

Recherches de Diffraction Electronique Poursuivies au Laboratoire de Minéralogie de l'Université de Strasbourg

S. GOLDSZTAUB

Laboratoire de Minéralogie de l'Université de Strasbourg
Strasbourg, France

L'équipement du Laboratoire de Minéralogie de Strasbourg comprend un diffracteur électronique construit au laboratoire et un microscope électronique O.P.L.

Les travaux suivants ont été effectués en utilisant les techniques habituelles.

The system Pt-C in thin film has been investigated by electron diffraction. An amorphous phase has been found in a large range of composition.

The dihydration of muscovite crystals show small crystals (probably γ -Al₂O₃) epitaxially oriented on the substrate.

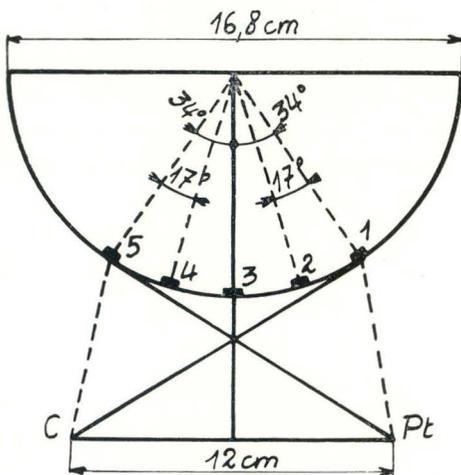
Attempts have been made to post-accelerate diffracted electrons in order to study surface structures by means of low energy electrons.

1. Système Pt-C étudié en films minces

Ce système présente un intérêt à cause de l'emploi de l'alliage Pt-C pour l'ombrage des préparations de microscopie électronique.

S. N. Mitra* et Michel ont préparé les films minces de ces alliages en utilisant la méthode mise au point au laboratoire qui consiste à évaporer simultanément dans le vide les constituants du système à étudier et à condenser leurs vapeurs sur une surface convexe. On obtient ainsi un film dont la composition

varie de façon continue d'une extrémité à l'autre de la préparation (Fig. 1). On con-



Vaporisation simultanée

Fig. 1. Dispositif de vaporisation.

1. Pt pur
2. Pt-C (80-20)
- 2bis Pt-C (50-50)
3. Pt-C (20-80)
4. C pur

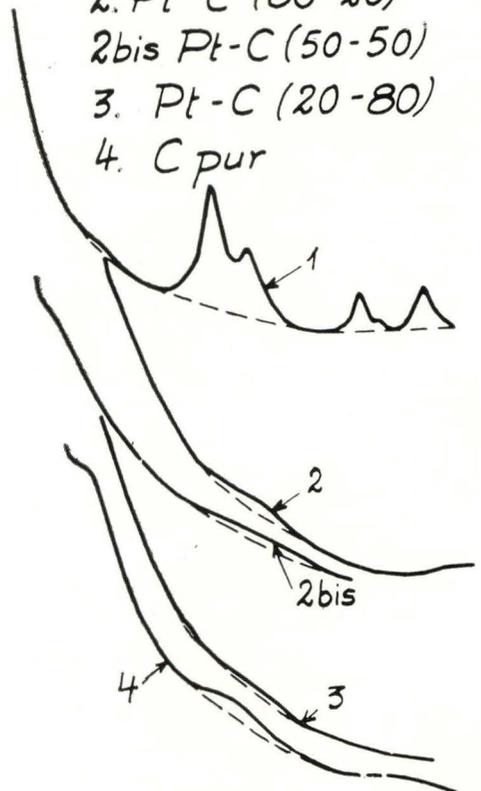


Fig. 2. Courbes microphotométriques des diagrammes de poudres donnés par les films Pt-C de différentes compositions.

* S. N. Mitra actuellement à l'Indian School of Mines and Applied Geology à Dhanbad (E. Ry) India.

state que le dépôt ainsi obtenu est pratiquement amorphe pour des teneurs importantes en carbone. (Fig. 2).

