



**HAL**  
open science

## Diffraction des électrons par des cristaux uniques

J.-J. Trillat, Th. V. Hirsch

► **To cite this version:**

J.-J. Trillat, Th. V. Hirsch. Diffraction des électrons par des cristaux uniques. Journal de Physique et le Radium, 1932, 3 (5), pp.185-204. 10.1051/jphysrad:0193200305018500 . jpa-00233094

**HAL Id: jpa-00233094**

**<https://hal.science/jpa-00233094>**

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.

## LE JOURNAL DE PHYSIQUE

ET

## LE RADIUM

## DIFFRACTION DES ÉLECTRONS PAR DES CRISTAUX UNIQUES

Par J.-J. TRILLAT et Th. v. HIRSCH.

**Sommaire.** — Le présent travail a eu pour but principal d'étudier la diffraction des électrons par des cristaux uniques. On s'est adressé dans ce but à des feuilles d'or et de platine battues; ces feuilles ont été examinées au moyen d'un appareillage décrit dans la première partie.

On a trouvé que les feuilles d'or battu donnent soit des diagrammes ordinaires de Debye-Scherrer (anneaux), soit des diagrammes provenant de la diffraction par un seul cristal. Des recherches systématiques ont montré que le traitement thermique (recuit) améliorerait beaucoup la netteté des interférences; ceci a permis de confirmer notre interprétation, suivant laquelle la déformation plastique résultant du martelage de l'or joue un rôle essentiel dans la production des phénomènes de diffraction.

Les feuilles de platine battu ont donné lieu à de très belles interférences monocristallines, qui ressemblent à celles observées par Kikuchi avec des cristaux naturels de mica, lesquelles ont été interprétées comme provenant de réseaux croisés à deux dimensions. Des expériences effectuées en faisant tourner la feuille de platine autour d'un axe perpendiculaire au faisceau électronique, ont prouvé au contraire qu'il s'agit, dans notre cas, d'un effet de diffraction par le réseau à trois dimensions d'un cristal unique déformé plastiquement.

**Introduction.** — On sait qu'un nombre déjà assez considérable de recherches ont été effectuées sur la diffraction des électrons, principalement dans le but de vérifier les théories de Louis de Broglie. On s'est aperçu également que ces phénomènes de diffraction présentaient un intérêt considérable pour un certain nombre d'études, telles que la détermination du facteur de forme de l'atome, le potentiel interne des réseaux, l'adsorption des gaz par les métaux, les modifications superficielles, etc...

La diffraction des électrons permet d'obtenir des renseignements d'un grand intérêt dans de nombreux domaines où l'emploi des rayons X se montre infructueux; ceci tient, d'une part, à la nature même des électrons, pour lesquels le pourcentage d'énergie diffractée est beaucoup plus considérable que pour les rayons X, et, d'autre part, à la technique qui diffère assez sensiblement de celle utilisée en spectrographie X.

C'est en vue de ces études que nous avons été amenés à établir un appareil permettant l'utilisation de la diffraction des électrons dans un domaine aussi étendu que possible.

Une première application en a été faite relativement à la diffraction par des cristaux uniques de métaux; une deuxième, qui fera l'objet d'un autre travail, à la polarisation des électrons. (Voir Bibliographie en fin d'article n° 1 et 10.)

La première partie de cet article sera consacrée à la description de cet appareil ainsi que des méthodes utilisées, et la deuxième partie, à l'étude et à l'interprétation de la diffraction par des cristaux uniques.

## PREMIÈRE PARTIE. — Appareillage pour la diffraction des électrons.

Nous nous sommes proposés de construire un appareil répondant aux conditions suivantes <sup>(1)</sup> :

1. Obtention de poses très courtes, et bonne visibilité des phénomènes de diffraction sur un écran fluorescent.
2. Possibilité de faire plusieurs clichés sans avoir à ouvrir l'appareil.
3. Possibilité d'atteindre des tensions élevées, de l'ordre de 100 à 120 kilovolts.
4. Fonctionnement soit avec une cathode incandescente, soit avec un tube à gaz.
5. Possibilité d'utiliser diverses méthodes (transmission, réflexion, déplacement des préparations dans le vide pour en permettre l'exploration, goutte tangente, diagrammes de gaz, etc.).

L'ensemble de l'appareil est représenté sur la figure 1 et la figure *a*, planche I.

**A. Partie cathodique.** — La partie cathodique, où est produit le faisceau d'électrons primaires, diffère suivant que l'on utilise comme source d'électrons un filament porté à l'incandescence (tube Coolidge), ou l'impact d'ions positifs sur une cathode en aluminium (tube à gaz).

1. *Cathode Coolidge.* — Cette cathode est destinée à fonctionner jusqu'à une tension de l'ordre de 70 kilovolts. Le meilleur résultat nous a été donné par le dispositif représenté sur

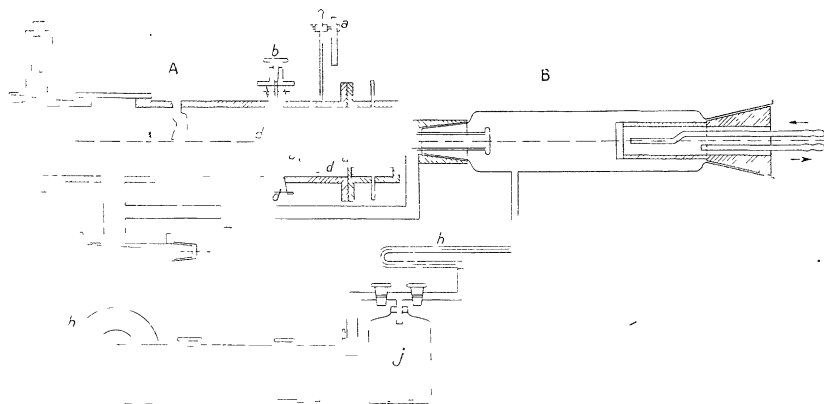


Fig. 1. — Schéma de l'appareil pour la diffraction des électrons.

A, Partie anodique. — B, partie cathodique.

*a*, aimant; *b*, rodage porte préparation; *c*, collimateur refroidi par une chambre d'eau; *d, d, d*, rodages; *e*, porte-plaques; *f*, vitre en verre au plomb; *g*, desséchant; *h*, pompe moléculaire Holweck; *i*, pompe à huile; *j*, récipient pour rentrée d'air à travers le capillaire *k*, lorsque l'appareil fonctionne en tube à gaz.

la figure *a*, planche I (partie droite): il consiste en un ballon de verre rodé aux deux extrémités, d'une capacité de deux litres environ, et dont l'une des extrémités est fixée sur le rodage de la partie anodique au moyen de graisse Ramsay, ou mieux, de picéine; l'autre extrémité supporte la tige portant le filament, grâce à un rodage simplement graissé, le dispositif devant en effet être mobile en vue des réglages.

<sup>(1)</sup> Cet appareil a été construit par la maison Beaudoin, à Paris.

Le filament en tungstène a la forme d'une spirale plate très serrée, de 3 spires seulement; il est fixé au moyen de vis dans le support terminal de la tige précédente, et est entouré d'une cupule de concentration hémisphérique en nickel, l'extrémité de celle-ci étant à 15 millimètres de l'anticathode (collimateur). Dans ces conditions, le foyer tombe alors sur l'orifice d'entrée percé dans l'anticathode (collimateur), et on peut régler le maximum d'intensité du spot par le déplacement de la cupule et la rotation du porte-filament.

Les régimes ordinairement utilisés dans nos expériences étaient, pour ce modèle de tube, de 1 à 5 milliamères sous 30 à 50 kilovolts (tension constante).

2. *Cathode à gaz.* — Nous avons également construit différents modèles de tubes à gaz destinés principalement au fonctionnement à des tensions plus élevées, ceci principalement en vue d'expériences sur la polarisation des électrons, qui feront l'objet d'une prochaine publication dans ce journal.

On utilise dans ce cas des cathodes de forme spéciale, dont l'une est représentée sur la figure 1, une autre sur la figure 2, cette dernière ayant pour but de concentrer le faisceau positif et de marcher en régime plus dur.

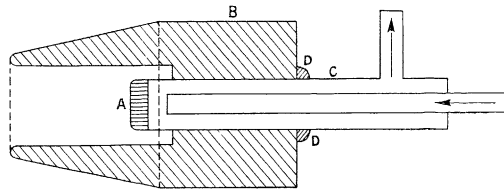


Fig. 2. — Schéma de cathode pour tube à gaz (régime dur).

- A. Cathode en aluminium.
- B. Bouchon rodé en fer.
- C. Tube réglable portant les arrivées d'eau.
- D. Joint à la picéine.

On peut régler l'enfoncement de la cathode plane en aluminium A par déplacement de son support, le joint étant réalisé au moyen de picéine; ce réglage permet de modifier à volonté la dureté du tube.

Le refroidissement de la face postérieure de la cathode se fait au moyen d'une pompe à eau isolée; la stabilité de la décharge est obtenue par une rentrée d'air à travers un tube capillaire en verre, relié à un ballon de 10 litres dont on amène la pression à la valeur convenable au moyen de la pompe à huile préliminaire (voir schéma, fig. 1).

Il est nécessaire, pour des tensions élevées, de protéger l'appareil contre les effluves et les étincelles; on y parvient d'une part d'après la forme et les dimensions du tube, d'autre part en immergeant celui-ci dans une cuve en bois, contenant cinquante litres d'huile de transformateur. Dans ces conditions, nous avons réussi à obtenir un régime de marche de 135 kilovolts avec un débit de l'ordre de 0,1 à 0,2 milliamères.

Enfin, quel que soit le mode de production du faisceau électronique, il est indispensable d'entourer toute la partie cathodique d'une caisse à parois plombées (fig. a, pl. I) destinée à protéger l'opérateur contre les rayons X émis par l'impact des électrons sur l'anticathode.

*Alimentation.* — Une condition essentielle pour observer nettement la diffraction des électrons est de pouvoir produire des faisceaux électroniques *monocinétiques*. Dans ce but, nous avons employé un générateur à tension constante; pour les régimes utilisés, la constance de la tension était de l'ordre de 1 pour 100. La finesse des raies des diagrammes

montre d'ailleurs clairement que cette condition se trouve bien réalisée (Voir planches II et suivantes).

