

## Chapitre 12 : Méthodes expérimentales en diffraction

### 12.1 Introduction

La condition de diffraction :  $\vec{S} = \vec{S}_0 + \mathbf{l} \vec{r}_{hkl}^*$ , où  $\vec{r}_{hkl}^* = n(h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*)$  avec  $n \in \mathbb{Z}$  et où h k l sont les indices du **premier noeud** dans la direction [h k l]\* signifie que :

- o le faisceau incident a une direction de propagation repérée par le vecteur unitaire  $\vec{S}_0$ .
- o le faisceau diffracté supportant le vecteur unitaire  $\vec{S}$  est situé dans le plan de  $\vec{S}_0$  et de la normale commune  $\vec{r}_{hkl}^*$  aux plans diffractants (réflexion spéculaire)
- o le faisceau diffracté fait avec les plans h k l le même angle  $\theta$  que le faisceau incident
- o cet angle  $\theta$  satisfait à la relation (de BRAGG) :

$$n\mathbf{l} = 2D_{hkl} \sin \theta \quad \text{avec} \quad 1/D_{hkl} = \| h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^* \|$$

lorsque plans consécutifs distants de  $D_{hkl}$  sont en phase.

**Ces conditions de diffraction NE sont PAS réalisées spontanément.** Le premier objectif d'un dispositif expérimental sera de les satisfaire.

### 12.2 Construction d'Ewald

P. P EWALD a proposé une construction graphique très commode pour décrire les montages expérimentaux de diffraction. et interpréter les diagrammes de diffraction. ; elle est consistée à représenter géométriquement les conditions de diffraction

**Construction de :**  $\vec{S} = \vec{S}_0 + \mathbf{l} \vec{r}_{hkl}^*$

- o  $\vec{S}$  et  $\vec{S}_0$  : vecteurs unitaires :  $\| \vec{S} \| = \| \vec{S}_0 \| = 1$
- o faisceau incident : support de  $\vec{S}_0$
- o point O sur le faisceau : origine de  $\vec{OR} = \vec{S}_0$
- o sphère d'EWALD : centre O, rayon 1
- o réseau réciproque : origine en R superposé au plan réel, vecteurs de base  $l\vec{a}^*, l\vec{b}^*, l\vec{c}^*$

**Construction de :**  $(\vec{S} - \vec{S}_0)/\mathbf{l} = \vec{r}_{hkl}^*$

- o  $\vec{S}$  et  $\vec{S}_0$  :  $\| \vec{S}/\mathbf{l} \| = \| \vec{S}_0/\mathbf{l} \| = 1/\mathbf{l}$
- o faisceau incident : support de  $\vec{S}_0 / \lambda$
- o point O sur le faisceau : origine de  $\vec{OR} = \vec{S}_0/\mathbf{l}$
- o sphère d'EWALD : centre O, rayon  $1/\lambda$

o réseau réciproque : origine en R superposé au plan réel, vecteurs de base  $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$

La condition  $\vec{S} = \vec{S}_0 + \mathbf{I} \vec{r}_{hkl}^*$  ou  $(\vec{S} - \vec{S}_0) / \mathbf{I} = \vec{r}_{hkl}^*$  est satisfaite pour tout noeud du réseau réciproque se trouvant sur la sphère d'EWALD. ,Fig 12.1

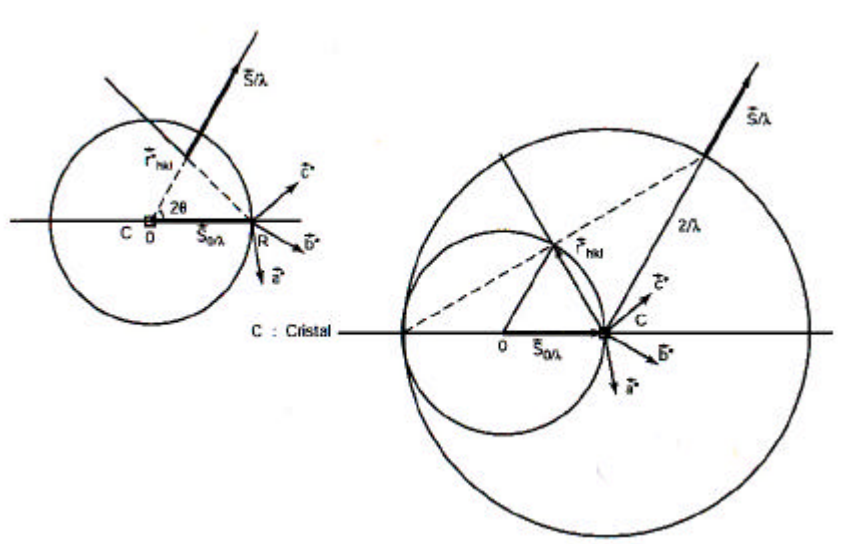


Figure 12.1 - Superposition des espaces réciproque et réel (faisceaux incident, diffracté et cristal)

Le cristal peut être en O ou en R : c'est l'origine du vecteur de diffraction  $\vec{S}$  ou  $\vec{S} / \lambda$ . Fig. 12.1

Le réseau réciproque est construit dans l'orientation définie par la relation.  $(\vec{a}_i^* | \vec{a}_j) = \mathbf{d}_{ij}$  Pour une orientation donnée du cristal par rapport au faisceau incident, le nombre de noeuds "tombant" sur la sphère d'EWALD est en général très petit ou même nul. Il faut donc prévoir des dispositifs expérimentaux tels que les noeuds du réseau réciproque soient amenés à traverser la sphère d'EWALD.

On peut théoriquement amener sur la sphère d'EWALD tous les noeuds tels que :  $\|\vec{r}_{hkl}^*\| < 2/\mathbf{I}$ , ce qui correspond à un volume d'exploration ne dépassant pas :

$$\frac{4\mathbf{p}}{3} \left( \frac{2}{\mathbf{I}} \right)^3$$

Pour un cristal dont la maille a un volume V, leur nombre N est égal à :  $\frac{32\mathbf{p}}{3} \frac{V}{\mathbf{I}^3}$

Ce nombre est d'autant plus grand que la longueur d'onde est petite.

