Dilatation thermique de l'Argent mesurée aux rayons X

Autor(en): Saini, H.

Objekttyp: Article

Zeitschrift: Helvetica Physica Acta

Band (Jahr): 6 (1933)

Heft VIII

PDF erstellt am: 22.09.2024

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-110287

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek* ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Dilatation thermique de l'Argent mesurée aux rayons X par H. Saïni.

(7. XI. 33.)

Résumé. L'auteur a déterminé le coefficient de dilatation de l'argent entre 20° et 300 °C en se servant d'une chambre du type SEEMAN-BÖHLIN construite spécialement pour l'étude des dilatations. Le cylindre constituant cet appareil a été coupé en deux parties inégales : l'une plus petite recevant l'argent est munie d'un corps de chauffe et d'un thermocouple, sur l'autre partie, recevant le film, se trouve la fente d'entrée des rayons X. Une méthode d'élimination des erreurs est indiquée. Argent éclairé par les rayons $K\alpha$ du Cu et du Ni. Résultats : constante réticulaire de l'Ag à 18 °C : $a = 4,0774_0 \cdot 10^{-8}$ cm.; coefficient de dilatation : $\alpha = (19,1 \pm 0.2) \, 10^{-6} \, \text{degré}^{-1}$.

Dans une note précédente¹), il a été décrit sommairement une chambre pour la détermination précise des constantes réticulaires des cristaux, dont le principe est celui des chambres de SEEMAN-BÖHLIN. Nous avons mesuré au moyen de cet appareil la dilatation thermique de l'argent. Pour cela nous avons dû couper le cylindre constituant la chambre en deux parties ce qui introduit certaines erreurs dans les mesures. Celles-ci ont été corrigées par une méthode d'extrapolation. Dans cet article, nous décrivons la chambre, puis nous étudions les erreurs et la méthode d'extrapolation et enfin, nous donnons les résultats des mesures sur l'argent.

1. Description de la chambre.

La chambre est composée de deux segments cylindriques en laiton. L'un de ces segments formant un quart de cylindre sert à recevoir la substance à étudier. Il est muni d'un corps de chauffe, permettant d'atteindre 300 degrés centigrade et d'un couple thermoélectrique cuivre-constantan. L'autre segment formant une moitié de cylindre contient la fente d'entrée des rayons X (fente de 0,25 mm. de largeur) et de part et d'autre de celle-ci, le film photographique. Ces deux segments sont maintenus l'un en face de l'autre par deux plaques en éternit, dans lesquelles se trouve une rainure de même rayon que le cylindre.

¹⁾ J. WEIGLE et H. SAÏNI, Arch. Sc. phys. et nat. 49, 1932, suppl. p. 129.

Avec cette disposition, seul le segment cylindrique portant la substance est chauffé. Le segment portant le film reste à une température maintenue constante par une circulation d'eau.

Le cylindre contient une gorge de 0,4 mm. de profondeur dans laquelle viennent se placer le film et la substance à étudier. Le rayon R de cette gorge cylindrique est d'environ 5,64 cm.

Les rayons X de longueur d'onde λ entrant par la fente Fet diffractés par les plans réticulaires de distance d de la substance cristalline viennent donner sur le film deux raies symétriques en



Fig. 1. Focalistation des rayons diffractés par la substance.

 P_1 et P_2 (focalisation due au principe SEEMAN-BÖHLIN) (Fig. 1). Si Θ est l'angle de BRAGG pour lequel on a

$$\lambda = 2 \, d \, \sin \, \Theta \tag{1}$$

on voit immédiatement que

$$\Theta = \frac{\pi}{2} - \frac{L}{8R} = \frac{\pi}{2} - \psi \tag{2}$$

où

$$\psi = \frac{L}{8 R} . \tag{3}$$

L représente la longueur de l'arc $P_1 P_2$ qu'on mesure directement sur le film. Si l'on connaissait très exactement le rayon Rde la chambre, la détermination de L suffirait pour donner, par les équations (1) et (2), la valeur exacte de la distance d. Nous verrons plus loin que pour différentes raisons, R ne peut pas être connu avec la précision désirée. Par contre, nous montrerons que si L est petit, c'est-à-dire si l'angle Θ s'approche de $\pi/2$, l'erreur produite par R devient négligeable. C'est la raison pour laquelle, le film de notre chambre n'enregistre, par la disposition de l'appareil, que des raies dont les angles Θ sont compris entre 70° et 90°, soit encore des angles ψ compris entre 20° et 0°.