**B. Partie anodique (chambre de diffraction).** — La partie anodique où se produisent les phénomènes de diffraction d'électrons, est inspirée dans ses grandes lignes de l'appareillage décrit par Ponte (2); nous y avons apporté un certain nombre de modifications que nous allons décrire brièvement (fig. 4 et fig. a, planche I).

La chambre de diffraction, qui est constituée par un tube de laiton de 8 cm de diamètre et de 40 cm de long, se compose essentiellement du diaphragme ou collimateur servant à définir un pinceau d'électrons, de la préparation étudiée et de ses supports, et enfin du dispositif pour l'enregistrement photographique ou sur écran fluorescent; elle est naturellement mise au sol pour permettre les manipulations et les réglages.

a) *Porte-plaque.* — Le porte-plaque a été aménagé de façon à recevoir 3 plaques photographiques 6 cm  $\times$  6 cm et un écran; les plaques sont mises en place par enlèvement d'une vitre au plomb épaisse fermant l'appareil à sa partie postérieure.

b) *Rodages.* — A la partie voisine de la cathode, le tube comporte deux groupes de quatre rodages placés à angle droit; ces rodages sont destinés à recevoir les pièces nécessaires à la mise en œuvre des diverses méthodes expérimentales. On a ainsi la possibilité de réaliser un très grand nombre de montages variés.

En particulier, dans les expériences qui font l'objet de cet article, nous avons utilisé

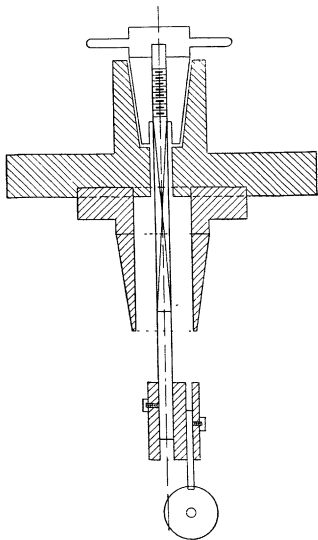


Fig. 3 — Rodage permettant le déplacement et l'orientation des préparations.

un dispositif représenté sur la figure 3, et qui est destiné à permettre l'exploration d'une surface étendue, en divers points et sous divers angles. Le film étudié (feuille d'or battu, par exemple) est placé sur un disque de laiton percé d'un trou de 2 à 5 millimètres de diamètre; ce disque est fixé à une pièce capable de recevoir un mouvement de translation dans le sens vertical, et dans le sens horizontal, ainsi qu'un mouvement de rotation autour d'un axe vertical; tous ces mouvements sont commandés de l'extérieur au moyen de cônes ou de joints plats graissés. Un tel dispositif permet d'explorer en tous sens la préparation, l'appareil étant en marche; on voit ainsi, dans le cas des films métalliques dont on parlera plus loin (II<sup>e</sup> Partie) apparaître sur l'écran fluorescent des diagrammes différents suivant le point frappé par le pinceau d'électrons. Lorsqu'on a trouvé une région intéressante, on procède alors à l'enregistrement photographique.

Les autres dispositifs expérimentaux que l'on peut réaliser avec l'appareil (double diffraction — réflexion — goutte tangente — étude de la structure des gaz et vapeurs, etc.) seront décrits dans des publications ultérieures.

c) *Collimateur.* — Le tube principal en laiton comporte à sa partie antérieure (fig. 4) un rodage supportant le verre de l'ampoule (Coolidge ou à gaz); le collimateur

se trouve placé au centre du tube, et est refroidi par une circulation d'eau.

Il est essentiel de réaliser un faisceau parallèle d'électrons aussi fin que possible. Comme on le verra dans la II<sup>e</sup> partie, ceci permet en effet de faire des observations qui seraient impossibles autrement. Une des conditions pour obtenir de tels faisceaux est d'avoir un collimateur bien conditionné; après de nombreux essais, nous nous sommes arrêtés à un tube en laiton de 3 mm de diamètre intérieur, de 12 cm de longueur et terminé par deux trous de 1/10 de millimètre, percés sur un millimètre de profondeur. Ces trous

sont forés dans deux bouchons également en laiton qui peuvent se visser aux extrémités du tube principal, de telle sorte qu'on peut les changer à volonté ou les remplacer éventuellement par des trous plus fins ou plus gros. On peut encore diminuer la dimension du spot observé sur l'écran fluorescent au moyen de l'aimant représenté en *a* sur la figure 1; dans ce but, celui-ci est monté sur un système de collier, glissières et rotules qui permet son orientation dans une direction quelconque. On arrive de la sorte, à réduire le spot à des dimensions extrêmement faibles, tout en lui conservant une intensité suffisante.

L'influence de la finesse du pinceau d'électrons est mise en évidence par le cliché de la figure *b*, planche 1. Ce cliché représente à gauche un diagramme d'un « tissu » d'oxyde de zinc obtenu d'après la technique de Ponte (*loc. cit.*), avec un faisceau électronique de 2/10 m/m de diamètre; la partie droite représente le diagramme de la même préparation, mais en utilisant un faisceau extrêmement fin (de l'ordre de 1/20 mm.)

Le pinceau électronique étant devenu plus étroit, le nombre de cristaux participant à la diffraction est plus faible, ce qui se traduit par l'apparition de taches de diffraction isolées réparties sur les mêmes cercles que ceux donnés par un grand nombre de cristaux; On peut donc ainsi avoir une idée de la grosseur de cristaux très petits, d'une façon assez simple.

C'est grâce à l'emploi de pinceaux d'électrons très fins que nous avons pu obtenir les diagrammes de cristaux uniques reproduits dans la deuxième partie de cet article.

d) *Pompage*. — Tout l'appareil est monté directement sur une pompe moléculaire Holweck à grand débit, préférable à une pompe à diffusion par suite de l'absence d'un dispositif de condensation; cette pompe est reliée à une pompe double à palettes fonctionnant dans l'huile.

e) *Ecrans fluorescents et plaques photographiques*. — Nous avons cherché à obtenir des écrans aussi lumineux que possible; après divers essais, nous nous sommes arrêtés à des sulfures de zinc spéciaux, que l'on fixe en couche mince et homogène, au moyen d'un peu de colle, sur une plaque de verre de 6 cm  $\times$  6 cm. Ces écrans réalisent un gros avantage sur ceux à la willémite et au tungstate de calcium; il est ainsi possible de rendre visible, *en pleine lumière*, la plupart des phénomènes de diffraction électronique; dans la majorité des cas, on peut ainsi observer directement, sans aucune précaution, un très grand nombre de taches ou d'anneaux, même à une certaine distance de l'appareil. Tous les clichés reproduits dans cet article ont donné lieu ainsi à de très brillantes apparences sur l'écran; ceci est intéressant non seulement pour les réglages qui se trouvent ainsi considérablement facilités, mais aussi au point de vue de la démonstration pratique de ces beaux phénomènes.

Lorsqu'on a obtenu sur l'écran l'image désirée, ce qui est réalisé au moyen du rodage spécial décrit plus haut et de l'aimant, on passe à l'enregistrement photographique. Il est nécessaire pour cela de supprimer le pinceau d'électrons pendant que l'on procède à la mise en place de la plaque; dans ce but, un électro-aimant se trouve fixé au-dessous du collimateur: lorsqu'il est excité, le pinceau électronique primaire se trouve dévié et ne passe plus par le collimateur, ce qui permet de passer d'un cliché à l'autre sans risque de taches. On peut utiliser aussi un écran de plomb mobile, commandé par l'un des rodages. Les temps de pose pour l'obtention de bons clichés sur des plaques ordinaires sont extrêmement courts (de l'ordre de 1/10 à 1/100 de seconde); mais, comme il y a en même temps émission de rayons X voilant les plaques, et que de plus celles-ci nécessitent le chargement et les réglages à la lumière rouge, nous avons cherché des émulsions moins sensibles, permettant le chargement à la lumière jaune, et impressionnées surtout par les électrons.

Nous avons trouvé expérimentalement que l'emploi de papiers « *Velox Régular* » Kodak, au chloro-bromure d'argent, réalisait très bien cette condition; les temps de pose sont un peu plus longs (de une seconde à quelques minutes suivant les cas), mais les clichés obtenus sont extrêmement purs, et très peu voilés par les rayons X. Ce mode opératoire simplifie considérablement les manipulations, qui se font à la lumière jaune, et l'on obtient ainsi directement des originaux sur papier.

**Mesure de la tension ou de la longueur d'onde.** — La mesure de la tension peut s'effectuer au moyen d'un voltmètre électrostatique, tel que celui de Schröder et Starke que nous avons utilisé; pour calculer la longueur d'onde associée, on utilise la relation fondamentale de L. de Broglie :

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (h = \text{C}^{\text{te}} \text{ de Planck} = 6.545 \times 10^{-27}, \quad m = \text{masse de l'électron} = 9 \times 10^{-28}, \\ v = \text{vitesse de l'électron}), \quad (1)$$

jointe à la relation :

$$\frac{1}{2}mv^2 = Ve \quad (V = \text{différence de potentiel aux bornes du tube}, \\ e = \text{charge de l'électron} = 4.774 \times 10^{-10} \text{ U. E. S.}). \quad (2)$$

Ces relations sont valables pour des électrons dont la vitesse n'est pas trop grande; dans le cas contraire, on doit introduire une correction de relativité, et les formules (1) et (2) deviennent :

$$\lambda = \sqrt{\frac{149,55}{V}} \cdot \frac{10^{-8}}{\sqrt{1 + 9,836 \cdot 10^{-7} V}} \text{ cm (expression en fonction de la tension)}. \quad (3)$$

Des tables donnant les longueurs d'onde associées en tenant compte des corrections de relativité, ont été données par Rupp [*Annalen der Physik*, t. 10, H 8 (1931), page 945] pour des électrons jusqu'à 1 000 000 de volts.

Il est encore plus précis d'opérer par mesure directe du diamètre des anneaux de diffraction fournis par une substance dont le réseau est connu (ZnO ou Au par exemple), et que l'on place sur l'un des rodages. Dans ce cas, la condition géométrique :

$$r = l \operatorname{tg} 2\theta \quad (r = \text{rayon d'un anneau}, \quad l = \text{distance plaque-substance}, \\ \theta = \text{angle de diffraction}), \quad (4)$$

jointe à la formule de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (d = \text{distance réticulaire})$$

fournit immédiatement la valeur de la longueur d'onde associée.

