

Conditions d'utilisation des contenus du Conservatoire numérique

1- Le Conservatoire numérique communément appelé le Cnum constitue une base de données, produite par le Conservatoire national des arts et métiers et protégée au sens des articles L341-1 et suivants du code de la propriété intellectuelle. La conception graphique du présent site a été réalisée par Eclydre (www.eclydre.fr).

2- Les contenus accessibles sur le site du Cnum sont majoritairement des reproductions numériques d'œuvres tombées dans le domaine public, provenant des collections patrimoniales imprimées du Cnam.

Leur réutilisation s'inscrit dans le cadre de la loi n° 78-753 du 17 juillet 1978 :

- la réutilisation non commerciale de ces contenus est libre et gratuite dans le respect de la législation en vigueur ; la mention de source doit être maintenue ([Cnum - Conservatoire numérique des Arts et Métiers - https://cnum.cnam.fr](https://cnum.cnam.fr))
- la réutilisation commerciale de ces contenus doit faire l'objet d'une licence. Est entendue par réutilisation commerciale la revente de contenus sous forme de produits élaborés ou de fourniture de service.

3- Certains documents sont soumis à un régime de réutilisation particulier :

- les reproductions de documents protégés par le droit d'auteur, uniquement consultables dans l'enceinte de la bibliothèque centrale du Cnam. Ces reproductions ne peuvent être réutilisées, sauf dans le cadre de la copie privée, sans l'autorisation préalable du titulaire des droits.

4- Pour obtenir la reproduction numérique d'un document du Cnum en haute définition, contacter [cnum\(at\)cnam.fr](mailto:cnum(at)cnam.fr)

5- L'utilisateur s'engage à respecter les présentes conditions d'utilisation ainsi que la législation en vigueur. En cas de non respect de ces dispositions, il est notamment possible d'une amende prévue par la loi du 17 juillet 1978.

6- Les présentes conditions d'utilisation des contenus du Cnum sont régies par la loi française. En cas de réutilisation prévue dans un autre pays, il appartient à chaque utilisateur de vérifier la conformité de son projet avec le droit de ce pays.

NOTICE BIBLIOGRAPHIQUE

NOTICE DE LA REVUE	
Auteur(s) ou collectivité(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Auteur(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 193.-195.
Nombre de volumes	125
Cote	CNAM-BIB P 1329-B et P 1329-C
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Note	La collection comporte des lacunes : n°24; n°58; n°63; n°67; n°76-n°77
Notice complète	https://www.sudoc.abes.fr/cbs//DB=2.1/SET=17/TTL=3/REL ?PPN=261820893&RELTYPE=NT
Permalien	https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B_P1329-C
LISTE DES VOLUMES	
	N°25 (1936)
	N°26 (1937)
	N°27 (1937)
	N°28 (1937)
	N°29 (1938)
	N°30 (1939)
	N°31 (1936)
	N°32 (1938)
	N°33 (1938)
	N°34 (1938)
	N°35 (1938)
	N°36 (1938)
	N°37 (1938)
	N°38 (1938)
	N°39 (1938)
	N°40 (1939)
	N°41 (1939)
	N°42 (1939)
	N°43 (1939)
	N°44 (1939)
	N°45 (1938)
	N°46 (1940)
	N°47 (1940)
	N°48 (1940)
	N°49 (1940)
	N°50 (1940)
	N°51 (1941)
	N°52 (1941)
	N°53 (1941)
	N°54 (1941)
	N°55 (1942)
	N°56 (1942)
	N°57 (1942)
	N°59 (1942)

	N°60 (1941)
	N°61 (1942)
	N°62 (1943)
	N°64 (1943)
	N°65 (1943)
	N°66 (1943)
	N°68 (1943)
	N°69 (1943)
	N°70 (1943)
	N°71 (1943)
	N°72 (1944)
	N°73 (1943)
	N°74 (1944)
	N°75 (1944)
	N°78 (1944)
	N°79 (1944)
	N°80 (1944)
	N°81 (1944)
	N°82 (1944)
	N°83 (1944)
	N°84 (1944)
	N°85 (1944)
	N°86 (1945)
	N°87 (1945)
	N°88 (1945)
	N°89 (1945)
	N°90 (1945)
	N°91 (1945)
	N°92 (1945)
	N°93 (1945)
	N°94 (1945)
	N°95 (1946)
	N°96 (1946)
	N°97 (1946)
	N°98 (1944)
	N°99 (1945)
	N°100 (1945)
	N°101 (1946)
VOLUME TÉLÉCHARGÉ	N°102 (1946)
	N°103 (1946)
	N°104 (1946)
	N°105 (1946)
	N°106 (1946)
	N°107 (1947)
	N°108 (1947)
	N°109 (1947)
	N°110 et 111 (1947)
	N° 112 (1947)
	N° 113 (1947)
	N° 114 (1947)
	N° 115 (1947)
	N° 116 (1947)
	N° 117 (1947)
	N° 118 (1948)
	N° 119 (1948)
	N° 120 (1948)
	N° 121 (1948)
	N° 122 (1947)

	N° 123 (1948)
	N° 124 (1948)
	N° 125 (1948)
	N° 126 (1948)
	N° 127 (1948)
	N° 128 (1948)
	N° 129 (1948)
	N° 130 (1949)
	N° 131 (1949)
	N° 132 (1949)
	N° 133 (1948)
	N° 134 (1949)
	N° 135 (1948)
	N° 136 (1949)
	N° 137 (1950)
	N° 138 (1950)
	N° 139 (1950)
	N° 140 (1950)
	N° 141 (1950)
	N° 142 (1948)
	N° 143 (1950)
	N° 144 (1950)
	N° 145 (1951)
	N° 146 (1951)
	N° 147 (1951)
	N° 148 (1951)
	N° 149 (1951)
	N° 150 (1951)
	N° 151 (1951)
	N° 152 (1951)
	N° 153 (1952)
	N° 154 (1952)
	N° 155 (1952)

NOTICE DU VOLUME TÉLÉCHARGÉ	
Auteur(s) volume	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Volume	N°102 (1946)
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 1946
Collation	1 vol. (p. [183-200]- IV p. de pl.) : ill. ; 27 cm
Nombre de vues	28
Cote	CNAM-BIB P 1329-C (18)
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Thématique(s)	Histoire du Cnam
Typologie	Revue
Langue	Anglais Français
Date de mise en ligne	10/04/2025
Date de génération du PDF	07/02/2026
Recherche plein texte	Disponible
Notice complète	https://www.sudoc.fr/039014541
Permalien	https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-C.18

Note de présentation du

...