2. Erreurs dues aux imperfections de la chambre. Leur élimination.

Lors de la détermination de la distance réticulaire d d'un cristal, on fait plusieurs erreurs: une erreur ΔL sur la mesure de la distance L, séparant deux raies symétriques, une erreur $\Delta \lambda$ sur la valeur de λ , erreur négligeable dans notre cas, λ étant connu avec une précision supérieure à celle de nos mesures; enfin diffé-



Erreur due à l'excentricité des deux cylindres.

rentes erreurs que nous allons examiner et qui toutes peuvent se ramener, en première approximation du moins, à une erreur A R sur le rayon de la chambre.

1° Erreur due à l'excentricité des deux segments cylindriques. (Fig. 2.)

Les deux segments cylindriques constituant la chambre ne sont pas parfaitement concentriques. En effet, un jeu minimum est nécessaire pour placer ou enlever ces deux segments dans la rainure de la plaque en éternit qui les ajuste, de sorte que les deux centres des segments sont en O et O_1 , distants de $\varDelta R$. Cette excentricité a pour effet de déplacer les raies sur le film.

Ce déplacement $P_1 P_2$ de la raie est, comme on le remarque aisément, pour un faisceau ω peu divergent (ω environ 10⁰), très sensiblement égal à

$$P_1 P_2 = \varDelta L = \varDelta R \operatorname{tg} \psi_0$$

car

$$P_1' P_2' = P_1 P_2$$

 ψ_0 étant l'angle entre le rayon incident et le rayon réfléchi. Mais $\psi_0 = 2 \ \psi$ d'où

 $\varDelta L \cong 2 \varDelta R \psi$

puisque ψ est petit (ψ inférieur à 20°).



Erreur due à l'épaisseur de la substance.

2º Erreur due à l'épaisseur de la substance (fig. 3).

La substance à étudier qui est déposée sur le cylindre a une certaine épaisseur $\varDelta R_1$ qu'il est malaisé de déterminer, surtout s'il s'agit d'une poudre cristalline. Nous admettrons que la substance est comprise entre deux surfaces cylindriques R' et R'', concentriques au cylindre R. Si la substance avait le rayon Rdu cylindre de focalisation et pas d'épaisseur, la raie viendrait en P. Mais par suite de l'épaisseur de l'échantillon, la raie s'étale de P' en P'' de part et d'autre de P (faisceau diffracté f_1). Si cet étalement n'est pas égal des deux côtés de P, par suite des irrégularités dans la surface de la substance (faisceau f_2 par exemple) cela revient alors à un déplacement $\varLambda L_1$ de la raie qui vient en P''', déplacement donné par

$$\overline{PP}^{\prime\prime\prime} = \varDelta \ L_1 = k_1 \ \varDelta \ R_1 \ \psi$$

pour les mêmes raisons que pour le cas de l'erreur due à l'excentricité (k, facteur numérique).

3º Erreur due à la position du film (fig. 4).

Le film, que nous supposerons d'épaisseur négligeable, n'adhère pas exactement, malgré les précautions, au cylindre de focalisation. Nous admettrons qu'il se trouve sur un autre cylindre, de rayon $R_2 = R - \varDelta R_2$ par exemple, de telle sorte, que la raie se



Erreur due à la position du film.

trouvera sur le film en P_2 au lieu de se trouver en P_1 (il y aura étalement et déplacement de la raie). Soit alors

 $l = R \varphi$

la vraie longueur de la demi-distance qui séparerait deux raies symétriques et

 $\Delta l = R \Delta \varphi - \varphi \Delta R_2$

le déplacement de la raie sur le film. Mais dans le triangle $P_1P_2P_3$ on a:

$$4 \varphi = \frac{\varDelta R_2}{R_2} \operatorname{tg} \psi_0 \, \underline{\ } \, 2 \, \frac{\varDelta R_2}{R} \, \psi$$

 $\varDelta l = -2 \varDelta R_2 \psi$

 \mathbf{et}

 $\varDelta L_2 = k_2 \varDelta R_2 \psi$

4º Erreur due à la position de la fente (fig. 5).

Si la fente ne se trouve pas sur le cylindre de focalisation C, mais en F par exemple, on voit facilement, que tout se passera H. Saïni.

comme si les rayons provenaient d'une infinité de fentes $F_1F_2F_3$, situées sur le cylindre C. Le résultat sera un élargissement $F_1'F_2'F_3'$, sensiblement symétrique, de la raie.

