des domaines ferromagnétiques par
topographies aux rayons X
(méthode de Lang)

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 22 décembre 1970 devant la Commission d'Examen

M. L. NÉEL

Président

MM. A. AUTHIER

B. DREYFUS

P. BRISSONNEAU

} Examinateurs

A ma mère, qui rêvait d'avoir
un fils chef d'orchestre,
avec mes excuses.

A la mémoire de mon père.

LISTE DES PROFESSEURS

Doyen honoraire : Monsieur M. MORET
Doyen : Monsieur E. BONNIER

PROFESSEURS TITULAIRES

MM. NEEL Louis	Physique expérimentale
KRAVTCHENKO Julien	Mécanique rationnelle
CHABAUTY Claude	Calcul différentiel et intégral
BENOIT Jean	Radioélectricité
CHENE Marcel	Chimie papetière
FELICI Noël	Electrostatique
KUNTZMANN Jean	Mathématiques appliquées
BARBIER Reynold	Géologie appliquée
SANTON Lucien	Mécanique des Fluides
OZENDA Paul	Botanique
FALLOT Maurice	Physique industrielle
KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques
GALVANI Octave	Mathématiques
MOUSSA André	Chimie nucléaire
TRAYNARD Philippe	Chimie générale
SOUTIF Michel	Physique générale
CRAYA Antoine	Hydrodynamique
REULOS René	Théorie des Champs
BESSON Jean	Chimie minérale
AYANT Yves	Physique approfondie
GALLISSOT François	Mathématiques
Mlle LUTZ Elisabeth	Mathématiques
MM. BLAMBERT Maurice	Mathématiques
BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
LLIBOUTRY Louis	Géophysique
MICHEL Robert	Minéralogie et pétrographie
BONNIER Etienne	Electrochimie et électrometallurgie
DESSAUX Georges	Physiologie animale
PILLET Emile	Physique industrielle-electrotechnique
YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique
DEBELMAS Jacques	Géologie générale
GERBER Robert	Mathématiques
PAUTHENET René	Electrotechnique
MALGRANGE Bernard	Mathématiques pures
VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
BARJON Robert	Physique nucléaire
BARBIER Jean-Claude	Physique
SILBER Robert	Mécanique des fluides
BUYLE-BODIN Maurice	Electronique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	RODRIGUES Alexandre	Mathématiques pures
	MORITA Susumu	Physique nucléaire
	RADHAKRISHNA P.	Thermodynamique

MAITRES DE CONFERENCES

M.	LANCIA Roland	Physique atomique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques
MM.	KAHANE André	Physique générale
	BRIERE Georges	Physique
	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques pures
MM.	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique
	SOHM Jean-Claude	Electrochimie
	ZADWORNY François	Electronique
	DURAND Francis	Chimie physique
	PFISTER Jean-Claude	Physique
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	BLOCH Daniel	Electrotechnique I.P.
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (C.S.U. Chambéry)
	BRUGEL Lucien	Energétique I.U.T.
	BOUVARD Maurice	Hydrologie
	RICHARD Lucien	Botanique
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques appliquées (I.P.G.)
	MOREAU René	Hydraulique I.P.G.
	ARMAND Yves	Chimie I.U.T.
	BOLLIET Louis	Informatique I.U.T.
	KUHN Gérard	Energétique I.U.T.
	PEFFEN René	Chimie I.U.T.
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	JOLY Jean-René	Mathématiques pures
Mlle	PIERY Yvette	Biologie animale
MM.	BERNARD Alain	Mathématiques pures
	MOHSEN Tahsin	Biologie (C.S.U. Chambéry)
	CONTE René	Mesures physiques I.U.T.
	LE JUNTER Noël	Génie électrique électronique I.U.T.
	LE ROY Philippe	Génie mécanique I.U.T.
	ROMIER Guy	Techniques statistiques quantitatives I.U.T.
	VIALON Pierre	Géologie
	BENZAKEN Claude	Mathématiques appliquées
	MAYNARD Roger	Physique
	DUSSAUD René	Mathématiques (C.S.U. Chambéry)
	BELORIZKY Elie	Physique (C.S.U. Chambéry)
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique (C.S.U. Chambéry)
M.	JULLIEN Pierre	Mathématiques pures

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au Laboratoire d'Electrostatique et de Physique du Métal du C.N.R.S., que dirige Monsieur le Professeur Néel, Membre de l'Institut, Prix Nobel de Physique.

Je tiens à remercier très respectueusement Monsieur le Professeur Néel d'avoir bien voulu m'accueillir dans son Laboratoire. Mais je tiens aussi à lui exprimer ma profonde gratitude pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail et pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider le jury de cette thèse.

Ma dette envers Monsieur le Professeur Authier, de la Faculté des Sciences de Paris, est lourde, et il m'est particulièrement agréable d'en faire état. Pour une part, je la partage avec tous ceux qui utilisent l'appareillage qu'il a mis au point et les résultats théoriques et expérimentaux des travaux qu'il mène avec son équipe sur la théorie dynamique. Mais de plus, je lui dois personnellement une initiation à la méthode de Lang grâce à un stage dans son Laboratoire, ainsi que de nombreuses discussions ; l'intérêt avec lequel il a toujours accueilli mes résultats et les conseils qu'il m'a prodigués m'ont été extrêmement précieux. Enfin il m'a fait l'honneur d'accepter de faire partie du jury de cette thèse. Je tiens à lui exprimer toute ma reconnaissance.

Je suis très sensible à la présence dans ce jury de Monsieur le Professeur Dreyfus, directeur du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures du C.N.R.S., et je l'en remercie. Il me permettra aussi, je l'espère, de le remercier pour la physique que j'ai apprise en enseignant dans le certificat qu'il dirige.

Je voudrais remercier tout spécialement Monsieur le Professeur Brissonneau, qui a assumé la direction de cette thèse dans un esprit particulièrement libéral. J'ai constamment trouvé auprès de lui un accueil bienveillant, un encouragement à l'initiative, à l'ouverture et aux contacts avec d'autres laboratoires et, chaque fois qu'il en était besoin, il m'a accordé ses conseils et son soutien. Qu'il me permette de lui exprimer ici toute ma reconnaissance.

Je tiens à remercier aussi tous mes camarades chercheurs, techniciens ou administratifs qui m'ont aidé ou rendu service ; il m'est évidemment impossible d'en donner la liste, et je les prie de m'en excuser. Je dois cependant mentionner en particulier Monsieur Perrier de la Bâthie,

S O M M A I R E

Une table des matières détaillée se trouve en fin de volume.

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : Introduction aux méthodes topographiques	5
CHAPITRE II : Origine des images de parois de domaines ferromagnétiques par topographie aux rayons X	45
CHAPITRE III : Observation des domaines ferromagnétiques dans des échantillons (110) de fer-silicium soumis à une traction parallèle à $[\bar{1}\bar{1}0]$	65
CHAPITRE IV : Observation des domaines dans un échantillon de fer-silicium parallèle à (110) en présence d'un champ magnétique dirigé suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$. Domaines de fermeture en champ nul	89
CHAPITRE V : Conclusion	97
APPENDICE : Dispositifs expérimentaux utilisés	101
BIBLIOGRAPHIE	103
TABLE DES MATIERES	107

I N T R O D U C T I O N

L'existence des domaines élémentaires, c'est-à-dire la subdivision d'un échantillon ferromagnétique en un grand nombre de régions aimantées à saturation dans des directions différentes, fut postulée par Pierre Weiss en 1907 pour concilier deux évidences expérimentales apparemment contradictoires. D'une part, en effet, une valeur élevée de la température de Curie indique que les moments magnétiques sont couplés par une forte interaction qui tend à les maintenir parallèles, donc à imposer l'état de saturation magnétique ; d'autre part, l'expérience montre que les substances ferromagnétiques prennent très facilement une aimantation très faible ou nulle.

Les bases de la physique des domaines ont été jetées entre 1935 et 1945 par Landau et Lifshits (1935) et par Néel (1943, 1944), qui ont mis en lumière le rôle capital que les surfaces et l'orientation des échantillons jouent dans la détermination de la forme et des dimensions des domaines. Par l'analyse de l'effet d'un champ magnétique sur la subdivision en domaines, Néel (1944) a alors pu donner l'interprétation théorique quantitative des lois régissant l'aimantation d'un monocristal de fer.

La compréhension de tous les phénomènes liés à l'aimantation des ferro- et des ferrimagnétiques nécessite une bonne connaissance des domaines élémentaires, puisque c'est d'abord par leurs réarrangements que l'aimantation d'un échantillon macroscopique varie. Il est donc normal que beaucoup d'efforts aient été consacrés à leur étude théorique et à leur observation.

Les méthodes dont on dispose actuellement pour l'observation des domaines ferromagnétiques peuvent être classées en deux catégories : celles qui révèlent la configuration des domaines à la surface de l'échantillon seulement, et celles qui renseignent sur leur structure à l'intérieur des échantillons.

Cette technique a connu depuis son invention en 1959 un grand développement ; elle a surtout été appliquée à l'étude des défauts cristallins dans des monocristaux presque parfaits. C'est d'ailleurs au cours d'une étude des dislocations dans le fer-silicium que Polcarová et Lang ont découvert en 1962 que la subdivision en domaines ferromagnétiques a un effet sur les images ; et on doit à Polcarová, en collaboration avec Kaczér et avec Lang, de très beaux travaux sur l'étude des domaines par cette technique.

La méthode de Lang ne permet d'étudier que de très bons monocristaux, beaucoup plus proches de cristaux parfaits que des cristaux "idéalement imparfaits" pour lesquels la théorie cinématique de la diffraction des rayons X, couramment utilisée par les cristallographes, s'applique. La théorie "dynamique" de la propagation des rayons X dans un cristal parfait, et son extension à des cristaux pas tout à fait parfaits, est indispensable pour comprendre les phénomènes qui produisent le contraste, et donc pour interpréter les images.

Il nous a semblé que la théorie dynamique et les méthodes topographiques sont peu connues des spécialistes du magnétisme, et nous nous sommes permis de consacrer le chapitre I à leur exposé.

Le chapitre II est consacré à la recherche de l'origine du contraste des images de parois que l'on obtient par la méthode de Lang : nous avons d'abord cherché à mettre en évidence le phénomène physique qui en est responsable puis, en nous limitant à un cas aussi simple que possible, à justifier qualitativement le contraste noir ou blanc des images, et la forme des "sections".

Nous avons ensuite essayé de tirer parti des possibilités d'observation directe de parois situées dans l'épaisseur des échantillons. Il nous a paru souhaitable de commencer par une configuration connue des domaines : c'est l'objet du chapitre III, dans lequel nous étudions la structure qu'une tension élastique selon $[1\bar{1}0]$ induit dans des échantillons de fer-silicium de surface (110).

Les résultats obtenus sont alors utilisés, au chapitre IV, pour discuter les images obtenues, toujours dans des échantillons parallèles à (110), et soit en présence d'un champ magnétique dirigé suivant $[1\bar{1}0]$, soit, à l'état désaimanté, au voisinage des bords de l'échantillon. La comparaison avec les observations des domaines superficiels par effet Kerr

CHAPITRE I : INTRODUCTION AUX METHODES TOPOGRAPHIQUES

I.1. GENERALITES

L'idée d'utiliser les rayons X pour "voir" à travers la matière lorsque son épaisseur et sa nature conduisent à une absorption trop forte de la lumière visible est fort ancienne, et il est inutile d'insister sur l'importance de son application la plus simple, la radiographie, dans le domaine médical comme dans l'industrie.

La radiographie ne constitue cependant qu'une méthode relativement grossière, puisqu'elle repose sur les variations locales de l'absorption subie par le faisceau transmis, dues aux irrégularités soit de l'épaisseur, soit de la composition chimique de l'échantillon. Il était donc important de trouver un moyen un peu plus évolué et sensible de former, grâce aux rayons X, une image.

Dans un microscope optique ou électronique, on résout le problème en formant dans le plan focal de l'objectif le diagramme de diffraction de Fraunhofer de l'objet, c'est-à-dire sa transformée de Fourier. Le rayonnement des différentes sources constituant ce diagramme produira, soit à l'infini, soit ailleurs si on met en service une deuxième lentille, une image qui ressemblera d'autant mieux à l'objet que l'on aura moins tronqué sa transformée de Fourier.

Malheureusement, un tel mécanisme n'est pas praticable pour les rayons X car on ne sait pas faire de véritables lentilles pour ce domaine de longueurs d'onde. L'une des causes de cette lacune est bien entendu le fait que, pour des fréquences aussi élevées, l'indice de réfraction des matériaux est extrêmement voisin de l'unité.

Enfin par son histoire. Dans les six années qui suivirent la découverte en 1912 de la diffraction des rayons X, la théorie dynamique était élaborée, indépendamment et suivant des voies différentes, par Darwin (1914) et par Ewald (1916, 1917). C'était une théorie physiquement correcte, alors que la théorie dite cinématique, sur laquelle sont basés presque tous les travaux de radiocristallographie passés, présents et à venir est physiquement choquante, puisqu'elle ne respecte même pas la conservation de l'énergie !

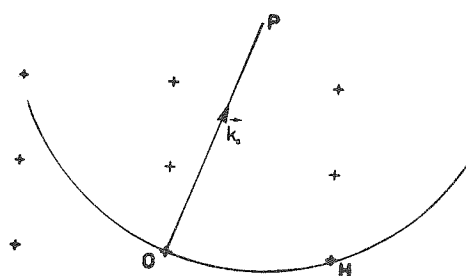
La raison du succès de la théorie cinématique est cependant évidente : c'est que les cristaux que l'on trouve ou que l'on prépare le plus facilement sont si mauvais que, pour reprendre un mot de Von Laue, ils ne méritent pas mieux que la théorie cinématique, dont on peut montrer qu'elle constitue la forme limite, pour des régions de cohérence très petites, de la théorie dynamique.

La découverte par Borrmann, en 1941, de la transmission anormale des rayons X à travers des cristaux de quartz de très bonne qualité avait suscité l'extension de la théorie dynamique au cas des cristaux absorbants.

Mais elle est restée dans l'oubli jusqu'à ce que, à la fin des années 50, la mise au point de l'électronique des semi-conducteurs fasse apparaître à la fois des cristaux de très bonne qualité et le besoin de très bien connaître leurs défauts. Les méthodes topographiques et leur outil théorique, la théorie dynamique, ont alors connu un grand développement, dans le sens tant de la vérification expérimentale de la théorie que de son extension, en particulier au cas des cristaux déformés.

Il existe plusieurs exposés de la théorie dynamique des cristaux parfaits : Authier (1969), Batterman & Cole (1964), Von Laue (1960), James (1963). Notre but ici n'est pas d'ajouter un élément à cette liste non exhaustive, mais seulement de montrer simplement ce que sont les bases de cette théorie et de mettre en relief quelques-unes de ses conclusions, afin d'éclairer la partie de notre exposé dans laquelle nous tenterons d'élucider le mécanisme du contraste dans le cas des images de parois de domaines ferromagnétiques.

- soit par la construction d'Ewald (fig. I-3) qui exprime que



la condition pour que l'onde de vecteur d'onde OP soit réfléchi est que la sphère de centre P et passant par O , pris pour origine de l'espace de Fourier, passe par un noeud du réseau réciproque ou tout près de lui.

Fig. I-3

- soit encore en disant que le vecteur d'onde incident a son extrémité sur une limite de zone de Brillouin.

Ces conditions sont parfaitement générales et ne sont liées qu'à la périodicité du milieu. Mais leurs conséquences pratiques dépendent considérablement des ordres de grandeur mis en jeu :

- . dans le cas de la lumière visible, le vecteur d'onde est toujours beaucoup plus petit que les vecteurs du réseau réciproque des cristaux et le phénomène de réflexion sélective ne se produira pas - sauf dans certaines structures de cristaux liquides par exemple ;

- . dans le cas des électrons utilisés en microscopie électronique, les vecteurs d'onde sont très grands, et plusieurs noeuds du réseau réciproque se trouvent généralement sur la sphère d'Ewald ou en son voisinage immédiat. Une onde incidente donne alors naissance à plusieurs ondes réfléchies ;

- . dans le cas des rayons X, l'excitation de plusieurs ondes réfléchies est l'exception, et nous nous limiterons dans toute la suite au cas où une seule réflexion est excitée.

2) Loin des conditions de Bragg, une onde peut se propager seule dans le milieu périodique. Par contre, au voisinage de la réflexion, on ne peut plus distinguer une onde "incidente" et une onde "diffractée" : ces deux ondes jouent des rôles symétriques et restent indissolublement liées tant qu'elles sont dans le cristal. Leur association est appelée champ d'ondes ou onde d'Ewald.

La symétrie des deux ondes est, mieux que dans la construction d'Ewald, apparente sur la fig. I-4. Les sphères de centres O et H tel que $\vec{OH} = \vec{h}$ et de rayon $k_0 = \frac{1}{\lambda}$ sont les lieux des extrémités des vecteurs d'onde ; le point P correspond à la réalisation de la condition de Bragg géométrique.

dans le cristal est une entité qui ne peut être déformée indépendamment de deux manières différentes.