§. Nu. 107

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
LABORATOIRE D'ESSAIS



BULLETIN
DU
LABORATOIRE D'ESSAIS
1946 - N° 18 ET 19

PUBLICATION N° 102

(Voir le sommaire au verso)

SOMMAIRE

- R. ZOUCKERMANN — Etude des surfaces par diffraction des électrons rapides.
- L. LE BLAN — Possibilité de comparer les flux lumineux non modulés.
- J. GILLOD — Essai de dosage du vanadium dans les aciers.
- E. PEILLON ET G. PELLEGRIN — Dispositif d'enregistrement pour les essais de résilience au Mouton-Pendule.

—BULLETIN DU LABORATOIRE D'ESSAIS—

DU CONSERVATOIRE NATIONAL DES ARTS & MÉTIERS

ÉTUDES DES SURFACES PAR DIFFRACTION DES ÉLECTRONS RAPIDES

E. 62

SOMMAIRE :

CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITÉS

1. Diffraction des électrons rapides. — 2. Différences entre la diffraction des électrons et celle des rayons X. — 3. Diffraction par une file réticulaire unique. — 4. Diffraction par un plan réticulaire unique. — 5. Diffraction par un réseau à trois dimensions. — 6. Réflexions de BRAGG. — 7. Réseau réciproque. — 8. Plans réticulaires et réseau réciproque.

CHAPITRE 2 : DIAGRAMMES PAR TRANSMISSION.

9. Lames très minces monocristallines. — 10. Lignes de KIKUCHI. — 11. Diagrammes par rotation. — 12. Diagrammes par transmission d'un échantillon polycristallin - Les anneaux DEBYE-SCHERRER et le réseau réciproque - Anneaux « supplémentaires ».

CHAPITRE 3 : DIAGRAMMES PAR RÉFLEXION.

13. Réflexion sur un cristal unique : « vraies » et « fausses » réflexions. — 14. Réfraction. — 15. Diagrammes par rotation. — 16. Réflexion sur une surface polycristalline. — 17. Diffractions multiples : théorie dynamique.

CHAPITRE 4 : APPLICATIONS.

18. Taille des cristaux et dimensions réticulaires. — 19. Feuilles métalliques minces. — 20. Films obtenus par évaporation ou par projection cathodique. — 21. Dépôts électrolytiques. — 22. Oxydation d'une surface cristalline. — 23. Huiles et graisses. Lubrification. — 24. Structure d'une surface polie. — 25. Le graphite et la lubrification. — 26. Catalyse. — 27. Autres applications.

APPENDICE

note sur la structure des cristaux. — Bibliographie sommaire.

CHAPITRE PREMIER.

GÉNÉRALITÉS

I. — Diffraction des électrons rapides

En 1924, Louis de BROGLIE montra comment, à toute particule en mouvement, on pouvait associer une onde dont la propagation décrivait complètement le mouvement. La longueur de cette onde devait être :

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

(h , constante de PLANCK, m et v masse et vitesse de la particule). Si un électron acquiert sa vitesse en subissant une chute de potentiel E , on trouve approximativement :

$$\lambda = \sqrt{\frac{150}{E}}$$

λ étant exprimé en angströms et E en volts. En introduisant la correction de relativité, on trouve

$$\lambda = \sqrt{\frac{149.9}{E}} \left(1 - 491 \cdot 10^{-9} E \right)$$

Avec des électrons de 30.000 volts, on trouve $\lambda = 0.0696$; la correction de relativité atteint 1 %.

Dès 1925, ELSASSER proposait de vérifier la théorie de de BROGLIE au moyen de la diffraction des électrons par un cristal. En 1928, A. REID et G.-P. THOMSON obtinrent les premiers diagrammes photographiques. L'expérience est tellement simple qu'on peut facilement imaginer

$$1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ cm} = 10^{-4} \mu.$$

qu'elle ait précédé toute théorie. La figure 1 en décrit le principe et la figure 2 représente un appareil moderne de diffraction électronique : lorsqu'un étroit faisceau d'électrons traverse une feuille très mince (de 100 à 500 angströms), on obtient un diagramme formé, soit de taches isolées, si l'échantillon est monocristallin (mica, fig. 3), soit d'anneaux, si l'échantillon est polycristallin (or, fig. 4). Ce qui est frappant, c'est que, tandis qu'avec un cristal unique on n'obtient de diagramme de rayons X que pour des orientations relatives bien déterminées du cristal et du faisceau, une telle restriction n'existe pratiquement pas en diffraction électronique.

Notons que le faisceau ne modifie pas l'échantillon étudié; FINCH a obtenu le diagramme d'une substance dont le point de fusion était inférieur à 50°.