En résumé, nous voyons que les erreurs se ramènent toutes, en première approximation, à des déplacements $\varDelta L$ de la raie sur le film, déplacements qui sont donnés par une expression de la forme

$$A L = k \Delta R \psi.$$
⁽⁴⁾

Voyons alors l'effet des erreurs $\varDelta R$ et $\varDelta L$ sur la mesure



Erreur due à la position de la fente.

des distances réticulaires d du cristal. On a, d'après les équations (1), (2) et (3)

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\sin \psi}{\cos \psi} \Delta \psi \,.$$

En différentiant (3) et en tenant compte de (4), on aura

$$\frac{\Delta d}{d} - K \operatorname{tg} \psi \cdot \psi \cdot \frac{\Delta R}{R} - \sim K \frac{\Delta R}{R} \sin^2 \psi$$

d'où

$$\frac{\Delta d}{d} = K \frac{\Delta R}{R} \cos^2 \Theta \tag{5}$$

où K est une constante¹).

¹) Il faudrait encore tenir compte de la déformation du film qui déplace la raie de ΔL ; nous la supposerons uniforme tout le long du film et proportionnelle à la longueur L séparant 2 raies, on aura alors $\Delta L = k L = k' \psi$ selon (3). Sous cette forme, cette erreur sera comprise dans la somme des erreurs représentée par (5).

L'équation (5) nous montre que l'erreur Δd est proportionnelle à $\Delta R \cos^2 \Theta$, Θ étant l'angle de BRAGG, et ΔR , la somme de toutes les erreurs partielles.

Si le cristal appartient au système cubique (cas de l'argent) on a



$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta a}{a}$$

où a est la constante du réseau envisagé. On peut alors écrire pour a

$$a = a_0 + A \cos^2 \Theta \tag{6}$$

où a_{j} serait la valeur exacte de la constante, s'il n'y avait pas l'erreur A a proportionnelle à $\cos^{2} \Theta$.

Dans ces conditions, pour obtenir la valeur a_0 , on portera sur un graphique (fig. 6), en fonction de $\cos^2 \Theta$, les différentes valeurs $a_1, a_2, a_3 \ldots$ etc. qu'on aura obtenues pour a, à partir des différentes raies du film. On obtiendra ainsi, une suite de points qui se placeront très sensiblement en ligne droite. Il suffira d'extrapoler linéairement jusqu'à $\cos^2 \Theta = 0$, pour obtenir la bonne valeur a_0^{1}).

L'inclinaison de la droite *a* dépend comme le montre l'équation (5), de la grandeur de l'erreur $\varDelta R$. Elle nous indique par là si l'on a choisi un rayon plus ou moins proche du rayon exact. Sous l'action de la chaleur les deux plaques en éternit qui maintiennent en place les deux fragments cylindriques, se dilatent et le rayon de la chambre augmente de $\varDelta R$. Mais cette dilatation est, comme on le voit, éliminée par la méthode d'extrapolation. L'effet de la faible dilatation de la chambre se traduit simplement par des inclinaisons croissantes des droites d'extrapolation, ainsi qu'on peut s'en rendre compte sur la fig. 6²).

3. Dilatation thermique de l'argent.

L'argent qui nous a servi dans ces expériences (recuit une demi-heure dans le vide, p = 10 mm-Hg) est constitué par une feuille mince de 0,02 cm. d'épaisseur, sa pureté est de 99,9%. Cette feuille, placée dans la chambre, fut éclairée par les rayons X sur une surface de 5 cm² environ. Le couple thermo-électrique cuivre-constantan, fut soudé à la feuille d'argent même, afin d'être assuré d'une bonne mesure de la température. Lors d'une expérience la température restait constante à un degré près. Nous avons fait des mesures aux températures successives suivantes: 20°C, 118,5°C, 156,5°C, 225°C, 306°C, 20°C.

L'argent éclairé par les rayons X issus d'une anticathode renfermant du nickel et du cuivre, donne sur le film deux paires de raies dues à la réflexion des radiations $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du cuivre sur les plans (333) et des radiations $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du nickel sur les plans (422). (L'argent a une maille cubique face centrée).

Nous avons porté sur un graphique les longueurs L séparant deux raies symétriques en fonction de la température et c'est sur ce graphique que nous avons mesuré les longueurs L correspondant aux températures de 20°C, 100°C, 200°C et 300°C, pour le calcul de la constante a du réseau de l'argent.

¹) Cette méthode d'extrapolation, établie ici pour le cas d'une maille cubique, peut se généraliser et est encore applicable à d'autres réseaux. Dans l'article suivant, le Prof. J. WEIGLE étend cette méthode au cas d'un cristal appartenant au système rhomboédrique. Nous montrerons de même, ultérieurement, que cette méthode est encore applicable aux réseaux à axes perpendiculaires : réseaux orthorhombiques et quadratiques.

²) La variation linéaire de la constante *a* en fonction de $\cos^2 \Theta$ a déjà été signalée par A. J. BRADLEY et A. H. JAY: Proc. of the Phys. Soc. 44, 563, 1932, pour le cas d'une chambre de DEBYE et SCHERRER.