On sait que le rapport des amplitudes des deux oscillateurs est régi par un couple d'équations différentielles, qui n'admet de solution non triviale que si son déterminant est nul ; cette condition constitue l'équation séculaire, qui indique les deux fréquences propres du système. Dans le cas de deux oscillateurs dont les pulsations propres sont ω_1 et ω_2 en l'absence de couplage, elle s'écrit :

$$(\omega_1^2 - \omega^2)(\omega_2^2 - \omega^2) - \alpha^2 \omega_1^2 \omega_2^2 = 0$$

Dans le cas qui nous occupe, les deux "oscillateurs" sont identiques et nous pourrions écrire :

$$(k^2 - K_O^2)(k^2 - K_H^2) - \chi^2 k^4 = 0$$

χ étant un coefficient de couplage ; nous avons donc obtenu la relation que doivent satisfaire $\vec{K}_O$ et $\vec{K}_H$ pour que ces deux ondes existent dans le cristal*. Il faut maintenant noter que l'interaction entre le cristal et l'onde est très faible : l'une des conséquences en est, nous l'avons vu, que $\bar{n} \neq 1$. Il en résulte que les modules de $|\vec{K}_O|$ et $|\vec{K}_H|$ seront certainement peu différents de $|\vec{k}|$, qui est lui-même peu différent de $|\vec{K}_O|$.

Nous pouvons donc écrire $k + K_O \approx 2k \approx k + K_H$ et, en posant :

$$K_O - k = \xi_O \quad K_H - k = \xi_H$$

réécrire l'équation séculaire sous la forme :

$$\xi_O \xi_H = \frac{1}{4} \chi^2 k^2$$

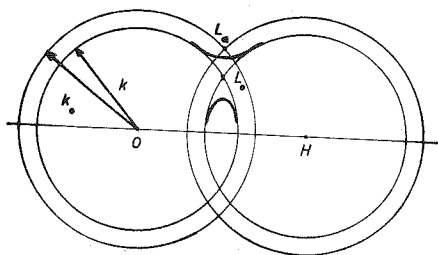


Fig. I-5

On peut interpréter géométriquement cette condition : avec l'approximation faite, les sphères de rayon k peuvent être représentées par des plans et, dans le plan contenant $\vec{K}_O$ et $\vec{K}_H$, par des droites. ξ_O et ξ_H sont alors les distances d'un point P convenable à ces droites et la relation que nous venons de trouver est l'équation d'une hyperbole dont elles constituent les asymptotes (fig. I-5). Dans l'espace, à

l'approximation précédente, ce lieu sera un cylindre hyperbolique à deux nappes, qu'on appelle la surface de dispersion, et qui est l'outil le plus précieux de la théorie dynamique.

(*) $\vec{K}_O$ et $\vec{K}_H$ étant par ailleurs liés par $\vec{K}_O = \vec{K}_H + \vec{h}$

la réflexion hkl considérée, ou encore au terme hkl du développement en série de Fourier de la densité électronique. L'écart entre les deux branches de l'hyperbole varie donc avec la réflexion choisie ; il sera par exemple plus petit lorsque le facteur de structure de la réflexion utilisée sera plus faible.

c) le coefficient de couplage χ dépend aussi de la polarisation ; l'interaction entre les ondes sera plus grande lorsque leur vecteur induction électrique $\vec{D}$ sera normal au plan d'incidence (polarisation σ) que pour la polarisation dans le plan d'incidence (polarisation π).

Dans le premier cas, en effet, les vecteurs $\vec{D}$ des deux ondes sont parallèles, alors qu'ils font, dans le deuxième cas, un angle $2\theta_B$.

Il y aura donc en réalité deux hyperboles, admettant les mêmes asymptotes, mais de diamètres différents ; l'hyperbole de plus grand diamètre est celle qui correspond à la polarisation σ .

Toutes ces considérations sont en accord avec le calcul, qui donne :

$$\chi^2 = P^2 \Gamma^2 F_h F_h^-$$

avec $P = 1$ pour la polarisation σ , $\cos 2\theta_B$ pour la polarisation π ,

$$\Gamma = \frac{r_e \lambda^2}{\pi v} \quad \text{où } r_e = \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 mc^2} = 2,82 \cdot 10^{-13} \text{ cm est le rayon classique de l'électron.}$$

$F_h = \int_V \rho(\vec{r}) \exp(2\pi i \vec{h} \cdot \vec{r}) dv = \sum_n f_n \exp(2\pi i \vec{h} \cdot \vec{r}_n)$ est le facteur de structure de la réflexion hkl, c'est-à-dire le terme de rang hkl de la décomposition en série de Fourier de la densité électronique $\rho(\vec{r})$,

les f_n sont les facteurs de diffusion atomiques des atomes de la maille, situés en $\vec{r}_n$,

v est le volume de la maille.

d) La surface de dispersion est ainsi nommée parce qu'elle indique la variation de l'indice de réfraction avec la direction de l'onde. C'est donc l'équivalent de la surface des indices de l'optique classique.

En particulier, on montre facilement que la direction de propagation de l'énergie pour un paquet d'ondes représenté par le voisinage d'un point P est la normale en P à la surface de dispersion (Ewald 1958, Kato 1958).

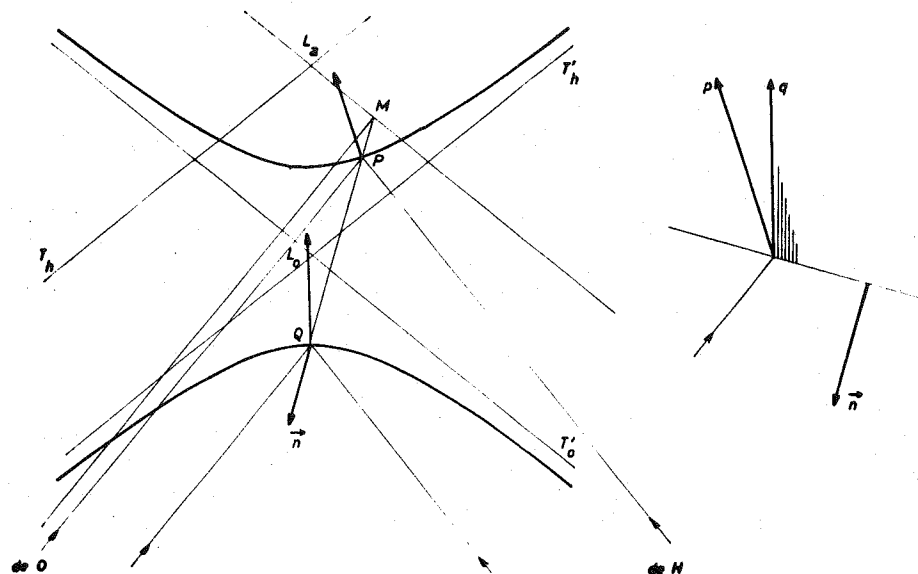


Fig. I-8

face d'entrée du cristal coupe les deux branches de la surface de dispersion. Ces champs d'ondes se propagent dans les directions p et q normales en P et Q à la S.D. Nous pouvons remarquer :

a) qu'une onde non polarisée donnerait naissance à 4 champs d'ondes ;

b) qu'une très faible rotation de l'onde incidente (vecteur OM) correspond au balayage de toute la S.D. par les points P et Q et entraîne donc une rotation de $2\theta_B$ des directions p et q . Il y a donc ici un phénomène d'amplification angulaire considérable ;

c) qu'une onde plane incidente engendre toujours deux ondes d'Ewald pour chaque polarisation, et qu'elles correspondent à des branches différentes de la S.D.

Notons encore que, les conditions géométriques étant fixées, il suffit, pour caractériser les champs d'ondes excités, de connaître

$$\text{l'écart à l'incidence de Bragg } \Delta\theta = \frac{L}{k_0} \frac{M}{a}.$$

I.2.4.2. Cas de Bragg. La normale à la face d'entrée du cristal n'est pas comprise entre la direction incidente et la direction réfléchie.

Considérons d'abord une onde incidente OM et les points caractéristiques possibles P et Q , obtenus par la construction de Huyghens (fig. I-9).

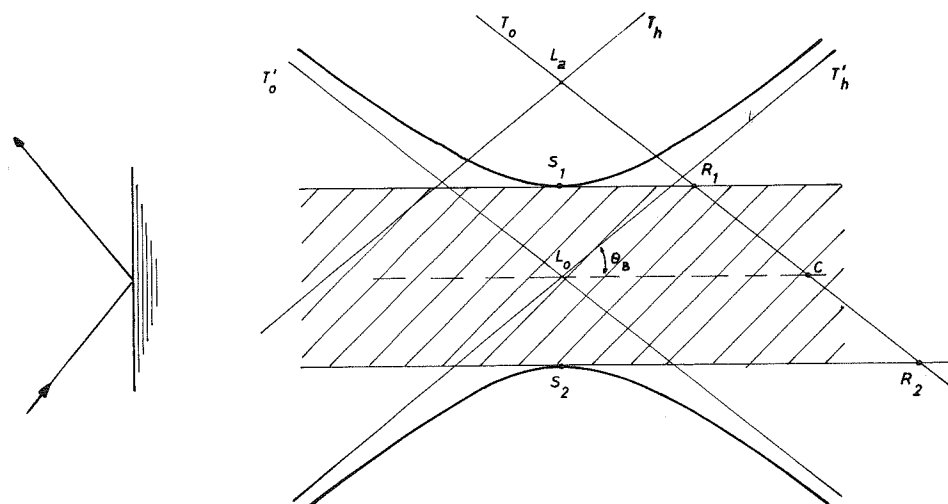


Fig. I-10

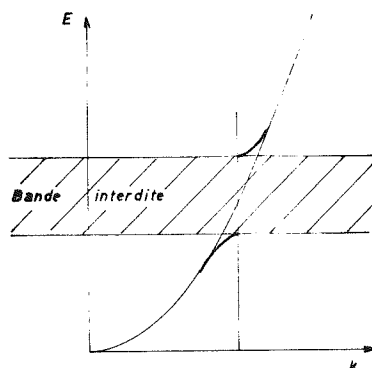
$$\text{Or } R_1 R_2 = \frac{S_1 S_2}{\sin \theta_B} = \frac{2 kPT \sqrt{F_H F_H}}{\sin 2\theta_B}$$

d'où :

$$\epsilon = \frac{2PT \sqrt{F_H F_H}}{\sin 2\theta_B}.$$

La largeur du domaine de réflexion totale est donc d'autant plus grande que le facteur de structure de la réflexion utilisée est plus grand.

Nous pouvons remarquer en passant que le résultat correspondant est connu de tous les physiciens du solide dans le cas des électrons - mais sous une forme un peu différente.



a)

Fig. I-11 a

L'interaction de l'électron avec le réseau modifie en effet la relation de dispersion $E(k)$ au voisinage de la limite de zone de Brillouin (fig. I-11 a), créant une bande interdite de largeur proportionnelle à l'amplitude du potentiel auquel l'électron est soumis ;

pratiquement parallèle à la direction incidente et une onde pratiquement parallèle à la direction réfléchie. Leurs directions sont pratiquement indépendantes de la direction de propagation du champ d'ondes dans le cristal ; par contre leurs intensités en dépendent considérablement : un champ d'ondes qui se propage presque suivant la direction incidente a, d'après ce que nous avons vu plus haut, une onde O prédominante ; au contraire, la propagation le long des plans réticulaires correspond à $\left| \frac{D_H}{D_O} \right| = 1$, et les ondes O et H dans le vide auront, dans ce cas, même intensité.

I.2.5. Absorption.

Loin des conditions de Bragg, une onde qui se propage seule dans un cristal est soumise à une absorption qu'on peut traduire par un coefficient μ tel que : $\frac{I(\ell)}{I} = \exp(-\mu\ell)$. Cette absorption est essentiellement due à l'effet photoélectrique.

Le couplage entre les deux ondes introduit des modifications très importantes ; nous allons les étudier qualitativement dans le cas particulier des champs d'ondes qui se propagent le long des plans réticulaires.

Rappelons que ces champs d'ondes sont constitués de deux ondes de même amplitude, de vecteurs d'onde $\vec{K}_O$ et $\vec{K}_H$ symétriques par rapport aux plans réticulaires ; la situation est analogue à celle d'un guide d'onde. On peut alors décomposer $\vec{K}_O = \vec{OS}$ et $\vec{K}_H = \vec{HS}$ en : $\vec{OS} = \vec{OK} + \vec{KS}$ et $\vec{HS} = \vec{HK} + \vec{KS} = -\vec{OK} + \vec{KS}$ (fig. I-12).

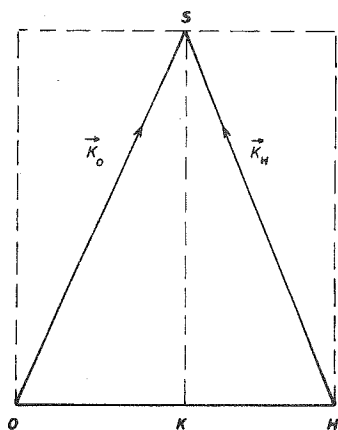


Fig. I-12

La contribution de $\vec{KS}$ sera une onde progressive, qui transportera l'énergie le long des plans réticulaires. $\vec{OK}$ et $\vec{HK}$ donneront un système d'ondes stationnaires, dont les ventres ou les noeuds seront sur les plans réticulaires. Dans le cas où les noeuds sont sur les plans atomiques (branche 1 de la S.D.), le champ électrique au niveau des atomes étant minimum, l'effet photoélectrique et par conséquent l'absorption seront diminués ; ils seront au contraire augmentés pour la branche 2 de la S.D.

irréaliste, car les rayons X sont émis à distance finie et constituent donc des ondes sphériques. Mais on peut se ramener au problème précédent en décomposant l'onde sphérique en ondes planes (Kato 1961). On constate alors que, dans tous les cas usuels et à moins de faire des montages très spéciaux (double spectromètre), le spectre spatial de l'onde incidente est assez large pour exciter, non une série de points, mais toute la surface de dispersion.

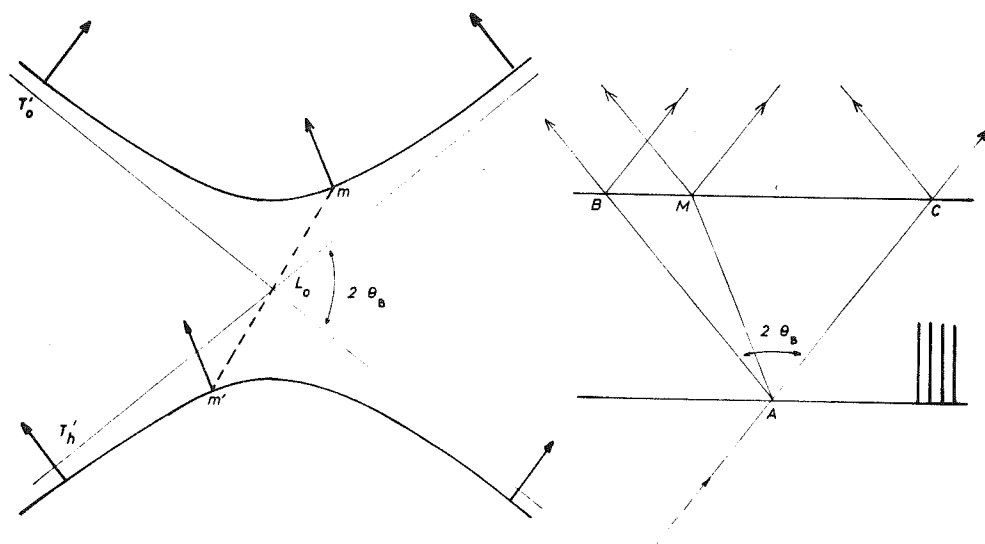


Fig. I-14

Un pinceau de rayons X arrivant en A donnera donc naissance (fig. I-14) à des champs d'ondes qui se propageront dans tout le triangle ABC, appelé triangle de Borrmann et, à la sortie du cristal, à deux faisceaux larges, l'un dans la direction incidente, l'autre dans la direction réfléchie.

Le long d'un trajet AM se propageront 4 champs d'ondes représentés par les points m et m' diamétralement opposés sur l'hyperbole et par les homologues associés à l'autre polarisation.

Ceci noté, nous ne nous attacherons dans toute la suite qu'à une seule polarisation.

b) dans le cas où l'absorption est très forte, seuls les champs d'ondes les moins absorbés peuvent passer : l'intensité est donc maximale au centre.

I.2.8. Phénomènes d'interférence.

I.2.8.1. L'onde incidente est plane et illimitée.

Les deux champs d'ondes excités dans le cristal, pour une polarisation donnée, par une onde incidente de vecteur d'onde OM sont caractérisés par les points P et Q. Les vecteurs d'onde correspondant à ces champs d'ondes diffèrent donc de PQ, et il apparaît un phénomène de battement, tout à fait analogue à celui qui se produit entre deux pendules couplés et qui conduit à un échange périodique d'énergie. Ceci justifie le terme de "Pendellösung" donné à ce phénomène par Ewald, et qui est universellement accepté sous cette forme. Il signifie que la direction de propagation de l'énergie varie périodiquement avec la profondeur dans le cristal entre les directions incidente et réfléchie ; la période de cette variation, $\frac{1}{|PQ|}$, dépend évidemment de l'écart à l'incidence de Bragg de l'onde incidente OM. Elle est maximum lorsque la condition de Bragg est exactement réalisée et vaut alors :

$$\Lambda = \frac{1}{S_1 S_2}$$

Or, d'après I.2.2. et I.2.3. :

$$S_1 S_2 = \frac{2\xi_0 \sin i}{\cos \theta_B} = \frac{2}{\cos \theta_B} \cdot \frac{1}{2} \chi_k$$

d'où :

$$\Lambda = \frac{\pi v \cos \theta_B}{r_e \lambda P F_H} \quad \text{pour le cas de Laue symétrique.}$$

Λ est appelé période de solution pendulaire, ou période de Pendellösung, ou encore distance d'extinction. Son rôle en théorie dynamique est fondamental.

I.2.8.2. Cas réel : faisceau incident limité. Franges de Kato.

Dans ce cas, les champs d'ondes représentés par P et Q sur la fig. I-17 sont séparés dans le cristal et ne peuvent donc pas interférer.