Le diagramme d'équilibre Pt-C obtenu par fusion dans les conditions habituelles montre que le carbone n'est soluble dans le platine que jusqu'à une concentration de 1,2% (L. S. Collier, T. H. Harrison, W. G. A. Taylor¹¹).

L'état amorphe observé dans les films minces peut s'expliquer par la petitesse des coefficients de diffusion du carbone dans le platine et du platine dans le carbone à la température ambiante.

Nous étudions d'autres systèmes binaires (Au-Si) sans miscibilité en phase solide pour généraliser ce résultat.

2. Déshydratation de la muscovite

Un autre travail poursuivi par Eberhart et que je désire mentionner est relatif à la déshydratation de cristaux de mica. On observe sur des cristaux de muscovite chauffés lentement à 900°-1000°C la formation de petits cristaux orientés par rapport au sup-

port. Les Fig. 3 et 4 montrent quelques-uns de ces cristaux.

Ces cristaux qui se trouvent souvent à l'intérieur de figures de corrosion en creux ont été examinés par micro-diffraction électronique. On observe en plus du diagramme donné par le mica déshydraté des taches disposées aux sommets d'un réseau hexagonal dont le paramètre est $a=5,6 \text{ \AA}$ (Fig. 5).

Ce diagramme est voisin de celui que donnerait un cristal de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ orienté suivant l'axe [111].

R. Roy²⁾ avait déjà signalé l'existence de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ou spinelle parmi les produits de déshydratation de la muscovite.

La Fig. 6 montre une macle suivant (111) très commune chez les spinelles.

Je ne dirais rien d'autres recherches relatives à la détermination de la structure de l'alliage Au_2Mn , (Michel)³⁾ de la détermination du groupe de symétrie de la boehmite (H. Bosmans et P. Michel)⁴⁾ ainsi que de l'étude des phases NiH (A. Janko et P. Michel)⁵⁾ qui ont fait l'objet de publications.

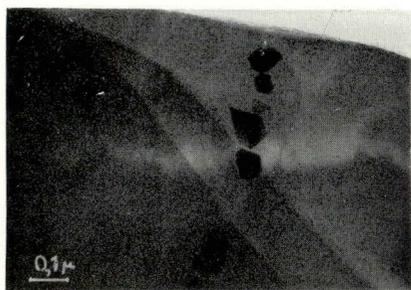


Fig. 3. Muscovite déshydratée à 950°. Grossissement linéaire 12.000.

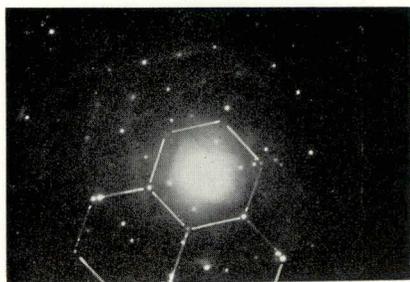


Fig. 5. Microdiffraction électronique sur un petit cristal.

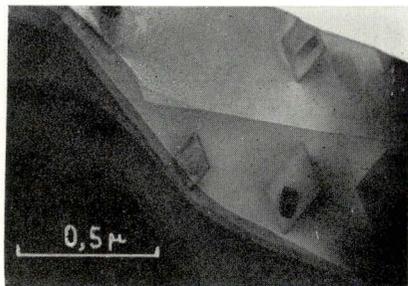


Fig. 4. Muscovite déshydratée à 950°. Grossissement linéaire 67.000.

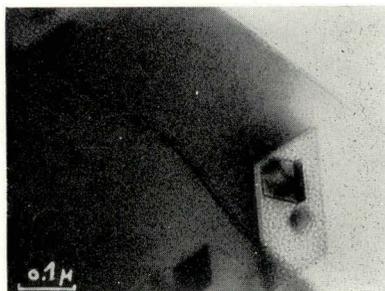


Fig. 6. Petit cristal maclé. Grossissement 120.000.

