



**HAL**  
open science

# ÉTUDE DE LA DIFFRACTION DES ÉLECTRONS LENTS PAR LES MÉTAUX ALCALINS

J. Richard, P. Saget

► **To cite this version:**

J. Richard, P. Saget. ÉTUDE DE LA DIFFRACTION DES ÉLECTRONS LENTS PAR LES MÉTAUX ALCALINS. Journal de Physique Colloques, 1970, 31 (C1), pp.C1-155-C1-158. 10.1051/jphyscol:1970125 . jpa-00213756

**HAL Id: jpa-00213756**

**<https://hal.science/jpa-00213756>**

Submitted on 4 Feb 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## ÉTUDE DE LA DIFFRACTION DES ÉLECTRONS LENTS PAR LES MÉTAUX ALCALINS

J. C. RICHARD et P. SAGET

Laboratoires d'Électronique et de Physique Appliquée, Limeil-Brévannes

**Résumé.** — Des couches épaisses de potassium, rubidium et césium sont préparées sous ultra-vide par épitaxie sur des monocristaux d'halogénures alcalins. Les films monocristallins obtenus, cristallisés selon les directions [100] et [110], permettent d'observer des diagrammes de diffraction d'électrons lents caractérisés par la seule présence de bandes de Kikuchi. Aucun diagramme de points n'est observable, il n'est donc pas possible de définir la structure de surface des couches préparées. Dans le cas du potassium, les travaux de sortie photoélectrique au zéro absolu sont respectivement égaux à 2,41 eV et 2,33 eV pour les faces (110) et (100).

**Abstract.** — Thick layers of potassium, rubidium and cesium are epitaxied in ultrahigh vacuum into alkali halide single crystal surfaces. The low energy electron diffraction patterns obtained from metal layers (110) and (100) exhibit Kikuchi bands. No point patterns are obtained and it is impossible to know the surface structure exactly. Photoelectric work-function measurements have been made for (110) and (100) potassium faces and the extrapolated values at 0 °K are respectively 2,41 eV and 2,33 eV.

**I. Introduction.** — Ce travail fait partie d'une étude d'ensemble consacrée à la physique des surfaces des métaux alcalins et en particulier à l'effet photoémissif [1]. L'utilisation de l'ultra-vide permet en effet d'obtenir des surfaces évaporées, de propriétés reproductibles. L'existence possible de relations entre la structure cristalline et les propriétés photoélectriques des échantillons pourrait être établie par l'étude en diffraction d'électrons lents. Le dispositif utilisé permet, sous une pression inférieure à  $5 \times 10^{-10}$  torr, de déterminer simultanément les sensibilités spectrales photoélectriques et les structures cristallines des films alcalins étudiés.

**II. Dispositifs expérimentaux.** — Les mesures photoélectriques sont effectuées sous incidence de  $45^\circ$  en lumière naturelle ou polarisée (parallèlement ou perpendiculairement au plan d'incidence). La source de lumière utilisée est une lampe à filament de tungstène éclairant la fente d'entrée d'un monochromateur à prisme faiblement dispersif solidaire du diffracteur à électrons lents. La conception générale du dispositif est classique ; seul le porte-échantillon présente quelques particularités (Fig. 1). Ce dernier est complété par un système de régulation de température et de clivage. La température des échantillons, variable entre  $-120^\circ\text{C}$  et  $+100^\circ\text{C}$  est réglable au degré près grâce à une électrovanne commandant le débit moyen du fluide dans la conduite forcée. Le cliveur est constitué par une lame d'acier fixe. Une arête du