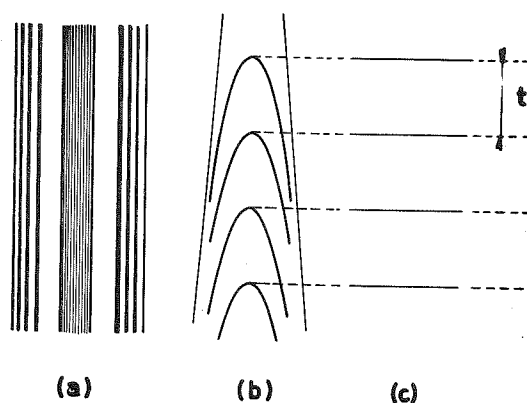


Fig. I-20

verticales, qui seraient les projections des intersections des cylindres hyperboliques avec la face de sortie. Si le cristal a la forme d'un coin, par exemple plus mince au-dessus du plan de figure qu'au-dessous, la face de sortie coupera la famille de cylindres suivant plusieurs hyperboles, et on aura sur la plaque photographique une figure analogue à I-20 b. L'écart t entre les

sommets des hyperboles correspondra à une variation d'épaisseur du cristal égale à la distance entre deux maxima le long des plans atomiques ; or la différence des vecteurs d'ondes est dans ce cas $S_1 S_2 = \frac{1}{\Lambda}$. Il en résulte immédiatement que d correspond à une variation d'épaisseur du cristal égale à Λ .

b) imaginons maintenant que nous puissions translater horizontalement le faisceau de rayons X incident ; il se produira sur la plaque photographique une intégration des intensités. Dans le cas où le cristal est une lame à faces parallèles, l'image sera uniforme ; lorsqu'il a la forme d'un coin, on conçoit intuitivement, et le calcul (Kato et Lang 1959) le confirme, qu'on obtiendra un réseau de franges, horizontales dans ce cas, qui constitueront des lignes d'égale épaisseur (fig. I-20 c) correspondant à des variations d'épaisseur égales à Λ .

c) ce phénomène d'interférence entre un champ d'ondes 1 et un champ d'ondes 2 ne sera net que si ces champs d'ondes ont des intensités voisines. Il disparaîtra donc lorsque l'absorption μ_d sera importante, car alors le champ d'ondes 2 sera très faible par rapport au champ d'ondes 1.

Considérons dans un cristal parfait (région I) une lamelle (région II) dans laquelle le réseau est différent.

Nous supposons pour simplifier et fixer les idées :

a) que la lamelle est limitée par des plans parallèles aux faces du cristal parfait ;

b) que les plans réflecteurs utilisés ont la même orientation partout, et que leur distance d_{II} dans la lamelle est constante, mais légèrement inférieure à la distance d_I dans le cristal parfait (fig. I-21 a).

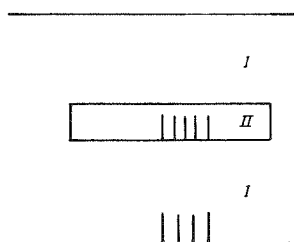


Fig. I-21 a

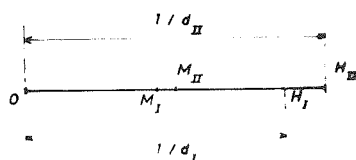


Fig. I-21 b

c) que la transition est brutale.

Dans l'espace de Fourier, les vecteurs joignant l'origine O aux points H_I et H_{II} correspondant aux plans réflecteurs seront donc colinéaires mais de longueur différente (fig. I-21 b). Les surfaces de dispersion qu'il faut associer aux régions I et II

seront donc manifestement différentes ; en particulier, O étant supposé fixe, le centre des hyperboles sera sur la médiatrice de OH_I dans un cas, de OH_{II} dans l'autre.

Pour voir le détail du phénomène, utilisons un artifice classique en optique : imaginons qu'il existe entre I et II une couche de vide. En un point M de la surface I-vide arrivent deux champs d'ondes représentés par les points m_1 et m_2 de la S.D. I (fig. I-22). Dans le vide, chaque champ d'ondes se décompose en ses deux ondes ; les points caractéristiques s'obtiennent par la construction de Huyghens, et ils se trouvent sur les asymptotes T_o et T_h . Il arrive donc sur la région II quatre ondes :

Om_1^o et Om_2^o qui se propagent suivant MN , parallèlement à la direction incidente,

$H_I m_1^h$ et $H_I m_2^h$ qui se propagent suivant MP , parallèlement à la direction réfléchie.

Plus précisément, on voit sur la fig. I-23 b, qui représente un agrandissement de la région d'intersection des sphères, que T_{hII} se déduit de T_{hI} par translation de $\overrightarrow{L_{aI}R} = \overrightarrow{H_I H_{II}}$. La nouvelle intersection L_{aII} des asymptotes relatives au vide sera déplacée de :

$$L_{aI} L_{aII} = \frac{L_{aI} R}{2 \cos \theta_B} = \frac{H_I H_{II}}{2 \cos \theta_B}$$

$$\text{or : } H_I H_{II} = \delta(OH) = \delta\left(\frac{1}{d}\right) = -\frac{1}{d^2} \delta d$$

$$\text{d'où : } L_{aI} L_{aII} = -\frac{1}{2d \sin \theta_B} \frac{\delta d}{d} \frac{\sin \theta_B}{\cos \theta_B} = -\frac{1}{\lambda} \frac{\delta d}{d} \operatorname{tg} \theta_B = +\frac{1}{\lambda} \delta \theta_B$$

On retrouve bien sûr la variation d'angle de Bragg $\delta \theta_B$ associée à la variation de distance δd des plans réflecteurs.

Il en résulte :

1) que S.D. II se déduit de S.D. I par une translation de $k_O \delta \theta_B$ parallèlement à T_O pour ce qui concerne les champs d'ondes associés à une onde parallèle à la direction incidente arrivant sur la région II.

2) qu'une onde sortant de la région I engendre deux champs d'ondes, c'est-à-dire quatre ondes, dans la région II ; ces champs d'ondes sont représentés sur la fig. I-23 b par les points q_1 et q_2 .

Le même raisonnement appliqué à une onde arrivant sur la région II parallèle à la direction réfléchie montre que S.D. II s'obtient cette fois par une translation de $k_O \delta \theta_B$ parallèlement à T_h .

Plutôt que de construire deux nouvelles S.D., il est commode de travailler avec une seule S.D. en translatant les points caractéristiques de $-k_O \delta \theta_B$ parallèlement

à T_O pour les ondes O ($m_1^O \rightarrow m_1'^O$; $m_2^O \rightarrow m_2'^O$)

à T_h pour les ondes H ($m_1^h \rightarrow m_1'^h$; $m_2^h \rightarrow m_2'^h$)

Rem. : les diverses constructions géométriques que nous venons de présenter peuvent se résumer en disant que les champs d'ondes subissent une variation de leur écart à l'incidence de Bragg

$$\delta(\Delta \theta) \equiv (\Delta \theta)_{II} - (\Delta \theta)_I = \frac{\delta d}{d} \operatorname{tg} \theta_B + \delta \theta.$$

I.3.2. Courbure des rayons.

La conclusion à laquelle nous venons d'arriver est que, dans le cas où la région de "mauvais cristal" est séparée de la région de "bon cristal" par une transition brutale, sa traversée entraîne une multiplication des champs d'ondes (Balibar 1968), et ce, apparemment, quel que soit le degré de différence entre le "mauvais cristal" et le cristal parfait.

Cette conclusion est certainement fausse dans le cas limite où le "mauvais cristal", devenu identique au cristal parfait, cesse d'exister : dans ce cas, un champ d'ondes doit rester un champ d'ondes.

Par continuité, on conçoit que, lorsque la désorientation varie lentement dans l'espace, il n'apparaît pas de nouveaux champs d'ondes ; le point caractéristique d'un champ d'ondes va simplement glisser sur la S.D., et la direction de propagation correspondante va tourner. Les rayons vont donc être courbés, comme dans le phénomène du mirage en optique classique (Penning - 1966).

Il faut noter qu'une rotation des plans réflecteurs de l'ordre de grandeur de la largeur intrinsèque du profil de réflexion, c'est-à-dire de quelques secondes d'arc, suffit pour faire tourner de $2\theta_B$, c'est-à-dire de plusieurs dizaines de degrés, la direction des rayons (fig. I-25). Il y a donc là un phénomène d'amplification angulaire considérable.

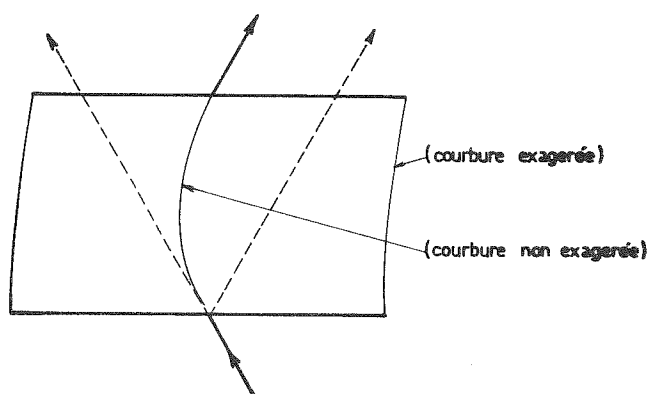


Fig. I-25

Quantitativement, on peut montrer (Balibar et Authier, 1970, cité dans Authier, Balibar, Epelboin - 1970) que la création de nouveaux champs d'ondes se produit si le gradient de désorientation est supérieur à $\frac{\epsilon}{\Lambda}$ où ϵ est la largeur intrinsèque du profil de réflexion et Λ la période de solution pendulaire.

On peut cependant dégager quelques idées qualitatives, qui nous permettront de comprendre plusieurs des caractéristiques du phénomène (Authier - 1967).

I.4.1. Image directe ou cinématique.

Nous avons choisi le plan de la figure I-26 de façon que la dislocation y coupe le faisceau direct AC. Ce faisceau direct est constitué d'ondes dont l'écart à l'incidence de Bragg est grand et qui, dans le cristal parfait, ne participent pas à la diffraction.

Or il existe certainement, au voisinage de E, une région dont la désorientation par rapport au cristal parfait est telle qu'une fraction de ce faisceau direct soit exactement en position de Bragg pour elle. Cette fraction sera réfléchie suivant EE', c'est-à-dire parallèlement à la direction réfléchie AB, et donnera un pic d'intensité à l'emplacement correspondant à E' dans le faisceau réfléchi.

Comme la région qui participe à cette réflexion supplémentaire est petite, la théorie cinématique rend compte de l'intensité réfléchie, qui est donc proportionnelle à F_H^2 , F_H étant le facteur de structure de la réflexion utilisée. Or l'intensité réfléchie par le même volume est proportionnelle, en théorie dynamique, à F_H ; le contraste de l'image directe sera donc d'autant plus grand que le facteur de structure sera plus grand. Par exemple, il sera plus grand pour une réflexion 110 que pour une réflexion 220.

Un autre point mérite d'être relevé : les ondes que nous étudions ont un écart à l'incidence de Bragg grand ; elles sont donc soumises à l'absorption photoélectrique normale donnée par le coefficient d'absorption μ . Si l'épaisseur d de l'échantillon est grande, de sorte que $\mu d \geq 4$ par exemple, elles seront très puissamment absorbées avant d'atteindre la face de sortie BC du cristal, et le maximum d'intensité en E' n'apparaîtra donc pas.

I.5. LA METHODE DE LANG

I.5.1. Topographies en pose fixe ou sections (Lang - 1958).

Nous avons montré au paragraphe précédent que la présence de défauts modifie considérablement la répartition de l'intensité dans le faisceau réfléchi par rapport à ce qu'elle serait pour le cristal parfait. Nous avons même, afin d'alléger l'exposé, pris la liberté de parler dès lors d'images.

Le moyen d'obtenir ces images est évident : il suffit (fig. I-27) de placer une plaque photographique P dans le trajet du faisceau réfléchi R. Les variations d'intensité du faisceau se traduiront par des variations de noircissement de la plaque entre E et S.

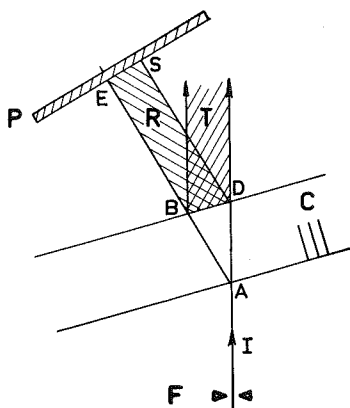


Fig. I-27

I.5.1.1. Mise en oeuvre expérimentale :

a) le faisceau incident I

Il doit être limité par une fente F fine, de manière que sa trace A sur la face d'entrée du cristal ne soit pas trop étalée et que le brouillage d'images dû à la superposition de triangles de Borrmann voisins soit faible. En revanche, sa hauteur n'a pas d'effet néfaste, et on peut explorer en une pose une région aussi haute du cristal qu'il est nécessaire.

Pratiquement, on opère en général avec une ouverture de fente voisine de 10μ ; les conditions sur la divergence du faisceau (§ I.5.2.) sont alors remplies lorsqu'on utilise les tubes usuels pour la méthode de Lang.

au faisceau réfléchi intense qui prend naissance à l'intersection du faisceau direct AD avec le défaut. Dans le cas d'un échantillon peu absorbant, un défaut situé sur la face d'entrée, en A, donne une image directe en E, tandis qu'un défaut situé en D, sur la face de sortie, aura son image directe en S ; ainsi un bord de la topographie en pose fixe est associé à la face d'entrée du cristal, l'autre à sa face de sortie. Et la distance d'une image directe aux bords permet de déterminer immédiatement la position du défaut correspondant dans l'épaisseur du cristal, ce qui est un résultat très précieux puisqu'on ne peut l'obtenir par aucune autre technique.

Au sens des images directes, la topographie en pose fixe fournit donc une image de la section du cristal par le faisceau direct. Ceci correspond, hélas, à fort peu de matière à la fois, et cet inconvénient a poussé Lang à chercher un moyen d'observer une plus grande région d'un échantillon : ce sera la topographie par translation.

b) Les autres images

En réalité, on trouve aussi sur la section des images "dynamiques" ou "intermédiaires" qui peuvent provenir de défauts situés n'importe où dans le triangle ABD ; il n'est, dans ce cas, pas possible d'établir une relation biunivoque entre la position de l'image et celle du défaut.

Cependant, comme nous le verrons par la suite (§ I.5.2.), ces images sont extrêmement précieuses parce que plus aisément interprétables que les topographies par translation.

I.5.2. Topographies par translation.

On peut concevoir au moins deux moyens pour augmenter la surface de l'échantillon explorée :

a) élargir le faisceau incident AB (fig. I-28)

Ceci implique, pour avoir une utilité, d'utiliser aussi une source S de rayons X étendue ; en effet, puisque le cristal ne réfléchit que les rayons dont l'écart par rapport à l'incidence de Bragg est très faible, la largeur de la région qui sera en position de réflexion n'est guère plus grande que la dimension horizontale du foyer.

b) Le faisceau transmis T, s'il arrivait sur la plaque photographique, y impressionnerait une région qui empiéterait sur l'image produite par R. Il faut donc l'arrêter, et c'est le rôle de la fente F' ; on peut s'en dispenser lorsque l'angle de Bragg est relativement grand et la région explorée suffisamment petite pour qu'il n'y ait pas de recouvrement.

c) L'image qui se formera en un point P résultera de toute façon, ici, de la superposition des effets associés à toutes les positions du cristal comprises dans un intervalle de largeur BD (fig. I-29). Il n'y a donc pas d'inconvénient à augmenter fortement l'ouverture de la fente F. Il faut seulement que la divergence du faisceau soit inférieure à la différence des angles de Bragg des radiations $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ pour la réflexion utilisée, afin d'éviter un dédoublement des images. L'ouverture admissible dépend évidemment des dimensions de la source S de rayons X et de sa distance à l'échantillon. Les valeurs optimales correspondent à une source de largeur 0,1 mm, située à 45 cm environ du cristal, et à une fente F ouverte à 0,1 mm environ.

I.5.2.2. Exploitation des images.

a) Géométrie des images directes

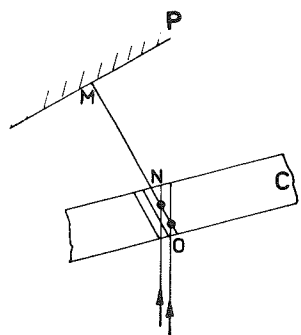


Fig. I-30

Supposons d'abord, pour simplifier, qu'il n'existe que des images directes. Il est plus aisé de raisonner comme si, l'échantillon et la plaque photographique étant fixes, le faisceau incident se déplaçait. On voit immédiatement sur la fig. I-30 qu'en un point M de la plaque se superposeront les images directes de tous les défauts situés sur la normale MNO à la plaque. Or NO est parallèle à la direction réfléchie, ce qui signifie que les images directes constitueront la projection, parallèlement à la direction réfléchie, des défauts contenus dans

le cristal. Ceci justifie le nom de "projection topographique" donné par son inventeur A.R. Lang (Lang - 1959) à cette méthode.

Les images directes sont prédominantes lorsque l'absorption est faible ($\mu d \sim 1$) ; la belle simplicité qu'elles procurent sera donc facile à obtenir dans l'étude de matériaux à faible numéro atomique tels que

α. soit en faisant une réflexion hkl et une réflexion $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$,

β. soit en faisant tourner l'échantillon autour de la normale aux plans réflecteurs (Haruta 1965)

et les observer dans un stéréoscope ou dans deux microscopes ; dans de bonnes conditions, on obtient alors une impression de relief qui permet de déterminer la position des défauts dans l'espace.