## II<sup>e</sup> PARTIE. — Diffraction des électrons par des cristaux uniques.

Le présent travail a eu pour but principal d'étudier la diffraction des électrons par des cristaux uniques; nous avons trouvé que les feuilles d'or et de platine battus se prêtaient particulièrement bien à ces recherches, à condition d'utiliser, comme nous l'avons indiqué dans la première partie, des pinceaux d'électrons monocinétiques de très faible diamètre et un dispositif permettant d'explorer les feuilles métalliques en tous points. Nous avons cherché également à déterminer la structure de ces feuilles obtenues par martelage en vue de préciser les déformations produites par le travail mécanique et l'influence du recuit.

**Composition et épaisseur des feuilles étudiées.** — a) *Feuilles d'or battu.* — L'or battu s'obtient par martelage d'un alliage Or — Cu — Ag. Il existe différentes compositions de ces alliages, qui varient d'ailleurs d'un fabricant à l'autre; dans nos recherches, nous avons utilisé principalement des alliages à 915 pour 1000 et à 975 pour 1000 d'or.

L'alliage à 915 pour 1000 donne des feuilles d'une teinte vert clair par transparence; l'épaisseur moyenne des feuilles étudiées est de l'ordre de 60  $\mu$ . La composition de l'alliage est la suivante :

$$\text{Au : 915} \quad \text{Ag : 60} \quad \text{Cu : 25}$$

Ces feuilles peuvent être utilisées telles quelles et donnent lieu à de bons diagrammes de diffraction électronique.

Toutefois, on obtient encore de meilleurs résultats en diminuant leur épaisseur, en les laissant flotter durant quelques instants à la surface d'une solution étendue de cyanure de potassium ; l'examen de la teinte par transparence permet facilement, avec un peu d'habitude, de reconnaître le moment où l'épaisseur désirée est atteinte. Les films sont ensuite lavés à l'eau pure, puis fixés sur un disque en nickel percé d'un trou et qui sert de support pour l'examen aux électrons.

L'alliage à 975 pour 1000 a la composition suivante :

Au : 975      Ag. : 15      Cu : 10

Les feuilles sont ici plus épaisses et presque opaques par transmission. Il est indispensable alors de les amincir à l'aide de la technique ci-dessus.

Les deux alliages utilisés donnent lieu à des diagrammes identiques en ce qui concerne les points essentiels.

b) *Feuilles de platine battu.* — Elles sont constituées par du platine pur et sont également obtenues par martelage ; elles présentent par transparence une teinte grisâtre. Il n'a pas été utile ici de les amincir, car les phénomènes de diffraction observés sont extrêmement intenses. Ces feuilles n'étant pas très homogènes, il est cependant nécessaire de ne choisir que les régions présentant la plus grande transparence ; l'épaisseur moyenne est encore de l'ordre de 60  $\mu$ .

**Méthode expérimentale.** — Dans toutes ces recherches, on a utilisé le montage avec tube Coolidge et cathode incandescente décrit dans la première partie ; tous les clichés ont été obtenus avec la même tension constante de 40 kilovolts afin de les rendre comparables, les débits étant de 4 à 5 milliampères suivant les cas.

Les feuilles métalliques à étudier sont fixées sur un disque de nickel percé d'un trou de 2 à 5 mm de diamètre ; ce disque s'adapte au moyen d'une tige sur le rodage à exploration décrit dans la première partie. Ce dispositif permet d'explorer la feuille en tous ses points, ce qui est capital dans nos expériences ; nous rappelons qu'il est également indispensable d'utiliser des pinceaux d'électrons très fins et très bien définis ainsi que des écrans de grande luminosité.

Les phénomènes de diffraction obtenus sont alors extrêmement intenses et visibles en pleine lumière sur l'écran : les dispositifs décrits permettent de les suivre dans tous leurs détails avec une grande netteté. L'enregistrement photographique a été effectué directement sur des papiers Kodak « Velox Regular » ; les temps de pose sont de l'ordre de quelques secondes à quelques minutes.

Sauf dans les cas qui seront spécialement mentionnés (Platine), *les feuilles métalliques ont toujours été placées perpendiculairement au faisceau d'électrons sortant du collimateur.*

Comme on le verra plus loin, l'étude des films de platine complète l'étude des films d'or, particulièrement en ce qui a trait à la diffraction des électrons par des cristaux uniques. Aussi pour plus de clarté, nous diviserons ces recherches en deux paragraphes principaux.

A. Etude des feuilles d'or battu.

B. Etude des feuilles de platine battu.

#### A. Etude de feuilles d'or battu (1).

Lorsqu'on examine sur l'écran fluorescent les diagrammes fournis par un film d'or battu, on voit immédiatement que les divers points du film donnent des figures de diffraction différentes. Ces figures de diffraction peuvent se classer en deux catégories principales comprenant entre elles la gamme des cas intermédiaires :

(1) Voir J.-J. TRILLAT et Th. v. HIRSCH, *C. R. Acad. Sciences*, 19 oct. 1931, p. 649.



1. Dans le premier cas, l'intensité diffractée est répartie d'une façon à peu près uniforme sur des cercles concentriques (anneaux de Debye-Scherrer).

2. Dans le deuxième cas, l'intensité se trouve localisée sur des secteurs isolés situés sur les anneaux précédents. Les figures de diffraction révèlent alors une symétrie quaternaire.

Nous allons maintenant examiner séparément chacun de ces deux cas.

### I. Cas où les diagrammes sont formés d'anneaux. Diffraction par un grand nombre de cristaux.

Les figures *d* à *f*, Planche II, représentent des anneaux de Debye-Scherrer, obtenus en diffractant par une feuille d'or battu des électrons de 40 kilovolts. En vue des interprétations, on a reproduit sur la figure *c*, Planche II, le diagramme donné, pour la même tension de 40 kilovolts, par une feuille mince d'or préparée électrolytiquement d'après un procédé décrit par C. Muller <sup>(3)</sup>.

Ce dernier diagramme est identique au diagramme normal d'or obtenu par la méthode de Debye-Scherrer, au moyen des rayons X. Comme l'on sait, une telle figure correspond à la diffraction par un grand nombre de petits cristaux répartis absolument au hasard, sans aucune espèce d'orientation.

Les diagrammes d'or battu (fig. *d* à *f*) sont constitués par des anneaux de même diamètre que ceux de l'or électrolytique (fig. *c*) <sup>(1)</sup>, mais l'on voit immédiatement que la répartition des intensités pour les cercles successifs est différente; par exemple le plus petit anneau de la figure *c* est de beaucoup le plus fort tandis que l'anneau correspondant des figures *d* et *e* est faible, et que même il manque totalement dans la figure *f*. Les deux sortes de diagrammes — or électrolytique — or battu — présentent donc une différence essentielle quant aux intensités relatives des divers anneaux; en aucun cas on n'obtient avec l'or battu de diagrammes présentant une répartition d'intensité normale comme cela a lieu pour l'or électrolytique.

**Interprétation. Structure fibreuse.** — L'étude des figures de diffraction (fig. *d* à *f*) nous amène aux conclusions suivantes :

1. La diffraction est produite dans ce cas par un grand nombre de cristaux (anneaux complets).

2. Les différences d'intensités relatives des anneaux obtenus avec une feuille d'or battu et un film préparé par l'électrolyse (diagramme normal) indique évidemment une orientation générale des cristaux dans la feuille d'or battu. De plus, le fait que l'intensité est répartie d'une façon sensiblement uniforme suivant chaque cercle prouve que l'orientation doit être symétrique par rapport à la direction normale à la feuille (c'est-à-dire à la direction parallèle au faisceau d'électrons); la distribution des cristaux est donc telle que ceux-ci possèdent un axe cristallographique orienté parallèlement à la normale à la feuille, autour duquel ils peuvent tourner. Ceci signifie que toutes les directions contenues dans le plan de la feuille d'or sont équivalentes; on a donc affaire à une *structure fibreuse*, dont l'axe est perpendiculaire à la surface de la feuille.

Bien entendu, l'arrangement réel des cristaux ne correspond pas entièrement au cas d'une structure fibreuse parfaite; il faut en effet tenir compte de certains écarts par rapport à la position idéale.

**Détermination de la direction d'orientation.** — On peut déterminer de la façon suivante la direction cristallographique parallèle à l'axe de fibre, ou direction « paratrope ».

<sup>(1)</sup> Les alliages qui constituent l'or battu sont constitués par des cristaux homogènes, ayant le même réseau que celui de l'or pur (cubique à faces centrées); leur constante réticulaire diffère de moins de 1 pour 100 de celle de l'or pur.

D'après la relation de Louis de Broglie, on trouve que, pour des électrons accélérés par une différence de potentiel de 40 kilovolts, la longueur d'onde associée  $\lambda$  est égale à 0,06 Angströms. A cette longueur d'onde, correspondent des angles de Bragg  $\theta$  (tirés de la relation  $\lambda = 2d \sin \theta$ ) de l'ordre de quelques degrés seulement; pour les réflexions sur les faces du cube (200), on a par exemple :  $\theta = 51$  minutes.

Pour pouvoir réfléchir des ondes associées aux électrons de 40 kilovolts, les plans réticulaires doivent donc être presque parallèles à la direction d'incidence des électrons (1). Comme dans toutes ces expériences, le faisceau électronique est perpendiculaire au plan de la feuille d'or battu, donc parallèle à l'axe de fibre, les seuls plans réticulaires capables de donner lieu à une réflexion seront ceux qui seront placés à peu près parallèlement à cet axe.

Or on observe sur la figure *f* trois anneaux intenses provenant de réflexions sur les plans (002), (022) et (024) : ces trois plans sont parallèles à l'arête du cube ou direction [100]. Par conséquent, *cette direction [100] constitue la direction paratropé.*

Ainsi les cristaux sont orientés de façon que la direction [100] ou arête du cube soit perpendiculaire au plan de la feuille.

Ce cas d'une structure fibreuse idéale, est représenté par le diagramme de la figure *f* (ce diagramme a été obtenu avec une feuille recuite — voir plus loin). Les figures *d* et *e* représentent des cas intermédiaires entre l'arrangement complètement désordonné (fig. *c*) et la structure fibreuse parfaite (fig. *f*); d'une façon générale, le degré d'orientation dépend de la qualité de la feuille et de la composition de l'alliage d'or, et varie également dans de larges limites pour les divers points d'une même feuille, ce qui peut s'expliquer étant donnée la nature du travail de martelage qui ne peut être parfaitement régulier.