II. — Différences entre la diffraction des électrons et celle des rayons X

1° Longueur d'onde. — Pour obtenir des électrons d'une longueur d'onde égale par exemple à celle de la radiation $K\alpha$ du cuivre (1,5 Å), il faudrait une chute de tension de 63 volts. Or, des électrons aussi lents

Pour certaines figures, voir les planches intercalaires.

n'impressionnent pas la plaque. De plus, ils sont fortement absorbés. Les expériences effectuées avec des électrons lents enregistrés électrométriquement ont donné des résultats peu fidèles, décevants. Au contraire, on obtient

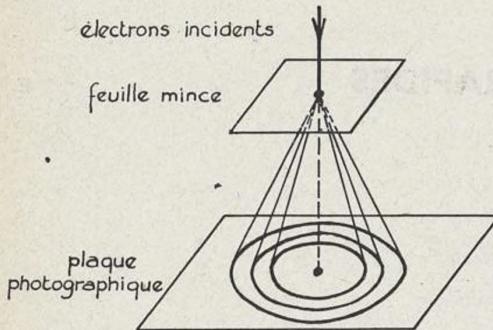


Fig. 1. — Principe de la diffraction des électrons.

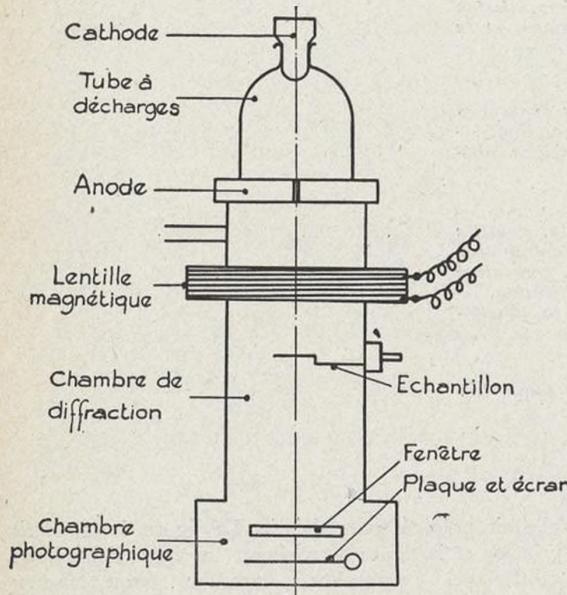


Fig. 2. — Installation de diffraction électronique (appareil de FINCH).

des résultats excellents avec des électrons de quelques dizaines de milliers de volts. Mais la longueur d'onde n'est plus que de quelques centième d'angströms, c'est-à-dire bien plus petite que les distances entre ions ou atomes.

2^o *Pénétration.* — Le libre parcours d'un électron de 40.000 volts dans un solide avant ionisation est de l'ordre de 400 Å. La diffraction des électrons n'intéresse donc qu'une très mince pellicule.

3^o *Le rendement de la diffusion* est environ dix fois plus grand que pour les rayons X, ce qu'on s'explique facilement, puisque les électrons sont fortement déviés par les noyaux.

4^o Tandis que dans un tube à rayons X, environ 0,005 % seulement de l'énergie dépensée dans le tube apparaît sous forme de rayons X, on recueille facilement, dans la chambre à diffraction, 2 % du courant émis par la cathode.

Ces deux dernières remarques expliquent que les diagramme de diffraction électronique soient à ce point

brillants qu'on puisse les observer directement sur un écran fluorescent ou les photographier avec des poses de l'ordre d'une seconde.

5^o Signalons enfin que, pour d'aussi petites longueurs d'onde, la longueur de cohérence est de l'ordre de 150 Å.

III. — Diffraction par une file réticulaire unique

Il est commode de considérer d'abord le cas d'une simple file d'ions équidistants de a . Si les rayons incidents et les rayons diffractés font respectivement avec F les angles α_0 et α , la différence de marche est (fig. 5) :

$$\delta = a(\cos \alpha_0 - \cos \alpha)$$

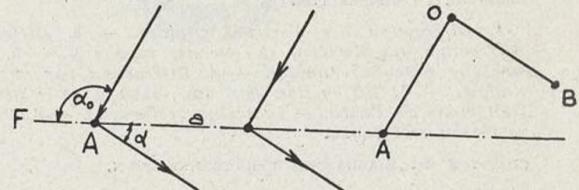


Fig. 5

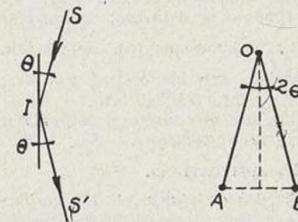


Fig. 5 bis

Les directions des maxima sont donc données par :

$$\cos \alpha = \cos \alpha_0 - K \frac{\lambda}{a}$$

Elles forment donc les génératrices d'une série de cônes d'axe F et d'angles α . Dans le cas de la diffraction électronique, λ/a est très petit (pour 60.000 volts, on a $\lambda = 0,05$ Å, et pour $a = 2,5$ Å, on a $\lambda/a = 0,02$). Les déviations sont donc très petites, de l'ordre de quelques degrés, et la plaque, qu'on dispose toujours normalement au faisceau incident, doit être placée à plusieurs décimètres du cristal.

On sait que l'intensité du faisceau diffracté par une file de N nœuds consécutifs est proportionnelle à

$$(1) \quad I = \frac{\sin^2 N \Phi/2}{\sin^2 \Phi/2}$$

avec

$$\Phi = 2 \pi \frac{\delta}{\lambda}$$

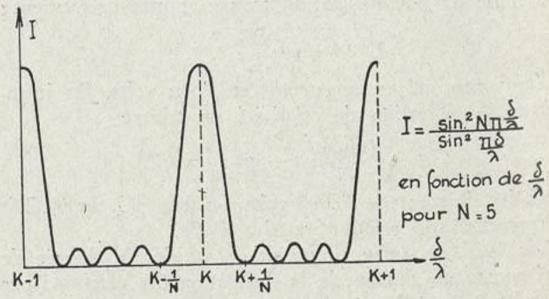


Fig. 6

Cette fonction est représentée par la fig. 6. Les maxima ont lieu pour $\delta = K \lambda$ et les minima pour $\delta = K' \lambda$ (K et K' entiers quelconques). La largeur angulaire d'un maxima, considérée comme limitée par les deux minima

voisins, correspond à une variation de δ/λ de $(K-1/N)$ à $(K+1/N)$, soit :

$$\Delta \delta = \frac{2\lambda}{N} = a \sin \alpha_0 \Delta \alpha$$

d'où, pour cette largeur angulaire :

$$(2) \quad \Delta \alpha = \frac{2\lambda}{N a \sin \alpha_0}$$

Nous utiliserons les deux cas particuliers suivants :

