

Relations entre la Symétrie des Diagrammes de Diffraction des Électrons Lents et celle du Cristal

PAR S. GOLDSZTAUB

Laboratoire de Minéralogie de la Faculté des Sciences de Strasbourg, France

(Reçu le 26 mars 1968)

The very strong absorption of low energy electrons by matter has some consequences on the symmetry of diffraction patterns. The symmetry of a pattern is that of one or several structural planes according to the depth reached by the electrons. It may differ from the symmetry of the crystal unit cell. When the symmetry of the crystal is lower than that of the structural planes, the symmetry of the pattern corresponds to that of the diffracting medium whereas if the symmetry of the crystal is higher than that of the structural planes, the symmetry of the pattern is lower than that of the diffracting medium.

Au cours des recherches sur la diffraction des électrons de faible énergie, nous avons été amené à considérer les questions de symétrie des diagrammes obtenus.

Tout d'abord, on décrira sommairement l'appareillage utilisé (Goldsztaub & Lang, 1963). Il est composé d'une enceinte démontable en acier inoxydable comprenant un dispositif électronique formé d'un canon à électrons, de deux grilles et d'un écran fluorescent en forme de calottes sphériques de 58 mm de rayon analogue à ceux décrits par Germer & Hartman (1960) et par Lander & Morisson (1963). Le faisceau d'électrons issu du canon tombe sur un cristal fixé sur un support permettant d'obtenir les déplacements nécessaires pour amener le cristal dans une position convenable, c'est-à-dire de façon que le faisceau d'électrons incident soit dirigé suivant un axe donné du cristal (Fig. 1). La première grille G_1 est portée au même potentiel que le cristal de façon à réaliser autour de celui-ci un espace sans champ et ne pas influencer le mouvement des électrons diffractés. La deuxième grille G_2 dont le potentiel est voisin de celui de la cathode, sert à arrêter les électrons ayant perdu une partie de leur énergie à la suite de chocs non élastiques.

L'écran fluorescent, métallique, en forme de calotte, est porté à un potentiel de 3 kV qui accélère les électrons ayant franchi la deuxième grille et leur fournit une énergie suffisante pour permettre l'excitation de la fluorescence. L'écran est observé et photographié à travers une fenêtre. Un ultra-vide, de l'ordre de 10^{-9} mm de mercure est réalisé dans l'enceinte au moyen d'une pompe ionique au titane.

Ce dispositif est voisin de celui utilisé pour obtenir les diagrammes de Laue en retour. En effet, dans ce cas, le pinceau de rayons X tombe sur le cristal, les rayons diffractés sont recueillis par une plaque plane normale au pinceau et placée du côté des rayons incidents par rapport au cristal. Les rayons diffractés proviennent d'un petit volume du cristal touché par le rayonnement. Dans le cas des rayons X et également dans le cas des neutrons, ou même des électrons d'éner-

gie élevée, ce volume diffractant est grand par rapport à la dimension de la maille cristalline. Il en résulte que la symétrie du milieu intéressé par le rayonnement est celle du cristal. Les renseignements que l'on tire de la symétrie du diagramme de Laue obtenu se rapportent à celle du cristal étudié.

Il en va tout autrement dans le cas des électrons de faible énergie. A cause de la très forte absorption de

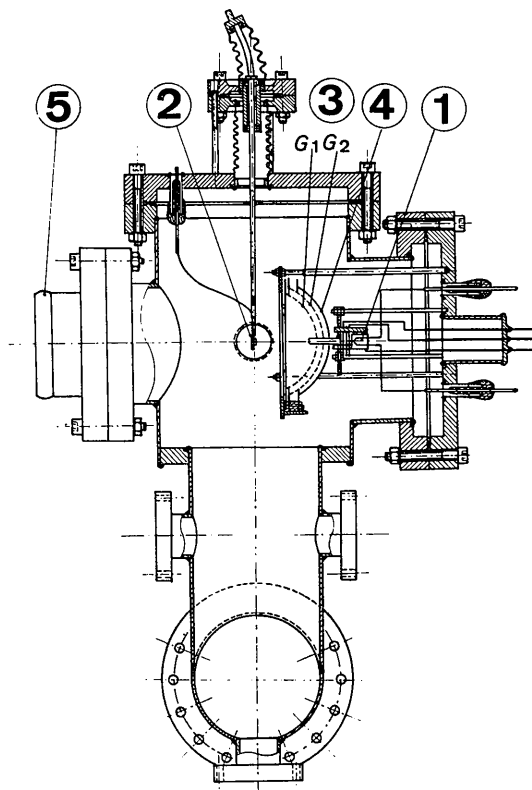


Fig. 1. Schéma du diffracteur à électrons lents. (1) Canon à électrons; (2) cristal; (3) grilles G_1 et G_2 ; (4) écran fluorescent; (5) fenêtre d'observation.