**Structure fibreuse considérée comme résultat du travail mécanique.** — Comme on vient de le voir, la structure fibreuse se déduit immédiatement des diagrammes de diffraction. Il est intéressant de donner brièvement quelques précisions sur le rapport existant entre la disposition des cristaux et le travail mécanique.

On sait que dans les métaux déformés plastiquement (par exemple les tôles laminées, les fils étirés), les cristaux présentent des orientations privilégiées considérables. La symétrie de ces orientations dépend en grande partie de l'ensemble des forces agissant lors du travail mécanique. Dans le cas de feuilles obtenues par martelage, l'ensemble des forces possède un axe de symétrie perpendiculaire au plan de la feuille; l'orientation résultant du martelage a nécessairement la même symétrie. Et de toutes les structures de déformation, cette condition est satisfaite uniquement par la structure fibreuse que nous avons décrite avec son axe de fibre parallèle à la normale à la feuille (Classe d'anisotropie 7 de Weissenberg) (4).

Ainsi, la considération de la symétrie des forces mécaniques permet de déduire a priori la nature de l'orientation résultant du martelage; l'étude des diagrammes de diffraction amène à la même conclusion, mais permet en outre de déterminer l'axe cristallographique qui est parallèle à l'axe de fibre, c'est-à-dire la direction paratropé.

**Glissements et déformations plastiques.** — L'étude des cristaux uniques de grandes dimensions montre que le mécanisme de la déformation plastique des métaux consiste en un glissement, le long de plans déterminés, des diverses couches cristallines, glissement accompagné en même temps d'une courbure de ces dernières (Biegegleitung) (5).

Tandis qu'un cristal unique déformé par un glissement pur et simple donne nécessairement les mêmes images de diffraction qu'un cristal non déformé, un cristal unique déformé plastiquement par un glissement accompagné de courbure, produit les mêmes effets de diffraction qu'un certain nombre de cristaux uniques non déformés, qui auraient subi une légère rotation les uns par rapport aux autres.

Cette remarque présente une grande importance pour l'interprétation des diagrammes de la deuxième catégorie dont nous allons nous occuper maintenant.

(1) Il n'en serait plus de même pour les rayons X, dont les longueurs d'ondes sont beaucoup plus grandes.

**II. Cas où les diagrammes sont formés d'arcs de cercle.  
Diffraction par un cristal unique déformé plastiquement.**

Comme nous l'avons signalé au début, on observe très souvent, avec des feuilles d'or battu, un autre genre de diagrammes dans lesquels les anneaux complets se réduisent à des secteurs isolés (fig. *g* et *h*, Pl. II). La symétrie de ces figures permet d'affirmer qu'il existe un axe de symétrie quaternaire parallèle au faisceau d'électrons (donc perpendiculaire au plan de la feuille d'or), et quatre plans de symétrie se coupant à  $45^\circ$ . Si l'on compare plusieurs de ces diagrammes provenant de plusieurs points différents du film d'or battu, on constate que les images restent identiques, mais peuvent être décalées d'un angle arbitraire les unes par rapport aux autres, comme le représente la figure 4.

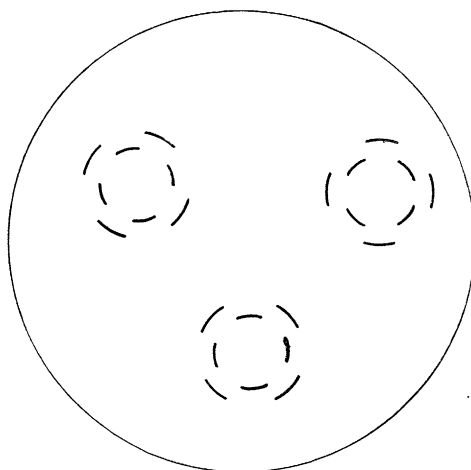


Fig. 4.

On pourrait croire à l'aspect de ces clichés, qu'il s'agit de diagrammes de fibres pour lesquels il existerait un axe d'orientation placé perpendiculairement à la direction des électrons, c'est-à-dire contenu dans le plan de la feuille, comme cela se produirait pour une feuille laminée examinée normalement à la direction de laminage ou pour un fil étiré examiné normalement à l'axe du fil. Ceci est absolument incompatible d'une part avec le fait que les diagrammes obtenus pour divers points sont décalés d'un angle variable, d'autre part avec l'orientation des cristaux résultant du martelage, telle que nous l'avons exposée plus haut.

De tels diagrammes sont au contraire, comme on va le démontrer, dus à la diffraction des électrons par un cristal unique déformé plastiquement, dont la direction [100] ou arête du cube est normale à la surface de la feuille.

On a en effet indiqué plus haut que le processus de martelage donne lieu à une structure fibreuse, les cristaux ayant tous un axe [100] ou arête du cube perpendiculaire à la surface de la feuille et pouvant occuper d'ailleurs une position quelconque résultant de leur rotation autour de cet axe. Un seul cristal occupera donc une position telle que l'arête du cube élémentaire soit normale à la feuille, et s'il est suffisamment gros, il pourra être seul rencontré par le pinceau d'électrons. Or les éléments de symétrie des diffractions obtenues ici sont identiques à ceux qui se trouvent dans un cristal cubique d'or, parallèlement à l'arête du cube.

Mais ceci ne suffit pas à expliquer entièrement le diagramme; il est en effet essentiel,

pour l'obtention de diffraction, que le cristal unique envisagé soit *déformé plastiquement* (voir plus haut). Un cristal non déformé ne pourrait pas en effet donner lieu simultanément à des réflexions sélectives pour des groupes de plans réticulaires différents, en utilisant, comme c'est le cas ici, un faisceau d'électrons monocinétiques. Les plans de la zone [001] qui sont parallèles à l'arête du cube, seraient parallèles à la direction des électrons, et l'angle d'incidence serait nul.

Au contraire, dans un cristal unique déformé plastiquement (glissement accompagné de courbure), l'angle d'incidence du faisceau d'électrons avec un certain groupe de plans réticulaires peut varier entre certaines limites déterminées par la courbure de ces plans. Entre ces limites, on pourra trouver un angle  $\theta$  correspondant à la réflexion sélective : c'est, en somme, quelque chose d'analogue à ce qui se passe dans la méthode du mica courbé ou de la goutte tangente décrite par l'un de nous (J. J. Trillat — *Journal de Physique* janvier 1929, et *Annales de Physique*, avril 1931).

Étant donné que pour des électrons de 40 kilovolts, les angles de réflexion sélective sont très petits, un cristal unique déformé comme il vient d'être indiqué, et dont l'arête du cube (direction [100]) est en moyenne parallèle au faisceau d'électrons <sup>(1)</sup>, donnera lieu à des réflexions sur tous les plans de la zone [100] (c'est-à-dire les plans qui sont parallèles à l'arête du cube dans un cristal non déformé). Si la courbure est plus accentuée, il se produira également des réflexions pour des plans faisant un angle assez petit par rapport à cette direction [100].

L'angle  $\alpha$  entre un plan quelconque ( $hkl$ ) et la direction [100] est donné par la relation :

$$\operatorname{tg} \alpha = \sqrt{\frac{h^2}{k^2 + l^2}}$$

Les plans de la zone [100] ont des indices de la forme ( $Ok l$ ) et les plans les moins inclinés par rapport à la direction [100] auront les indices ( $1kl$ ). Comme on a affaire à un réseau cubique à faces centrées, les seuls plans qui réfléchiront seront ceux à indices ou tous pairs ou tous impairs.

Le tableau suivant donne les valeurs de  $\alpha$  pour tous les plans répondant à cette condition, et qui sont inclinés de moins de 20° par rapport à la direction [100].

TABLEAU I.

$\Sigma h^2$	( $hkl$ )	$\alpha$	$\theta$	$\Sigma h^2$	( $hkl$ )	$\alpha$	$\theta$
4	002	0	0° 51'	19	133	13° 1/2	1° 51'
8	022	0	1° 12'	20	024	0	1° 54'
11	113	17° 1/2	1° 24'	27	115	11°	2° 12'
16	004	0	1° 42'	32	044	0	2° 24'

( $\alpha$  = angle d'inclinaison du plan ( $hkl$ ) par rapport à la direction [100].  $\theta$  = angle de réflexion sélective de Bragg).

A l'aide de ce tableau, on peut construire, au moyen de la méthode des projections stéréographiques, les diagrammes théoriques de diffraction. La figure 5 est obtenue en admettant que la courbure du cristal est de l'ordre de 20°; dans ce cas tous les plans mentionnés dans le tableau I donnent alors lieu à des réflexions. La figure 6 est obtenue en admettant seulement une courbure de quelques degrés; par conséquent, seuls les plans de la zone [100] (indices  $Ok l$ ) donneront lieu à des réflexions, puisque l'angle  $\alpha$  qui est nul

(1) La feuille d'or battu étant toujours placée perpendiculairement au faisceau d'électrons.

dans un cristal non déformé, se trouvera compris entre  $0^\circ$  et quelques degrés suivant la courbure envisagée, et encadrera alors la valeur de l'angle  $\theta$  de réflexion sélective.

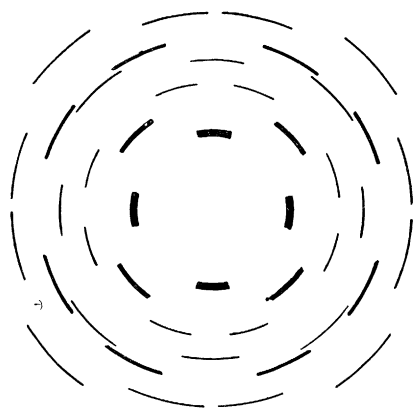


Fig. 5. — Schéma du diagramme de diffraction donné par un cristal unique d'or fortement déformé. Direction [100] parallèle au faisceau d'électrons.