1° F presque normal au faisceau (fig. 7) : les cônes maxima, très ouverts, coupent alors la plaque suivant

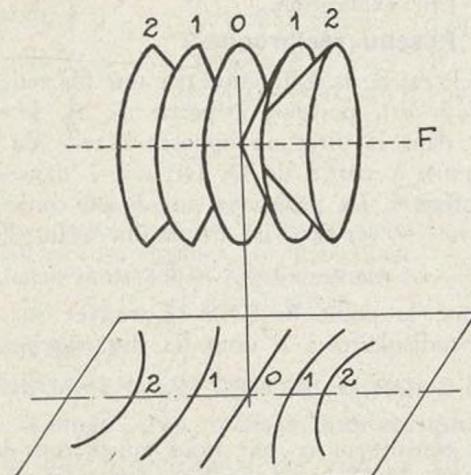


Fig. 7. — Diffraction par une file F perpendiculaire aux électrons incidents. Cônes maxima et leurs traces sur la plaque.

des hyperboles très tendues, pratiquement des droites perpendiculaires à F , équidistantes de

$$(3) \quad OP = \frac{\lambda D}{a \sin \alpha_0}$$

D étant la distance du cristal à la plaque. L'« épaisseur » de ces maxima est, d'après la formule (4) :

$$(4) \quad \Delta = \frac{2\lambda D}{N a \sin \alpha_0}$$

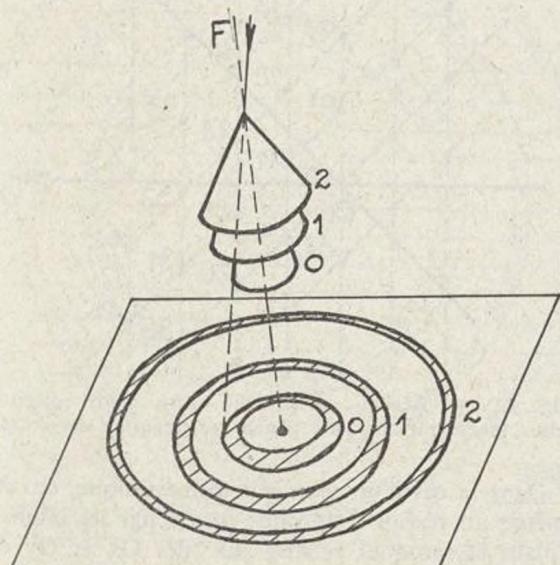


Fig. 8. — Diffraction par une file F faisant un angle faible avec le faisceau incident. Cônes maxima et leurs intersections avec la plaque.

2° F est presque dans la direction du faisceau (α_0 très petit) (fig. 8). En écrivant

$$\cos \alpha_0 - \cos \alpha = \frac{\alpha_0^2 - \alpha^2}{2}$$

on trouve facilement que les cônes maxima coupent maintenant la plaque à peu près suivant des cercles dont

le centre est sur le prolongement de F , le prolongement du faisceau incident passant lui-même par le cercle d'ordre 0. Les rayons de ces cercles maxima sont donnés par :

$$(5) \quad R^2_K = R^2_0 + 2K \frac{\lambda}{a} D^2$$

et leur « épaisseur » par :

$$(6) \quad \Delta R_K = \frac{2\lambda D^2}{N a R_K}$$

Lorsque $\alpha_0 = 0$, le cercle d'ordre 0 se réduit au centre, mais son épaisseur correspond à

$$\Delta \delta = \frac{a \alpha^2}{2} = \frac{\lambda}{N}$$

c'est-à-dire à un rayon :

$$(7) \quad \Delta R_0 = D \sqrt{\frac{2\lambda}{N a}}$$

IV. — Diffraction par un plan réticulaire unique

Supposons que le faisceau cathodique tombe normalement sur une formation cristalline plane composée d'une unique couche d'ions, définie par deux files réticulaires Ax et Ay (fig. 9) faisant, par exemple, un angle de 60° , comme c'est le cas pour le mica (système hexagonal).

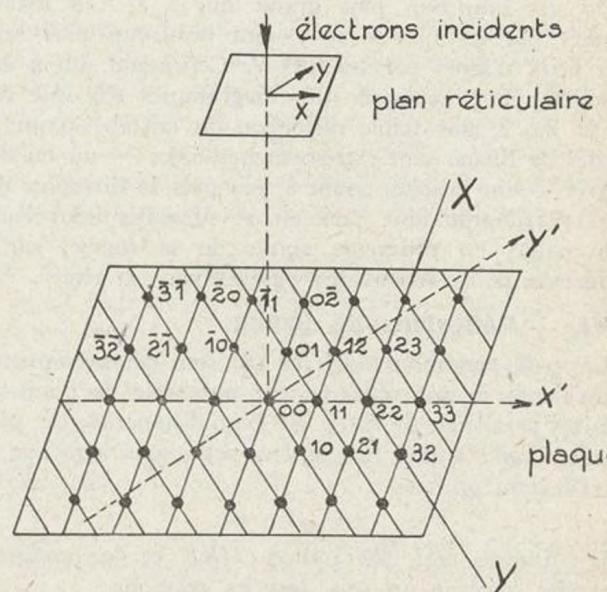


Fig. 9. — Diffraction par un flux réticulaire xy . Lignes x et y perpendiculaires à xy . Taches de diffraction aux intersections des lignes x et y . Sur la plaque on a dessiné x' , y' , parallèles à x , y .