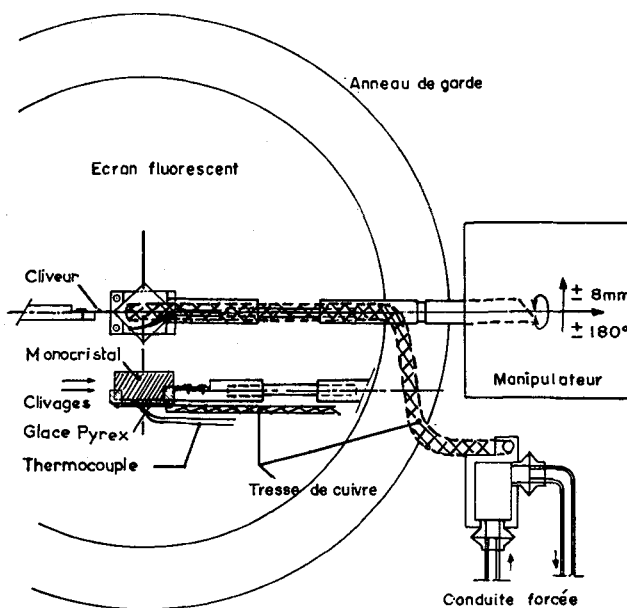


FIG. 1. — Système porte échantillon.

monocristal est présentée perpendiculairement au plan de la lame et les clivages sont obtenus grâce au déplacement longitudinal du porte-échantillon. Deux substrats de nature différente peuvent être placés simultanément sur les deux faces du porte-échantillon. Cette disposition permet de faire des mesures compa-

ratives dans des conditions expérimentales rigoureusement identiques.

Les expériences ont été effectuées sur le césium, le rubidium et le potassium chimiquement très purs <sup>(1)</sup>. Dans une installation ultravide annexe, ces métaux sont dégazés par distillation puis recueillis en ampoules de verre scellées, adaptées au transfert du métal dans le diffractographe. Cette technique permet de maintenir la pression limite au-dessous de  $5 \times 10^{-10}$  Torr même pendant les évaporations.

**III. Mode opératoire.** — On a comparé les travaux de sortie photoélectrique de films de métaux alcalins présentant différents états de cristallisation. Les évaporations ont donc été faites soit sur des supports amorphes (verre Pyrex poli), soit sur des substrats monocristallins (halogénures alcalins). Dans ce dernier cas, il convient de distinguer deux situations suivant que les mailles du substrat et du métal alcalin se trouvent ou non en résonance aiguë. La première est illustrée par le système potassium sur fluorure de potassium (K : cubique centré  $d = 5,33 \text{ \AA}$  — KF : cubique à faces centrées  $d = 5,37 \text{ \AA}$ ) ; la deuxième correspond aux systèmes césium, rubidium et potassium sur chlorure de sodium (rapport des mailles beaucoup moins favorable).

Dans tous les cas, le mode opératoire reste le même. Au début du processus on enregistre les diagrammes de diffraction du substrat monocristallin clivé sous vide. On définit ainsi son orientation en vue de connaître l'implantation de la couche métallique épitaxiée. Après ce contrôle, un deuxième clivage est effectué après réglages des températures du substrat vers  $0^\circ \text{C}$  et du four d'évaporation de l'alcalin vers  $130^\circ \text{C}$  <sup>(2)</sup>. On casse l'ampoule réservoir et on forme successivement la couche sur le support monocristallin et sur le support amorphe. La cristallisation est immédiatement contrôlée par diffraction électronique et la sensibilité photoélectrique est mesurée dans le domaine des longueurs d'ondes visibles.

**IV. Diagrammes de diffraction.** — **IV. 1. SUBSTRATS MONOCRISTALLINS : NaCl (100) ET KF (100).** — Les diagrammes de points observés correspondent au réseau réciproque idéal et aucune tache de diffraction supplémentaire n'apparaît. Le seuil d'énergie  $E_0$ , au-dessous duquel les échantillons diélectriques se chargent négativement sous le faisceau d'électrons incidents, est abaissé d'environ 15 eV par le clivage sous ultravide. Les diagrammes sont observables à partir de 20 eV pour KF et de 35 eV pour NaCl. Leur interprétation par la théorie cinématique permet de déterminer avec précision l'orientation du substrat sur lequel va se réaliser l'épitaxie.

<sup>(1)</sup> Le césium, le rubidium et le potassium ont été fournis soit par Chemische Fabrik Gorlitz, soit par Koch-Light (pureté 99,97 %).