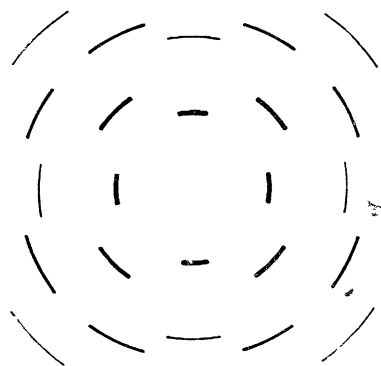


Fig. 6. — Schéma du diagramme de diffraction donné par un cristal unique d'or peu déformé. Direction [100] parallèle au faisceau d'électrons.

On voit que la figure 5 est en bon accord avec les diagrammes  $g$  et  $n$  obtenus expérimentalement avec une feuille d'or battu; ce résultat confirme donc bien qu'il s'agit ici de diffraction d'électrons par un cristal unique déformé plastiquement et permet de définir, d'une façon approchée, la valeur de la courbure du cristal.

Il peut paraître étonnant que l'on puisse observer aussi facilement, avec une feuille polycristalline, des diffractions données par un cristal unique. Nous rappelons que ceci est rendu possible grâce à la finesse du pinceau d'électrons utilisé; d'autre part, il convient d'observer que le martelage d'un cristal unique a pour résultat d'augmenter considérablement sa surface. Cette augmentation peut être suffisante pour permettre en de nombreux points de la feuille, l'obtention de diagrammes de cristaux uniques <sup>(1)</sup>.

**Etude des transformations dues au recuit. — Influence de la température.** — On sait que le recuit d'un métal a pour résultat d'atténuer et même de supprimer complètement les effets du travail mécanique. Il était intéressant d'essayer de saisir les transformations amenées par divers recuits d'une feuille d'or battu, au moyen de la diffraction des électrons; en outre, on pouvait espérer obtenir ainsi des cristaux uniques moins déformés que ceux existant dans la feuille non recuite.

Des essais préliminaires ont montré que le recuit de l'alliage *dans l'air* à partir de  $350^\circ$  environ, s'accompagne d'une modification profonde du diagramme; celui-ci se compose alors uniquement d'un grand nombre d'anneaux de Debye-Scherrer qui ne correspondent pas au réseau de l'or. Cette modification peut être attribuée à l'action de l'air (sans doute à une oxydation), car elle ne se produit plus dans le vide.

Il est donc nécessaire d'opérer le recuit à l'abri de l'air; pour cela, la feuille d'or, supportée sur un disque en nickel percé d'un trou de 2 mm., est placée dans un tube en Pyrex relié à un manomètre et à une pompe à huile. Le tube en Pyrex est chauffé au moyen d'un bain de nitrates de potassium et de sodium fondus; la durée de l'opération est de 2 heures. La feuille d'or est alors sortie avec précautions de l'appareil et examinée aux électrons.

<sup>(1)</sup> Les résultats que nous avons trouvés pour l'or ont été confirmés par Kirchner, dans une note <sup>(9)</sup> parue plusieurs mois après notre premier mémoire. (*C. R. Acad. Sciences*, 19 oct. 1931.)

On constate alors, directement sur l'écran fluorescent, une action très nette du recuit à partir de 350°. Au-dessus d'une température voisine de 500° commence la recristallisation proprement dite, c'est-à-dire la formation, aux dépens des gros cristaux orientés, de petits cristaux présentant toutes les orientations possibles. On obtient alors en tous les points de la feuille des diagrammes composés uniquement d'anneaux de Debye-Scherrer.

Les feuilles recuites à des températures comprises entre 350° et 500° peuvent au contraire donner encore des diagrammes de cristaux uniques dans lesquels l'intensité des taches ( $1kl$ ) est très affaiblie ou même nulle (suivant la température) (voir figures  $i$  et  $j$ , Pl. III). Ces diagrammes correspondent au schéma théorique de la figure 6, tandis qu'avant le recuit ils correspondaient au schéma de la figure 5; d'après ce que nous avons dit dans le paragraphe précédent. L'absence des taches ( $1kl$ ) prouve que *le réseau cristallin est beaucoup moins déformé sous l'action du recuit*.

Le recuit des feuilles d'or battu permet donc d'obtenir des diagrammes de cristaux uniques beaucoup plus beaux; en même temps, elle met en évidence l'influence très nette de la déformation des cristaux. L'action du recuit se manifeste également d'une façon analogue, pour les points de la feuille qui donnaient primitivement des anneaux de Debye-Scherrer (1<sup>re</sup> catégorie de diagrammes); ici aussi, elle a pour résultat de supprimer les anneaux d'indices ( $1kl$ ) (<sup>1</sup>).

La netteté de ces phénomènes, observables directement sur l'écran, ouvre de grandes possibilités au point de vue de la métallurgie.

*En résumé*, l'étude des feuilles d'or battu a permis de montrer qu'elles sont constituées, suivant l'endroit examiné par un assemblage de cristaux orientés avec une arête du cube perpendiculaire à leur surface; en certains points, les cristaux sont suffisamment grands pour donner lieu à une diffraction par un cristal unique.

L'étude des divers diagrammes permet de conclure que le mécanisme de la diffraction des électrons est rendu possible par la déformation plastique du métal, que l'on peut apprécier d'une façon approchée. Le recuit peut être suivi aisément, et amène d'abord une amélioration de la structure des cristaux, puis une recristallisation confuse.

Le cas du platine battu va nous permettre d'aller plus loin quant au mécanisme de la diffraction, notamment en ce qui concerne la diffraction par des réseaux à deux et à trois dimensions.

## B. Etude des feuilles de platine battu (<sup>2</sup>).

Les feuilles de platine battu utilisées ont une épaisseur moyenne de l'ordre de 60 m $\mu$ ; dans la première série d'expériences dont nous allons parler, elles étaient placées perpendiculairement à la direction du faisceau d'électrons.

**Diagrammes de cristaux uniques obtenus avec les feuilles de platine.** — La diffraction des électrons par les feuilles de platine battu donne lieu à des diagrammes remarquables; à l'inverse de l'or, on n'obtient jamais des anneaux, mais uniquement des interférences dues à des cristaux uniques, se traduisant par des séries de taches, régulièrement disposées, et d'une grande intensité (voir fig.  $k$  et  $l$ , planche III).

En remarquant que le platine possède, comme l'or, un réseau cubique à faces centrées, et en utilisant les mêmes raisonnements que plus haut, on peut déduire aisément de ces diagrammes que, comme pour l'or, les cristaux de platine sont orientés par le martelage. En remarquant l'analogie du cliché  $l$  avec le cliché  $j$  relatif à l'or, on voit en effet qu'il existe dans la feuille de platine des cristaux orientés de façon à ce que l'arête du cube élémentaire soit perpendiculaire à la surface de la feuille.

Contrairement à l'or qui fournit, même après traitement thermique, des interférences

(<sup>1</sup>) L'étude de feuilles d'argent battu a donné lieu également à des diagrammes de cristaux uniques orientés suivant la direction  $[100]$ , analogues à ceux de l'or battu.

(<sup>2</sup>) Voir J.-J. TRILLAT et Th. V. HIRSCH, *C. R.*, p. 72, 3 janvier 1932.

en forme d'arcs de cercle, le platine ne donne que des taches peu étendues; les plans réfléchissant sont seulement ceux de la zone [100], quand la direction [100] est placée parallèlement au faisceau d'électrons (c'est-à-dire perpendiculairement à la surface de la feuille). D'après ce que nous avons vu plus haut, ceci n'a lieu dans le cas de l'or, que pour des préparations recuites. On en déduit donc que les cristaux composant la feuille de platine sont beaucoup moins courbés que ceux qui composent les feuilles d'or battu; il est cependant nécessaire, étant donnée la dimension des taches de diffraction, qu'il subsiste une légère courbure, qui, dans ce cas, serait de l'ordre de 1° à 2°.

**Existence de deux orientations des cristaux de platine.** — Les feuilles de platine diffèrent encore à un autre point de vue des feuilles d'or. Nous avons trouvé en effet pour l'or une structure simple dans laquelle tous les cristaux étaient orientés avec leur direction [100] (arête du cube) normale à la feuille. C'est ce qui a lieu également pour le platine, comme nous venons de le dire à propos du cliché *l*, pl. III. Mais il existe aussi une autre orientation des cristaux, représentée sur la figure *k*, pl. III : l'étude de ce cliché démontre l'existence d'une orientation avec la direction [110] (diagonale de face) normale à la feuille.

Le platine battu possède donc une structure fibreuse double; lorsqu'on examine les diverses régions d'un film de platine en le déplaçant perpendiculairement au pinceau d'électrons, on voit apparaître brillamment sur l'écran les deux sortes de diagrammes précédents, avec une fréquence à peu près égale.

**Construction théorique du diagramme de diffraction Réseaux polaires.** — Il est intéressant de rechercher ici d'une façon plus précise comment il est possible de construire théoriquement le diagramme de diffraction pour une position donnée du cristal, et inversement, comment l'on peut calculer l'orientation des cristaux à partir du cliché.

La remarque suivante, qui a été justifiée précédemment, nous servira de point de départ.

Lorsque le pinceau d'électrons est parallèle à la direction [*h k l*] du cristal, tous les plans réticulaires de la zone [*h k l*] donnent lieu au phénomène de diffraction. (Nous rappelons que cette conclusion résulte de la petitesse des angles de réflexion pour des électrons rapides, ainsi que de la courbure du cristal).

Nous avons déjà signalé plus haut la construction qui consiste, au moyen d'une projection stéréographique, à disposer les taches de diffraction sur les anneaux de Debye-Scherrer correspondant aux plans de la zone [*h k l*].

Une autre méthode fera mieux comprendre la disposition des taches de diffraction sur un réseau de parallélogrammes, tel que ceux reproduits sur les clichés *k* et *l* pl. III.

Soient  $\sigma_0$  et  $\sigma$  des vecteurs unité représentant les directions du faisceau incident et du faisceau diffracté (fig. 7),  $2\theta$  l'angle de diffraction,  $\rho$  un vecteur contenu dans le plan du diagramme et joignant le point d'impact du faisceau primaire (centre du cliché) à une tache de diffraction,  $D$  la distance cristal — plaque photographique.

On a alors :

$$\rho = \frac{D\sigma}{\cos 2\theta} - D\sigma_0.$$

Comme  $\theta$  est très petit, on peut confondre  $\frac{D\sigma}{\cos 2\theta}$  avec  $D\sigma$  d'où l'on tire :

$$\rho = D(\sigma - \sigma_0).$$

D'après l'équation de Laue, la condition d'interférence sera donnée par :

$$\sigma - \sigma_0 = \lambda f$$

ou  $\lambda$  = longueur d'onde.  $f$  = vecteur du réseau polaire (réseau réciproque) <sup>(1)</sup>, perpendiculaire aux plans réticulaires réflecteurs.