Les cônes qui correspondent aux maxima de diffraction par les files x et par les files y coupent respectivement la plaque suivant les lignes X perpendiculaires à x et Y perpendiculaires à y . Le diagramme sera donc formé de taches situées à l'intersection de ces lignes X et Y . C'est un diagramme de ce genre qu'on obtient effectivement lorsqu'on observe une source lointaine à travers un tissu fin. Si mince soit-elle, on ne saurait assimiler une feuille de mica à un plan réticulaire, et cependant c'est bien un diagramme de plan réticulaire qu'on obtient (fig. 3). Nous en verrons bientôt la raison.

V. — Diffraction par un réseau à trois dimensions

Imaginons maintenant des plans réticulaires empilés les uns sur les autres et soit c leur équidistance comptée suivant la direction z du faisceau, que nous supposerons normale à x et y . La direction (α, β, γ) d'un maximum devra alors vérifier les trois conditions de LAUE :

$$(8) \quad \begin{aligned} a(\cos \alpha_0 - \cos \alpha) &= H \lambda \\ b(\cos \beta_0 - \cos \beta) &= K \lambda \\ c(\cos \lambda_0 - \cos \lambda) &= L \lambda. \end{aligned}$$

Les deux premières déterminent les deux séries de cônes d'axes x et y qui forment sur la plaque le diagramme de la fig. 9. La troisième détermine une série de cônes d'axe z qui coupent la plaque suivant les circonférences Z de la fig. 8. Les maxima seront les points communs aux lignes X , Y et Z . Cela n'est possible, si ces lignes sont fines, que pour certaines orientations relatives du cristal et du faisceau. Mais, dans le cas des diagrammes électroniques par transmission, seuls les cristaux très minces dans la direction Z pourront être traversés. La file z , qui comporte un petit nombre de nœuds et qui se trouve dans la direction du faisceau, aura donc un faible pouvoir séparateur. En particulier, le cercle central, d'après la formule 7, aura un diamètre

$$D\sqrt{8\lambda/Na}.$$

Na est à peu près l'épaisseur du cristal. Il est facile de voir que ce diamètre peut atteindre les dimensions de la plaque : on obtient alors pratiquement le diagramme d'un simple plan réticulaire (fig. 3). Ce phénomène s'explique encore très clairement par l'examen des formules 3 et 7 : comme λ/α est beaucoup plus petit que I , $\sqrt{\lambda/\alpha}$ est beaucoup plus grand que λ/z . Les maxima donnés par les files x et y sont beaucoup plus serrés que ceux donnés par les files Z . Cependant, on a aussi invoqué, pour expliquer des diagrammes tels que celui de la fig. 3, une faible distorsion du cristal. Comme les angles de BRAGG sont extrêmement faibles — un ou deux degrés — un faisceau ayant à peu près la direction d'un axe cristallographique pourrait se présenter sous l'angle convenable, en différents points de sa course, sur les différents plans réticulaires passant par cet axe.

VI. — Réflexions de Bragg

Les trois conditions de LAUE (8) sont géométriquement équivalentes à une réflexion sur une série de plans réticulaires parallèles. Si d_{hkl} est l'équidistance de ces plans, d'indice hkl (*) et θ l'angle, très petit, sous lequel se fait la réflexion, on a :

$$2d_{hkl}\theta = n\lambda.$$

Les indices hkl , les indices HKL et le nombre n sont liés, comme on sait, par les relations

$$H = nh \quad K = nk \quad L = nl.$$

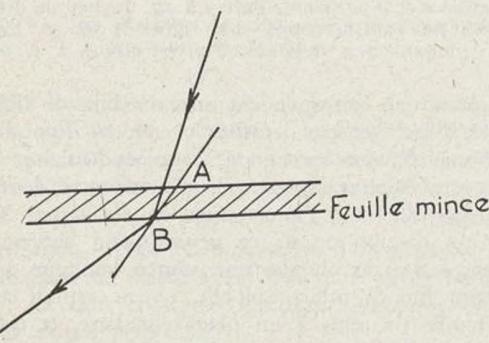


Fig. 10. — Plans de BRAGG dans le cas d'un diagramme par transmission.

Dans le cas de la diffraction électronique, il est important de se représenter clairement les dimensions des surfaces réfléchissantes qui reçoivent effectivement des électrons. La fig. 10, par exemple, représente une diffraction par transmission. Chacun des plans réfléchis-

sants AB a une très faible dimension dans la direction AB. Mais comme la dimension transversale du faisceau est beaucoup plus grande ($\sim 0,1$ mm), un grand nombre de ces plans participent à la réflexion : c'est pourquoi on obtient un diagramme de plan réticulaire dont les taches sont fines. Au contraire, dans le cas du diagramme par réflexion, les plans « réfléchissants », qui font un très petit angle avec la surface du cristal, ont de grandes dimensions dans les deux sens, mais ils sont en très petit nombre à cause de l'absorption, et nous verrons que les caractères particuliers des diagrammes par réflexion trouvent ainsi leur explication.