Exemple :  $\mathbf{I} = 0.07 \text{ nm ( MoKa) } \quad a = b = c = 0,5 \text{ nm} \quad N \cong 5\,980$

Pour amener une famille (hkl) en position de diffraction on peut agir expérimentalement sur les vecteurs :  $\vec{S}$ ,  $\vec{S}_0$ ,  $\vec{r}_{hkl}^*$  et sur  $\mathbf{I}$  Il suffit de **fixer 2 conditions** et de laisser les **2 autres libres** pour caractériser une méthode expérimentale.

### 12.3 $\vec{S}_0$ fixe ; $\vec{r}_{hkl}^*$ fixe ; $l$ variable ; $\vec{S}$ libre : méthode de LAUE

- o  $\vec{S}_0$  fixe : le faisceau incident est **collimaté**.
- o  $\vec{r}_{hkl}^*$  fixe : l'échantillon est **monocristallin et immobile**.
- o  $\lambda$  variable : le faisceau est **polychromatique**. Le domaine spectral disponible s'étend de  $\lambda_{\min} = 0.25 \text{ \AA}$  à  $\lambda_{\max} = 2.5 \text{ \AA}$  environ.
- o  $\vec{S}$  libre : le **détecteur** est à **deux dimensions** : film, ou plaque photo-sensible à lecture en temps réel ou différé .

Cette technique est connue sous le nom "méthode de LAUE".

Considérons une sphère d'EWALD de rayon 1 et un réseau réciproque bâti sur  $I\vec{a}^*, I\vec{b}^*, I\vec{c}^*$ . Les vecteurs  $I\vec{r}_{hkl}^*$  normaux aux plans  $(h_j k_j l_j)$  de la zone  $[u v w]$  :  $h_j u + k_j v + l_j w = 0$  se trouvent dans le plan "origine" de la famille  $(u v w)^*$  et ayant pour normale la rangée  $[u v w]$ , chap. 5.

Les plans "origine" des différentes familles  $(u v w)^*$  coupent la sphère d'EWALD suivant des cercles ayant tous en commun l'origine du réseau réciproque, Fig. 12.2.

Chaque noeud  $nh nk nl$  remplacé par un segment allant de  $I_{\max}\vec{r}^*$  à  $I_{\max}\vec{r}^*$  "perce" la sphère d'EWALD, il "choisit" ainsi la longueur d'onde  $... \lambda / n ...$  qui donne lieu aux réflexions de BRAGG.

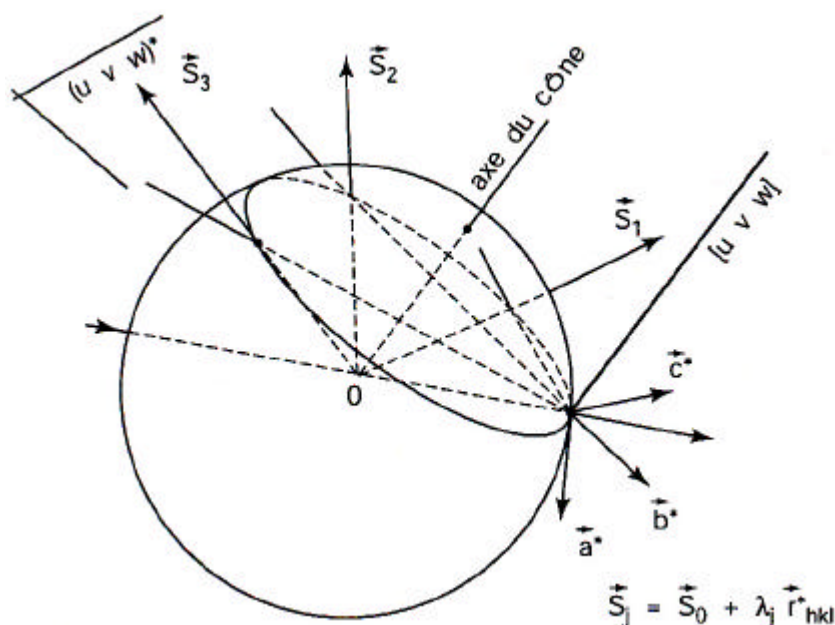


Figure 12.2 - Intersection du plan réciproque  $(u v w)^*$  avec la sphère d'EWALD

Les faisceaux diffractés par les plans de la zone  $[u v w]$  s'appuient sur un cône ayant pour sommet le centre de la sphère et pour axe une droite parallèle à la rangée  $[u v w]$  et faisant un angle  $\beta$  avec le faisceau incident. Habituellement, on place des détecteurs plans perpendiculairement au faisceau incident : les tâches de diffraction des plans de la zone  $[u v w]$  se placent alors sur des courbes zonales facilement identifiables :

o cliché en transmission :  $0 < b < \frac{p}{4}$  ellipses,  $b = \frac{p}{4}$  paraboles, ayant en commun la trace du faisceau direct. Fig. 12.3B.

o cliché en retour :  $\frac{p}{4} < b < \frac{p}{2}$  hyperboles,  $b = \frac{p}{2}$  droites. Fig. 12.3A,