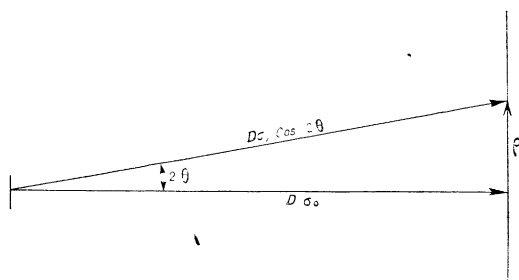


Fig. 7.

Par conséquent, on a :

$$\rho = D\lambda f. \tag{1}$$

Comme, d'après la remarque faite plus haut, les seuls plans réfléchissant sont ceux qui sont parallèles à la direction  $[hkl]$  du réseau cristallin, les vecteurs  $f$  correspondants sont tous normaux à cette direction  $[hkl]$  du réseau cristallin ; en d'autres termes, les vecteurs  $f$  sont tous situés dans le plan  $(hkl)$  du réseau polaire.

*L'image de diffraction obtenue sur le diagramme sera donc géométriquement semblable à la configuration du plan réticulaire  $(hkl)$  du réseau polaire, agrandie suivant le rapport :  $D\lambda/a$ .*

Or le platine possède un réseau cubique à faces centrées de période élémentaire :  $a = 3,91 \text{ \AA}$ . Le réseau polaire correspondant sera un cube centré, de période élémentaire :  $b = 2/a = 0,511 \text{ \AA}$  ; la longueur d'onde équivalant aux électrons de 40 kilovolts étant égale à  $0,060 \text{ \AA}$ , et la distance  $D$  étant, dans notre appareil, de  $29,7 \text{ cm} = 29,7 \cdot 10^8 \text{ \AA}$ , on a, d'après la relation (1) :

$$D\lambda b = 0,91 \cdot 10^8 \text{ \AA} = 9,1 \text{ m/m} = \rho. \tag{2}$$

Dans le plan (100) du réseau polaire agrandi dans le rapport  $D\lambda : a$ , les nœuds se trouvent placés aux sommets d'un carré de  $9,1 \text{ mm}$  de côté (fig. 8) ; dans le plan (110), ils

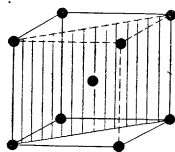


Fig. 8.

se trouvent aux sommets et au centre d'un rectangle ayant pour cotés  $9,1 \text{ mm}$  et  $9,1 \sqrt{2} \text{ mm}$ . Les diagrammes  $k$  et  $l$  (Pl. III) sont en accord quantitatif avec ces résultats.

<sup>(1)</sup> Pour les détails et la définition du réseau polaire, voir Ewald, *Kristalle und Rontgenstrahlen*, Berlin, 1923, et Manguin, *Bull. de la Sté Minéralogie*, t. XLVIII, Janv. Févr. 1926.



**Diffraction des électrons par des réseaux plans (croisés) et par des réseaux à trois dimensions.** — L'aspect tout à fait caractéristique des diagrammes obtenus avec des cristaux de platine peut suggérer l'idée d'une diffraction par des réseaux croisés plans; l'analogie optique est en effet frappante.

Or nous avons interprété tous nos diagrammes en admettant une diffraction par des réseaux à trois dimensions déformés; la comparaison entre les feuilles d'or non recuites et celles de platine montrent en effet, d'une façon très nette, l'influence de la courbure plus ou moins accentuée des cristaux. Nous sommes maintenant en mesure, grâce à l'emploi des cristaux uniques de platine contenus dans une feuille battue, de justifier notre théorie.

Cette question est particulièrement importante au point de vue du mécanisme de la diffraction des électrons. En effet S. Kikuchi (<sup>6</sup>), étudiant des cristaux uniques de mica, et F. Kirchner (<sup>7</sup>) étudiant des films de nitrocellulose, ont obtenu des diagrammes de points qu'ils ont interprété comme provenant de la diffraction par des réseaux croisés. Etant donnée l'analogie de ces diagrammes avec ceux que nous avons observés, il est indispensable de chercher si, dans notre cas, les résultats ne pourraient pas être également interprétés de la même façon.

Bragg et Kirchner (<sup>8</sup>) expliquent de la manière suivante la production d'interférence par des réseaux à deux dimensions : quand un cristal présente l'aspect *d'un feuillet très mince*, seules les deux conditions d'interférence qui se rapportent aux périodes de translation dans le plan du feuillet donnent lieu à des maxima aigus d'intensité. La troisième condition d'interférence, relative à la période d'identité suivant la normale au feuillet, ne donne lieu qu'à des maxima d'intensité larges et diffus à cause du nombre restreint des centres de diffraction suivant cette direction.

C'est pourquoi l'on obtient, dans les limites d'un certain domaine angulaire, un spectre complet de réseau croisé, la troisième condition n'intervenant que pour donner une distribution particulière d'intensité. (Se reporter pour les détails au travail de Bragg et Kirchner (<sup>8</sup>)).

**Etude expérimentale par variation de l'angle d'incidence.** — L'épaisseur des feuilles de platine utilisées étant de l'ordre de 60 m  $\mu$ , comporte par conséquent environ 150 couches de cellules élémentaires; la condition essentielle donnée par Bragg et Kirchner (feuillet très mince) ne semble donc pas réalisée ici.

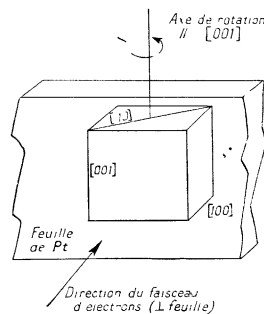


Fig. 9. — Première disposition du cristal dans l'expérience de rotation.

Malgré cela, nous avons cherché à déterminer expérimentalement à quel genre de diffraction on avait à affaire ici, ce problème présentant en effet une assez grande importance. Dans ce but nous avons pris des séries de clichés en faisant varier l'angle d'incidence entre la feuille de platine et la direction du pinceau d'électrons; dans ces expériences, la feuille tournait toujours autour d'un axe normal au pinceau électronique.

Le procédé expérimental est le suivant : l'appareil étant en marche, on cherche avant tout, en déplaçant la feuille de Pt perpendiculairement au faisceau d'électrons, à trouver un cristal orienté de façon à avoir une direction  $[100]$  (arête du cube) normale à la feuille et une direction  $[001]$  (autre arête du cube) parallèle à l'axe de rotation du rodage supportant la préparation (fig. 9); le diagramme est alors celui de la figure 9, pl. IV. Dans ces conditions, la rotation du film de platine se fait autour d'une direction parallèle à l'arête du cube (fig. 9), et c'est bien toujours le même cristal qui se trouve frappé par le pinceau d'électrons au cours de la rotation.

Nous allons maintenant envisager les deux possibilités de diffraction, soit par un réseau plan croisé, soit par un réseau à trois dimensions, et chercher à déterminer théoriquement quels seraient les diagrammes auxquels on devrait s'attendre dans les deux cas.

a) *Diffraction fournie par un réseau à trois dimensions.*

Les positions les plus intéressantes sont, en premier lieu, celles pour lesquelles une rangée du réseau cristallin est parallèle à la direction du faisceau d'électrons. Ces positions sont représentées plus loin dans le tableau II (page 202), dans lequel  $\alpha$  est l'angle dont a tourné la feuille à partir de sa position primitive (normale au pinceau électronique).

La feuille ayant par exemple tourné de  $45^\circ$  par rapport à la position primitive, la direction  $[110]$  ou diagonale de face va se trouver parallèle au pinceau d'électrons primaires. Comme on l'a vu plus haut, le diagramme de diffraction est géométriquement semblable au plan  $(110)$  du réseau polaire; ce plan sera alors normal au faisceau d'électrons. La figure 10 représente une section du réseau polaire perpendiculairement à l'axe de rotation; les images de diffraction représenteront les configurations atomiques des plans normaux à la figure, dont la trace est IA, IB, IC, ID.

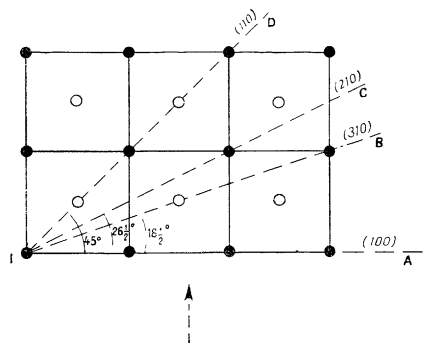


Fig. 10. — Section du réseau réciproque perpendiculairement à l'axe de rotation. Les points noirs (nœuds des cubes) sont situés dans le plan de la figure, les cercles (centres des cubes) sont situés au-dessus du plan de la figure à une distance  $a/2$  ( $a$  = arête du cube). Les lignes pointillées sont les traces des plans qui sont successivement amenés par rotation dans une position normale au faisceau d'électrons. La feuille de platine est perpendiculaire au plan de la figure et parallèle au plan  $(100)$ . La flèche représente la direction des électrons.

La figure 11 (partie supérieure) fournit les diagrammes théoriques de diffraction pour les divers angles envisagés dans le tableau II.

b) *Interférences données par un réseau à deux dimensions.*

Les atomes du plan  $(100)$  du réseau cristallin, parallèle à la surface de la feuille, forment un réseau carré centré. Etant donnée la petitesse de l'angle de diffraction, le dia-

gramme correspondant à  $\alpha = 0$  sera également un réseau carré centré. Pour un angle *quelconque* d'inclinaison  $\alpha$ , la figure de diffraction se transformera en un réseau rectangulaire centré, les cotés du rectangle étant dans le rapport :

$$1 : \frac{1}{\cos \alpha}.$$

TABLEAU II.

(Direction  $[100]$  normale à la feuille; direction  $[001]$  parallèle à l'axe de rotation.)