VII. — Réseau réciproque

1^o Dans le cas de la diffraction par une file réticulaire F (fig. 5 et 5 bis), portons, à partir de A, le segment $AO = 1$ dans la direction opposée à celle du faisceau incident, puis, à partir de O, $OB = 1$ dans celle du faisceau diffracté. La projection sur F du contour AOB est $(\cos \alpha_0 - \cos \alpha)$. Le maximum ayant lieu pour

$$\cos \alpha_0 - \cos \alpha = k\lambda/a,$$

on voit que le point B devra se trouver sur un des plans perpendiculaires à F dont les distances à A sont :

$$0, \pm \frac{\lambda}{a}, \pm \frac{2\lambda}{a}, \dots, \pm \frac{n\lambda}{a}.$$

Ces plans constituent ce que nous appellerons le *réseau réciproque* de F. On voit que les points tels que B, qui correspondent à une diffraction, doivent se trouver à l'intersection des plans réciproques et d'une sphère (sphère d'EWALD) de rayon 1 et de centre O. Comme $\lambda/a \ll 1$, on pourra souvent confondre la sphère d'EWALD avec le plan normal à OA. En utilisant le réseau réciproque, on retrouve aisément les résultats obtenus pour la diffraction par une file rectiligne. La largeur des maxima correspond à une « épaisseur » de ces plans égale à $2\lambda/Va$.

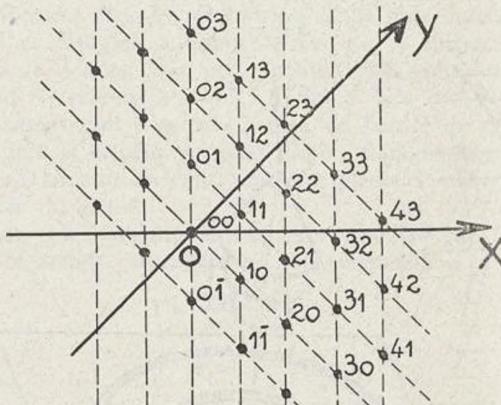


Fig. 11. — Réseau réciproque d'un plan réticulaire xy : traces sur xy des plans réciproques de ox et oy .

2^o Dans le cas d'un plan réticulaire unique, on définira de même un réseau réciproque formé par les intersections des plans réciproques relatifs aux files Ox et Oy définissant ce réseau plan (fig. 11). Ces plans coupent le réseau suivant un quadrillage à chacun des sommets duquel passe une « ligne réciproque » (fig. 11).

Nous aurons une idée immédiate de l'usage de ces lignes réciproques en considérant le cas d'un faisceau incident normal à xy : le centre de la sphère d'EWALD se trouve en O, sur la normale en A à ce plan, à la distance 1. La sphère, réduite au plan xy lui-même, coupe donc le réseau réciproque aux sommets du quadrillage de la fig. 11 et les directions des faisceaux diffractés

(*) Voir appendice.

sont les lignes joignant O à ces sommets (comparer ces résultats à ceux du § IV).

3^o Si maintenant, aux files x et y , nous joignons une file z normale à xAy , pour obtenir un réseau spatial, le réseau réciproque sera l'intersection des lignes réciproques de xy par les plans réciproques de z . Nous obtenons ainsi un réseau de points réciproques. On peut tenir compte du pouvoir séparateur des diverses files en

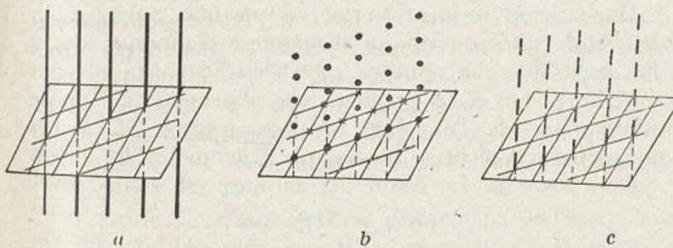


Fig. 12. — Réseaux réciproques (on a figuré le quadrillage de la figure 11 et les normales au plan xy passant par les sommets du quadrillage. — a) cristal infiniment mince (plan réticulaire); b) réseau spatial; c) cristal mince.

CHAPITRE II

DIAGRAMME D'UN CRISTAL UNIQUE PAR TRANSMISSION

IX. — Lames très minces monocristallines

Il suffit que la dimension des cristaux atteigne celle du diamètre du faisceau (0,1 à 0,2 mm) pour qu'on obtienne un diagramme de cristal unique (fig. 3), si le cristal est très mince. La dimension des taches de diffraction est quelquefois inférieure à la section du faisceau, ce dernier étant diaphragmé par les cristaux les plus épais.

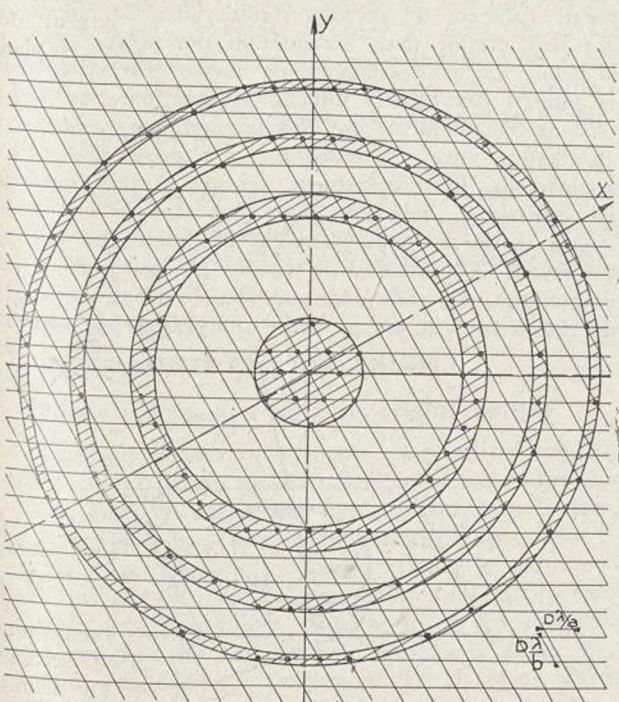


Fig. 15. — Diagramme dessiné du mica (d'après des données de KIRCHNER (cf. fig. 13). — $\lambda = 0,09$ (environ données déduites des diagrammes réellement obtenus 18.500 volts); $a = b = 5,2 \text{ \AA}$; $c = 20 \text{ \AA}$; épaisseur : 100 \AA . $D = 250 \text{ mm}$.