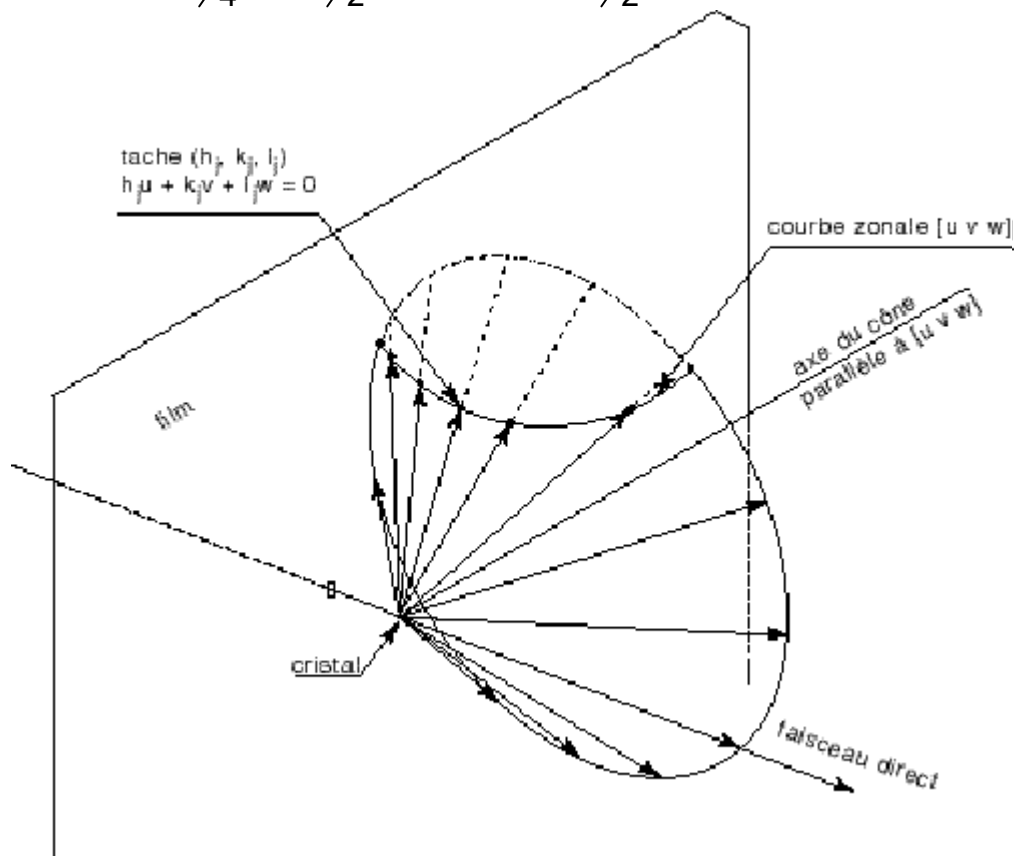


Figure 12.3A - Diagramme de Laue en retour - La courbe zonale est une hyperbole

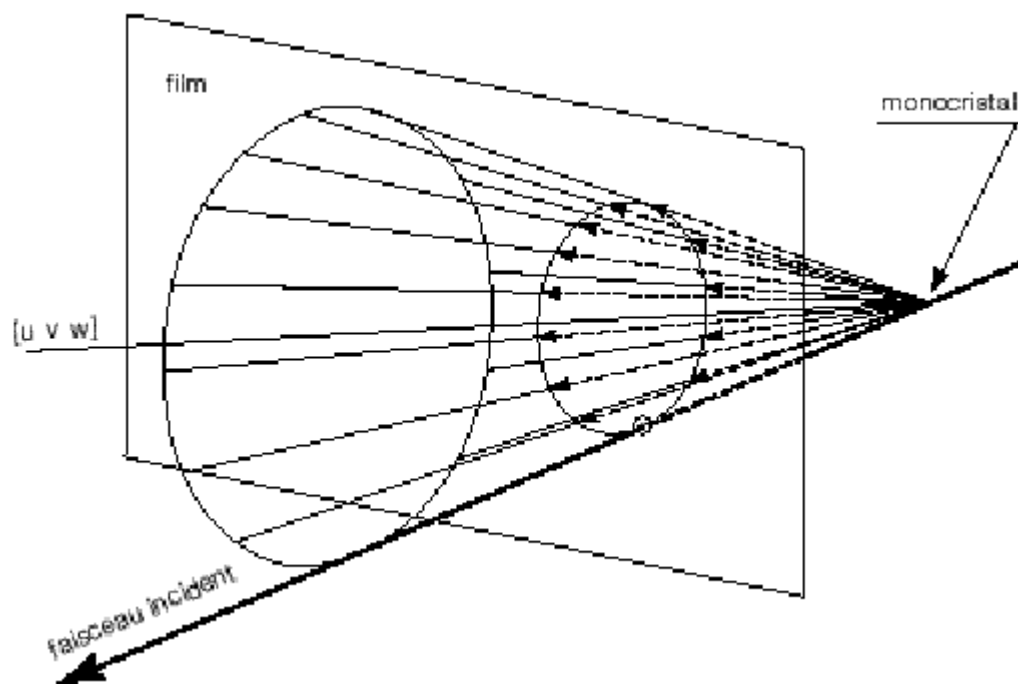


Figure 12.3B - Diagramme de Laue en transmission - La courbe zonale est une ellipse

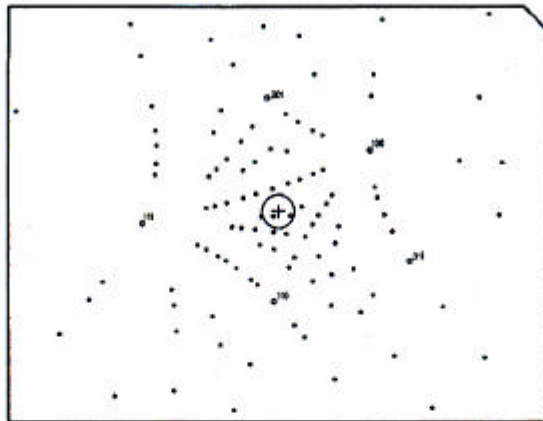


Figure 12.4 A - Diagramme de Laue en réflexion : monocristal de Silicium

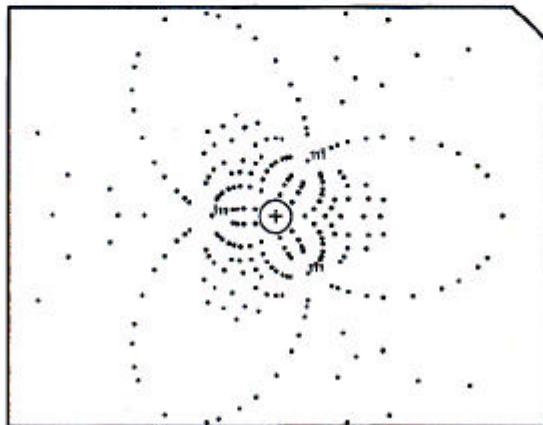


Figure 12.4 B - Diagramme de Laue en transmission : axe A3 parallèle au faisceau incident