FAISCEAU D'ÉLECTRONS PARALLÈLE À LA DIRECTION SUIVANTE :	$\text{tg } \alpha$	$\alpha$	$\frac{1}{\cos \alpha}$
$[100]$	0	0	1
$[310]$	$\frac{1}{3}$	$18^\circ \frac{1}{2}$	$\frac{1}{3} \sqrt{10} = 1,05$
$[240]$	$\frac{1}{2}$	$26^\circ \frac{1}{2}$	$\frac{1}{2} \sqrt{5} = 1,12$
$[110]$	1	$45^\circ$	$\sqrt{2} = 1,41$

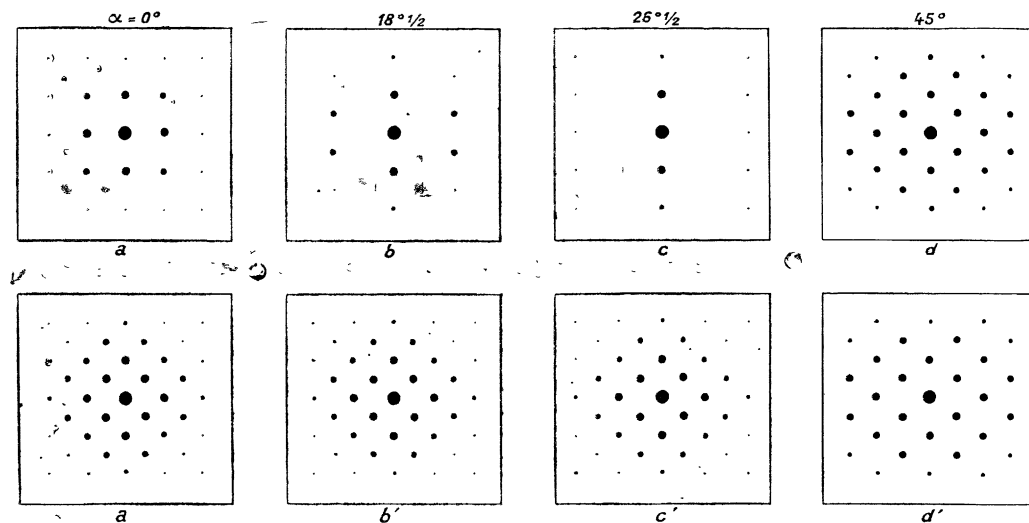


Fig. 11. — Diagrammes schématiques d'un cristal unique de platine pour divers angles  $\alpha$  de rotation à partir de la position normale. Dans la position normale, le faisceau d'électrons est parallèle à la direction  $[100]$  du cristal et perpendiculaire au plan de la feuille de Pt. battu.

En haut : Diffraction par un réseau à trois dimensions.

En bas : Diffraction par un réseau à deux dimensions; plan  $(100)$  du cristal parallèle au plan de la feuille de Pt. battu.)

Le tableau II qui donne les valeurs de  $\alpha$ , permet par suite de tracer les figures de diffraction correspondant aux diverses valeurs de  $\alpha$  envisagées (fig. 11) (partie inférieure).

La figure 11 montre immédiatement la différence entre les diagrammes donnés théoriquement par des réseaux à deux ou à trois dimensions; on voit que pour les seconds, un nombre important des taches a disparu.

Les résultats expérimentaux montrent un accord parfait avec les diagrammes théoriques donnés par des réseaux à trois dimensions (comparer avec les figures o, p, q, r, Pl. IV; la direction de l'axe de rotation est indiquée par une flèche).

D'autres essais ont également entièrement confirmé cette conclusion. En prenant cette fois un cristal orienté toujours avec l'arrête [100] du cube perpendiculaire à la surface de la feuille, mais avec la direction [011] (diagonale de face) placée suivant l'axe de rotation (fig. 12), on obtient les diagrammes l, m, n, de la Planche III, qui coïncident également exactement avec les diagrammes que l'on peut trouver théoriquement dans ce cas.

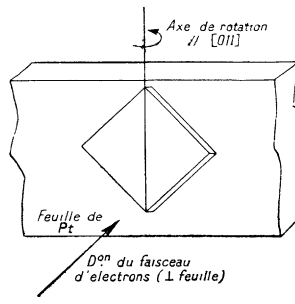


Fig. 12. — Deuxième disposition du cristal dans l'expérience de rotation.

Dans toutes ces expériences, les images de diffraction apparaissent brillamment sur l'écran lorsque l'angle  $\alpha$  a la valeur théorique prévue, et s'éteignent dès que cet angle est dépassé.

**Conclusion.** — En résumé, on peut affirmer que nos résultats sont en désaccord avec une diffraction électronique par des réseaux croisés, mais s'accordent au contraire quantitativement avec un processus d'interférence donné par des réseaux à trois dimensions déformés plastiquement; tous les diagrammes, obtenus dans les conditions les plus variées, ont toujours confirmé cette conclusion.

Les clichés de diffraction donnés par cette méthode réunissent en même temps les avantages de la méthode de Laue, où le cristal est immobile, et celle de Debye-Scherrer, où l'on utilise un rayonnement monochromatique. Chaque diagramme reproduit directement un plan du réseau polaire, qui pourra désormais être construit à l'aide d'un certain nombre de photographies correspondant à des positions différentes du cristal. La méthode paraît aussi devoir donner des renseignements intéressants relativement à l'interprétation de structures inconnues.

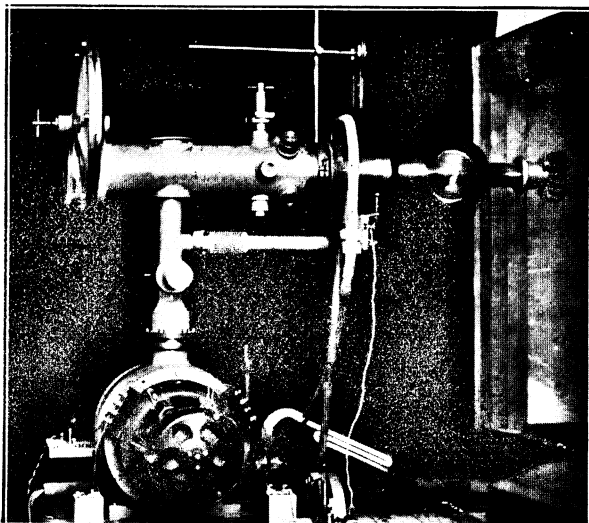
Nous remercions pour terminer M. de Broglie pour l'intérêt constant qu'il a bien voulu porter à nos recherches, ainsi que la Caisse des Recherches scientifiques et la Fondation Rothschild qui nous ont accordé des subventions pour la réalisation de l'appareil.

(Laboratoire de Physique des rayons X) (M. de Broglie).

## BIBLIOGRAPHIE

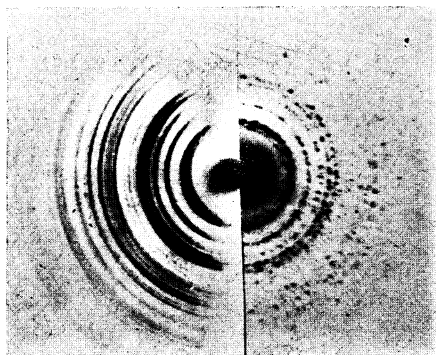
- (1) J. THIBAUD, J.-J. TRILLAT, Th. v. HIRSCH. Recherches sur la polarisation d'un faisceau d'électrons. *C. R. Acad. Sc.*, t. 194, p. 1223, 11 avril 1932.
  - (2) PONTÉ, *Annales de Physique*, **13** (1930), 395.
  - (3) C. MÜLLER, Herstellung und Eigenschaften dünner Metallfolien, *Metall-Wirtschaft*, H. 16, avril (1928).
  - (4) K. WEISSENBURG, Statistische Anisotropie in kristallinen Medien und ihre röntgenographische Bestimmung, *Ann. d. Physik*, **69** (1922), 409.
  - (5) Au sujet des déformations plastiques de cristaux uniques, voir : H. MARK, M. POLANYI, E. SCHMIDT, *Z. f. Physik*, **12** (1922), 58 ; H. MARK et POLANYI, *Ibid.*, **13** (1923), 75 ; **22** (1924), 200 ; M. POLANYI et E. SCHMIDT, *Z. f. techn. Physik*, **5** (1924), 580 ; M. POLANYI, *Z. f. Krist.*, **61** (1925), 49 ; *Naturwiss.*, **16** (1928), 285.
  - (6) S. KIKUCHI, *Proc. Imp. Acad.*, **4** (1928), 271, 354, 471 et *Jap. Journ. Phys.*, **5** (1928), 83.
  - (7) F. KIRCHNER, *Ann. der Physik*, **11** (1931), 741.
  - (8) W.-L. BRAGG et F. KIRCHNER, *Nature*, **127** (1931), 738.
  - (9) KIRCHNER, *Naturwiss.*, **47** (1932), p. 123.
  - (10) J.-J. TRILLAT et Th. v. HIRSCH, *C. R.*, t. 193 (1931), p. 649 ; *Ibid.*, t. 194 (1932), p. 72.
- 
-



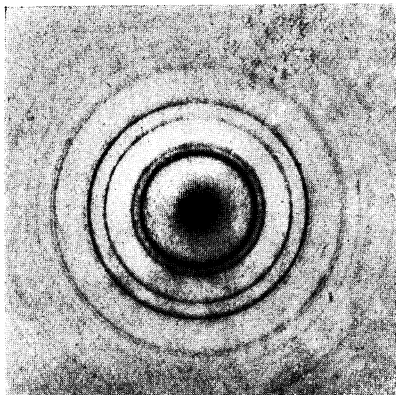


a) Appareil pour la diffraction des électrons (montage avec cathode incandescente).

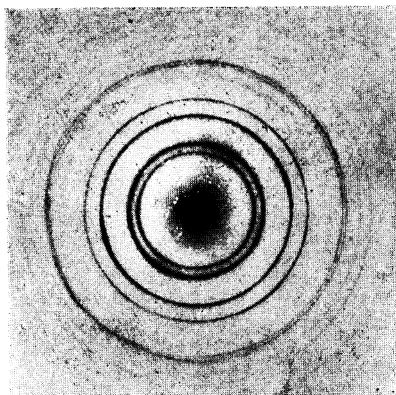
La caisse en plomb qui entoure la partie cathodique a été reculée de façon à laisser voir celle-ci. En bas et à droite de la pompe, on aperçoit le tube capillaire servant de rentrée d'air lorsque l'appareil fonctionne comme tube à gaz (voir figure 1).