<sup>(2)</sup> De manière à obtenir la même vitesse d'évaporation, la température du four est en fait différente selon le métal étudié :  $110^\circ \text{C}$  pour Cs,  $125^\circ \text{C}$  pour Rb et  $150^\circ \text{C}$  pour K.

**IV. 2. FILMS ÉPAIS DE MÉTAUX ALCALINS : K-Rb-Cs.** — Sans se préoccuper réellement de l'implantation [2] des premiers atomes métalliques sur les substrats, des essais de diffraction ont été régulièrement pratiqués pendant les évaporations. A cause de la résistance élevée du substrat et de la faible valeur ( $\delta < 1$ ) du coefficient d'émission secondaire l'échantillon se charge, aucun diagramme ne peut être observé tant que plusieurs couches monomoléculaires ne sont pas déposées. Dès que l'épaisseur est suffisante, les charges électriques s'écoulent et les diagrammes sont caractéristiques de la structure cubique centrée des métaux alcalins. Ces derniers cependant ne sont observables qu'à tension relativement élevée. A basse tension, on ne voit qu'un fond continu de diffusion élastique [3] ; lorsque l'énergie des électrons augmente, une figure de diffraction symétrique du type bande de Kikuchi apparaît vers 150 eV. Entre 150 et 1 000 eV les bandes de Kikuchi observées sont identifiables et correspondent aux différents plans réticulaires du monocristal étudié.

**IV. 3. EXEMPLE DU POTASSIUM — INTERPRÉTATION DES DIAGRAMMES.** — Le potassium a été étudié en variant le type de support utilisé. L'épaisseur des films évaporés ( $1 \mu$  environ) est telle que le support ne participe directement ni à l'émission photoélectrique ni à la diffraction des électrons. Les photographies des figures 2 et 3 ont été obtenues avec des électrons de 200 et 1 000 eV d'énergie. La température des échantillons est abaissée vers  $-100^\circ \text{C}$  après épitaxie de manière à obtenir une meilleure définition.

**K/KF (100).** — Les premiers diagrammes observables sur les couches métalliques apparaissent vers 100 eV ou 300 eV selon que la base a été ou non clivée sous vide. La disposition géométrique calculée des bandes de Kikuchi correspond exactement à l'expérience. Le film cristallise selon la direction [100] de la maille du cube centré et l'on identifie facilement les plans réticulaires (110), (200) et (211). Connaissant *a priori* l'orientation du substrat on constate que la direction [100] de la maille du cube centré du potassium est parallèle à la direction [100] de la maille du substrat. Le phénomène de résonance entre atomes permet au substrat d'imposer son orientation à la couche épitaxiée.

**K/NaCl (100)** — Si le substrat monocristallin est clivé à l'air la couche épitaxiée présente de nombreux défauts de cristallisation. En variant la zone explorée par le faisceau d'électrons lents on observe plusieurs domaines monocristallins systématiquement désorientés de  $\pm 10^\circ$  par rapport à une direction [100] du substrat. Par contre si le cristal de NaCl est clivé sous ultravide la couche épitaxiée présente une orientation unique sur toute son étendue. La symétrie binaire des diagrammes observés est caractéristique de la face (110) et les bandes de Kikuchi (110), (200) et (211) sont aisément identifiables. Le repérage de l'orientation de la couche épitaxiée permet de déterminer l'arrange-

