

## SUR LA CORRECTION D'ABSORPTION

par O. DIDEBERG

### ABSTRACT

We have set a programme computing  $A = \frac{1}{V} \int e^{-\mu r} dv$  in general case. The method used has been explained in the first article : namely the calculation of the integrals by Gauss's approximative method. This programme has been written for an IBM 7040 computer using Fortran IV language.

Le programme mis au point précédemment [1] a été généralisé. Le calcul de  $A = \frac{1}{V} \int e^{-\mu r} dv$  peut se faire à présent quels que soient les indices ( $hkl$ ) de l'intensité diffractée et quelle que soit la géométrie de la diffraction.

Les conditions d'application sont :

- le cristal est de forme polyédrique sans angle rentrant et limité au maximum par dix faces.
- L'approximation de l'intégrale n'est valable que pour  $\mu r$  petit ou moyen.

### A. Géométrie de la diffraction

Le cristal est délimité par des plans, dont les équations normales s'écrivent :

$$A(I)X + B(I)Y + C(I)Z - D(I) = 0 \text{ pour } I = 1 \text{ à } 10.$$

Les signes de A, B, C, D sont choisis de façon que :

$$A(I)X + B(I)Y + C(I)Z - D(I) \geq 0 \text{ pour tous les points du cristal.}$$

Les X, Y, Z sont les coordonnées rapportées au système trirectangle défini par la figure I.

Suivant la technique utilisée pour la mesure des intensités, nous devons redéfinir le calcul des trajets des faisceaux incidents et diffractés dans le cristal. Pour que l'utilisateur puisse faire cette modification aisément, nous avons isolé ce calcul dans la *subroutine calc* dont les arguments sont dans l'ordre : les cosinus directeurs de  $\vec{s}_0$  et  $\vec{s}$ .

$\vec{s}_0$  et  $\vec{s}$  étant respectivement les vecteurs unitaires parallèles au faisceau incident et diffracté.

(Les cosinus sont pris par rapport au système trirectangle.)

Présenté par J. Toussaint, le 20 mars 1969.

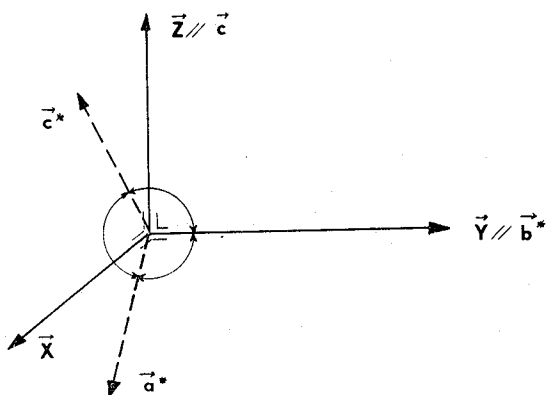


Fig. 1

Les indices  $(hkl)$  fixent de façon univoque le vecteur  $\vec{r}^* = (ha^*, kb^*, lc^*)$ ; ce vecteur dans le système trirectangle devient :

$$\vec{R} = \alpha \vec{r}^*$$

$$\text{avec } \alpha = \begin{pmatrix} \sin \alpha_3 & 0 & \sin \alpha_1 & \cos \omega \\ \cos \alpha_3 & 1 & \cos \alpha_1 & \\ 0 & 0 & \sin \alpha_1 & \sin \omega \end{pmatrix}$$

$$\cos \omega = (\cos \alpha_2 - \cos \alpha_1 \cos \alpha_3) / \sin \alpha_1 \sin \alpha_3$$

d'où la condition de diffraction

$$\vec{s} - \vec{s}_0 = \lambda \vec{R} \quad (1)$$

d'autre part

$$|\vec{s}| = 1 \quad |\vec{s}_0| = 1$$

La géométrie de la diffraction nous donne une relation supplémentaire qui permet de résoudre le système. Ainsi dans le cas de l'égale inclinaison autour de  $\vec{c}$

$$\text{on a} \quad \vec{s} \vec{Z}_3 - \vec{s}_0 \vec{Z}_3 = \frac{l\lambda}{c}$$

Pour chaque indice  $(hkl)$  la subroutine calc donne les cosinus directeurs des vecteurs  $\vec{s}$  et  $\vec{s}_0$ . Le programme principal peut alors calculer les trajets des faisceaux incidents et diffractés dans le cristal.

### B. Calcul d'erreur

L'approximation de l'intégrale par la méthode de GAUSS n'est valable que si la fonction  $e^{-W}$  ne devient pas négligeable dans le cristal. Un critère ne peut être donné, car il est fonction de la précision que l'on estime pouvoir affecter à la mesure des intensités. Cette évaluation est difficile, mais il est admis [2] que si la mesure des intensités se fait :

$$\text{— par voie photographique } \frac{\Delta I}{I} \lesssim 20 \%$$

$$\text{— à l'aide d'un compteur } \frac{\Delta I}{I} \lesssim 5 \%$$

Par définition  $I = I_{\text{obs}} A^*$

où  $A^* = A^{-1}$  est le coefficient d'absorption

on a  $\frac{\sigma(I)}{I} = \frac{\sigma(A^*)}{A^*}$

$\sigma(A^*)$  dépend de la précision de :

- l'approximation de l'intégrale
- la détermination des dimensions du cristal.