La méthode α. est la plus commode ; mais son usage implique d'une part que l'échantillon soit suffisamment épais, et d'autre part qu'il soit suffisamment peu absorbant pour que les images directes soient prédominantes.

Cependant, même lorsque l'observation stéréoscopique n'est pas possible, il est utile de faire des paires de clichés avec les réflexions hkl et $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$; la différence d'aspect entre les deux images peut être considérable, comme on le verra plus loin (III.5.).

I.5.3. Informations fournies par la technique de Lang.

D'après ce qui précède, la technique de Lang renseigne sur les champs de distorsion, c'est-à-dire à la fois les déformations, définies en élasticité par le tenseur symétrique d'ordre 2

$$e_{ij} = \frac{1}{2} \left\{ \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right\} \text{ où } u_i \text{ est le vecteur déplacement, et}$$

les rotations définies par le tenseur antisymétrique d'ordre 2

$$\omega_{ij} = \frac{1}{2} \left\{ \frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right\}. \text{ La sensibilité aux désorientations peut}$$

être ajustée par le choix de la radiation et de la réflexion, et peut atteindre 10^{-6} rad.

I.5.3.1. Dislocations

C'est à l'étude des dislocations que la technique de Lang a été le plus appliquée. Elle permet évidemment de les dénombrer, de déterminer leur forme et de voir dans quelle mesure les autres techniques, telles que l'attaque chimique, sont dignes de confiance (Zarka - 1969).

Mais on peut aller plus loin. Dans l'approximation de l'élasticité des milieux continus et isotropes, une dislocation vis ne déforme

I.6. INCONVENIENTS, AVANTAGES ET PERSPECTIVES DE LA METHODE DE LANG.

Le grand développement qu'a connu la méthode de Lang dans les onze années qui se sont écoulées depuis son invention est dû à la fois à ses possibilités et au fait que cette période est celle du développement de l'industrie de l'électronique à semi-conducteurs de hautes performance et fiabilité, pour laquelle la connaissance approfondie des défauts est une nécessité.

Les inconvénients de la technique de Lang sont :

a) la précision mécanique et, partant, le prix élevé de l'équipement nécessaire ;

b) le soin avec lequel les réglages doivent être faits ;

c) la durée des poses : elles sont évidemment très variables suivant :

- . la largeur de la zone que l'on désire explorer,
- . le matériau étudié et son épaisseur,
- . la radiation et la réflexion utilisées.

Les temps de pose que nous avons utilisés étaient généralement de 10 à 60 heures.

d) cette technique ne s'applique qu'à des monocristaux de bonne qualité, dans laquelle la densité de dislocation est inférieure à 10^7 cm^{-2} environ. Des cristaux qui, pour d'autres utilisateurs, sont réputés excellents, s'avèrent ainsi inutilisables en méthode de Lang.

Les avantages de la technique sont cependant nombreux et importants :

a) c'est une méthode non destructive ;

b) dans beaucoup de cas, elle permet l'utilisation d'échantillons faits pour l'étude par d'autres méthodes, et la confrontation des résultats est très fructueuse. D'autre part, les épaisseurs nécessaires (entre quelques 10^{-2} et 10^1 mm) ne sont, à la différence du cas de la microscopie électronique, pas de nature à exalter les effets de surfaces ;

CHAPITRE II : ORIGINE DES IMAGES DE PAROIS DE DOMAINES FERROMAGNETIQUES PAR

TOPOGRAPHIE AUX RAYONS X

II.1. RESULTATS CONNUS EN 1967

Nous avons commencé la partie expérimentale du présent travail en mars 1967. L'étude par topographie aux rayons X des domaines ferro- ou ferrimagnétiques avait alors fait l'objet de quatre publications.

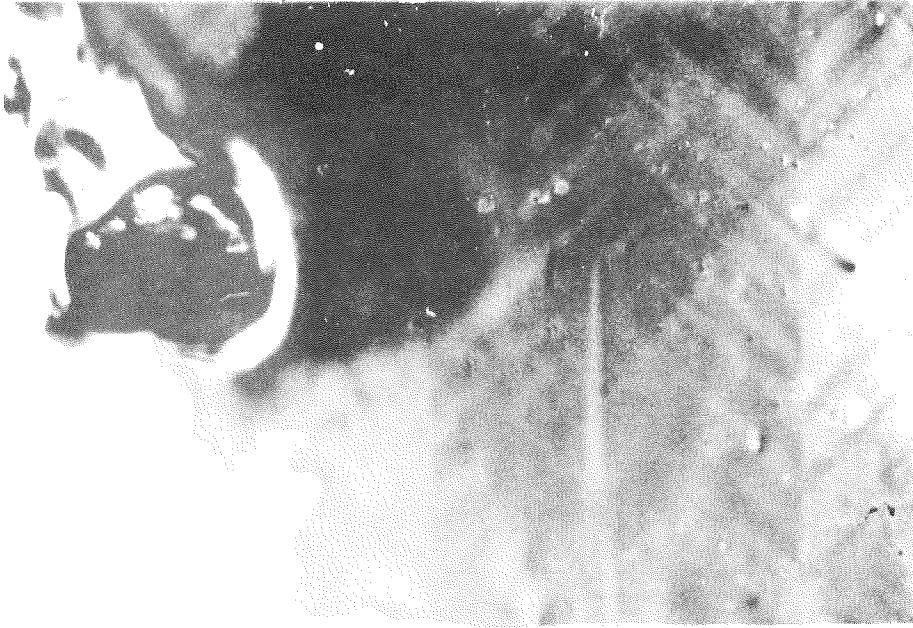
En 1960, Merz avait observé, par la méthode de Berg-Barrett et par la technique du double spectromètre, les domaines ferrimagnétiques sur la surface de cristaux d'un ferrite de zinc et de cobalt à magnétostriction très forte ($\lambda \approx - 3.10^{-4}$).

En 1962, Polcarova et Lang signalaient l'observation, au cours d'une étude par la méthode de Lang des dislocations dans le fer-silicium, d'ombres bizarres, et leur identification à des images des parois de domaines ferromagnétiques ; les images étaient attribuées à l'effet de la magnétostriction.

En 1965, dans leur article sur les dislocations dans le fer-silicium, Lang et Polcarova discutaient à nouveau brièvement des images de parois de domaines, et établissaient l'invisibilité des parois à 180° .

En 1965 aussi, Roessler, Kramer et Kuriyama publiaient des observations de domaines dans le fer-silicium par une technique de transmission anormale des rayons X. Ils attribuaient le contraste à une interaction entre le "champ magnétique" à l'intérieur de l'échantillon et la polarisation des rayons X, et signalaient d'importants écarts entre les dimensions des domaines révélées par leur méthode topographique d'une part et la technique de Bitter d'autre part. Nous pouvons noter dès à présent que ces écarts ne nous paraissent pas surprenants. En effet, dans les expériences citées, la plaque photographique était fixée à l'échantillon, et celui-ci était donc certainement soumis à des contraintes lors de la pose de la topographie. Il est fort probable qu'il n'en était pas de même lors de l'examen par la méthode de Bitter,

L'examen par effet Kerr de la surface d'une plaque de cet alliage voisine de (001) révèle une configuration de domaines tout à fait analogue à celle observée sur des échantillons de teneur en silicium plus faible. On observe en particulier (fig. II-1) des domaines "en sapin", dûs à l'inclinaison de la surface par rapport au plan (001) ;



a)

100 μm



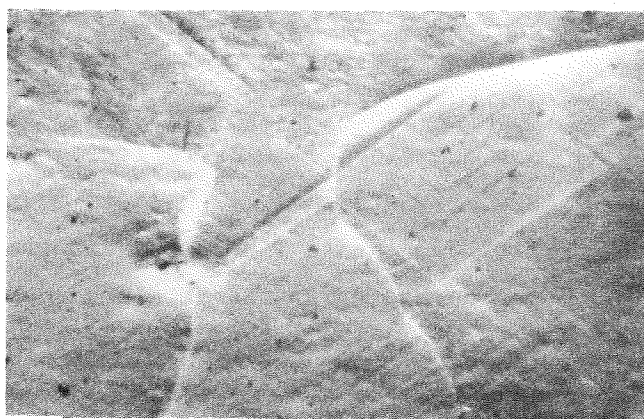
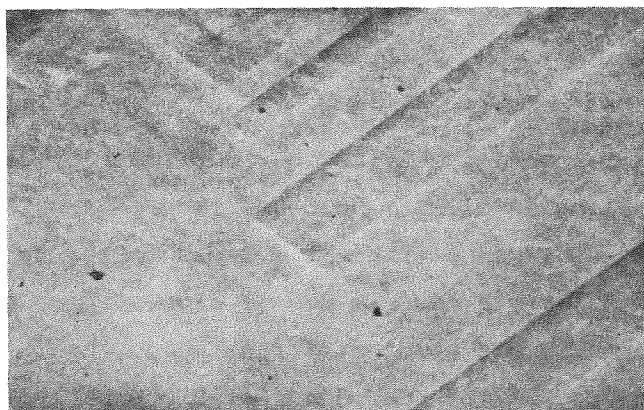
b)

Fig. II-1 - Fer-silicium 6 %, $\lambda_{100} = 0$; a) effet Kerr

b) topographie $\text{MoK}\alpha_1$ 020

a) Fe-Si 3 %

$$\lambda_{100} = 2,5 \cdot 10^{-5}$$



b) Fe-Si 5,2 %

$$\lambda_{100} = 1,3 \cdot 10^{-5}$$

c) Fe-Si 6 %

$$\lambda_{100} \approx 0$$

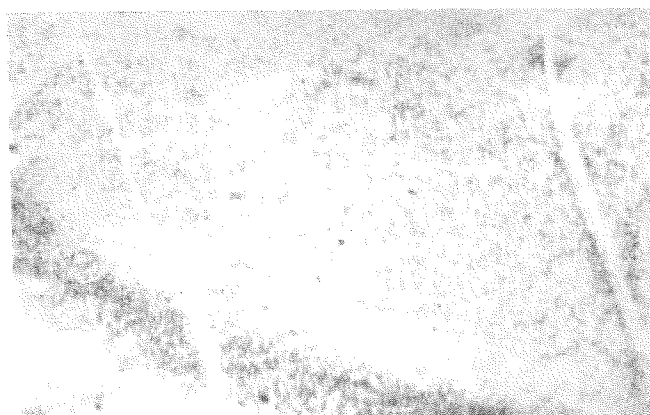


Fig. II-3 - Topographies $\text{CoK}\alpha_1$ 020 sur divers alliages fer-silicium

II.3.1. Calcul du tenseur distorsion en présence d'une paroi (110). 90°

Ce calcul a été fait par J. P. Perrier en minimisant la somme des énergies d'anisotropie magnétocristalline, d'échange, élastique et magnéto-élastique. Sa conclusion est celle qu'on attendait intuitivement :

- a) la distorsion ne varie que dans l'épaisseur de la paroi ;
- b) dans les domaines de part et d'autre de la paroi, le réseau subit la déformation spontanée qui correspond à la magnétostriction libre,

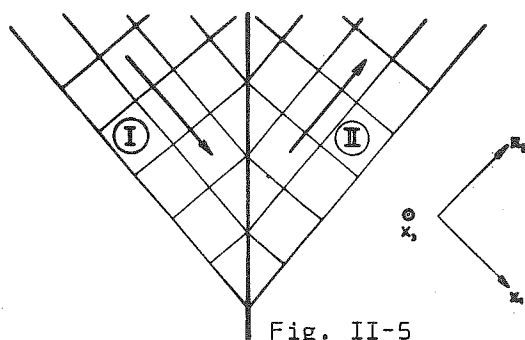


Fig. II-5

et est donc quadratique ; la paroi constitue alors une sorte de macles par pseudo-symétrie (fig. II-5), c'est-à-dire que, par rapport aux axes du réseau cubique qui caractérise le cristal paramagnétique, les axes du cristal quadratique ont légèrement tourné.

II.3.2. Effet de la paroi sur la propagation des champs d'ondes

II.3.2.1. Position du problème

Comme l'épaisseur de la région dans laquelle la distorsion varie est très faible devant la distance d'extinction Λ comme devant le pouvoir de résolution de la méthode, on peut sans hésiter la négliger. Nous nous contenterons donc de considérer les deux domaines, qui nous apparaissent comme deux régions de cristal parfait légèrement désorientées l'une par rapport à l'autre.

En ce qui concerne les champs d'ondes, le paramètre significatif est la variation de l'écart à l'incidence de Bragg (Authier - 1966) qui résulte du passage d'un domaine à l'autre. Son calcul nous permettra de prévoir dans quels cas, ce paramètre étant nul, la paroi n'aura aucun effet sur les champs d'ondes et sera donc invisible.

Puis nous viendrons à la géométrie des réflexions 020.

Dans toute cette étude, nous supposerons, pour simplifier, que le cristal est suffisamment épais pour qu'on puisse négliger les champs d'ondes correspondant à la branche 2 de la surface de dispersion, qui subissent une absorption anormalement forte.

II.3.2.3. Géométrie de la transition pour les réflexions 020

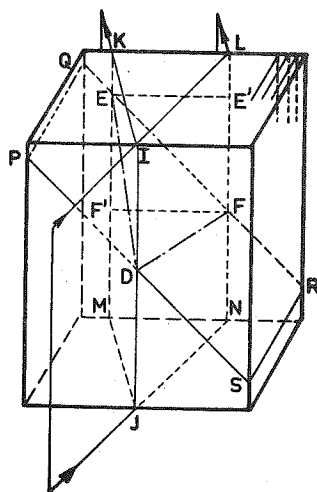


Fig. II-6

Considérons (fig. II-6) une nappe de rayons X incidente, qui coupe la face d'entrée du cristal suivant IJ. D'après les hypothèses faites, la géométrie est celle du cas de Laue symétrique (cf. I.2.4.1.) et, dans le cristal, il se forme des champs d'ondes qui se propagent dans tout le prisme IKL JMN, qui coupe la paroi PQRS suivant DEF.

Nous pouvons donc noter d'emblée que les régions de la face de sortie situées au-dessus de EE' et au-dessous de FF' reçoivent des champs d'ondes dont la propagation s'est faite entièrement dans l'un ou l'autre des domaines, et qui n'ont pas vu la paroi. Ceci suppose bien entendu que l'on néglige la divergence verticale

du faisceau, qui apportera en réalité un élargissement instrumental.

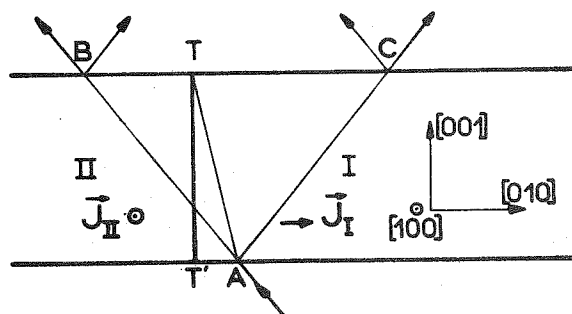


Fig. II-7

Une coupe par un plan horizontal (fig. II-7) entre EE' et FF' permet de mieux comprendre la situation. Si TT' est la trace de la paroi, seuls les champs d'ondes qui, dans le domaine I, se propagent dans des directions comprises entre AB et AT coupent la paroi. Pour étudier ce qui leur advient, nous introduirons à nouveau une couche de vide fictive en

TT' et nous déterminerons les ondes qui sortiront du domaine I et les champs d'ondes excités dans le domaine II par une construction de Huyghens ; celle-ci est, en toute rigueur, compliquée par le fait que la normale à la paroi n'est pas contenue dans le plan d'incidence, mais on peut montrer que l'erreur commise en faisant la construction dans le plan d'incidence est négligeable. La géométrie est, dans cette approximation, celle du cas de Bragg symétrique. (cf. I.2.4.2.) ; nous retrouverons ici les propriétés très particulières de la géométrie du cas de Bragg, en particulier le phénomène de réflexion totale.