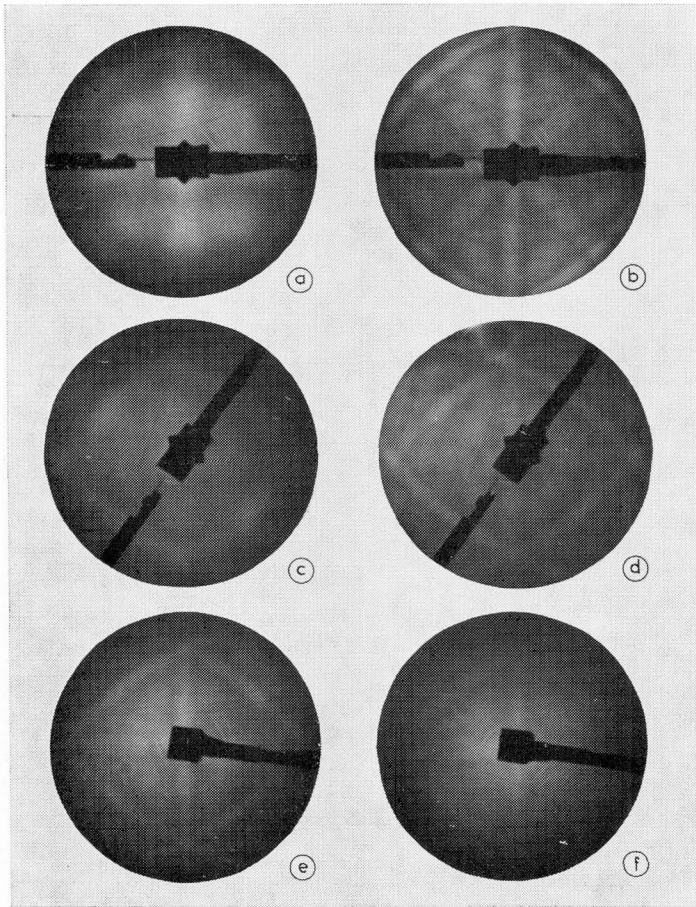


FIG. 2. — Diagrammes de diffraction de 3 métaux alcalins ( $\theta = -100\text{ °C}$ )

- a) K (100)/KF (100) à 200 eV
- b) K (100)/KF (100) à 1 000 eV
- c) K (110)/NaCl (100) à 200 eV
- d) K (110)/NaCl (100) à 1 000 eV
- e) Rb (110)/NaCl (100) à 1 000 eV
- f) Cs (110)/NaCl (100) à 1 000 eV.

ment de la maille métallique sur le support monocristallin. La direction [111] de la maille cubique centrée du potassium est confondue avec la direction [110] du chlorure de sodium (Fig. 4). On retrouve géométriquement les quatre orientations de cristallisation possibles et l'angle de rotation systématique. Le rapport des paramètres réticulaires substrat/métal est moins favorable ; le substrat n'impose plus son orientation et la couche cristallise selon la direction de son plan de plus grande densité (plan le plus stable).

K/Verre Pyrex. — La taille des cristallites est très petite et leur orientation est quelconque dans le plan de la surface du support amorphe. Ils n'ont en commun que la direction [110] de leur direction de croissance. La couronne claire des diagrammes correspond au lieu géométrique des zones les plus lumineuses du diagramme de la couche parfaitement monocristalline — intersections des bandes de Kikuchi (110) et (211). L'hypothèse selon laquelle une couche alcaline évaporée sur un support amorphe tend à cristalliser spontanément selon la direction [110] se vérifie [4].

