

Étude au diffractographe électrique

Objekttyp: **Chapter**

Zeitschrift: **Mémoires de la Société Vaudoise des Sciences Naturelles**

Band (Jahr): **11 (1955-1956)**

Heft 2

PDF erstellt am: **11.07.2024**

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.

SIXIÈME PARTIE

Etude au diffractographe électronique

Nous reproduisons ici cinq diffractogrammes que nous avons obtenus avec des lames d'argent *déposées lentement* sur du collodion.

Un diffractographe Trüb-Täuber a été utilisé à cet effet. La tension accélératrice était de 45 kV.

Les photographies sont faites avec une faible intensité et un temps de pose de quelques secondes.

Ces diffractogrammes sont caractéristiques d'une substance microcristalline sans orientation. (On sait que l'épitaxie ne se produit que si le substrat a une structure cristalline dont la maille élémentaire ne diffère pas trop de celle du corps déposé).

L'élargissement des raies permet d'évaluer la dimension moyenne des cristallites.

Nous avons fait quelques déterminations sur l'anneau produit par le plan (111).

On trouve, compte tenu de la largeur naturelle du spot :

TABLEAU VII

<i>Épaisseur équivalente</i>	<i>Dimension moyenne des cristallites</i>
$e_0 = 1,5 \text{ m}\mu$	$\bar{l} = 3 \text{ m}\mu$
$e_0 = 5 \text{ m}\mu$	$\bar{l} = 5,5 \text{ m}\mu$
$e_0 = 7,8 \text{ m}\mu$	$\bar{l} = 7 \text{ m}\mu$
$e_0 = 23 \text{ m}\mu$	$\bar{l} = 13 \text{ m}\mu$
$e_0 = 35 \text{ m}\mu$	$\bar{l} = 19 \text{ m}\mu$

A part cela, deux faits intéressants sont à signaler :

1. L'existence d'un anneau n'appartenant pas à la structure cubique à faces centrées de l'argent.

Il s'agit sans doute d'une *raie interdite* dont il a été donné diverses explications (voir par exemple 21 et 26).

2. Le diamètre des anneaux a été mesuré avec précision dans un certain nombre de cas.

En prenant comme référence une lame de 7,6 m μ , dont la dimension des cristallites était de 70 Å, on a pu mettre en évidence une contraction de la maille élémentaire (diminution

de la distance réticulaire) de 3 % environ pour ces cristallites de 30 Å et 0,8 % pour des cristallites de 55 Å.

Ce fait est intéressant, car il peut expliquer les divergences qu'il y a entre les mesures faites aux rayons X sur de gros cristaux et les mesures faites au diffractographe électronique sur des lames minces (14).

Le phénomène de contraction a d'ailleurs été signalé par F.-W.-C. BOSWELL (13) en 1951 et par C.R. BERRY (4) en 1952. Nos valeurs sont en assez bon accord avec celles de ces deux auteurs.

Si l'on admet que l'on a des cristaux de WULFF, ce qui n'est pas insensé puisque les lames sont très minces, on peut chercher à expliquer la contraction par l'action des forces superficielles.

$$\text{Posons : } \Delta P = \frac{1}{\alpha} \frac{|\Delta V|}{V} = \frac{2\alpha}{h}; \quad \left(h = \frac{\bar{L}}{2} \right)$$

En prenant pour α la valeur de $1,2 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2 \cdot \text{dynes}^{-1}$. On trouve les valeurs suivantes de α :

$$\text{cristal de } 30 \text{ Å } (3 \text{ m}\mu) \quad \alpha = 5600 \text{ dynes/cm.}$$

$$\text{cristal de } 55 \text{ Å } (5,5 \text{ m}\mu) \quad \alpha = 2800 \text{ dynes/cm.}$$

Ces chiffres ne peuvent être que des ordres de grandeur, car la contraction linéaire du réseau n'est connue que très approximativement.

Il n'est resté pas moins vrai que ces valeurs de la tension superficielle correspondent assez bien à ce que l'on pouvait attendre.

A titre de comparaison, nous indiquerons la tension superficielle de grains de nickel déterminée par voie physico-chimique (déplacement de l'équilibre chimique).

DEFAY et PRIGOGINE ont calculé sur la base des expériences de MITTASCH : $\alpha_{\text{Ni}} = 6630 \text{ dynes/cm}$ (19), pour des particules de 1μ environ).

IDENTIFICATION DES RAIES.

On a pour les structures cubiques (14) :

$$(32) \quad \sin \theta_{(hkl)} = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2\delta}$$

δ étant la distance réticulaire, λ la longueur d'onde de DE BROGLIE, θ l'angle de BRAGG, h , k et l les nombres entiers caractérisant une face cristalline.

On sait que ces nombres ne peuvent pas prendre n'importe quelles valeurs dans la formules 6, certaines réflexions n'étant pas possibles.

Pour un réseau *cubique à faces centrées*, les nombres hkl correspondant à une réflexion possible *doivent être tous pairs ou impairs*.

De sorte qu'on aura les réflexions : (111) (200) (220) (311) (222) (400) (331) (420) (422) (511) (333) (440), etc.

Elles sont ici dans l'ordre de $N = h^2 + k^2 + l^2$ croissant.