Le diagramme de la fig. 3, qu'on obtient avec des lames de mica très minces ($\sim 50 \text{ \AA}$), est un diagramme de « plan réticulaire » (§ IV). Quand on utilise des lames de plus en plus épaisses (fig. 13, 14), on voit se dessiner la zone centrale d'ordre zéro et les couronnes

donnant aux divers plans réciproques une épaisseur correspondante : chaque point réciproque sera ainsi entouré d'une « région d'intensité » qui permettra de prévoir la forme des taches de diffraction. Von LAUE a montré que ces « régions d'intensité » présentent une extension dans les diverses directions inversement proportionnelles à l'extension du cristal lui-même dans ces directions. Par exemple, si le cristal est très mince dans la direction z , les plans réciproques relatifs à z seront « épais » et leurs intersections avec les lignes réciproques de xAy formeront des sortes de « bâtonnets », d'autant plus étendus dans le sens z que le cristal sera plus mince. C'est un cas intermédiaire entre celui du réseau spatial et celui du plan réticulaire (fig. 12).

VIII. — Plans réticulaires et réseau réciproque

Soit (fig. 5 bis) SI un faisceau diffracté suivant IS. Soit B un point d'indices hkl du réseau réciproque, d'origine A, et soit O le centre de la sphère d'Ewald. On voit que $AB = 2\theta$ représente la déviation du faisceau, θ étant l'angle de BRAGG.

concentriques, d'ordres 1, 2, etc., dont la largeur va en décroissant. On peut utiliser les données de l'expérience pour calculer les lignes X, Y, Z, d'après les formules du § 3. La fig. 15 représente le diagramme prévu (comparer avec la fig. 13). En réalité, l'épaisseur des lames, telle qu'on la déduirait de l'aspect des diagrammes, est toujours trop faible, à cause des diffractions multiples, voir § 17).

On donne à l'explication du diagramme de la fig. 13 un aspect frappant en utilisant le réseau réciproque, alors constitué (voir § 7) par des « bâtonnets ». La fig. 16 représente les sections de la sphère d'Ewald Σ par ces bâtonnets et par les « plans réciproques » de l'axe z .

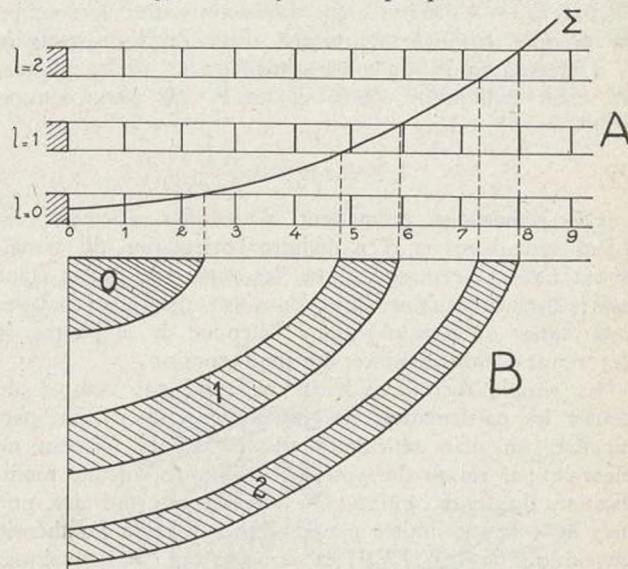


Fig. 16. — Diagramme du mica (voir fig. 15) $\lambda = 0,09$ $a = b = 5,2 \text{ \AA}$ $c = 20 \text{ \AA}$ A. Section de la sphère d'Ewald Σ par les plans réciproques d'ordre 0, 1, 2 de l'axe Z. Espacement des plans réciproques $\lambda/a = 0,0173$. « Epaisseur » de ces plans $2\lambda/Nc = 0,0018$ (en admettant une épaisseur $Nc = 100 \text{ \AA}$ de mica). — B. Projection sur un plan parallèle à la plaque des zones d'ordre 0, 1 et 2. Ces « plans réciproques » ont une « épaisseur » égale à $2\lambda/Nc$. La zone centrale et les couronnes concentriques apparaissent alors comme les projections de ces sections sur la plaque.

X. — Lignes de Kikuchi

Si l'épaisseur du cristal est encore plus grande (fig. 14), non seulement les couronnes deviennent de plus en plus fines, mais le diagramme est sillonné de lignes (pratiquement des droites) qui apparaissent par paires de lignes parallèles, l'une noire, l'autre blanche. Ce sont les « lignes

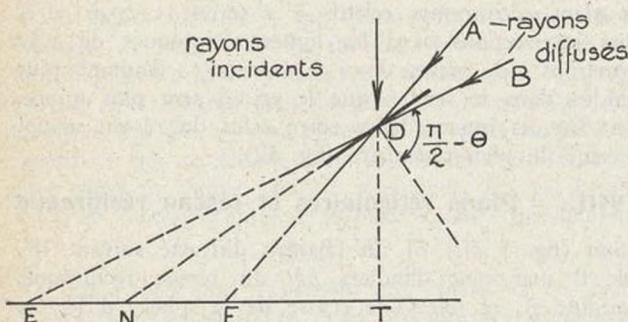


Fig. 17. — Diffraction des rayons diffusés selon KIKUCHI.