Les mesures d'angles entre plans peuvent se faire au moyen de la projection stéréographique. L'indexation et les angles de réorientation sont obtenus maintenant au moyen d'un logiciel approprié implanté dans un micro-ordinateur. (Réf. 1)

Le diagramme de LAUE fait apparaître les symétries du cristal : Fig. 12.4B. La longueur d'onde du faisceau diffracté étant inconnue, la détermination des distances  $D_{hkl}$  est en principe impossible. Les diagrammes de LAUE permettent essentiellement le contrôle du matériau (est-ce un bon monocristal ?) et l'orientation d'une famille  $hkl$  par rapport à un repère déterminé. L'erreur sur les angles est de l'ordre de 0.1 deg.

#### 12.4 $\vec{S}_0$ fixe ; $\lambda$ monochromatique ; $\vec{r}_{hkl}^*$ variable ; $\vec{S}$ libre

- o  $\vec{S}_0$  fixe : le faisceau incident est **collimaté**, sa direction est donc parfaitement définie
- o  $\lambda$  monochromatique : le faisceau est **monochromatisé** (rayonnement d'anticathode : la raie  $K_\alpha$  isolée) ( rayonnement synchrotron : sélection d'une bande spectrale  $\Delta I / I$  de l'ordre de 5 /10000)
- o  $\vec{r}_{hkl}^*$  variable : **poudre cristalline** ou monocristal mis en **mouvement**.

- o  $\vec{S}$  libre : le **détecteur est à deux dimensions** : film, ou plaque photo-sensible à lecture en temps réel ou différé.

Considérons une sphère d'EWALD de centre 0 de rayon  $1/\lambda$ . L'origine du réseau réciproque est superposée en R.

#### 12.4.1 Méthode des poudres ou de Debye-Scherrer

Une poudre est un matériau polycristallin composé de cristaux élémentaires ou grains qu'il soit à l'état pulvérulent ou massif. L'orientation des normales  $\vec{r}_{hkl}^*$  est isotrope si la poudre n'est pas texturée : les extrémités de chacun des vecteurs  $\vec{r}_{hkl}^*$  se trouvent sur une sphère  $S_{hkl}$  centrée sur l'origine du réseau réciproque et de rayon  $\|\vec{r}_{hkl}^*\|$  Fig. 12.5. L'intersection des sphères  $S_{hkl}$  et d'EWALD est un cercle ayant pour axe le faisceau incident : les faisceaux diffractés par une même famille h k l sont sur un cône ayant pour axe le faisceau incident. Fig. 12.5.

La poudre est contenue dans un capillaire ou étendue sur un support plan. Si le matériau est massif on le met sous la forme de fil fin (0,5 mm de diamètre au plus), de pointe ou de plaque plane polie.

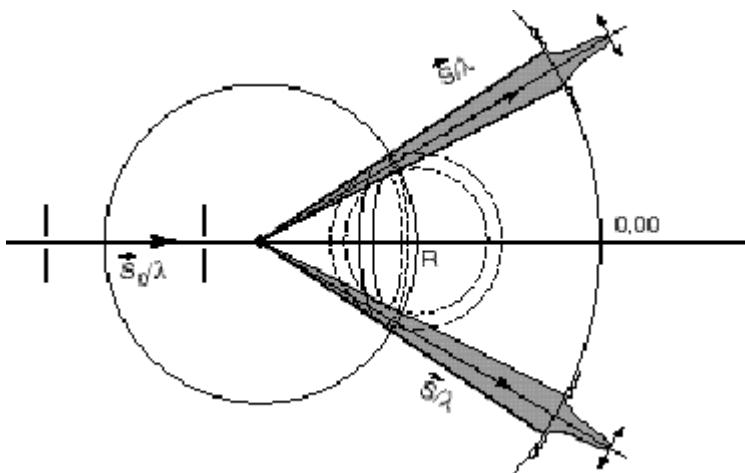


Figure 12.5 - Méthode des poudres. Diffraction en dispersion angulaire

Différentes techniques de détection des faisceaux diffractés sont utilisées :

- o **film ou plaque-image** perpendiculaire au faisceau incident et placée à une distance connue de l'échantillon : le diagramme de diffraction est composé d'anneaux concentriques.
- o **film placé dans une chambre cylindrique** d'axe perpendiculaire au faisceau incident : les faisceaux diffractés impressionnent le film suivant des anneaux (DEBYE-SHERRER) correspondant à l'intersection d'un cône et d'un cylindre dont les axes sont perpendiculaires. Fig. 12.6A
- o **diffractomètre** : le détecteur ponctuel, placé derrière une fente (d'analyse), pivote autour de l'axe du diffractomètre. La poudre, qu'elle soit contenue dans un capillaire ou non, a un support parallèle à l'axe de rotation. Le foyer du tube de rayons X, l'axe du diffractomètre et la fente d'analyse à  $2\theta = 0.000$  sont alignés: ils définissent le support de  $\vec{S}_0$ . Les faisceaux diffractés sont détectés en faisant tourner le bras

compteur : la direction du vecteur S correspond au maximum d'intensité traversant la fente d'analyse.

Quelle que soit la méthode expérimentale utilisée, on cherche à mesurer l'angle de Bragg  $2\mathbf{q} = (\vec{S}_0, \vec{S})$  : le but étant de calculer les distances réticulaires  $D_{hkl}$  par :

$$D_{hkl}^2 = \frac{l^2}{4\sin^2 \mathbf{q}}$$

Les méthodes diffractométriques sont aussi les plus appropriées à la mesure des intensités diffractées  $I(hkl)$ .