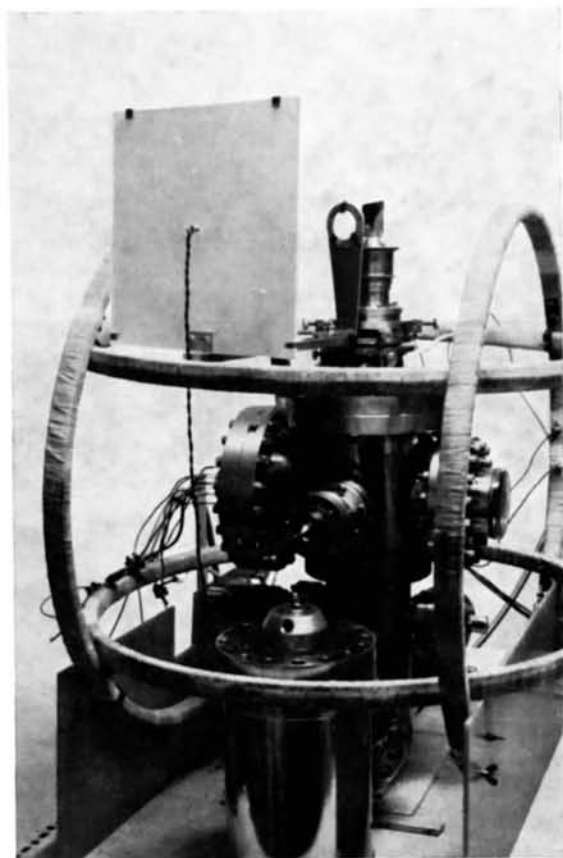


Fig. 2. Vue extérieure du diffracteur à électrons lents.

PHLOGOPITE



Fig. 6. Diagrammes de phlogopite; 56, 90 et 220 volts.

ces électrons par la matière, leur pénétration dans le cristal est très faible et le volume diffractant peut présenter une épaisseur inférieure à celle d'une maille cristalline. La symétrie du diagramme de diffraction n'est plus celle de la maille cristalline mais celle du volume diffractant considéré, composé des plans structuraux, c'est-à-dire des plans parallèles à une famille de plans réticulaires donnée contenant les atomes. La symétrie du diagramme de diffraction obtenu peut donc être différente de celle du cristal étudié. Elle peut lui être, suivant le cas, supérieure ou inférieure; de plus, elle

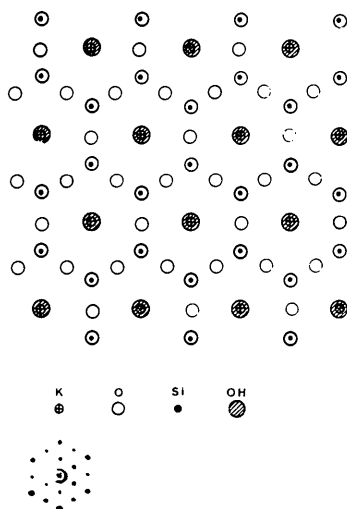


Fig. 3. Ensemble des plans structuraux des ions K^+ , des tétraédres Si , AlO_4 et OH^- de la phlogopite. Cet ensemble présente une symétrie 6. Diagramme obtenu avec des électrons de 56 volts.

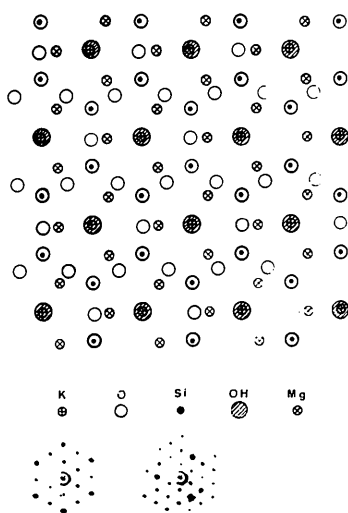


Fig. 4. Ensemble des plans structuraux représentés sur la Fig. 3 avec en plus le plan des Mg^{2+} disposés aux centres des octaédres. Cet ensemble présente une symétrie 3. Diagrammes obtenus avec des électrons de 56 et 90 volts.

peut varier avec la pénétration des électrons, donc avec la tension d'accélération des électrons utilisés.

Deux exemples peuvent illustrer cette particularité de la diffraction des électrons de faible énergie.