La fig. 6a montre l'allure des différentes valeurs de la constante a, à 20°C, calculée en prenant successivement pour rayon de la chambre, les valeurs grossièrement différentes R = 5,640 cm. et R = 5,670 cm. On voit sur ce graphique que les valeurs de adiffèrent pour chacune des raies et pour chacun des rayons de la chambre, et que l'extrapolation conduit cependant à la même valeur numérique pour a_0 ; résultat en accord avec les équations précédentes (5) et (6).

Nous avons appliqué cette méthode aux mesures de a, correspondant aux différentes températures mentionnées plus haut, fig. 6 b, et nous avons obtenu les résultats disposés dans la table suivante :

t⁰ C	Plans	Radia- tions	L cm.	Θ^{0}	a	a ₀
20º C	422 333	$ \begin{bmatrix} K \alpha_2 \\ K \alpha_1 \end{bmatrix} Ni \begin{bmatrix} K \alpha_2 \\ K \alpha_2 \\ K \alpha_1 \end{bmatrix} Cu $	3,92 4,98 8,58 9,15	85° 1′ 20″ 83° 40′ 34″ 79° 6′ 17″ 78° 22′ 51″	$\begin{array}{rrrr} 4,0775 \ 10^{-8} \ \mathrm{cm} \\ 4,0775 & \\ 4,0777_5 & \\ 4,0778_5 & \end{array}$	(4,0774 <u>-+</u> 0,00015) 10 ^{-s} cm.
100°C	id.	id.	4,63 5,58 8,94 9,49	84° 7′ 14″ 82° 54′ 51″ 78° 38′ 51″ 77° 56′ 57″	4,0836 ,, 4,0839 ,, 4,0842 ,, 4,0843 ,,	(4,0836 <u>+</u> 0,00015) 10 ^{−8} cm.
200°C	id.	id.	5,43 6,24 9,37 9,89	83° 6′ 27″ 82° 4′ 34″ 78° 6′ 5″ 77° 26′ 28″	4,0917 4,0917 4,0922 4,0922	(4,0914 <u>+</u> 0,00015) 10 ^{-s} cm.
3 00ºC	id.	id.	6,11 6,83 9,78 10,28	82° 14′ 28″ 81° 19′ 37″ 77° 34′ 5″ 76° 56′ 45″	$\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	(4,0992 <u>+</u> 0,00015) 10 ⁻³ cm.

Table des résultats expérimentaux.

Ces différentes valeurs de a donnent pour l'argent un coefficient moyen de dilatation thermique ayant la valeur

$$lpha = (19.1 \pm 0.2) \cdot 10^{-6} \, \mathrm{degr} \mathrm{e}^{-1}$$

dans l'intervalle 0°C à 300°C.

Ce coefficient est en bon accord, dans les limites de précision, avec celui donné dans les Critical Tables¹) pour l'argent à 20°C et effectués par des mesures macroscopiques.

¹) H. JAY, Zeitschr. f. Krist. **86**, 106, 1933, vient de publier un travail sur la dilatation de l'argent, mesurée aux rayons X avec une chambre DEBYE et SCHERRER.

Ces tables donnent en effet

 $\alpha = (18.9) \cdot 10^{-6} \text{ degré}^{-1}$

pour un cristal d'argent à 20°C. (t. I. p. 103).

Il était intéressant de constater que, pour l'argent, la dilatation mesurée par les rayons X est la même que celle obtenue par des mesures macroscopiques.

Dans la figure 7 nous donnons l'allure de a en fonction de



Dilatation thermique de l'Argent entre 20° et 300° C mesurée aux Rayons X.

la température et ci-dessous les valeurs de la constante réticulaire de l'argent à 0° et 18°C, observées et corrigées (correction de réfraction).

t	a observé	a corrigé
0°C	$4,0758_5 \cdot 10^{-8}$ cm.	$4,0760_0 \cdot 10^{-8}$ cm.
18°C	$4,0772_5 \cdot 10^{-8}$ cm.	$4,0774_0 \cdot 10^{-8}$ cm.

Ces résultats sont, dans les limites de précision, en accord avec ceux donnés par E. A. Owen et E. L. YATER¹) qui se sont

¹) E. A. OWEN et E. L. YATER, Phil. Mag. 15, 472, 1933.

servi de deux chambres reposant sur le même principe que celle que nous employons.

Ce travail a été fait sur la proposition et sous la direction de Monsieur le Professeur J. WEIGLE auquel nous exprimons ici nos vifs remerciements.

> Genève, octobre 1933. Laboratoire Reiger. Institut de Physique, Université de Genève.