*Remarque : pour améliorer l'isotropie des normales, on fait tourner la poudre : capillaire, suivant l'axe ; plaque, dans son plan.*

### 12.4.2 Monocristaux : technique de Gandolfi (2)

En orientant au hasard et sans interruption un monocristal, on peut simuler en moyenne une poudre cristalline à condition d'enregistrer le diagramme de diffraction sur un intervalle de temps suffisant.

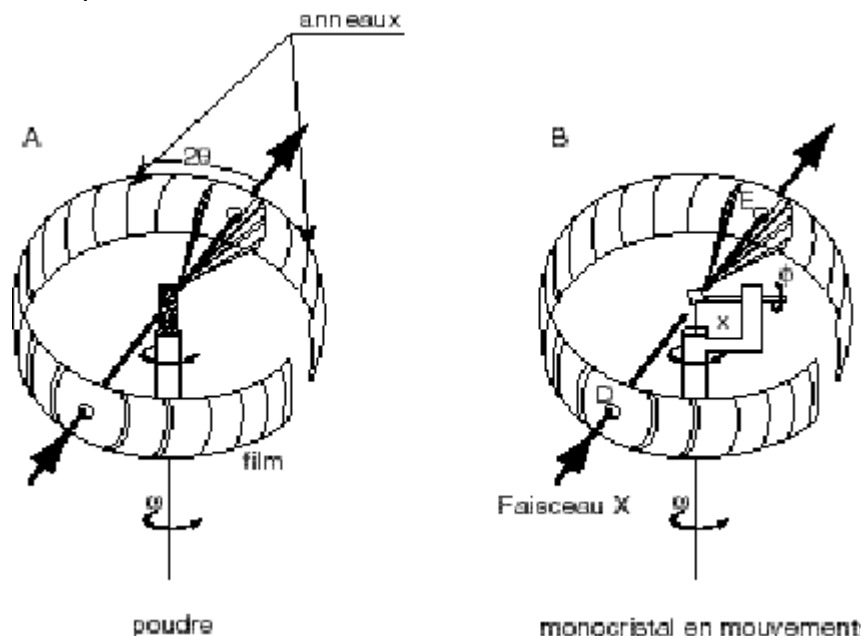


Figure 12.6 - Moyen de rendre les directions réciproques isotropes.

Différentes techniques ont été proposées pour obtenir un diagramme de poudre à partir d'un monocristal :

- o le monocristal est placé dans un capillaire vertical et mis en rotation par un jet d'hélium gazeux, à la manière des balles de ping-pong sur un jet d'eau.
- o la technique de Gandolfi repose sur la rotation simultanée du monocristal autour de deux axes qui se coupent au centre de la chambre de diffraction avec un angle d'intersection aussi proche que possible de 90°, Fig. 12.6

Ces dispositifs sont destinés à donner une orientation aléatoire aux normales  $[h\ k\ l]^*$ .

### 12.4.3 Monocristaux : cristal tournant

Une chambre de cristal tournant est équipée d'un seul axe de rotation, coupant perpendiculairement le faisceau incident.



Le monocristal a été orienté au préalable de façon à avoir une **direction [u v w] du réseau direct parallèle à l'axe de rotation** Les plans réciproques de la famille (u v w)\* sont équidistants avec un espacement égal à :  $d_{uvw}^*$  (unité 1/Å)., Tab.5.2

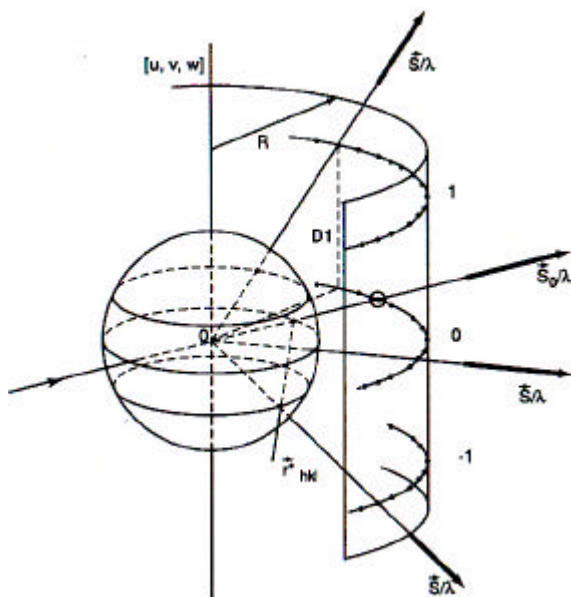


Figure 12.7A - Construction d'EWALD appliquée au cristal tournant

L'axe de rotation  $\Delta$  de la chambre de cristal tournant est parallèle à la normale commune des plans (u v w)\* (après orientation du cristal). Ceux-ci coupent la sphère d'EWALD suivant des cercles sur lesquels s'appuient les faisceaux diffractés, comme représenté Fig. 12.7A.

Les cônes de diffraction ont pour axe commun l'axe de rotation : il suffit de placer un film cylindrique de rayon R, autour de cet axe pour l'enregistrement des taches de diffraction. Celles-ci se trouvent sur des **lignes parallèles ou "strates"**, chacune d'entre elles correspondant à l'intersection d'un plan de la famille (u v w)\* avec la sphère d'Ewald

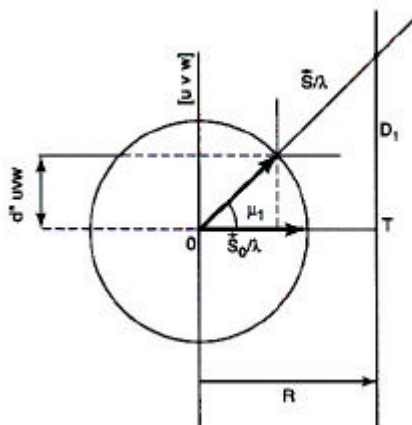


Figure 12.7B – Tache de la strate numéro "1"

Le but recherché est la détermination de la période  $1/d_{uvw}^*$  le long de la rangée [uvw]



o strate "1", Fig.12.7B :  $tg \mathbf{m}_1 = D_1 / R$   $(1/I) \sin \mathbf{m}_1 = d_{uvw}^*$ ,  $\mathbf{m}_1$  est l'angle entre le vecteur  $\vec{S}/I$  et le plan équatorial

o strate "n" : On détermine  $d_{uvw}^*$  au moyen des équations :