(1) La phlogopite

Ce minéral cristallise avec le groupe de symétrie $C 2/m$. Il présente un plan de symétrie perpendiculaire au plan de clivage 001. Cependant la structure résulte de l'empilement de plans structuraux dont la symétrie peut être considérée en première approximation comme hexagonale.

La Fig. 3 montre la superposition des ensembles de plans structuraux suivants: (1) plan des ions K^+ (2) couche tétraédrique formée des oxygènes du plan de base des tétraédres SiO_4 , des ions Si^{4+} et Al^{3+} occupant le centre des tétraédres, des sommets des tétraédres occupés par des ions O^{2-} ainsi que des ions OH^- se trouvant dans le même plan que ces derniers. L'ensemble de ces plans structuraux présente une symétrie hexagonale. Ensuite vient la couche des octaédres dont tous les centres sont occupés dans la phlogopite par des ions Mg^{2+} . La Fig. 4 montre que l'édifice n'est plus hexagonal mais ternaire. Enfin, viennent les ions qui complètent la couche octaédrique et l'édifice ne présente plus qu'un seul plan de symétrie comme la maille complète du cristal, Fig. 5.

On observe effectivement (Deville, Eberhart & Goldsztaub, 1967) des diagrammes présentant ces symétries lorsque la tension d'accélération des électrons utilisée passe progressivement de 60 volts à 90 et 150 volts, c'est-à-dire lorsque la pénétration croît. Elle atteint pour cette dernière tension, l'épaisseur d'une maille (Fig. 6). (Sur la Fig. 6 on montre un cliché obtenu avec des électrons de 220 volts, le cliché obtenu avec 150 volts présente le même symétrie mais était moins net.)

Il est possible d'utiliser cette observation à la détermination de l'ordre de grandeur de la pénétration des électrons dans le mica. Il faut toutefois observer que la profondeur de pénétration ainsi déterminée n'est que très approximative car la pénétration des électrons dans la matière n'a qu'un caractère statistique. Les électrons de même énergie peuvent pénétrer à des profondeurs très différentes suivant qu'ils rencontrent ou non des atomes. On constate dans le cas de la phlogopite que les diagrammes et le milieu diffractant présentent une symétrie concordante.

Il n'en est cependant pas toujours de même, comme on peut le constater, dans le cas de la molybdénite.

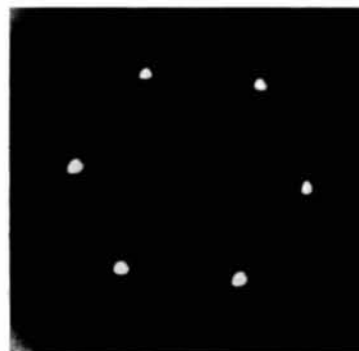
(2) La molybdénite

Elle cristallise dans le groupe de symétrie $P6_3/mmc$. Sa structure peut être décrite comme composée de deux feuilletts MoS_2 présentant chacun une symétrie ternaire et se déduisant l'un de l'autre par un axe hélicoïdal 6_3 , Fig. 7, de sorte que l'ensemble appartient à une classe ponctuelle hexagonale. Les rayons X ainsi que les électrons rapides montrent bien cette symétrie à cause de

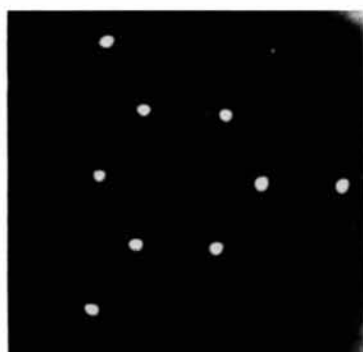
MOLYBDENITE



40V



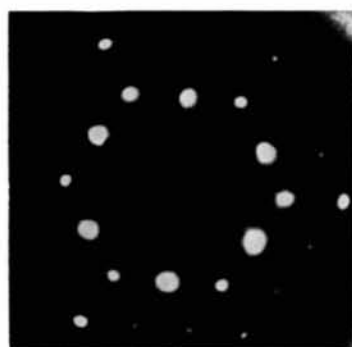
60V



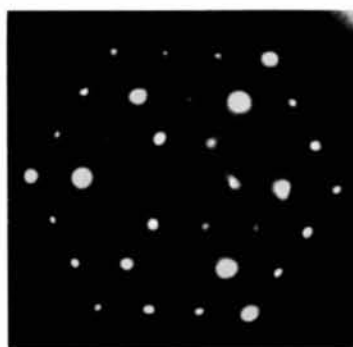
130V



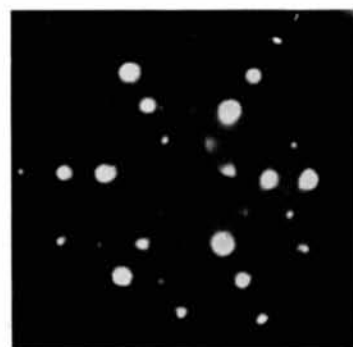
180V



270V



320V



470V

Fig.8. Diagrammes de molybdénite; 40, 60, 130, 180, 270, 320 et 470 volts.

l'absorption relativement faible de ces rayonnements par la molybdénite. Il n'en est pas ainsi pour les électrons de faible énergie, pour lesquels la contribution des deux feuillet successifs est nettement différente ce qui supprime l'axe hélicoïdal 6_3 . Les diagrammes de MoS_2 doivent donc toujours être ternaires, ce que confirment les observations, Fig. 8 (David & Escard, 1967). Il est nécessaire toutefois de prendre des précautions en clivant le cristal, de façon à éviter des gradins qui découvriraient partiellement des feuillet sous-jacents; l'effet serait de donner des diagrammes de symétrie sénnaire.

Cependant, même dans le cas d'une plage parfaite, et pour des tensions d'accélération déterminées, les intensités de certaines taches de diffraction peuvent devenir égales, conduisant ainsi, pour ces taches seulement, à une symétrie hexagonale.

Cette observation présente un intérêt pour la détermination des facteurs de structure atomique, qui n'ont pas encore été déterminés pour les électrons lents.

L'ensemble des résultats sur la symétrie des diagrammes peut s'interpréter de la façon suivante: lorsque des plans structuraux sont empilés de façon que l'édifice réalisé présente une symétrie inférieure ou égale à celle des plans structuraux, la symétrie des diagrammes obtenus correspond à celle de l'édifice touché par le rayonnement, l'absorption ne pouvant qu'altérer les différences d'intensité entre les réflexions différentes.

Par contre, si la superposition des plans structuraux conduit à un édifice plus symétrique, les électrons lents ne mettent pas en évidence cette symétrie supérieure. En effet, l'absorption considérable que subissent ces électrons diminue l'intensité des réflexions provenant des plans structuraux plus profonds, réflexions qui, concurremment avec celles provenant des plans structuraux superficiels, devraient rétablir la symétrie supérieure.

Ces observations devront être utiles pour l'interprétation des intensités de diffraction, quel que soit le mécanisme de cette diffraction.

Références

- DAVID, G. & ESCARD, J. (1967). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **265**, 1449.
 DEVILLE, J. P., EBERHART, J. P. & GOLDSZTAUB, S. (1967). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **264**, 289.

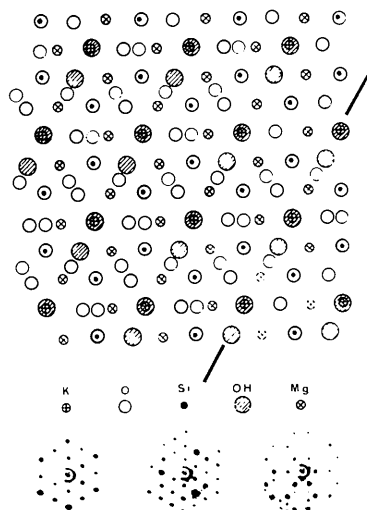


Fig. 5. Ensemble des plans structuraux de la phlogopite comprenant les ions K^+ , la couche tétraédrique et la couche octaédrique. Cet ensemble présente un plan de symétrie. Diagrammes obtenus avec des électrons de 56, 90 et 220 volts.

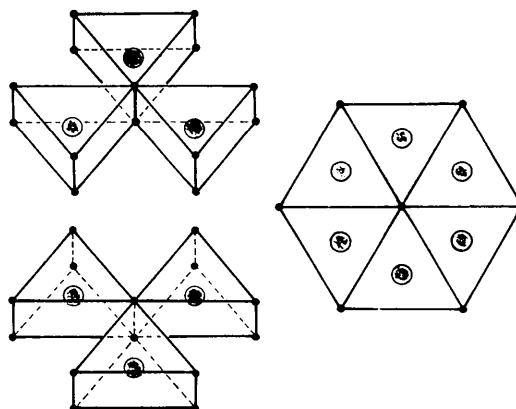


Fig. 7. Structure de la molybdénite. 2 feuillet MoS_2 successifs se déduisant l'un de l'autre par l'opération 6_3 .

- GERMER, L. H. & HARTMAN, C. D. (1960). *J. Appl. Phys.* **31**, 2085.
 GOLDSZTAUB, S. & LANG, B. (1963). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **257**, 1908.
 LANDER, J. J. & MORRISSON, J. (1963). *J. Appl. Phys.* **34**, 3517.