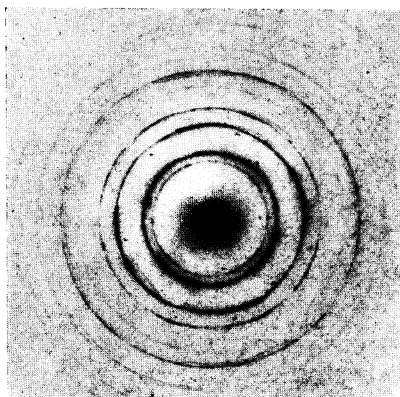
b) Diagrammes de  $ZnO$  obtenus avec un collimateur de  $2/10$  mm (à gauche) et de moins de  $1/10$  mm de diamètre (à droite).



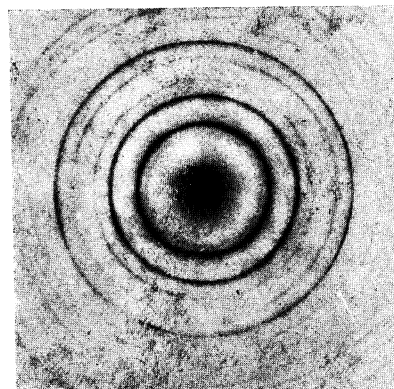
c) Feuille d'or électrolytique  
(nombreux petits cristaux disposés au hasard).



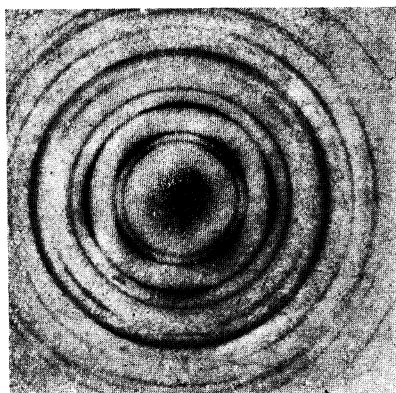
d) Feuille d'or battu.  
Structure fibreuse imparfaite.



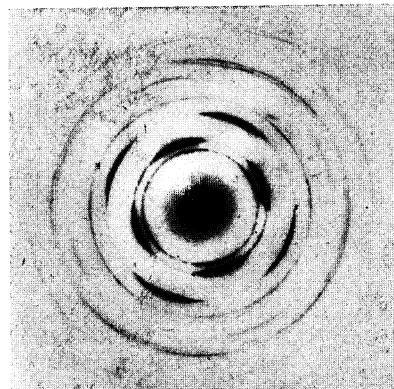
e) Feuille d'or battu.  
Structure fibreuse imparfaite.



f) Feuille d'or battu, recuite deux heures à 510°  
Structure fibreuse parfaite.



g) Feuille d'or battu.  
Cristal unique déformé plastiquement.  
Direction [100] // faisceau d'électrons.



h) Feuille d'or battu.  
Cristal unique déformé plastiquement.  
Direction [100] // faisceau d'électrons.

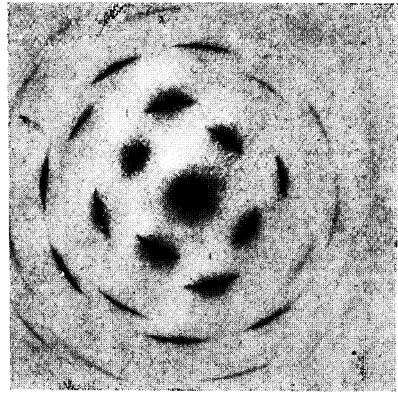
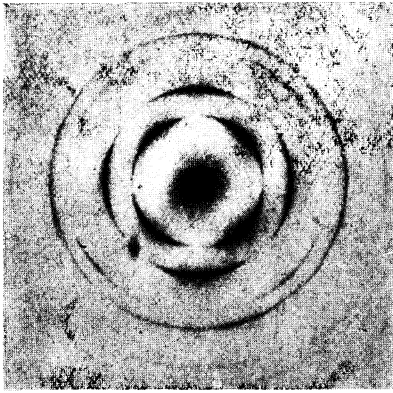






**Or battu recuit.**

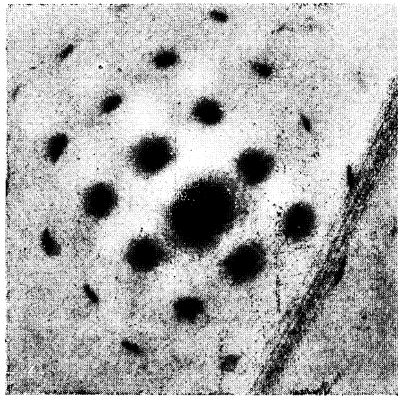
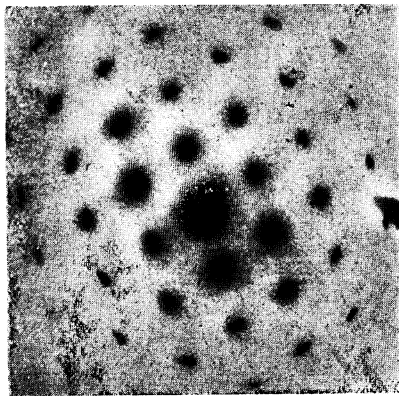
*Le recuit diminue la courbure du réseau cristallin.*



i) Feuille d'or battu recuite deux heures à 310°. Cristal unique,  $[100]$  // faisceau d'électrons.

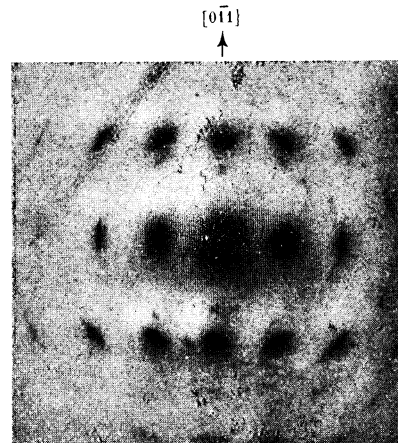
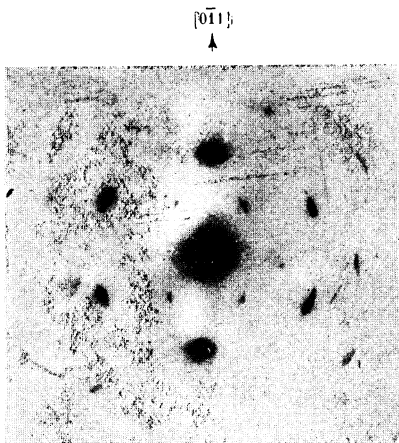
j) Feuille d'or battu recuite deux heures à 420°. Cristal unique,  $[100]$  // faisceau d'électrons.

**Platine battu.**



k) Platine, cristal unique. Feuille  $\perp$  faisceau d'électrons  $[1\bar{1}0]$  // faisceau d'électrons.

l) Platine, cristal unique. Feuille  $\perp$  faisceau d'électrons  $[100]$  // faisceau d'électrons.



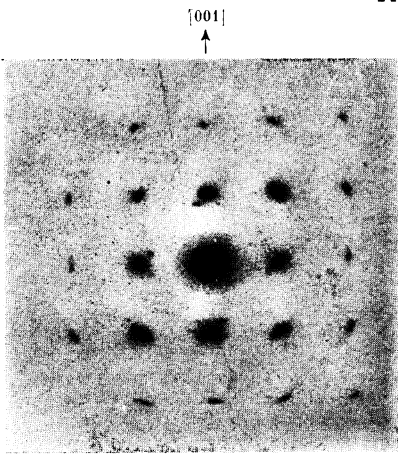
m) Platine, cristal unique. Feuille tournée de  $19^{\circ} 1/2$   $[411]$  // faisceau d'électrons.

n) Platine, cristal unique. Feuille tournée de  $35^{\circ} 1/4$   $[211]$  // faisceau d'électrons.

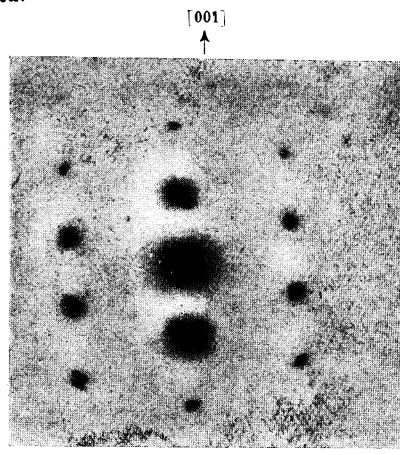
JOURNAL DE PHYSIQUE

PLANCHE IV.

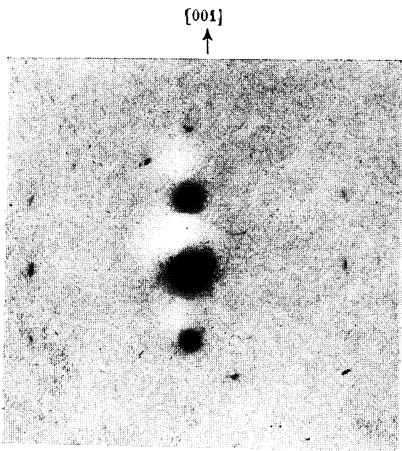
Platine battu.



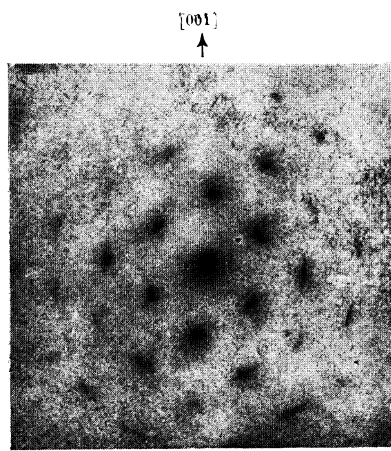
o) Platine, cristal unique. Feuille  $\perp$  faisceau d'électrons  $[100]$  // faisceau d'électrons.



p) Platine, cristal unique. Feuille tournée de  $18^{\circ} 1/2$   $[310]$  // faisceau d'électrons.



q) Platine, cristal unique. Feuille tournée de  $26^{\circ} 1/2$   $[210]$  // faisceau d'électrons.



r) Platine, cristal unique. Feuille tournée de  $45^{\circ}$   $[110]$  // faisceau d'électrons.