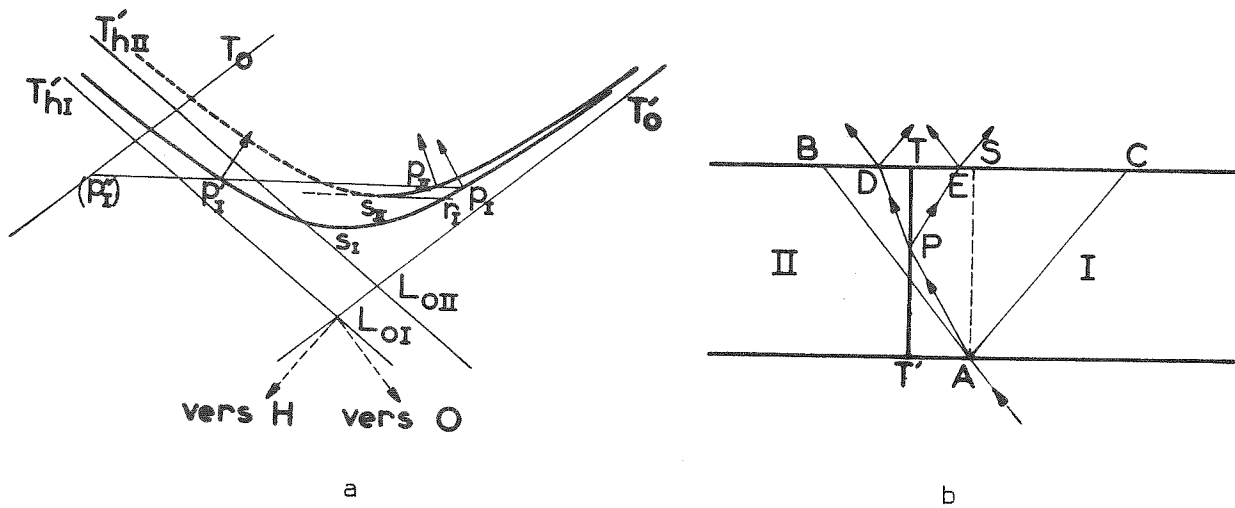


Fig. II-9

II.3.3.1. Cas général : réflexion partielle et réfraction

Le champ d'ondes (Op_I, Hp_I) (fig. II-9 a) se propage suivant la normale en p_I à la S.D. : c'est le rayon AP (fig. II-9 b). Il donne naissance à la limite des domaines au champ d'ondes réfléchi (Op'_I, Hp'_I) , dont le vecteur de Poynting est dirigé suivant PE symétrique de AP par rapport à TT' et, dans le domaine II, au champ d'ondes (Op_{II}, Hp_{II}) correspondant au rayon PD. Les amplitudes de ces ondes s'obtiennent facilement en imposant la condition de continuité de l'induction, qui s'écrit, d'après Authier (1962) :

$$\begin{aligned} D_{oI} + D'_{oI} &= D_{oII} \\ D_{hI} + D'_{hI} &= D_{hII} \end{aligned} \quad (II.5)$$

On sait par ailleurs (Authier - 1962) que pour un champ d'ondes représenté par un point p dans l'espace réciproque, le rapport des amplitudes des ondes H et O est donné par :

$$\frac{D_h}{D_o} = R = \frac{2\xi_o}{kx_h^{-C}} = \frac{kx_h C}{2\xi_h} \quad (II.6)$$

où ξ_o et ξ_h sont les distances du point p aux asymptotes T'_o et T'_h respectivement,

$k = \frac{1}{\lambda}$ est le nombre d'ondes dans le vide,

x_h, x_h^{-} sont les termes de rang $(h, k, 1)$ et $(\bar{h}, \bar{k}, \bar{l})$ du développement en série de Fourier de la susceptibilité électrique,

C est le facteur de polarisation, égal à 1 ou à $\cos 2 \theta_B$;

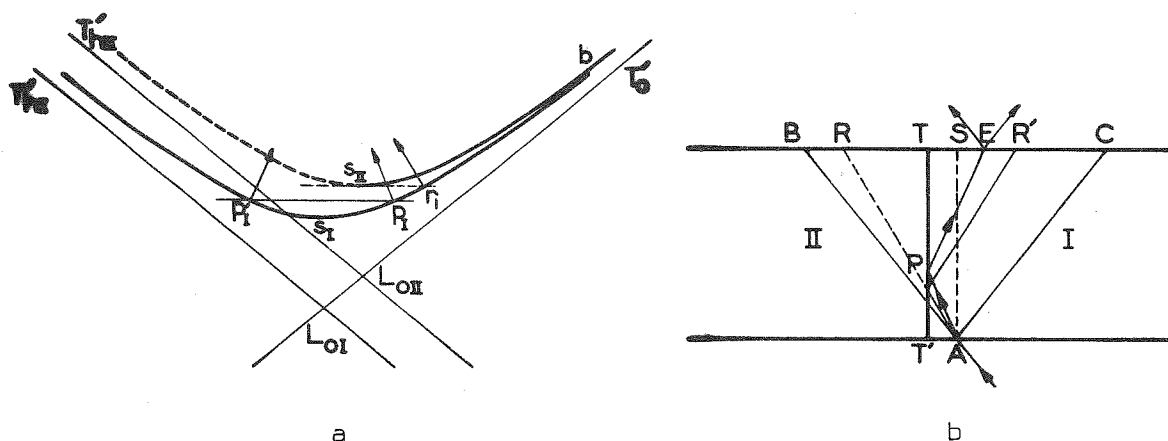


Fig. II-10

II.3.3.3. Absorption

On a vu que l'absorption subie par un champ d'ondes associé à une branche donnée de la S.D. ne dépend que de la valeur absolue de son écart à l'incidence de Bragg.

Il est donc évident que l'absorption subie par le rayon réfléchi sera la même que celle que subirait en l'absence de paroi le rayon qui lui donne naissance.

Le rayon réfracté, lui, sera plus absorbé que le rayon incident si le point caractéristique sur la S.D. II est situé plus loin du sommet, donc si $\alpha_{II} > \alpha_I$; il sera moins absorbé si $\alpha_{II} < \alpha_I$.

II.3.4. Etude qualitative d'une topographie en pose fixe (section)

II.3.4.1. Cas étudié

Nous nous proposons d'analyser qualitativement, région par région, l'effet de la paroi sur la répartition de l'intensité réfléchie telle qu'on peut l'observer en plaçant une plaque photographique normalement au faisceau réfléchi, sans déplacer l'échantillon ni la plaque. Le cas que nous étudierons est celui d'une réflexion 020 utilisant la radiation $\text{Co K}\alpha_1$, pour un échantillon de fer à 5,2 % en masse de silicium, d'épaisseur $e \sim 0,1$ mm. L'absorption normale μ_e est voisine de 4, et le rapport $\frac{\delta_{I-II}(\Delta\theta)}{e}$ pour deux domaines aimantés suivant $[100]$ et $[010]$ est de 0,18. L'angle de Bragg est voisin de 39° . Le plan d'incidence est (100).

b) T compris entre S et C

La figure II-11 b) montre que le faisceau incident entre par le domaine II et que, si le domaine I était enlevé, c'est K_h qui sortirait. La surface de dispersion I s'obtient donc par translation de la surface de dispersion II parallèlement à T_h (fig. II-11 a).

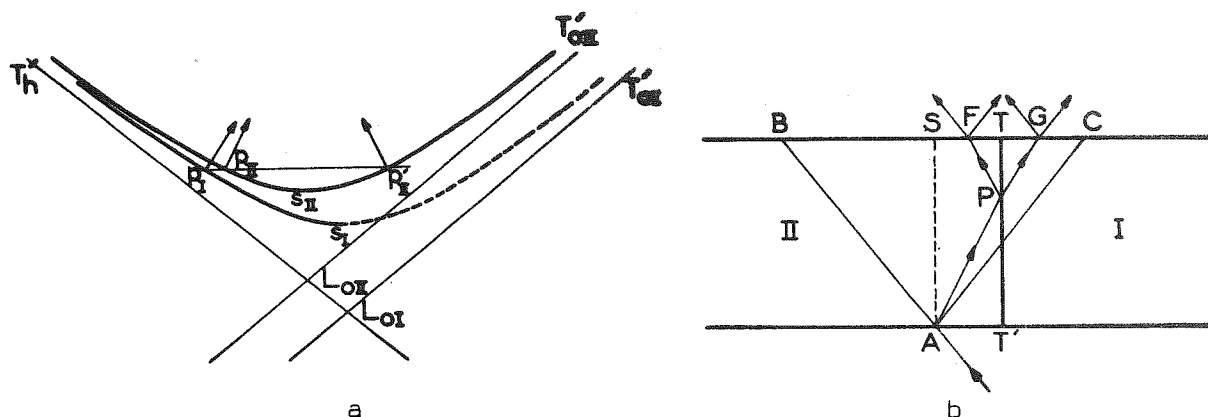


Fig. II-11

On voit qu'il ne peut y avoir réflexion totale sur le domaine I ; il y aura donc un rayon réfléchi PF (champ d'ondes représenté par p'_{II}) et un champ d'ondes réfracté PG (p_I), qui subira une absorption accrue.

Un exemple numérique montre immédiatement que l'intensité dans la direction réfléchie qui correspond au champ d'ondes réfléchi partiellement est négligeable : avec $R_{II} = 1,7$, $R_I = 2,7$, on trouve, en appliquant (II.11) après avoir permuté les indices I et II :

$$\left| \frac{D'_{hII}}{D_{hII}} \right| \sim 0,16$$

tandis que

$$\frac{D_{hI}}{D_{hII}} \sim 0,84$$

Le seul effet notable sera donc celui de l'absorption accrue de PG, qui conduira à une intensité diminuée pour la région TC.

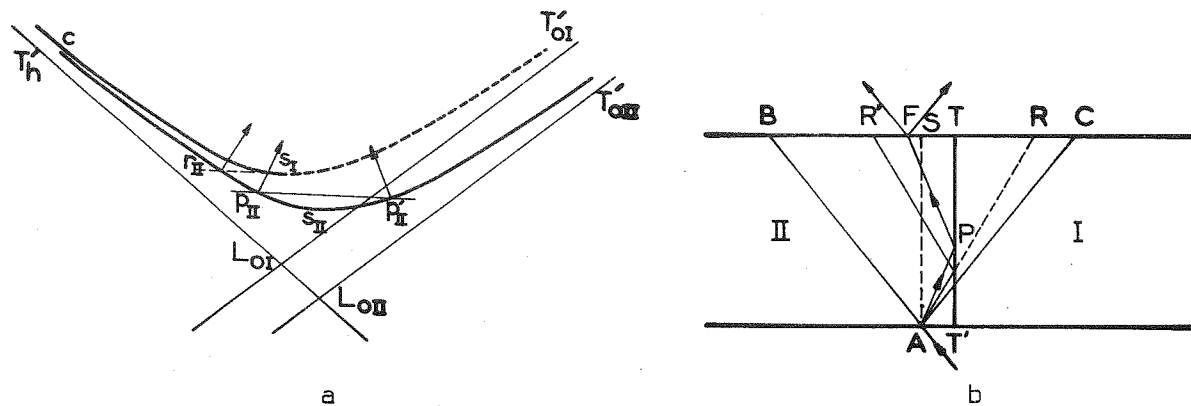
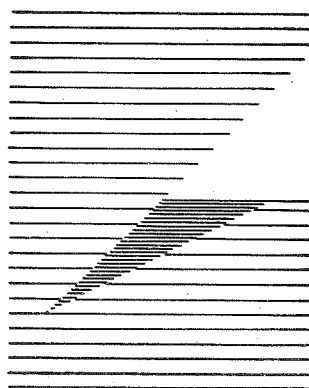
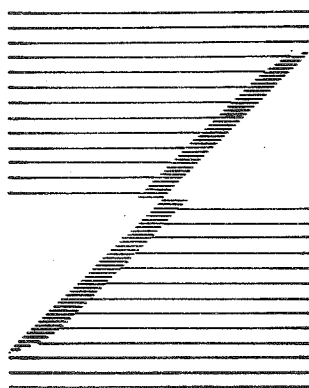


Fig. II-13

II.3.4.4. Aspect prévisible et comparaison avec l'expérience



a



b

Fig. II-14

Nous représentons sur la fig. II-14 l'aspect que les considérations précédentes nous permettent d'attendre pour la répartition sur la face de sortie de l'intensité réfléchie :

Les fig. II-15 b) et c) montrent des sections obtenues expérimentalement. La ressemblance est frappante.

On peut cependant remarquer qu'il apparaît des franges dans la partie inférieure gauche de la fig. II-15 c). Ces franges, ainsi que celles que l'on observe sur des topographies par translation obtenues en utilisant des plans réflecteurs du type (011), faisant un angle de 45° avec la surface, ne peuvent être expliquées que par une étude quantitative de la répartition et des interférences des champs d'ondes.

Remarquons que l'aspect des topographies par translation s'obtient à partir des sections en translatant celles-ci le long de la trace de la paroi et en intégrant les intensités : on obtient bien ainsi des images blanches ou noires (cf. fig. II-15 a).

II.3.5. Autres cas

Nous nous sommes intéressés d'abord au cas d'une réflexion 020 à la radiation Co K α parce que l'absorption relativement grande justifie l'usage d'hypothèses simplificatrices.

Le cas des réflexions 020 à la radiation Ag K α est analogue, mais un peu compliqué par le fait qu'on ne peut plus négliger, pour des épaisseurs du même ordre, la branche 2 de la surface de dispersion.

Un autre cas simple est celui où le rapport $\frac{\delta_{I-II}(\Delta\theta)}{\epsilon}$ est grand et l'absorption assez faible : on peut alors considérer qu'il y a toujours réflexion totale d'une part du faisceau incident éloignée des conditions de Bragg, ce qui correspond à l'image directe N, toujours noire, tandis que la région BT est normalement éclairée (fig. II-16). La fig. II-4 montre une topographie 040 réalisée avec la radiation Ag K α sur un échantillon de fer à 3 % de silicium de plan (001) ; le rapport $\frac{\delta_{I-II}(\Delta\theta)}{\epsilon}$ est alors voisin de 3, tandis que l'absorption μd est d'environ 1,5.

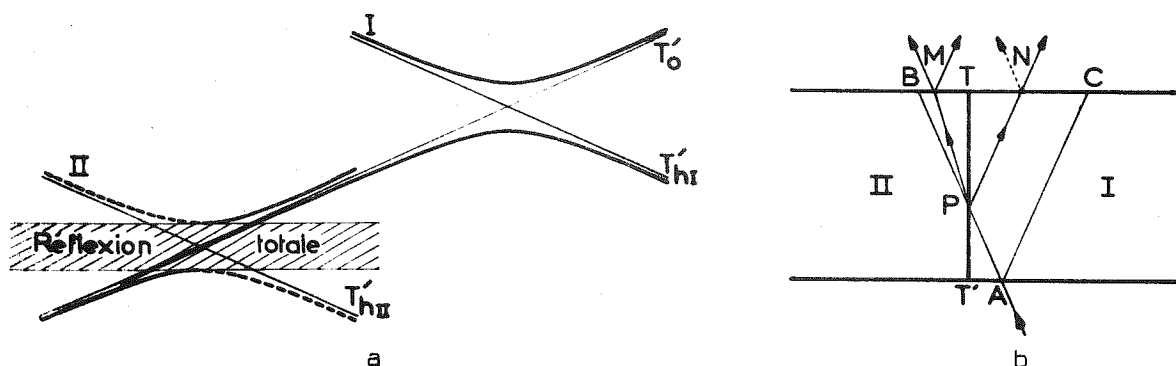


Fig. II-16

II.3.6. Discussion

Les considérations précédentes sont basées sur les hypothèses de la paroi infinie et plane, qui sont toutes deux criticables. Une expérience d'observation simultanée par la méthode de Bitter des traces d'une même paroi à 90° sur les deux faces d'un échantillon de fer à 3 % de Si nous a montré qu'elles ne sont pas dans un même plan vertical ; l'écart entre les traces varie considérablement le long de la paroi. Une paroi inclinée entraîne nécessairement, comme l'on fait remarquer Polcarová et Kaczer (1967), une déformation supplémentaire. Comme, loin de la paroi

CHAPITRE III : OBSERVATION DES DOMAINES FERROMAGNETIQUES DANS DES

ECHANTILLONS (110) DE FER-SILICIUM SOUMIS A UNE

TRACTION PARALLELE A $[110]$

III.1. INTRODUCTION

En tant que méthode d'observation des domaines ferromagnétiques, la technique de Lang présente beaucoup d'inconvénients, mais aussi au moins deux avantages importants : d'une part elle révèle à la fois des parois de domaines et des défauts du cristal, et constitue donc une méthode de choix pour l'étude de leurs interactions, qui est fondamentale pour la compréhension de l'hystérésis ; d'autre part c'est la seule méthode qui puisse, en principe, donner directement des informations sur la répartition des parois dans l'épaisseur d'échantillons non transparents dans le domaine visible et d'épaisseur suffisante pour qu'ils représentent les propriétés des matériaux couramment utilisés.

Il nous a paru utile, avant d'aborder l'étude de structures inconnues, d'étudier quelques structures de domaines comportant des domaines de fermeture mais déjà bien connues.

Pour cela, nous avons observé des échantillons de fer-silicium de surface (110), en présence soit de contraintes élastiques, soit d'un champ magnétique perpendiculaire à la seule direction de facile aimantation, $[001]$, contenue dans la surface. Le premier cas avait été étudié par Dijkstra et Martius (1953), le second par Brissonneau et Schlenker (1964) et indépendamment par Hubert (1965).

On peut noter en passant que ces structures présentent toutes deux des difficultés pour l'observation par la méthode de Bitter : la seconde parce

III.2. TECHNIQUE EXPERIMENTALE

Nos premières observations sur cette structure ont été réalisées, bien que cela paraisse paradoxal, en l'absence de contraintes appliquées.

L'échantillon était collé à la cire par un de ses côtés sur un porte-échantillon, lui-même vissé sur un support adaptable à la tête goniométrique de la chambre de Lang. Le collage était fait à l'aide d'un petit dispositif très simple, décrit en Appendice, destiné à éviter l'application de contraintes.

Une recette pour obtenir la structure en domaines de Dijkstra et Martius consistait à placer pendant quelques minutes dans un réfrigérateur l'ensemble constitué de l'échantillon, du porte-échantillon et du support. Pour conserver cette structure intéressante, il fallait alors monter le support sur la chambre de Lang avec beaucoup de précautions et ne plus y toucher, par exemple pour son transfert sur le dispositif à effet Kerr, qu'avec la plus grande douceur. Un léger choc appliqué au support suffisait en effet pour faire disparaître la structure étudiée et ramener à la structure "normale" de bandes parallèles à $[001]$.

Par la suite, nous avons réalisé un dispositif permettant d'appliquer une traction mesurable parallèlement à $[1\bar{1}0]$, utilisable aussi bien sur la chambre de Lang qu'à l'effet Kerr (voir Appendice).

Nous avons constaté l'identité des figures obtenues avec et sans contrainte appliquée, tant par effet Kerr que par la méthode de Lang. Les irrégularités que comportait la structure obtenue en l'absence de contraintes extérieures permanentes se sont avérées précieuses pour interpréter les topographies (cf. III.3.4.). Mais l'instabilité de cette structure était à l'usage fort gênante.