$tg \mathbf{m}_n = D_n / R$   $(1/I) \sin \mathbf{m}_n = n d_{uvw}^*$   $D_n$  étant la distance entre les strates "0" et "n,"  $d_{uvw}^*$  est l'espacement entre plans réciproques de normale commune  $[uvw]$  :

$$1/(d_{uvw}^*)^2 = (u \ v \ w) (G) \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \text{ qui se réduit à}$$

$$1/(d_{uvw}^*)^2 = a^2(u^2 + v^2 + w^2) \text{ pour un "cubique".}$$

Les indices des taches de diffraction de la strate "n" vérifient la relation  $hu + kv + lw = n$

L'angle  $2\mathbf{q} = (\vec{S}, \vec{S}_0)$  d'une tache de BRAGG située sur la strate n est obtenu par la relation :

$$\cos 2\mathbf{q} = \cos 2\mathbf{a}_n \cos \mathbf{m}_n$$

où  $2\mathbf{a}_n$  est l'abscisse angulaire de la tache considérée sur la strate n, Fig. 12.7.

### 12.4.4 Monocristaux : diffractomètre 4 cercles (montage d'Euler)

Le plan de diffraction, contient le faisceau incident et il est perpendiculaire à l'axe de rotation du bras **2-THETA**. Il est soit vertical, Fig. 13.8, soit horizontal. L'axe de rotation **OMEGA** est aussi perpendiculaire au plan de diffraction. L'axe de rotation du cercle **CHI** reste dans le plan de diffraction, tandis que l'axe de rotation **PHI** reste dans un plan perpendiculaire au plan de diffraction. Ces 4 axes sont sécants au centre du diffractomètre, précisément à l'endroit où le monocristal est placé Fig. 12.8.

Les trois rotations autour de OMEGA, CHI et PHI sont suffisantes pour amener une normale  $\vec{r}_{hkl}^*$  sur la sphère d'EWALD. Le bras - détecteur tourne autour de l'axe 2-THETA jusqu'à intercepter le faisceau diffracté.

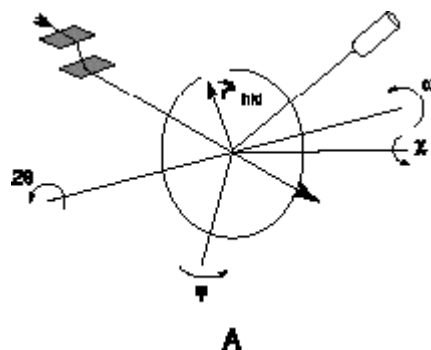


Figure 12.8A - Schéma de principe d'un diffractomètre à 4 cercles, avec un double monochromateur

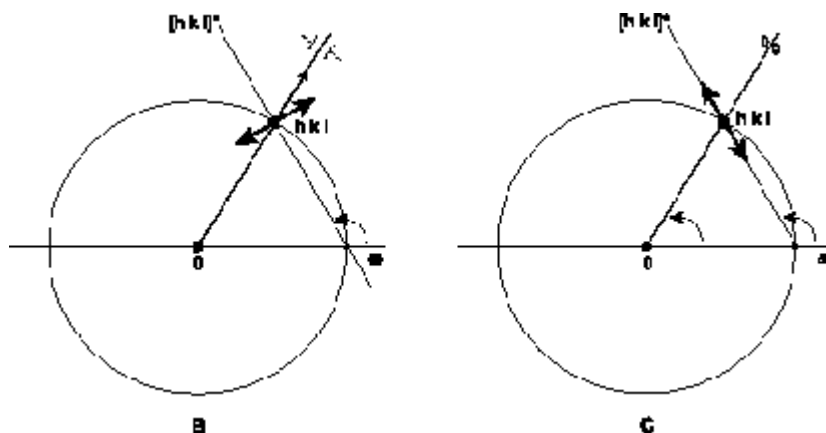


Figure 12.8B et C - Types de balayage

Dans un balayage  $\omega$  ( $\omega$ -scan) Fig. 12.8B, le détecteur est immobile, la fente de réception étant largement ouverte. La rangée  $[hkl]^*$  pivote autour de l'axe  $\omega$ . On réalise ainsi un balayage **transversal** autour du nœud  $hkl$ .

Dans un balayage  $\omega$ - $2\theta$  ( $\omega$ - $2\theta$  scan) Fig. 12.8C, le mouvement  $2\theta$  du détecteur est couplé à celui de l'axe  $\omega$ , de façon que les variations de  $2\theta$  soient exactement le double de celles de  $\omega$ . La fente de réception est étroite ; on obtient ainsi un balayage **longitudinal** autour du nœud  $hkl$ .

### 12.5 l monochromatique ; $\vec{r}_{hkl}^*$ fixe ; $\vec{S}_0$ variable ; $\vec{S}$ libre

- o  $\lambda$  monochromatique : le faisceau incident est **monochromatisé**.
- o  $\vec{r}_{hkl}^*$  fixe : monocristal **immobile** pendant l'expérience.
- o  $\vec{S}_0$  variable : le faisceau incident est **divergent**.
- o  $\vec{S}$  libre : le détecteur est à deux dimensions : film, ou plaque photosensible à lecture en temps réel ou différé.

Ce montage connu sous le nom “**montage en faisceau divergent monochromatique**” est commode lorsqu'on a besoin d'examiner un monocristal maintenu sous conditions (température, pression...) et d'enregistrer une région d'un plan réciproque, pour “voir” la forme des nœuds réciproques.