1) *Approximation de l'intégrale.*

Un premier calcul porte sur un cristal cubique ( $\mu a = 2$ ). La comparaison entre la valeur exacte  $A_T$  et la valeur calculée par notre programme permet d'estimer l'approximation.

	$A_T$ (*)	A
A minimum	0.198446	0.1964
A moyen	0.212967	0.2124
A maximum	0.295315	0.2938

Deux cents intégrales ont été calculées.

L'erreur pour 80 % des réflexions est inférieure à 0,5 %, au maximum elle est de 1,1 %.

Nous avons ensuite traité le cristal [3] l'orthoferrite d'yttrium

$$\mu = 878,8 \text{ cm}^{-1}$$

$$L \text{ max} = 0.0253 \text{ cm}$$

$$\text{soit } \mu r = 11,13$$

	$A_T$ (*)	A (3)	A calculé
125	0.033988	0.0375	0.0299
12 $\bar{5}$	0.033878	0.0377	0.0324
325	0.068363	0.0695	0.0636
32 $\bar{5}$	0.058779	0.0609	0.0587
335	0.079867	0.0810	0.0760
33 $\bar{5}$	0.067367	0.0691	0.0665
535	0.103352	0.1067	0.0978
53 $\bar{5}$	0.088077	0.0912	0.0871

Le tableau montre que nous avons dépassé la limite d'erreur permise.

(\*) Valeurs communiquées par le Doc. H. TOMPA [4].

## 2) Détermination des dimensions du cristal.

Lorsque le faciès est complexe, la détermination des équations des faces devient difficile.

La mesure par voie photographique des dimensions du cristal est dès lors entachée d'une erreur qui, si le  $\mu r$  est élevé, affecte fortement la précision de A. Rappelons la discussion développée par ARNDT [2] pour un cristal sphérique.

En admettant que  $\frac{\sigma(R)}{R} = 2.5\%$  on peut évaluer  $\frac{\sigma(A^*)}{A^*}$ .

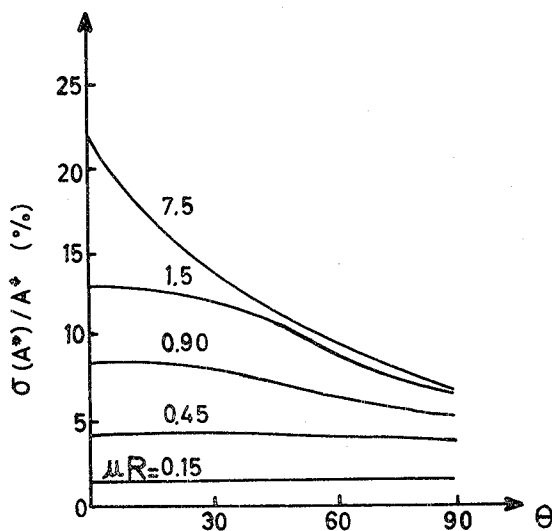


Fig. 2

Nous remarquons que le calcul exact de A devient illusoire si les dimensions du cristal ne sont pas connues avec précision. Cette remarque reste donc majeure.

D'autre part, l'emploi de cristaux sphériques, pour permettre de calculer A avec précision, rencontre les mêmes difficultés si la particule n'est pas une sphère parfaite.

En conclusion, si les intensités sont mesurées par voie photographique, la méthode est applicable pour des cristaux tels que  $(\mu r)_{\max} \leq 8$ . Si nous employons un compteur, nous devons nous limiter à  $(\mu r)_{\max} \leq 2$ , mais la mesure du cristal devra se faire avec le plus grand soin. Malgré son imprécision ce procédé a l'avantage d'être très rapide. Par exemple pour un cristal de forme prismatique limité par dix faces, la correction de trois cent cinquante réflexions nécessite 8 minutes.

Nous exprimons à MM. les Professeurs H. BRASSEUR et J. TOUSSAINT, notre reconnaissance pour l'intérêt qu'ils ont prêté à nos recherches. Nous tenons également à remercier M. le Docteur H. TOMPA pour ses communications.

Laboratoire de Radiocristallographie  
Université de Liège. Sart Tilman

## BIBLIOGRAPHIE

- [<sup>1</sup>] DIDEBERG, O., *Bull. Soc. Roy. Sc. Liège*, n° 11, p. 734, 1966.
- [<sup>2</sup>] ARNDT, U. W. et WILLIS, B. T. M., *Single Crystal Diffractometry*, Cambridge at the University Press, 1966.
- [<sup>3</sup>] COPPENS, P., et EIBSCHÜTZ, M., *Acta Cryst.*, 19, p. 524, 1965.
- [<sup>4</sup>] DE MEULENAER, J., et TOMPA, H., *Acta Cryst.*, 19, p. 1014, 1965.