Les photographies que nous présenterons correspondent le plus souvent à l'état sans contraintes, dit état I. Les raisons en sont d'une part que la résolution des topographies est un peu meilleure dans ce cas, parce que la plaque photographique pouvait être placée plus près du cristal ; d'autre part que l'échantillon soumis à la traction n'était pas le mieux poli, et que ses photographies en effet Kerr ne sont pas d'une qualité excellente.

III.3.2. Identité des topographies avec et sans contrainte appliquée

Nous serons constamment amené, dans la suite, à utiliser des résultats obtenus sans contrainte appliquée. Il nous semble donc important de comparer d'abord les topographies et sections obtenues en présence d'une traction (état II) et en l'absence de contrainte appliquée (état I).

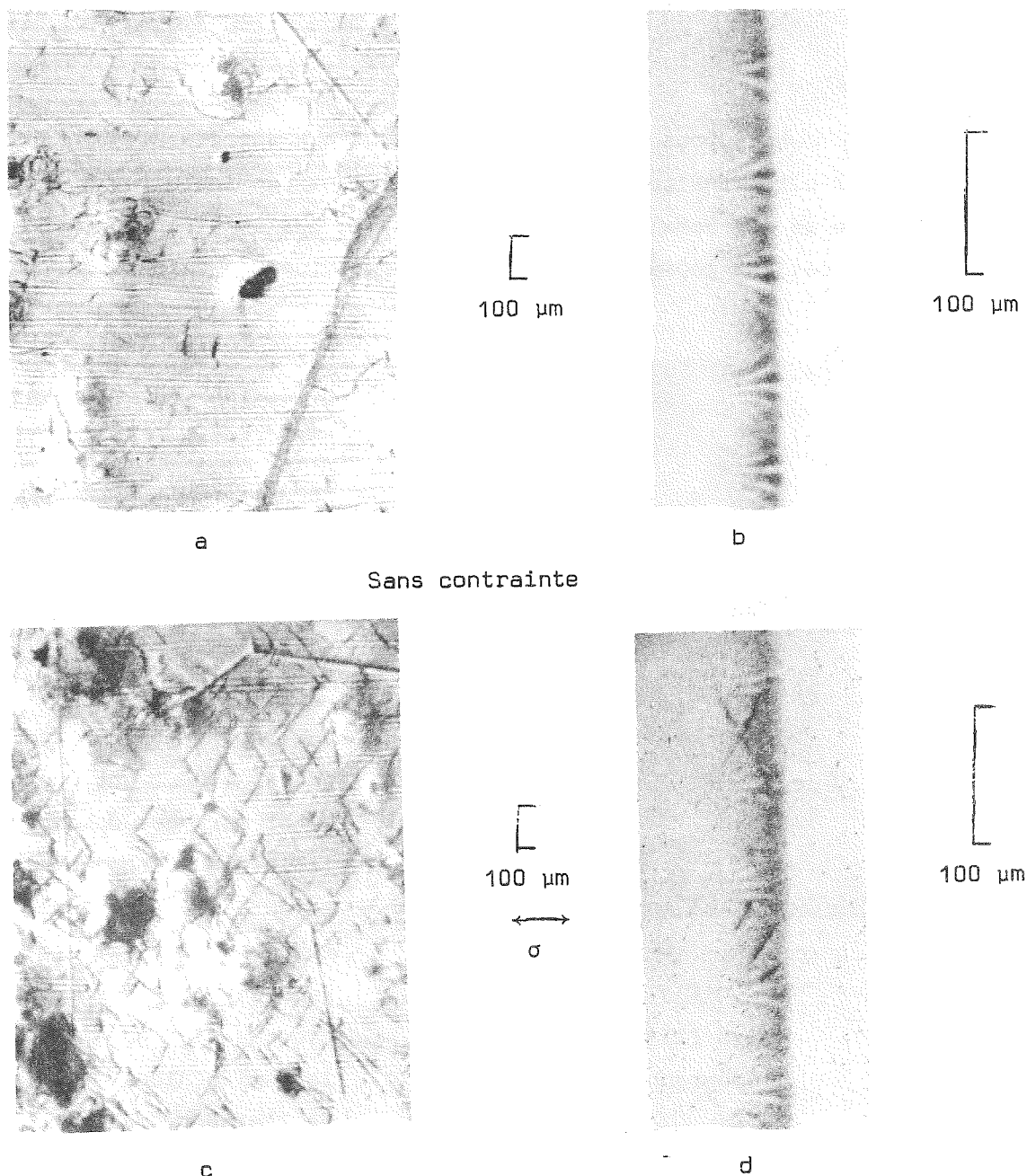


Fig. III-3 - Topographies et section $\text{MoK}\alpha_1 \bar{1}\bar{1}0$

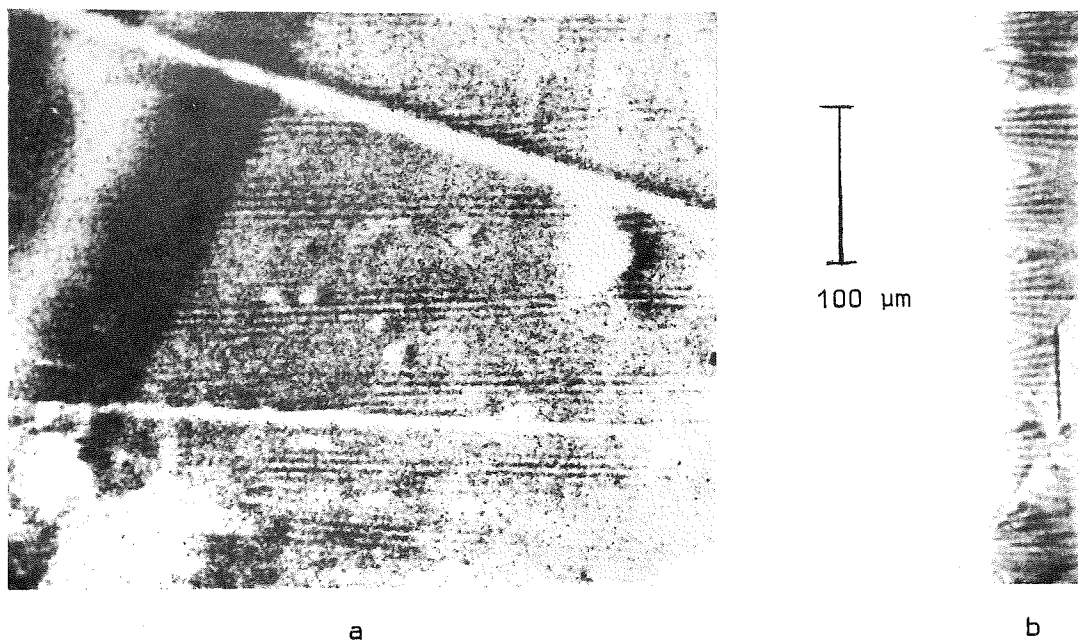
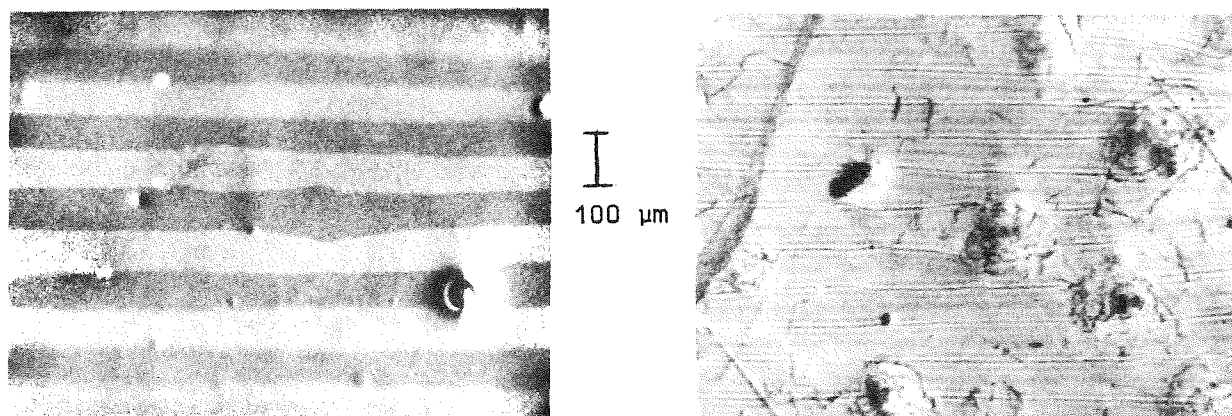


Fig. III-5 - Etat I, Topographie et section $\text{CoK}\alpha_1\bar{1}\bar{1}0$



Effet Kerr

Topographie $\text{MoK}\alpha_1\bar{1}\bar{1}0$

Fig. III-6 - Observation par deux méthodes d'une même région dans l'état I

III.3.4. Relations de position

Nous avons déjà trouvé une relation entre la période des images topographiques et celle de la répartition d'aimantation. Il est utile à présent de chercher une relation locale entre les domaines visibles par effet Kerr et les topographies.

La fig. III-6 permet déjà, par l'observation des irrégularités des domaines, de penser que la frange noire nette des topographies $\text{Mo } 1\bar{1}0$ correspond à la limite des domaines superficiels.

Cette conclusion est confirmée par la fig. III-8, qui montre, par les deux techniques, une région où des domaines allongés suivant $[1\bar{1}0]$ se terminent. Cette figure montre aussi que l'on observe à la fois les parois des domaines de fermeture proches de la face de sortie et de la face d'entrée. Leur superposition, dans les régions où les domaines sont réguliers, est rigoureuse.

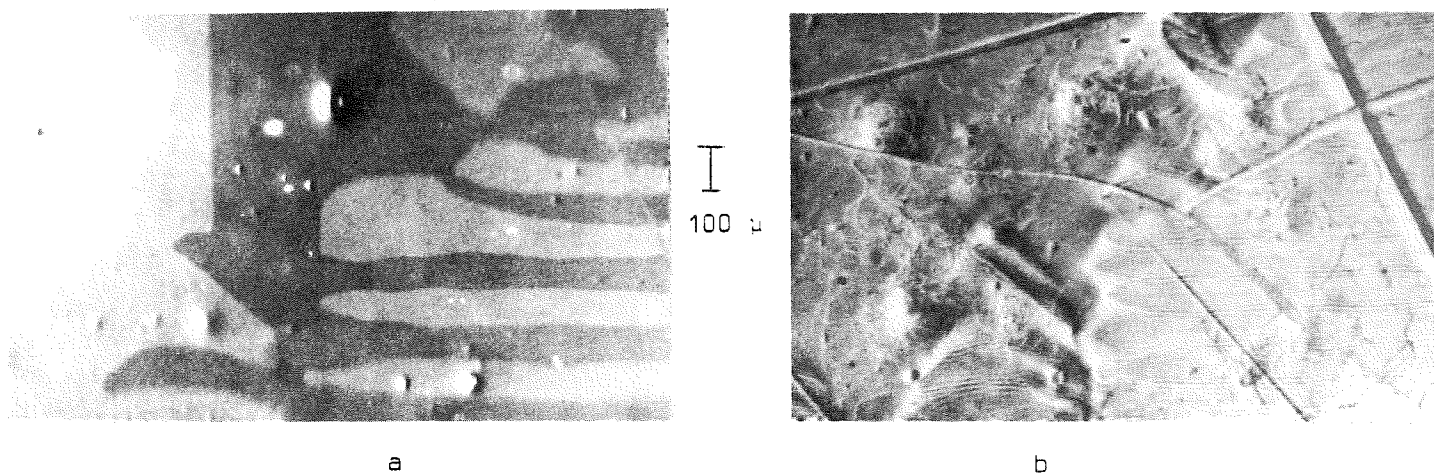


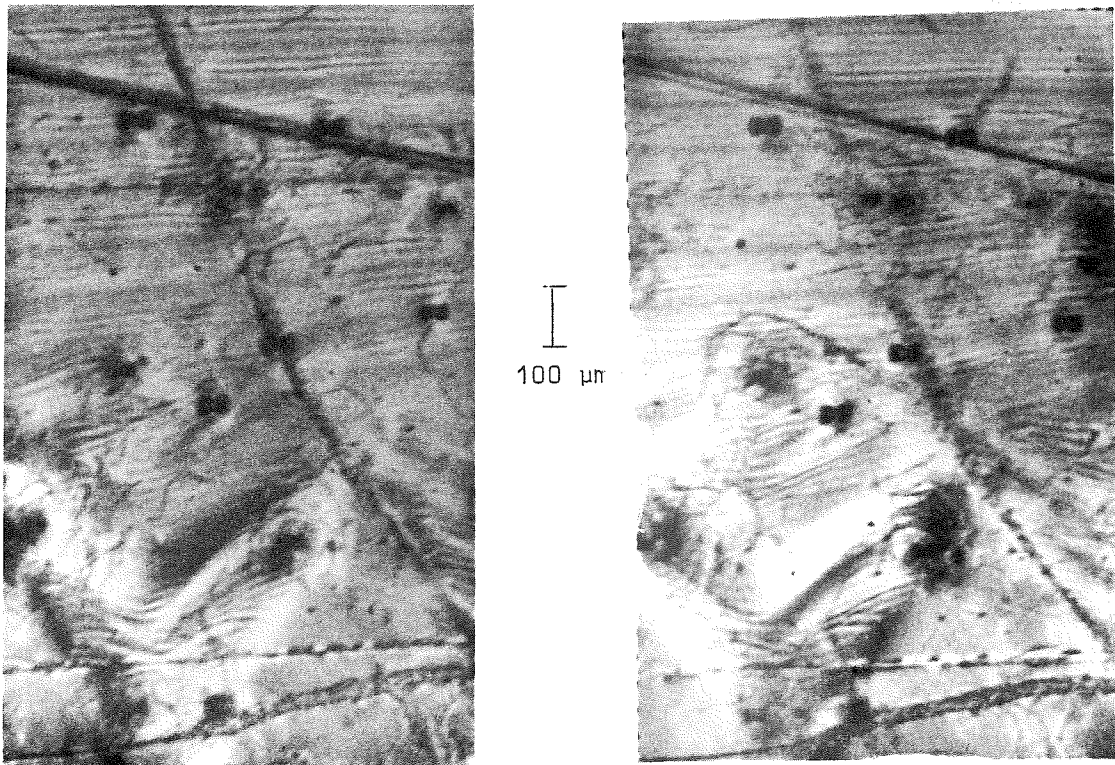
Fig. III-8 - Observation des extrémités des domaines en bandes

a) par effet Kerr b) par topographie en rayons X - $\text{MoK}\alpha_1 1\bar{1}0$

Pour déterminer la relation de position des topographies $\text{Mo } 2\bar{2}0$, nous avons enregistré sur une même plaque, en ayant soin de ne pas la déplacer verticalement, une topographie $\text{Mo } 1\bar{1}0$ et une topographie $\text{Mo } 2\bar{2}0$ (fig. III-9). Il est manifeste que la ligne sombre est située entre les intersections avec la surface des parois de domaines de fermeture ; on pourrait dire qu'elle correspond à la position de la paroi entre domaines principaux.

Or la ligne sombre des topographies $\text{Mo } 2\bar{2}0$ correspond au V horizontal des sections correspondantes ; bien que ce soit à peu près évident,

section associé, au sens des images cinématiques (cf. I.5.1.2.), à la face d'entrée ou vers celui associé à la face de sortie (nous parlerons dans la suite de face d'entrée ou face de sortie pour abréger).



AgKα₁ $\bar{1}10$

AgKα₁ $\bar{1}10$

Fig. III-11 - Topographies utilisant des réflexions symétriques
Etat I.

magnétostatique importante, du moins dans l'hypothèse, vérifiée par les topographies, que cette discontinuité est à peu près normale à la surface.

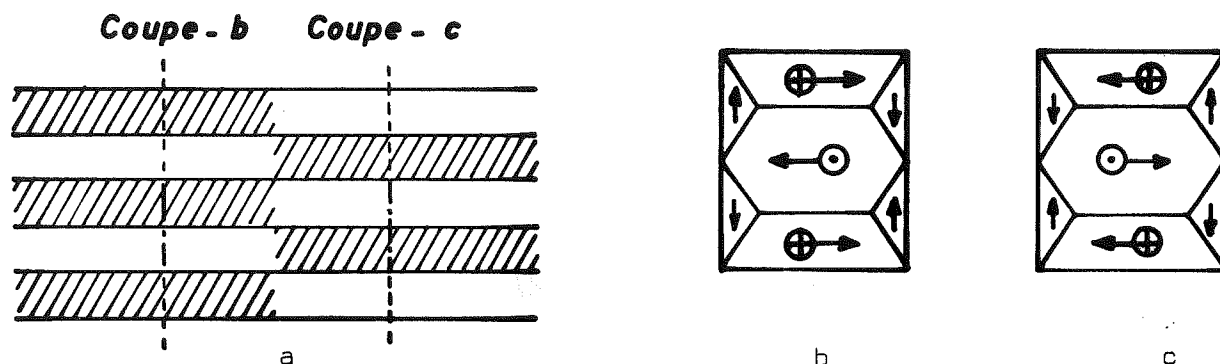


Fig. III-13

La fig. III-14 est une topographie $\text{Mo K}\alpha_1 \bar{1}\bar{1}0$ de cette région. La "paroi" est visible au centre, ce qui est quelque peu surprenant puisque, d'après nos hypothèses sur la répartition des aimantations, elle devrait être invisible d'après la règle de Polcarová et Kaczér. Cependant, une observation attentive montre que son contraste est très différent du contraste habituel, et nous pensons que la visibilité provient des contraintes associées au raccordement, beaucoup moins simple que ne l'indique la fig. III-13 a, de ces domaines.