La distance cristal — plaque photographique étant de 42 cm, on peut à quelques^{0/00} près confondre $\sin \theta$ et $\operatorname{tg} \theta$ de sorte que le diamètre relatif des anneaux doit être en vertu de (b) (voir tableau VIII) :

TABLEAU VIII

hkl	$N = h^2 + k^2 + l^2$	Diamètre relatif théorique
111	3	1
200	4	$2/\sqrt{3} = 1,155$
220	8	$\sqrt{8/3} = 1,63$
311	11	$\sqrt{11/3} = 1,92$
222	12	2
400	16	$4/\sqrt{3} = 2,31$
331	19	$\sqrt{\frac{19}{3}} = 2,517$
420	20	$\sqrt{\frac{20}{3}} = 2,58$
422	24	$\sqrt{8} = 2,828$
511	27	3
333	27	3
440	32	$\sqrt{\frac{32}{3}} = 3,26$

Ces valeurs sont à comparer aux valeurs expérimentales des diamètres relatifs relevés sur nos diffractogrammes (données par le tableau IX).

TABLEAU IX

<i>Diamètre relatif</i>	<i>Intensité relative évaluée</i>	<i>Identification</i>
1	10	111
1,15	7	200
1,64	8	220
1,92	8	311
2,02	2	222
2,33	1	400
2,51	5	331
2,59	5	420
2,84	3	422
3,01	3	511-333
3,3	1	440

Ces raies sont notées sur la photo D 6.

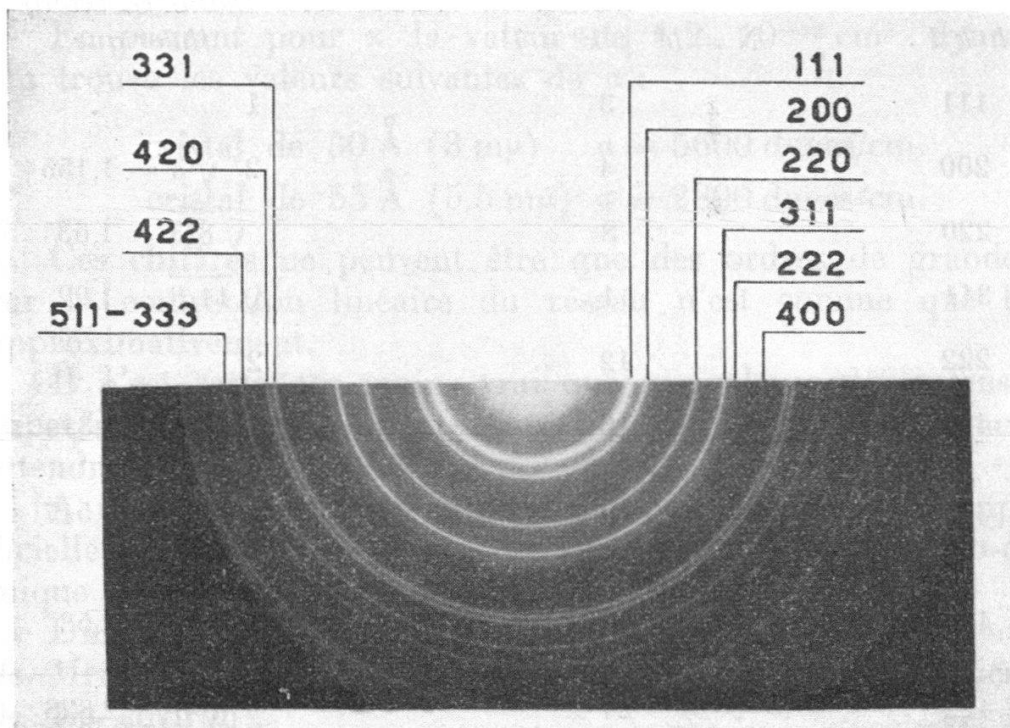


PHOTO D 6.

Le calcul de la maille élémentaire par la formule 6 se fait avantageusement sur la raie (420).

$$\text{On a } \sin \theta_{(420)} = 0,0312$$

$$\lambda_{45\text{KV}} = 0,0564 \text{ \AA}$$

$$\text{On trouve } \underline{\delta = 4,04 \pm 1 \% \text{ \AA}}$$

$$\text{La mesure aux } R_x \text{ donne } \underline{\delta = 4,0776 \text{ \AA}}$$

Remarque.

La dimension moyenne \bar{L} des cristallites ayant produit la diffraction se calcule par la formule (7)

$$(33) \quad \beta_{\triangleleft} = K \frac{\lambda}{\bar{L}} \cdot \cos \theta$$

où β_{\triangleleft} est l'élargissement angulaire du faisceau et K une constante qui dépend du plan cristallin. Pour le plan (111) elle vaut 1.

SEPTIÈME PARTIE

Conclusion

Au début de ce travail, nous avons étudié théoriquement la structure et le comportement des lames minces cristallines. Moyennant certaines hypothèses, nous avons écrit une condition de stabilité thermodynamique. La discussion de cette équation a fait apparaître quelques faits importants que nous allons comparer aux données expérimentales.

1. Les structures discontinues observées au microscope électronique sont conformes aux prévisions. On constate effectivement *un état granulaire aux très faibles épaisseurs puis un état caractérisé par des plages étendues de substance séparées les unes des autres par un espace vide assez régulier* (qui correspond à la grandeur S_m). Nous les avons comparées à des mosaïques.

C'est bien là en effet l'image qu'elles évoquent, plutôt que celle de grains.

2. Il existe effectivement une épaisseur où les lames deviennent compactes. Nous avons rencontré théoriquement une zone «d'incertitude» voisine de cette épaisseur et caractérisée par le fait que la dimension des agglomérats dans le plan du support devient brusquement infinie. En réalité, il apparaît dans un très faible domaine d'épaisseur compris entre les lames discontinues et les lames compactes, une structure poreuse filiforme.

3. L'effet thermique irréversible mesuré par voie électrique ou observé au microscope électronique est parfaitement conforme à ce qu'on pouvait attendre théoriquement. En outre, la production de cet effet dans le microscope même a permis *de contrôler l'existence d'un transfert de substance par l'intermédiaire du support.*