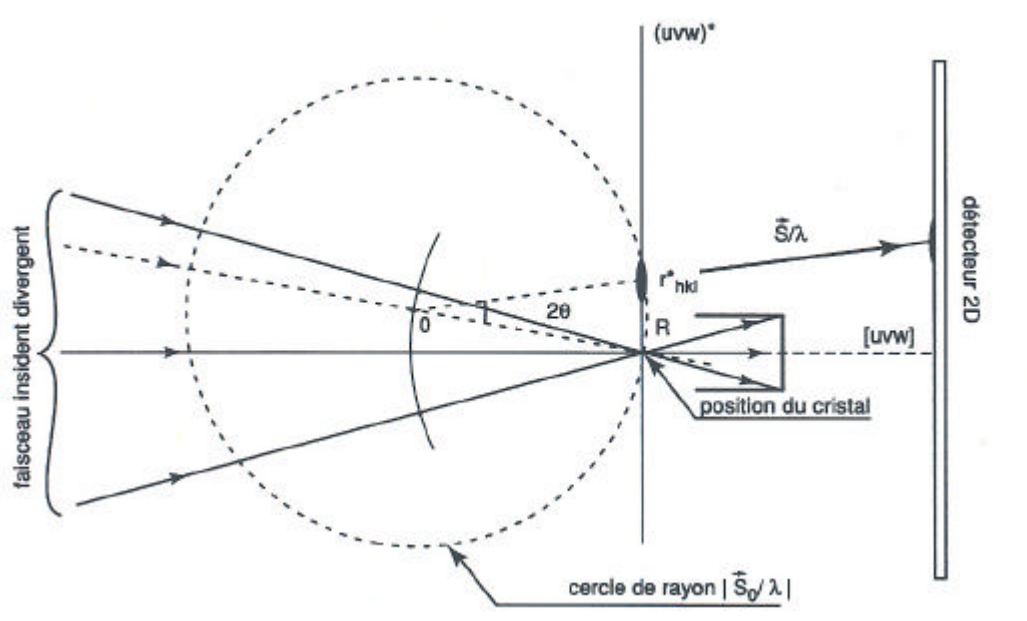


Figure 12.9 - montage en faisceau divergent monochromatique

Le monocristal a été orienté au préalable : la normale  $r_{uvw}$  est placée parallèlement à la direction moyenne du faisceau incident pour une exploration symétrique du premier plan  $(u\ v\ w)^*$ , en biais par rapport à cette direction pour étendre l'exploration. Chaque noeud "sélectionne" une direction d'incidence  $\vec{S}_0$  dans le faisceau divergent de façon à se placer sur la sphère d'EWALD. Sur la figure 12.9, le faisceau est focalisé en R, à l'endroit où se trouve l'échantillon, l'origine du réseau réciproque est superposée en R.

### 12.6 $\vec{S}_0$ fixe ; $\vec{S}$ impose ; $l$ variable $\vec{r}_{hkl}^*$ variable

- o  $\vec{S}_0$  fixe: le faisceau incident est **collimaté**.
- o  $\vec{S}$  imposé : la direction de diffraction est **collimaté** la position du détecteur ponctuel est **fixe**.
- o  $\lambda$  variable : le  $E_{hkl} = hc/l_{hkl}$   $l_{hkl} = 2D_{hkl} \sin q$  faisceau est **polychromatique**. Le domaine spectral disponible s'étend de  $\lambda_{\min} = 0.25 \text{ \AA}$  à  $\lambda_{\max} = 2.5 \text{ \AA}$  environ.
- o  $\vec{r}_{hkl}^*$  variable : **poudre** cristalline.

Cette technique, appelée "**diffraction en dispersion d'énergie**", est commode lorsque la poudre cristalline est sous conditions (hautes pressions, température...). L'avantage est que les fenêtres d'accès à la chambre de mesure peuvent avoir des dimensions très réduites puisque les faisceaux incident et diffracté sont dans des positions fixes. Elle est basée sur les détecteurs "Si Li" refroidis à l'azote liquide, qui ont une bonne efficacité de détection avec résolution relative inférieure à 1% dans le domaine 5/50 KeV.

Les extrémités des vecteurs  $\vec{r}_{hkl}^*$  se trouvent dans une "boule" de rayons intérieur et extérieur respectivement égaux à  $l_{\min} \vec{r}_{hkl}^*$  et  $l_{\max} \vec{r}_{hkl}^*$  et centrée sur l'origine R du réseau réciproque Fig. 12.10. Le rayon diffracté coupe la sphère d'EWALD de rayon 1 en un point fixe E .

La normale  $\vec{r}_{hkl}^*$  "sélectionne" la longueur d'onde qui la place sur la sphère d'EWALD.

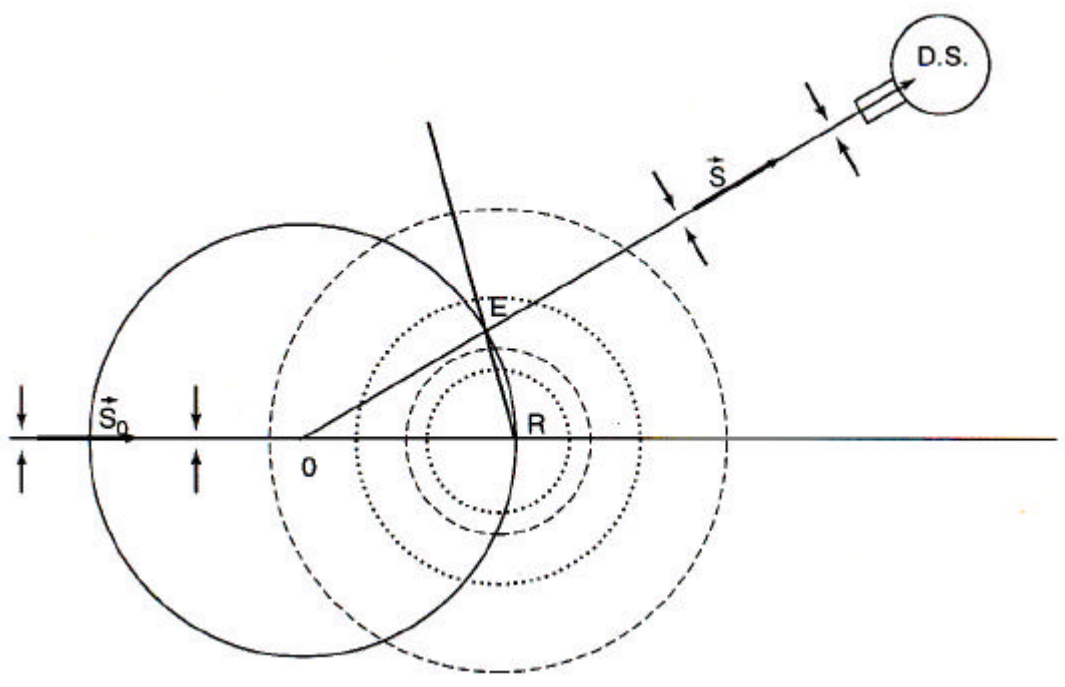


Figure 12.10 - Méthode des poudres. Diffraction en dispersion d'énergie D.S. : Détecteur solide refroidi (Ge/77 K°)