Nous avons fait des sections de part et d'autre de cette "paroi" ; les conditions géométriques par rapport au laboratoire, la réflexion et les faces de sortie étant les mêmes, nous avons obtenu sur une même plaque photographique des sections sur lesquelles les V sont de sens opposé (fig. III-15). Le même renversement s'observe pour les sections $\text{Mo } \bar{1}\bar{1}0$.

III.4. INTERPRETATION

III.4.1. Position du problème

Il paraît à peu près exclu de faire le calcul complet et rigoureux du contraste ; mais, cette situation bien triste étant commune à tous les problèmes de physique, nous n'aurons pas trop de peine à nous y résigner.

Bien que, ce faisant, nous ne respectons pas la condition d'équilibre élastique à la surface du cristal, nous supposerons que les domaines ont chacun une distorsion uniforme, donc que la transition à la paroi est brutale et que la variation de distorsion y est la même qui si la paroi était indéfinie.

Les parois qui nous intéressent sont les parois à 90° du type {111} qui limitent les domaines de fermeture. La paroi à 180° entre les domaines principaux ne doit pas contribuer au contraste.

Le calcul de la variation de distorsion à la traversée d'une paroi {111} - 90° a été fait par Polcarová et Gemperlova (1969) ; on en déduit immédiatement la variation de l'écart à l'incidence de Bragg.

La difficulté du problème vient de ce que, en traversant le cristal dans un plan d'incidence, les champs d'ondes passent successivement à travers deux parois.

Or les spécialistes de la théorie dynamique n'ont traité jusqu'à présent que le cas où un cristal contient un seul défaut plan : faute d'empilement (Authier - 1968) ou fine lamelle en position de macles (Authier, Milne, Sauvage - 1968) ; et la complexité des calculs ne les incite guère à passer à plusieurs défauts plans. Dans notre cas, il y a cependant une certaine symétrie dans la forme des domaines au voisinage des deux faces, qui sera fort utile.

III.4.2. Variations de distorsion

Polcarová et Gemperlova ont fait le calcul en utilisant les résultats de Rieder (1959), c'est-à-dire en supposant la paroi indéfinie.

Posons :

$$\delta_{I-II} \beta_{ij} \equiv \left\{ \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right\}_{II} - \left\{ \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right\}_I$$

III.4.3. Périodicité et symétrie

La périodicité des images topographiques s'explique immédiatement : en effet, les distorsions ne changent pas si on change le sens de tous les vecteurs aimantation. La période des distorsions est donc égale, dans le modèle de Dijkstra et Martius, à la moitié de la période de l'aimantation.

En ce qui concerne la symétrie des sections, on voit qu'on peut associer à un sens par exemple d'évasement du V des sections $2\bar{2}0$ une séquence des signes des δ ($\Delta\theta$) subis successivement. Ce n'est là bien sûr qu'un élément à verser au dossier, et ce n'est pas une interprétation.

III.4.4. Interprétation des franges

III.4.4.1. Résultats obtenus par Authier pour une faute d'empilement

Authier (1968) a traité en détail le cas d'une faute d'empilement dans un cristal absorbant. Ses conclusions sont :

a) que le seul terme qui, dans le cas où l'absorption μ_d est grande, donne des franges observables est celui qui correspond à l'interférence entre des champs d'ondes "normaux" et des champs d'ondes "nouveaux".

Nous avons vu en effet (I.3.1.) que lors d'une transition brutale, un champ d'ondes donne naissance à quatre champs d'ondes, dont deux sont situés sur la même branche de la surface de dispersion que le champ d'ondes père : Authier les appelle champs d'ondes normaux ; les deux autres, situés sur l'autre branche de la S.D., sont appelés nouveaux.

b) plus précisément, puisque seuls les champs d'ondes 1 sont fortement transmis, il s'agira de l'interférence entre un champ d'ondes du type 1 et :

- . un champ d'ondes 1 issu d'un champ d'ondes 2 si le plan de faute est proche de la face d'entrée,
- . un champ d'ondes 2 issu d'un champ d'ondes 1 si le plan de faute est proche de la face de sortie.

c) ces interférences donnent, sur les sections, des franges caractéristiques, non hyperboliques, dites franges plates.

d) sur les topographies par translation, elles engendrent des franges d'égale épaisseur de période égale à la période de solution pen-

$$t = \frac{\Lambda}{\operatorname{tg} 35,2^\circ} = \Lambda \sqrt{2}$$

soit

$$t = 17,5 \text{ } \mu\text{m} \text{ pour Ag } K\alpha_1 \text{ } 1\bar{1}0$$

$$t = 13,7 \text{ } \mu\text{m} \text{ pour Mo } K\alpha_1 \text{ } 1\bar{1}0$$

$$t = 5,0 \text{ } \mu\text{m} \text{ pour Co } K\alpha_1 \text{ } 1\bar{1}0$$

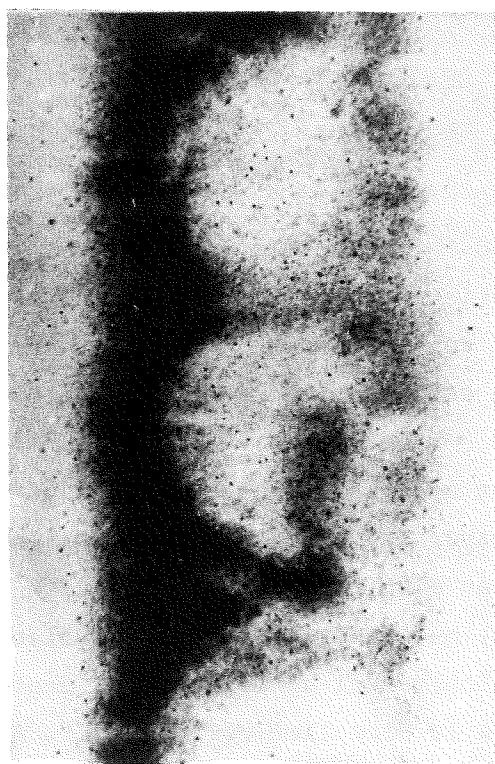
$$t = 21,0 \text{ } \mu\text{m} \text{ pour Mo } K\alpha_1 \text{ } 2\bar{2}0$$

L'accord avec l'expérience est excellent pour les trois radiations avec la réflexion $1\bar{1}0$. Dans le cas de la réflexion Mo $2\bar{2}0$, on n'observe pas ces franges.

III.4.5. Cas des sections Mo $K\alpha_1$ $2\bar{2}0$

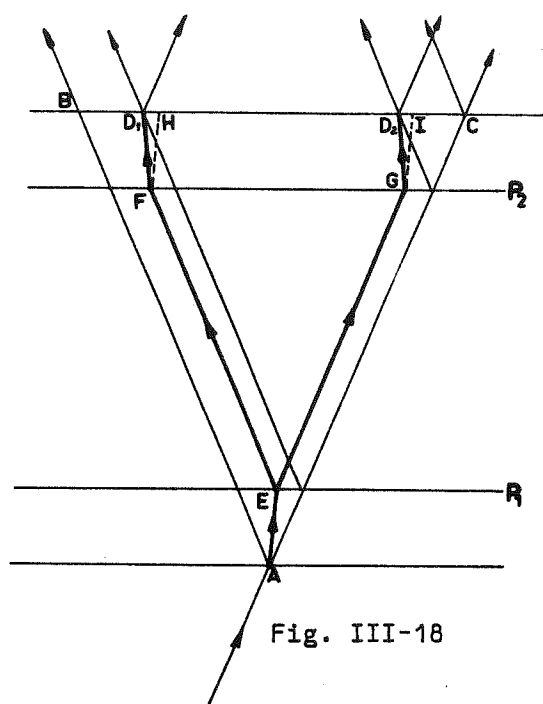
Les clichés correspondant à la réflexion Mo $K\alpha_1$ $2\bar{2}0$ se distinguent de tous ceux que nous avons étudiés jusqu'à présent par au moins deux caractères :

- a) l'absence de franges, ou du moins d'un système de franges analogue à celui obtenu sur les sections $1\bar{1}0$ et qui comportent des franges plates horizontales au niveau de l'intersection avec les surfaces des parois de domaines de fermeture. Car une observation attentive - ou un tirage très contrasté des agrandissements - révèle bien un système de franges (fig. III-17), dont la position est tout à fait différente et qui correspondrait sur les topographies, s'il était discernable, à un interfrange d'environ 5 μm .



100 μm

Fig. III-17 - Section Mo $K\alpha_1$ $2\bar{2}0$
Etat II - Détail



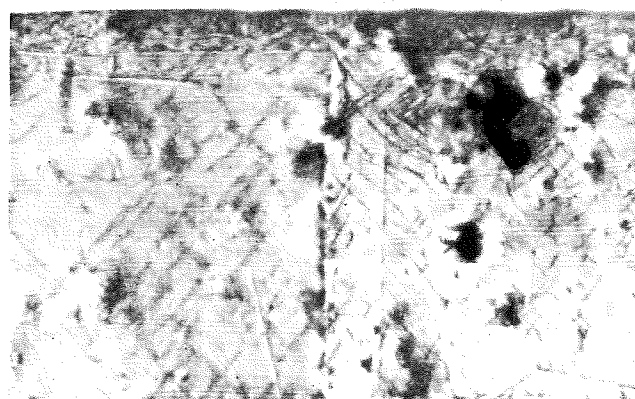
nouveaux champs d'ondes coupent nécessairement la face de sortie en D_1 ou D_2 qui sont aussi les points d'émergence des faisceaux qui donneraient les images directes des parois P_1 et P_2 ; les faisceaux réfléchis qui en sont issus formeront donc sur la plaque photographique deux images, qu'on pourrait appeler pseudo-directes, dont la position serait celle des images directes.

III.5. EFFET DE LA STRUCTURE EN DOMAINES SUR LA VISIBILITE DES DISLOCATIONS

Au cours de nos expériences sur la dissymétrie des sections, nous avons rencontré un effet curieux : la fig. III-19 montre deux topographies de la même région d'un cristal soumis à une traction élastique, et comportant, au milieu de la zone étudiée, une paroi verticale (cf. III.3.5. et fig. III-13).



$\text{MoK}\alpha_1 \bar{1}\bar{1}0$



$\text{MoK}\alpha_1 \bar{1}10$

Fig. III-19 - Visibilité des dislocations de part et d'autre de la "paroi" dans des réflexions symétriques - Etat II - $\sigma \approx 8 \cdot 10^8 \text{ dyne.cm}^{-2}$

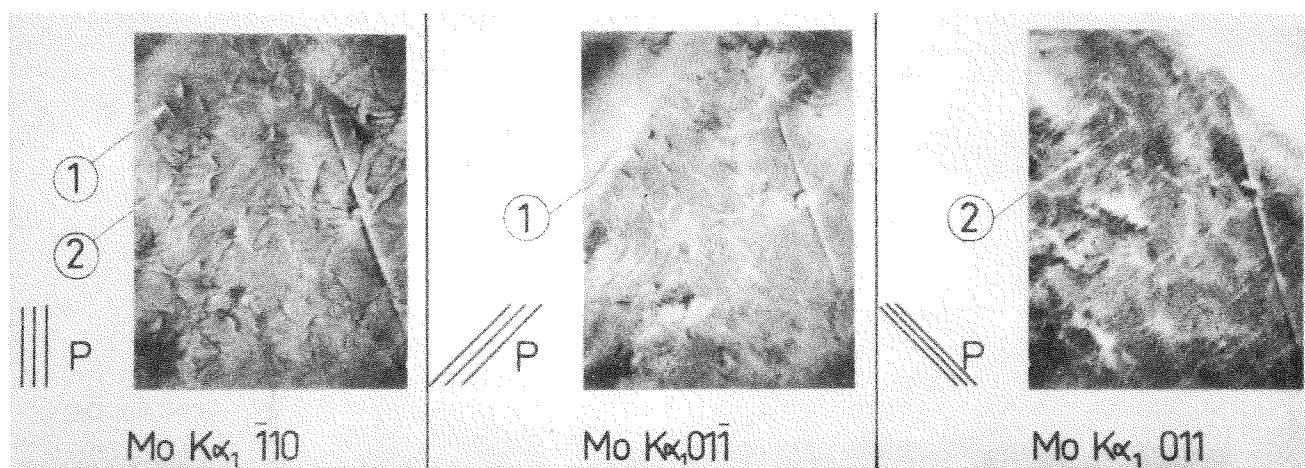


Fig. III-21 - Détermination du vecteur de Burgers de dislocations.

$\sigma = 0$; P indique la direction de la trace des plans réflecteurs

Ce curieux phénomène doit être lié à la répartition de l'énergie dans le domaine de fermeture proche de la face de sortie : il est manifeste que, si beaucoup d'énergie se propage dans la direction incidente, on pourra avoir des images intenses dans le faisceau réfléchi, et qu'au contraire on n'aura plus d'images d'intensité accrue si la plus grande part de l'énergie se propage dans la direction réfléchie avant d'arriver sur la dislocation.

Malheureusement, il ne nous paraît pas sérieusement possible, dans ce cas, de faire une analyse qualitative analogue à celle du chapitre II.

La situation est donc actuellement la suivante : la grande masse des résultats demeure inexpliquée. Les résultats trouvés par Authier (1968) et par Authier, Milne et Sauvage (1968) dans des cas voisins se trouvent être utilisables ici, mais nous n'avons pas démontré qu'il doit en être ainsi.

Cependant, ce résultat est d'une importance pratique capitale : nous disposons en effet maintenant d'une carte en projection des parois, ou, plus exactement, de certaines parois ; cette carte comporte des lignes de niveau, du moins pour les hauts-fonds et les bas-fonds (régions voisines des faces d'entrée et de sortie), et on peut donc très bien s'en représenter le relief.

Il manque, hélas, à ces lignes de niveau l'indication numérique de la cote, ce qui laisse subsister des ambiguïtés.

CHAPITRE IV : OBSERVATION DES DOMAINES DANS UN ECHANTILLON DE FER-SILICIUM

PARALLELE A (110) EN PRESENCE D'UN CHAMP MAGNETIQUE DIRIGE

SUIVANT $\begin{bmatrix} 1\bar{1}0 \end{bmatrix}$. DOMAINES DE FERMETURE EN CHAMP NUL

IV.I. STRUCTURE SOUS CHAMP

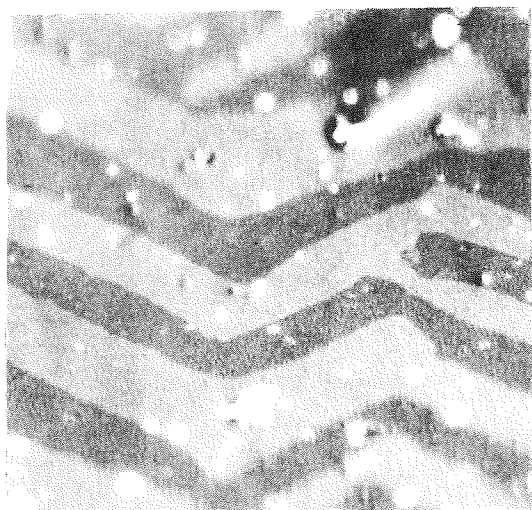
IV.1.1. Présentation de la structure

Les alliages de fer-silicium sont certainement ceux dont la structure en domaines a été le plus étudiée, en particulier grâce à la relative facilité avec laquelle on peut en obtenir des monocristaux. D'autre part les échantillons de surface (110) présentent un intérêt spécial puisqu'ils constituent la forme idéale des toles à grains orientés à texture de Goss qui sont très largement utilisés dans l'industrie électrotechnique.

Il a cependant fallu attendre 1959, soit dix ans après le travail expérimental fondamental sur les domaines de Williams, Bozorth et Shockley, pour trouver des photographies des domaines en présence d'un champ magnétique normal à la direction de facile aimantation de la surface (Kirenski, Savchenko, Degtyarev - 1959).

La raison en est évidemment (Dylgerov et Degtyarev - 1960) que la structure correspondante n'est pas visible par la méthode de Bitter, la seule utilisée jusqu'alors.

La fig. IV-1 montre l'évolution des domaines superficiels dans un champ croissant : on observe d'abord une structure en zig-zag, qui se transforme progressivement en une structure de fines bandes parallèles à $\begin{bmatrix} 1\bar{1}0 \end{bmatrix}$. Dans tous les cas, l'aimantation des domaines principaux doit être parallèle à l'une des deux directions de facile aimantation privilégiées par le champ, $\begin{bmatrix} 100 \end{bmatrix}$ ou $\begin{bmatrix} 0\bar{1}0 \end{bmatrix}$, tandis que les domaines superficiels restent aimantés suivant $\pm \begin{bmatrix} 001 \end{bmatrix}$ pour éviter l'apparition de charges magnétiques.



Effet Kerr

100 μm



Topographie $\text{MoK}\alpha_1\bar{1}10$

Fig. IV-3 - Domaines en chevrons $H = 42 \text{ Oe} \longrightarrow$

Fig. IV-4
Topographie $\text{MoK}\alpha_1002$
 $H = 41 \text{ Oe} \longrightarrow$

100 μm



b) on voit sur les fig. IV-4 et IV-5 qu'à ces ondulations correspondent des traits obliques : ce doivent être les images des plis des parois.

c) à un même domaine superficiel noir ou blanc en effet Kerr correspondent une région sombre et une région claire sur les topographies.

d) on observe un système de franges relativement complexe, constitué essentiellement d'un système de franges à grande période auquel se superpose, au voisinage des intersections des parois avec la surface, un système de franges serrées.

100 μm

Fig. IV-5 - Topographie $\text{MoK}\alpha_1\bar{2}20$ - $H = 41 \text{ Oe} \longrightarrow$

toles magnétiques. Mais, dans ce cas, les domaines superficiels doivent rester aimantés suivant les seules directions $\pm [001]$ de la surface, et les études par la méthode de Bitter ou même par effet Kerr renseignent assez peu ; de plus, à la différence du cas des chevrons, le choix entre directions d'aimantation des domaines principaux n'est plus limité à deux, et la tâche devient singulièrement difficile.