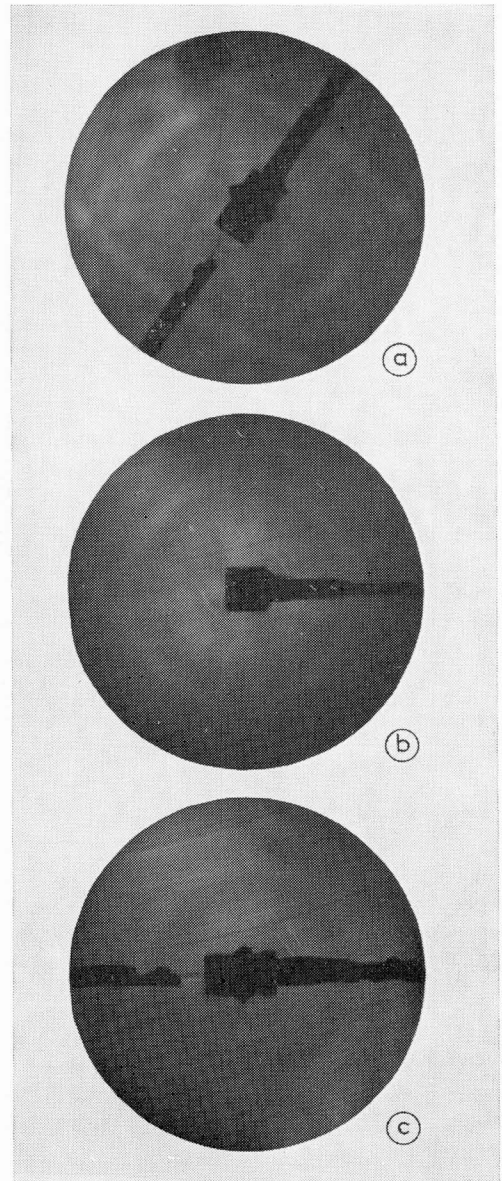


FIG. 3. — Diagrammes de diffraction du potassium. ( $\theta = -100\text{ °C}$ , électrons de 1 000 eV)

- a) K (110)/NaCl (100) clivé sous vide
- b) K (110)/NaCl (100) clivé à l'air
- c) K (110)/pyrex poli.

**V. Seuil photoélectrique du potassium à 0 °K.** —

La sensibilité spectrale photoélectrique en lumière naturelle a été mesurée systématiquement sur tous les films évaporés. Les deux courbes de la figure 5 résument les résultats moyens correspondant aux deux faces de cristallisation. Les travaux de sortie photoélectrique vrais, extrapolés par la méthode de Fowler [5] sont classés dans le tableau suivant :

Nature de la couche	K (110) monocristal	K (110) mosaïque	K (100) monocristal
Travail de sortie à 0 °K (*)	2,41 eV	2,39 eV	2,33 eV
eV(**) par rapport à la face (110)..	—	0,02 eV	0,06 eV

(\*) Précision  $\pm 0,05\text{ eV}$ .

(\*\*) Ecart relatif à  $\pm 15\%$ .

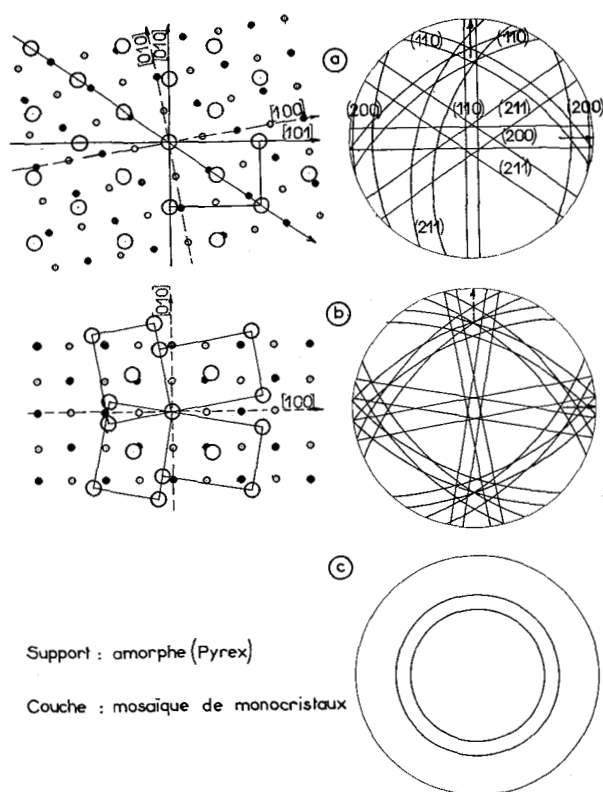


FIG. 4. — Modèle d'arrangement des films de potassium en fonction du substrat

- a) sur NaCl clivé sous vide, une orientation unique  
b) sur NaCl clivé à l'air, quatre orientations  
c) sur support amorphe, mosaïque de monocristaux.

Ce classement en ordre décroissant des travaux de sortie des faces (110) et (100) du cristal cubique centré correspond bien à la variation des densités d'empilement atomique [6]. La faible différence entre les travaux de sortie mesurés montre que la contribution de la couche dipolaire superficielle semble faible [7].