3. Diffraction des électron de faible énergie

En terminant je voudrais signaler l'étude de diffraction d'électrons de faible et moyenne

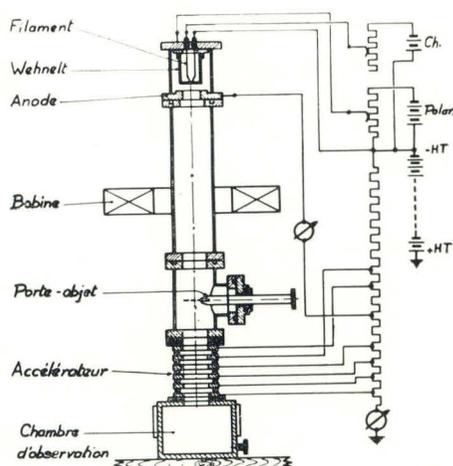


Fig. 7. Schéma de principe de l'appareil de diffraction à post-accélération.

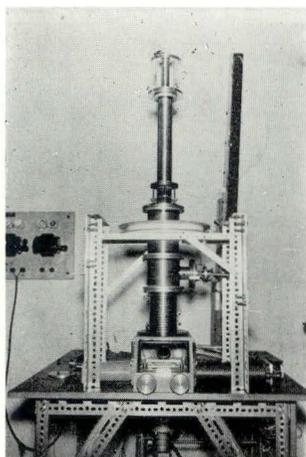


Fig. 8. Vue d'ensemble de l'appareil.

énergie entreprise avec Bapst. Comme le Dr. Germer l'a signalé dans sa communication il est intéressant de post-accélérer les électrons lents afin de pouvoir les détecter aisément soit au moyen d'une plaque photographique soit grâce à un écran fluorescent. Nous avons accéléré des électrons de quelques milliers de volts par un champ électrique uniforme. Pour obtenir ce champ électrique nous avons tout d'abord utilisé une hélice en aquadag tracée sur la surface interne d'un cylindre en pyrex. Nous avons abandonné ce système car nous n'avons pas réussi à maintenir la résistance de l'hélice d'aquadag à une valeur convenable. Aussi avons nous eu recours à un empilement classique d'anneaux métalliques coaxiaux portés à un potentiel linéairement croissant.

Nous avons ainsi pu obtenir après accélération des anneaux de diffraction très nets. Malheureusement, le contraste de ces diagrammes n'était nullement accru à cause d'électrons parasites également accélérés. (Figs. 7 et 8)

Je pense qu'en améliorant le vide dans l'appareil en utilisant la technique des ultravides, il sera possible d'éviter les électrons parasites et d'augmenter le contraste des diagrammes.

Si j'ai mentionné ce travail qui est encore à ses débuts, c'est que j'espère que vous voudrez bien me donner avis et critiques.

References

- 1 L. S. Collier, T. H. Harrison and W. G. A. Taylor: *Trans. Faraday Soc.* **30** (1934) 583.
- 2 R. Roy: *J. Amer. Ceram. Soc.* **32** (1949) 202.
- 3 P. Michel: *C. R. Acad. Sci.* **246** (1958) 2532.
- 4 H. Bosmans et P. Michel: *C. R. Acad. Sci.* **249** (1959) 1532.
- 5 A. Janko et P. Michel: *C. R. Acad. Sci.* **251** (1960) 1001.

DISCUSSION

L. L. MARTON: We too had a problem similar to yours in operating a relatively low energy electron device; we found that the trouble started with secondary electrons generated close to the first two or three rings and trap there the secondaries before postaccelerating main beam.

S. H. BAUER: The variation in background intensities which appears in Fig. 2, steep backgrounds for the carbon rich films and less steep for the platinum rich films, may be explained on the basis of multiple scattering.