La méthode de Lang donne effectivement, nous l'avons vu, des informations sur les parois internes. Il est donc très tentant de l'utiliser pour l'étude des domaines de fermeture, et Polcarová (1969) en a publié quelques très beaux clichés.

La fig. IV-6 montre ce que l'on observe, par effet Kerr et par la méthode de Lang. La région proche du bord perpendiculaire à la direction de facile aimantation de la surface, $[001]$, est infestée de domaines dont la parenté avec les chevrons est manifeste.



Effet Kerr



Topographie $\text{MoK}\alpha_1 \bar{1}10$

Fig. IV-6 - Domaines de fermeture près des bords
Echantillon désaimanté

On remarque sur les topographies des images obliques, décorées de franges, qui ne correspondent pas à des domaines superficiels.

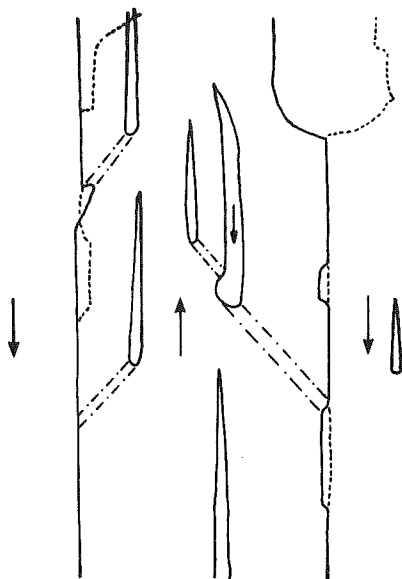


Fig. IV-8 - Représentation schématique des domaines sur la face 1 (—) sur la face 2 (-----) et des domaines de raccordement (-.-.)

Le rassemblement sur une seule figure (fig. IV-8) des informations contenues sur les quatre clichés de la fig. IV-7 montre très clairement que ces images sont celles de domaines qui raccordent une irrégularité d'une paroi à 180° à un domaine supplémentaire en forme de lance, qui peut être situé soit sur la face opposée, soit sur la même face que le décrochement.

Un tel domaine de raccordement doit être aimanté suivant l'une des directions $\pm [100]$ ou $\pm [010]$; il doit de plus avoir la forme d'un tuyau puisqu'il est entièrement entouré d'une même direction d'aimantation. Dans ces conditions, sa génératrice doit, pour éviter l'apparition de charges magnétiques, être parallèle à une direction du type $\langle 101 \rangle$; cette conclusion est entièrement conforme à l'expérience.

Le rôle de ces domaines, dont l'existence a été récemment prévue par Hubert (1969), est assez évident. Les domaines en forme de lance apparaissent pour diminuer l'énergie magnétostatique qu'une légère inclinaison de la surface par rapport au plan (110) fait apparaître. Il leur correspond un flux de signe opposé à celui du domaine dans lequel ils apparaissent, et il est manifestement plus avantageux du point de vue magnétostatique de ramener ce flux intact à un domaine voisin que de le transformer en charges magnétiques sur des parois. Dans le cas où les deux faces d'un cristal sont inclinées dans le même sens par rapport au plan (110), le raccordement pourra se faire entre deux lances situées sur des faces opposées (Hubert, Heinicke, et Kranz - 1965 ; Shur et Dragoshanski - 1966).

Dans le cas présent, où seule l'une des surfaces semble être notablement inclinée par rapport au plan (110), la présence de domaines supplémentaires n'est nécessaire que sur l'une des faces, ce qui justifie le rejet du flux correspondant dans un domaine principal voisin.

CHAPITRE V : CONCLUSION

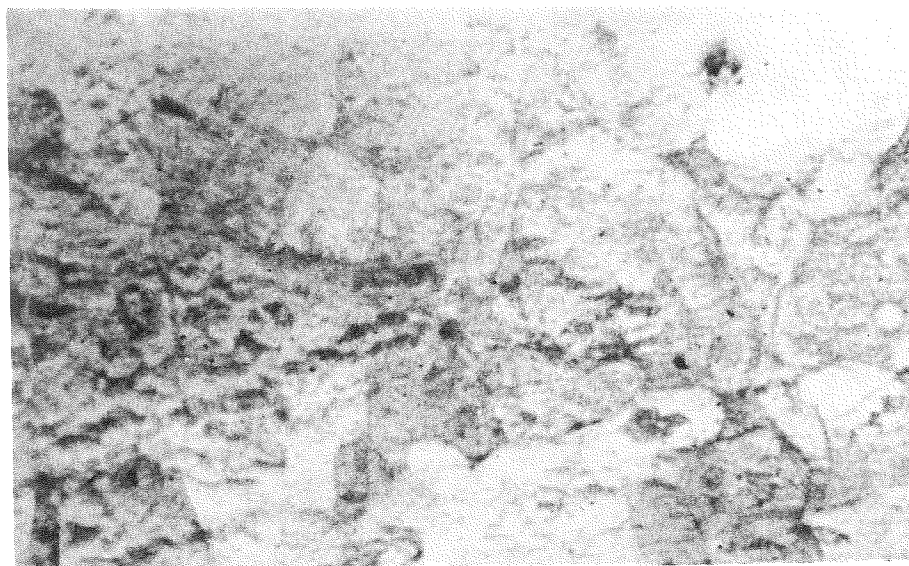
Nous avons d'abord cherché, dans ce travail, à élucider le mécanisme de formation des images des parois de domaines ferromagnétiques dans la méthode de Lang. Nous avons montré qu'il résulte essentiellement de l'effet sur la propagation des champs d'ondes des distorsions que la subdivision en domaines impose au réseau cristallin, c'est-à-dire de la magnétostriction.

Dans un cas géométriquement très simple, nous avons analysé qualitativement cette interaction, afin de déterminer l'allure prévisible des images. Nos conclusions sont en bon accord avec l'expérience.

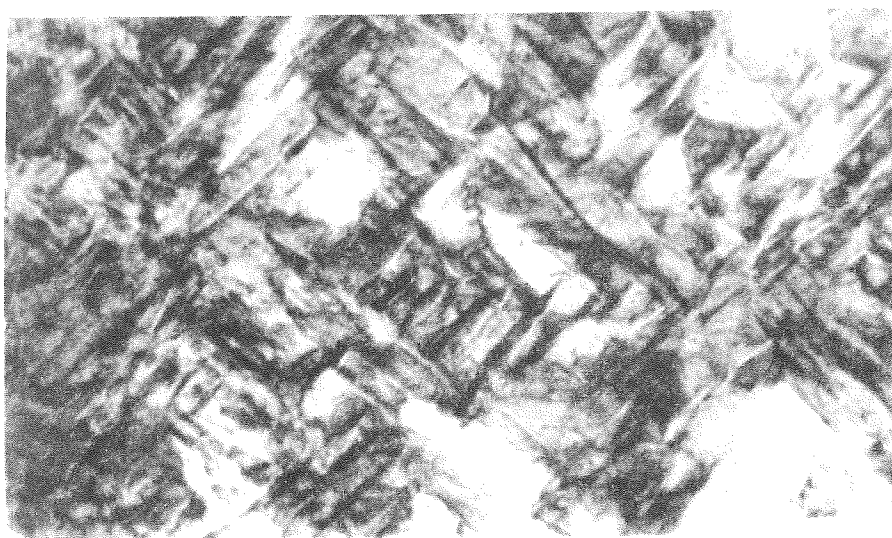
Nous avons ensuite abordé l'étude d'une configuration de domaines comportant des domaines de fermeture ; bien que le cas choisi soit fort simple magnétiquement, nous n'avons pas réussi à interpréter qualitativement tous les aspects, fussent-ils frappants, des images. Nous avons cependant établi que les franges observées sur les topographies peuvent être considérées comme des lignes de niveau des parois à 90° internes, espacées de la distance d'extinction Λ de la réflexion utilisée.

Ce résultat nous a permis ensuite de confirmer les modèles publiés de la configuration interne des domaines dans le cas de la structure en "chevrons" ou en "dents de scie" ; il nous a aussi permis de mettre directement en évidence pour la première fois des domaines de raccordement, non visibles en surface.

Pour l'observation des domaines ferromagnétiques, la méthode de Lang se range, avec la méthode de Bitter, parmi les techniques indirectes. Elle est actuellement la plus difficile, la plus lente et, après la microscopie à balayage, la plus coûteuse. Elle possède cependant deux grandes vertus, qui justifient son développement : d'une part elle est la seule qui permette de voir les parois internes dans des échantillons non transparents dans le visible ; d'autre part elle met en évidence simultanément les défauts du cristal et les parois, et peut donc constituer une méthode de choix pour l'étude de leurs interactions.



Température ambiante



T = - 45°C ; 100 μ m 

Fig. V-1 - Monocrystal de Co O au-dessus et
au-dessous de la température de
Néel.

Topographies MoK α_1 220

APPENDICE : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX UTILISES

A.1. Source de rayons X

Il s'agit d'un générateur semi-microfoyer Hilger et Watts, type Y33, à tube démontable ; dans la version utilisée, les dimensions du foyer réel sont environ $0,1 \times 1,4 \text{ mm}^2$. L'axe du canon à électrons est vertical, et la direction du faisceau moyen est inclinée de 3° environ par rapport à l'horizontale : le foyer apparent mesure donc environ $0,07 \times 0,1 \text{ mm}^2$, son petit côté étant vertical.

A.2. Chambre de Lang

Nous avons utilisé une chambre de Lang fabriquée par la Compagnie Générale de Radiologie, sous licence C.N.R.S.-C.E.A., d'après les plans de MM. Authier et Rimsky. Elle ne différerait de la version habituelle que par l'élimination des matériaux ferromagnétiques, chaque fois que c'était possible, dans la région proche de l'échantillon.

A.3. Emulsions nucléaires

Ce sont les plaques pour recherches nucléaires Ilford, type L4. Les épaisseurs d'émulsion sont 25μ , 50μ , ou, plus rarement, 100μ . Nous avons adopté le procédé de traitement recommandé par Authier et Lang (1969).

A.4. Montage des échantillons

Il est important de ne pas soumettre les échantillons à des contraintes parasites lors du collage. Dans le cas des échantillons ferromagnétiques, un accessoire extrêmement simple permet, grâce à deux aimants permanents coaxiaux, de coller les échantillons par un bord, en les manipulant le moins possible.

B I B L I O G R A P H I E

- AUTHIER, A. (1962) - J. Phys. et Rad., 23, 961
- AUTHIER, A. (1966) - J. de Phys., 27, 57
- AUTHIER, A. ; SAUVAGE, M. (1966) - J. de Phys., 27, C3-137
- AUTHIER, A. (1967) - Advances in X-ray analysis, 10, 9
- AUTHIER, A. (1968) - Phys. Stat. Sol., 27, 77
- AUTHIER, A. ; MILNE, A.D. ; SAUVAGE, M. (1968) - Phys. Stat. Sol., 26, 469
- AUTHIER, A. ; BALIBAR, F. ; EPELBOIN, Y. (1970) - Phys. Stat. Sol., 41, 225
- BALIBAR, F. ; AUTHIER, A. (1967) - Phys. Stat. Sol., 21, 413
- BALIBAR, F. (1968) - Acta Cryst., A24, 666
- BALIBAR, F. ; AUTHIER, A. (1970) - A paraître dans Acta Cryst. ; cité dans
Authier, Balibar, Epelboin (1970)
- BARTH, H. ; HOSEMANN, R. (1958) - Z. Naturforschg., 13a, 792
- BATTERMAN, B.W. ; COLE, H. (1964) - Reviews of Modern Physics, 36, 681
- BLECH, I.A. ; MEIERAN, E.S. (1966) - Phil. Mag., 14, 275
- BORRMANN, G. (1941) - Cité dans Borrmann (1950)
- BORRMANN, G. (1950) - Z. Phys., 127, 297
- BRILLOUIN, L. ; PARODI, M. (1956) - Propagation des ondes dans les milieux
périodiques. Masson, Paris.
- BRISSONNEAU, P. ; SCHLENKER, M. (1964) - C.R. Acad. Sc. Paris, 259, 2089
- CARR, W.J., Jr ; SMOLUCHOWSKI, R. (1951) - Cité dans W.J. Carr, Jr.,
Magnetostriction. Dans Magnetic Properties of Metals and
Alloys. American Society for Metals, 1959.
- CASLAVSKY, J. ; POLCAROVA, M. (1964) - Czech. J. Phys., B14, 454
- DARWIN, C.G. (1914) - Phil. Mag. 27, 315 - 27, 675
- DIJKSTRA, L.J. ; MARTIUS, U.M. (1953) - Rev. Mod. Phys., 25, 146
- DYLGEROV, V.D. ; DEGTAREV, I.F. (1960) - Kristallografiya, 5, 809

- PENNING, P. (1966) - Thèse, Eindhoven
- PETROFF, J.F. (1969) - Phys. Stat. Sol., 31, 285
- POLCAROVÁ, M. ; LANG, A.R. (1962) - Appl. Phys. Letters, 1, 13
- POLCAROVÁ, M. ; KACZER, J. (1967) - Phys. Stat. Sol., 21, 635
- POLCAROVÁ, M. ; LANG, A.R. (1968) - Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr., 91, 645
- POLCAROVÁ, M. (1969) - IEEE Trans. on Magn., MAG-5, 536
- POLCAROVÁ, M. ; GEMPERLOVÁ, J. (1969) - Phys. Stat. Sol., 32, 769
- RIEDER, G. (1959) - Abh. Braunsch. Wiss. Ges., 11, 20
- ROESSLER, B. ; KRAMER, J.J. ; KURIYAMA, M. (1965) - Phys. Stat. Solidi, 11, 117
- SAITO, S. (1962) - J. Phys. Soc. Jap., 17, 1287
- SAITO, S. ; NAKAHIGASHI, K. ; SHIMOMURA, Y. (1966) - J. Phys. Soc. Jap., 21, 850
- SCHLENKER, M. ; BRISSONNEAU, P. ; PERRIER, J.P. (1968) - Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr., 91, 653
- SCHLENKER, M. ; KLEMAN, M. (1971) - Communication présentée à la Conférence Internationale de Magnétisme - Grenoble 1970 -
A paraître dans J. de Phys., C1
- SHUR, Ia.S. ; DRAGOSHANSKI, Iu.N. (1966) - Fizika Metall. i Metalloved., 22, 702
- SLATER, J.C. (1958) - Rev. Mod. Phys., 30, 197
- TAKAGI, S. (1962) - Acta Cryst., 15, 1311
- TAKAGI, S. (1969) - J. Phys. Soc. Jap. 26, 1239
- TAUPIN, D. (1964) - Thèse, Paris 1964. Parue dans Bull. Soc. Franç. Minéral. & Cristallogr., 87, 469
- TAUPIN, D. (1967) - Acta Cryst., 23, 25
- VERNON, M.W. ; SPOONER, F.J. (1967) - J. Mater. Sci., 2, 415
- YAMADA, T. ; SAITO, S. ; SHIMOMURA, Y. (1966) - J. Phys. Soc. Jap., 21, 672
- ZARKA, A. (1969) - Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr., 92, 160

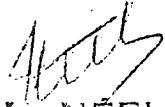
TABLE DES MATIERES

<u>INTRODUCTION</u>	1
 <u>CHAPITRE I : Introduction aux méthodes topographiques</u>	 5
I.1. Généralités	5
I.2. Propagation des rayons X dans un cristal parfait	6
I.2.1. Introduction	6
I.2.2. Bases de la théorie dynamique	8
I.2.3. Propriétés de la surface de dispersion	12
I.2.4. Sélection des ondes d'Ewald	14
I.2.5. Absorption	19
I.2.6. Ondes réelles	20
I.2.7. Distribution de l'intensité dans le faisceau réfléchi par un cristal parfait	22
I.2.8. Phénomènes d'interférence	23
I.3. Effet sur la propagation des rayons X d'imperfections cristallines	26
I.3.1. Multiplication des champs d'ondes	26
I.3.2. Courbure des rayons	31
I.4. Effet d'une imperfection du cristal sur la distribution d'intensité dans le faisceau réfléchi	32
I.4.1. Image directe ou cinématique	33
I.4.2. Image dynamique	34
I.4.3. Image intermédiaire	34
I.5. La méthode de Lang	35
I.5.1. Topographies en pose fixe ou sections	35
I.5.2. Topographies par translation	37
I.5.3. Informations fournies par la technique de Lang	41
I.6. Inconvénients, avantages et perspectives de la méthode de Lang	43

<u>CHAPITRE IV : Observation des domaines dans un échantillon de fer-</u>	
<u>silicium parallèle à (110) en présence d'un champ</u>	
<u>magnétique dirigé suivant $\overline{110}$ - Domaines de</u>	
<u>fermeture en champ nul</u>	89
IV.1. Structure sous champ	89
IV.1.1. Présentation de la structure	89
IV.1.2. Résultats expérimentaux	90
IV.1.3. Interprétation	92
IV.2. Domaines de fermeture en champ nul	92
IV.3. Domaines de raccordement	94
<u>CHAPITRE V : Conclusion</u>	97
<u>APPENDICE : Dispositifs expérimentaux utilisés</u>	101
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	103

Dernière page d'une thèse (Schlenker)

VU
Grenoble, le
Le Président de la thèse


L. NÉEL
MEMBRE DE L'INSTITUT
PROFESSEUR A LA FACULTÉ
DES SCIENCES DE GRENOBLE

VU, et permis d'imprimer,
Grenoble, le
Le Doyen de la Faculté des Sciences