**VI. Conclusion.** — Les diagrammes de diffraction obtenus à haute tension montrent que les films épais de métaux alcalins évaporés sont quasimonocristallins. Connaissant *a priori* l'orientation des substrats utilisés il a été possible de proposer un modèle d'arrangement

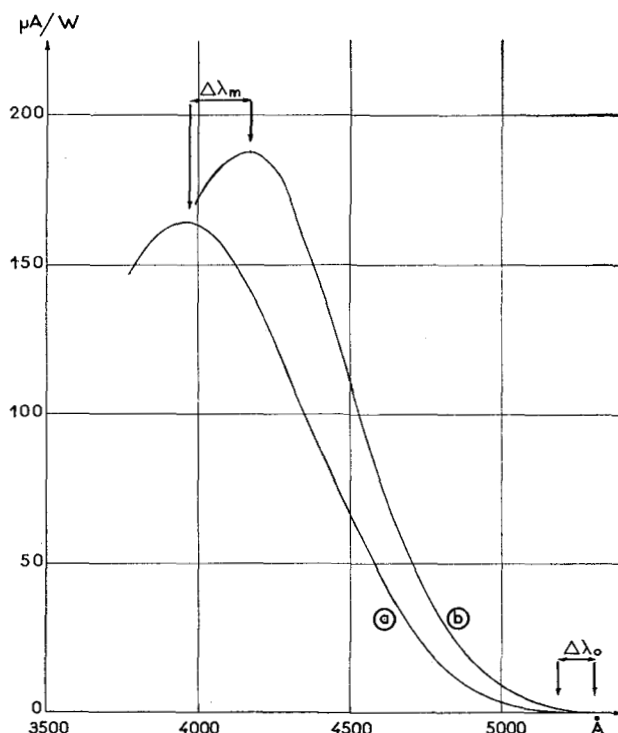


FIG. 5. — Sensibilité photoélectrique en lumière naturelle du potassium à 273 °K.

- a) K (110) sur Na Cl ou Pyrex,  $\lambda_0 = 5 190 \text{ \AA}$   
b) K (100) sur KF,  $\lambda_0 = 5 310 \text{ \AA}$ .

( $\Delta\lambda_0 = 120 \text{ \AA} \pm 20 \text{ \AA}$   $\lambda_0 =$  seuil photoélectrique à 0 °K).

des films épitaxiés, sans toutefois être en mesure de préciser l'implantation réelle des premières assises atomiques sur les substrats. L'absence de diagrammes de points n'est pas encore expliquée [8], mais la spectrographie Auger, actuellement en cours de réalisation, devrait nous permettre d'analyser ce phénomène. La mesure des travaux de sortie des photoélectrons pour les faces (100) et (110) du potassium montre la faible influence de la couche dipolaire dans le cas d'un métal monovalent.

Les auteurs tiennent à remercier la Direction des Laboratoires d'Electronique et de Physique Appliquée qui a autorisé la publication de cet article.

#### Bibliographie

- [1] BOUTRY (G. A.), DORMONT (H.), EVRARD (R.) et PERRIN (R.), *C. R. Acad. Sci.*, 1964, **268**, 143.  
[2] MACRAE (A. U.), MÜLLER (K.), LANDER (J. J.) and MORRISON (J.), *Surf. Sc.*, 1969, **15**, 483.  
[3] WEBER (R. E.) and PERIA (W. T.), *Surf. Sc.*, 1969, **14**, 13.  
[4] LEE (T. J.), BLOTT (B. H.) and HOPKINS (B. J.), *Appl. Phys. Letters*, 1967, **11**, 361.  
[5] FOWLER (R. H.), *Proc. Roy. Soc.*, 1930, **128**, 123.  
[6] SMOLUCHOWSKI (R.), *Phys. Rev.*, 1941, **60**, 661.  
[7] CROWELL (C. R.) and ARMSTRONG (R. A.), *Phys. Rev.*, 1959, **114**, 1500.  
[8] LANDER (J. J.) and MORRISON (J.), *Surf. Sc.*, 1969, **14**, 465.