o Boule (-----) de  $I_{\min} r_1^*$  à  $I_{\max} r_1^*$

o Boule (.....) de  $I_{\min} r_2^*$  à  $I_{\max} r_2^*$

Au point E :  $I_1 \|\vec{r}_1^*\| = I_2 \|\vec{r}_2^*\|$  : si  $\|\vec{r}_2^*\| > \|\vec{r}_1^*\|$   $I_2 < I_1$  et donc  $E_2 > E_1$

Les impulsions délivrées par le détecteur sont proportionnelles à l'énergie  $E_{hkl}$  des rayonnements diffractés; elles sont codées et mises en mémoire par un analyseur multicanaux. (3)

$$E_{hkl} = hc/\lambda_{hkl} \quad I_{hkl} = 2D_{hkl} \sin \mathbf{q}$$

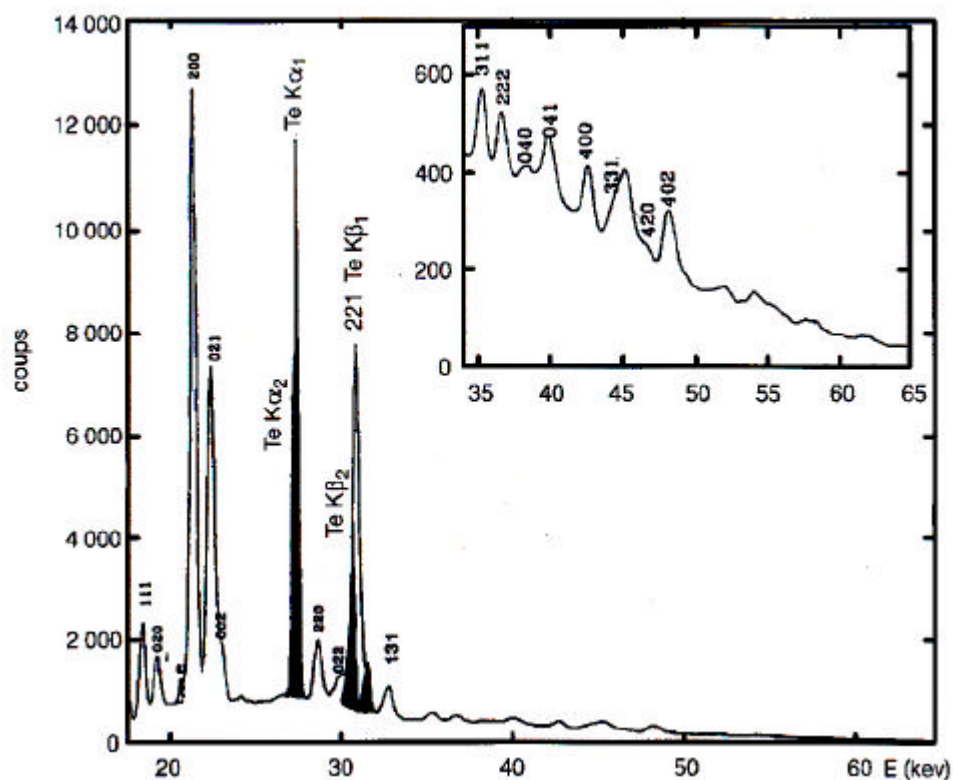
$\mathbf{q}$  est l'angle de diffusion : c'est un paramètre de l'expérience.

$$D_{hkl} = \frac{hc}{2 \sin \mathbf{q}} \frac{1}{E_{hkl}} \quad \frac{\Delta D_{hkl}}{D_{hkl}} = \frac{1}{1000} \quad \text{au mieux}$$

Sur le diagramme, Fig.12.11, on peut remarquer des pics correspondant aux rayonnements de fluorescence de l'échantillon : ils sont indépendants de l'angle  $\theta$  de diffusion. Le bruit de fond est dû principalement au rayonnement Compton.

Les pics (en énergie) sont classés comme le sont les modules des vecteurs du réseau réciproque : si  $E_{hkl}$  croît,  $\vec{r}_{hkl}^*$  croît aussi,  $d_{hkl}$  décroît, et les indices hkl augmentent. Les pics se déplacent si  $\theta$  est modifié.

*Remarque : ces rayonnements de fluorescence sont présents quel que soit le montage: ils contribuent au bruit de fond.*



**ZnTe :** ( $a = 5,324 \text{ \AA}$   $b = 5,913 \text{ \AA}$   $c = 4,946 \text{ \AA}$   $a = \beta = \gamma = 90^\circ$ )

A San Miguel A Polian J-P Itié (LURE)

Figure 12.11 - Enregistrement du diagramme de diffraction d'une phase de Zn Te obtenue sous une pression de 16,4 Gpa.

**Références**

- o 1 •Orient Express, J. LAUGIER - [jean.laugier2@wanadoo.fr](mailto:jean.laugier2@wanadoo.fr)
- o 2 •Comercial Andore Semenca S.L., Madrid, Zabelete 45 E - 28002 Madrid  
M. GREGOKIEWITZ, J. Appl. Cryst. (1994) - 27, 855-859.
- o 3 •Enseignement expérimental de Physique des rayons X, J.P. LAURIAT,  
Paris Onze Edition, Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay.