

HEIDENREICH, R. D. (1964). *Fundamentals of Transmission Electron Microscopy*, p. 112. New York: Interscience.
 HEINEMANN, K. (1971). *Optik*, **34**, 113–128.
 IJIMA, S. & ALLPRESS, J. G. (1974). *Acta Cryst.* **A30**, 22–36.

MACLAGAN, D. S. (1975). MSc Thesis, Univ. of Melbourne.
 O'KEEFE, M. A. (1975). PhD Thesis, Univ. of Melbourne.
 O'KEEFE, M. A. & SANDERS, J. V. (1975). *Acta Cryst.* **A31**, 307–310.

Acta Cryst. (1977). **A33**, 676–677

Polytypisme du Carbure de Silicium: Localisation et Structure du Polytype 102R Basé sur la Séquence (34)

PAR JEAN-PIERRE GAUTHIER ET PIERRE MICHEL

Université Claude Bernard Lyon I, Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, Associé au CNRS (ERA 600),
 43 boulevard du 11 Novembre 1918, 69621 Villeurbanne, France

(Reçu le 14 janvier 1977, accepté le 10 mars 1977)

Reflexion electron diffraction (RHEED) patterns have been made on a SiC crystal fracture, showing a 102R polytypic modification on a 6H matrix. Its Zhdanov sequence can be written as $(34)_4 33_3$. The transition between 6H and 102R polytypes appears rather complex and can be explained with some typical diagrams.

Introduction

Une récente revue (Trigunayat & Chadha, 1971) récapitule l'ensemble des polytypes connus du carbure de silicium. Ces auteurs rappellent le fait empirique que, dans la notation de Zhdanov, seuls les nombres 2, 3 et 4 apparaissent, exception faite du nombre 5 pour le polytype 24R₁ noté $(53)_3$ (Gomes de Mesquita, 1965) et du nombre 6 pour le polytype 174R noté $[(33)_3 6(33)_5 4]_3$ (Tomita, 1960). De plus, le nombre 4 est peu fréquent et s'introduit en général comme un accident 34 ou 43 dans une séquence régulière 33, comme par exemple dans le 39R: $(3334)_3$ ou le 111R: $[(33)_5 34]_3$. Jusqu'à la découverte du polytype 189R (Ram, Dubey & Singh, 1973) aucune structure polytypique n'était formée à partir de la séquence 34 du polytype de base 21R. Dans ce polytype 189R noté $[(34)_8 43]_3$, le dernier groupement 43 apparaît comme un 'retournement' de la séquence 34.

Nous venons de mettre en évidence, par diffraction électronique par réflexion, selon une méthode d'investigation récemment décrite (Michel, Gauthier & Riwan, 1976) un nouveau polytype rhomboédrique à 102 couches basé sur la séquence 34, prévu depuis longtemps (Verma & Krishna, 1966), mais non encore observé.

Diagrammes obtenus

Ce polytype a été repéré initialement sur un cliché de diffraction par des traînées de réflexion perpendiculaires à l'axe d'empilement c, à l'intersection d'une zone de Laue (Fig. 1a). L'excitation perturbatrice de certaines de ces traînées par des lignes de Kikuchi de surstructure ne masque cependant pas les renforcements d'intensité du type 21R: sept intervalles principaux peuvent être décomptés dans la séquence.

Une recherche plus approfondie et une orientation judicieuse du cristal ont permis d'obtenir des diagrammes de pseudo-réflexion sur toute sa section,

lorsqu'on le déplace dans la direction c, normale à la face de base. Ce cristal présentait le faciès classique des cristaux fabriqués en four industriel, avec une large face plane du type (0001) et, à son opposé, une surface convexe sans plans cristallographiques apparents, et des faces latérales correspondant aux formes hexagonales du prisme et de la pyramide.

Une fracture a été réalisée perpendiculairement au plan de base, et la partie convexe de la cassure a été soumise au faisceau électronique.

Si l'on prend comme direction positive la normale sortant de la face plane (Fig. 2a), l'exploration du cristal a donné, d'arrière en avant, quatre types principaux de clichés. Nous présenterons seulement les rangées $|10|$ * des plans réciproques a^*c^* enregistrés sur plaques photographiques. (α) Un cliché obtenu sur une zone d'épaisseur millimétrique correspondant au polytype simple 6H (Fig. 1b). (β) Un cliché présentant des traînées continues avec renforcements d'intensité du type 6H. La zone touchée s'étend sur environ 250 μm et correspond, soit à un désordre partiel de la matrice, soit à un ou plusieurs polytypes à très longue

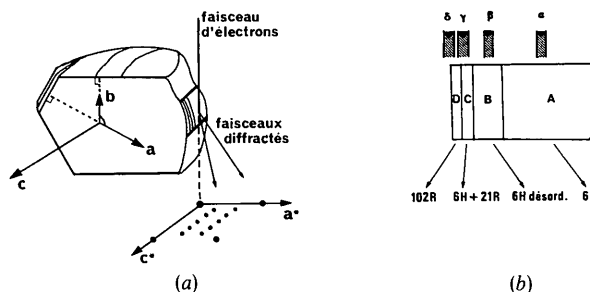


Fig. 2. (a) Aspect classique d'un cristal de SiC. Positionnement de la fracture par rapport au faisceau électronique. (b) Section du cristal au voisinage de l'impact du faisceau. Positions α , β , γ , δ du faisceau par rapport aux zones polytypiques A, B, C, D.

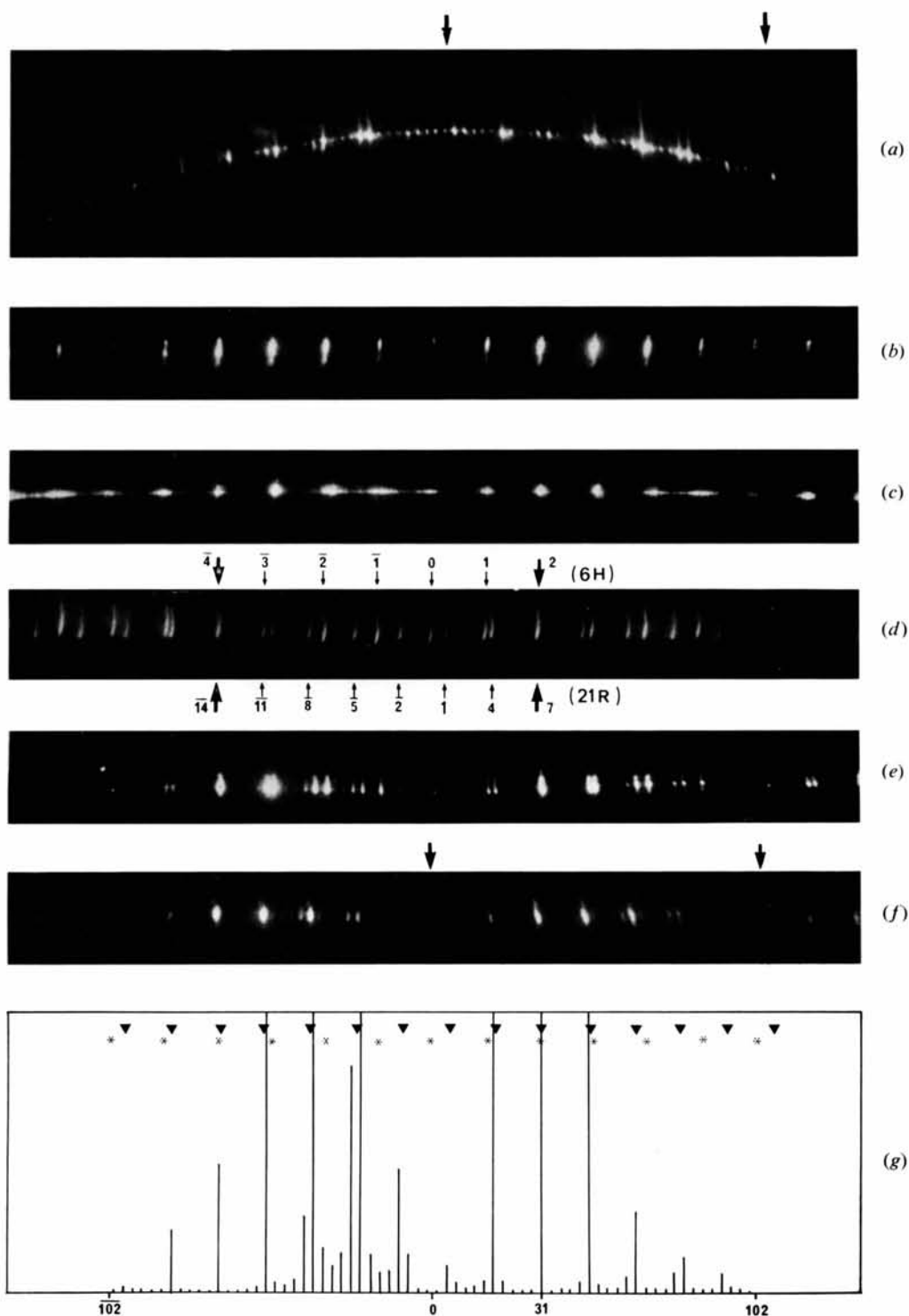


Fig. 1. (a) Polytype 102R repéré sur une zone de Laue. (b) 6H. (c) 6H désordonné. (d) 6H+21R obtenu sur un autre cristal. (e) 102R partiellement organisé. (f) 102R. (g) Intensités calculées pour le 102R. Les triangles noirs marquent les spots du 21R et les astérisques les spots du 6H.

période basés sur le type 6H dont le diagramme reste à la limite de résolution (Fig. 1c). (γ) Un cliché correspondant à un polytype rhomboédrique à 102 couches auquel sont superposés des diagrammes des polytypes de base 6H et 21R (Fig. 1e). La zone couverte représente environ 100 μm . (δ) Un cliché du polytype 102R seul, présentant des renforcements du type 21R et des taches intermédiaires faibles ou très faibles. Ce polytype est présent vers la surface libre du cristal et son épaisseur est de l'ordre des dimensions du diaphragme, soit environ 50 μm (Fig. 1f).

Un cliché de diffraction effectué dans un autre cristal et caractéristique de l'interface entre les polytypes 6H et 21R (Fig. 1d) a été juxtaposé au cliché de la Fig. 1(e) de telle sorte qu'il est aisé de comparer les positions des taches renforcées du 102R partiellement organisé et des types 6H et 21R. L'équidistance des taches du cliché justifie la notation 102R, mais leur intensité montre que l'empilement idéal proposé plus loin n'est pas encore atteint dans cette partie du cristal.

Interprétation des diagrammes

Si l'on observe plus attentivement l'écran du microscope (JEM 6A) à la lunette monoculaire, on remarque que le passage du cliché Fig. 1(e) au cliché Fig. 1(f) se fait de façon continue, c'est-à-dire que les maximums d'intensité des spots des séquences 6H et 21R se déplacent progressivement et de façon continue vers les positions les plus voisines des spots du 102R. Par exemple, les réflexions 102 du 6H et 107 du 21R tendent vers le spot 1,0,31 du 102R.

Une interprétation qualitative peut être clairement donnée en fonction de ces résultats et l'on peut distinguer, dans le cristal quatre zones distinctes. Sur la matrice initiale 6H parfaitement ordonnée, (zone A), commencent à se manifester des désordres (allongement des spots du 6H et traînées; zone B), puis la séquence 33 est remplacée par la séquence 34 caractéristique du 21R. Puis s'organise le polytype 102R, mais la surintensité persistante de certains spots types 6H et 21R (zone C) marque encore la faible cohérence à long terme. Enfin, le polytype 102R s'organise parfaitement (zone D).

Détermination de la structure du polytype 102R

La détermination de la structure de ce polytype va permettre de corroborer les observations mentionnées ci-dessus. La dissymétrie du cliché Fig. 1(f), mise en évidence sur les plaques photographiques, indique une structure rhomboédrique. Il suffit donc de déterminer l'empilement des 34 premières couches.

Plutôt que d'effectuer une étude systématique des divers arrangements possibles à partir des nombres de

Zhdanov 2, 3 et 4, il est beaucoup plus simple de s'appuyer, dans ce cas particulier, sur les phénomènes observés précédemment.

Le remplacement des séquences 33 de la matrice par les séquences 34 est caractérisé par le diagramme du 21R. Ce diagramme n'a cependant pas pu être obtenu séparément, du fait de la faible épaisseur de la zone concernée. De plus, les taches 10l du 102R ne sont intenses qu'au voisinage de celles du 21R, ce qui indique la prépondérance des séquences 34. Il est alors facile de proposer comme structure l'empilement $(34)_4 33$ pour les trente quatre premières couches. Cette variété est donc obtenue à partir d'une faute périodique dans l'empilement idéal $(34)_\infty$ et ce faible écart par rapport au 21R se traduit par la faible intensité des spots intermédiaires. La Fig. 1(g) donne, pour ce type de séquence, le profil des intensités calculées dans le cas de l'approximation cinématique avec les facteurs de structure du carbone et du silicium tirés de la littérature (Hirsch, Howie, Nicholson, Pashley & Whelan, 1965).

Au cours de la parution de cet article, nous avons obtenu un polytype hexagonal de la même famille à 27 couches, noté $(34)_3 33$ ou $27 H_2$ que l'on exposera dans un prochain travail.

Conclusion

La finesse du faisceau électronique permet de suivre et d'interpréter l'évolution des diagrammes de diffraction sur des cristaux à structure polytypique variable. Dans certains cas, il est possible à partir de cette observation de proposer un ou plusieurs types de structure possibles.

Il est intéressant de constater que la séquence d'empilement d'un polytype à longue période n'est pas obligatoirement basée sur celle de la matrice. Ces polytypes élevés sont souvent obtenus en surface et nous pensons que ce phénomène pourrait être en relation soit avec le taux d'impuretés diffusant vers la surface, soit à des défauts apparaissant en fin de croissance.

Références

- GOMES DE MESQUITA, A. H. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 128.
 HIRSCH, P. B., HOWIE, A., NICHOLSON, R. B., PASHLEY, D. W. & WHELAN, M. J. (1965). *Electron Microscopy of Thin Crystals*. London: Butterworths.
 MICHEL, P., GAUTHIER, J. P. & RIWAN, R. (1976). *J. Appl. Cryst.* **9**, 318-324.
 RAM, U. S., DUBEY, M. & SINGH, G. (1973). *Z. Kristallogr.* **137**, 341-351.
 TOMITA, T. (1960). *J. Phys. Soc. Japan*, **15**, 99-105.
 TRIGUNAYAT, G. C. & CHADHA, G. K. (1971). *Phys. Stat. Sol. (a)*, **4**, 9-42.
 VERMA, A. R. & KRISHNA, P. (1966). *Polymorphism and Polytypism in Crystals*, p. 238. New York: John Wiley.