de KIKUCHI », tout à fait comparables à celles que KOSSEL a observées dans le diagramme formé par les rayons X émis par le cristal lui-même, pris comme anticathode. La théorie simple émise par KIKUCHI pour expliquer ces lignes invoque la diffusion des électrons par le cristal (fig. 17). Si le rayon diffusé BD présente l'angle de BRAGG avec le plan réticulaire DN, il viendra en F au lieu de venir en E. De même, le rayon AD viendra en E au lieu de venir en F. Comme la diffusion est d'autant plus importante que le rayon diffusé est moins dévié, il en résulte un excès d'électrons en E (ligne noire, la plus éloignée de la tache T due aux rayons non déviés) et un défaut d'électrons en F. Les rayons ainsi diffractés en E et en F sont situés sur un cône ayant comme axe la normale au plan réticulaire MN et $\pi/2 - \theta$ comme angle au sommet. Ce cône coupe la plaque sensiblement suivant deux droites, parallèles à l'intersection N du plan réticulaire et de la plaque, N étant équidistant de E et de F. De plus, comme $EDF = 2\theta$, on a :

$$EF = 2D\theta = \frac{Kd\lambda}{a_{kk̄l}}$$

Ces remarques permettent d'identifier aisément les plans réticulaires et d'en déduire l'orientation du cristal. Il est utile de remarquer que, les angles de BRAGG étant très petits, la moindre distorsion du cristal fera balayer aux lignes de KIKUCHI toute l'étendue de la plaque et les rendra indiscernables du fond continu.

La simple théorie ci-dessus ne rend pas compte de toutes les particularités des lignes de KIKUCHI. En particulier, un plan réticulaire passant par le faisceau ne devrait, par raison de symétrie, ne donner aucune modification du fond continu. On observe, au contraire, une très belle bande limitée par les lignes E et F. La théorie dynamique (voir § XVII) explique ce fait. Mais quelques particularités du phénomène sont encore inexpliquées.

XI. — DIAGRAMMES PAR ROTATION.

Si, pendant la pose, on fait tourner ou osciller un cristal très mince autour d'un axe quelconque, on obtient des clichés comme celui de la fig. 18, dont l'interprétation est aisée si on utilise le réseau réciproque : chaque ligne réciproque balaye, au cours de la rotation, une surface qui coupe la sphère d'Ewald suivant une ligne continue. Si le cristal est assez mince, l'espacement λ/Na des maxima secondaires est assez grand pour qu'on les

perçoive nettement sur cette ligne continue, en même temps que les maxima principaux.

On obtient le même diagramme si le cristal est immobile, mais courbé cylindriquement autour d'un axe.

XII. — DIAGRAMME PAR TRANSMISSION D'UN ÉCHANTILLON POLYCRISTALLIN.

Un faisceau incident normal à un film polycristallin fournit le plus souvent un diagramme d'anneaux tout à fait semblable aux anneaux de DEBYE-SCHERRER obtenus avec les rayons X. A première vue, il semble qu'il puisse s'interpréter de la même manière, comme dû à des microcristaux répartis au hasard dans toutes les orientations possibles. Le rayon des anneaux est donné par

$$R_{hkl} = 2D\theta \dots$$

avec

$$2d_{hkl}\theta \dots = n\lambda$$

d'où

$$(10) \quad R_{hkl} = \frac{n\lambda D}{d_{hkl}}$$

Pour un système cubique (*) :

$$(11) \quad R_{hkl} \dots = \frac{\lambda D}{d} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Dans le diagramme de l'or (fig. 14), on peut, dans certains cas, identifier les anneaux jusqu'à

$$h^2 + k^2 + l^2 = 60$$

Pour $D = 50 \text{ cm}$, R varie de 0,5 à 2 cm environ.

Cependant, on constate le plus souvent de grosses anomalies dans les intensités relatives des anneaux et même l'absence de certains d'entre eux. Ces anomalies ont leur origine dans l'orientation des microcristaux et la faible valeur des angles de BRAGG. En effet, dans la plupart des feuilles minces, presque tous les microcristaux ont un même axe cristallographique — que nous appellerons l'axe d'orientation — à peu près normal à la feuille. Plus exactement, cet axe cristallographique est dispersé à l'intérieur d'un cône d'angle très faible autour de la normale. Dans ces conditions, un faisceau de rayons X normal à la feuille ne fournirait aucun diagramme. Au contraire, pour les électrons, les angles de BRAGG sont du même ordre que l'angle du cône de

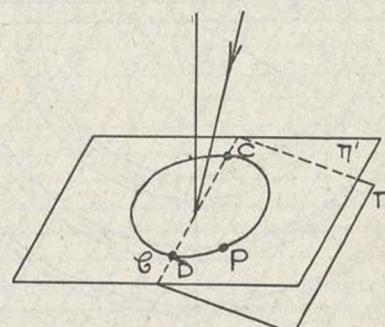


Fig. 20. — Diagrammes « arqués » dûs à l'orientation des microcristaux.

dispersion de l'axe d'orientation, et tous les plans réticulaires passant par cet axe — mais ceux-là seulement — arrivent à réfléchir le faisceau incident. Les cristaux qui ne sont pas assez minces fournissent chacun un diagramme semblable à celui de la fig. 14 : l'ensemble donne alors un fond diffus uniforme. Il en résulte que le faisceau d'électrons ne traverse utilement, pour former

(*) Voir note sur la structure des cristaux.

ce diagramme incomplet d'anneaux, que les microcristaux assez minces pour fournir *chacun* un diagramme de points, analogue à celui de la fig. 3, tandis qu'avec les rayons X, un microcristal ne peut fournir qu'un point du diagramme, et à condition que l'orientation relative du faisceau et du cristal soit convenable. Lorsqu'on obtient un diagramme incomplet d'anneaux avec un faisceau normal à une lame mince cristalline, on peut aisément déceler l'orientation des microcristaux en inclinant légèrement la lame. L'anneau disparaît, sauf deux arcs plus ou moins étendus situés à l'extrémité d'un diamètre parallèle à l'axe de l'inclinaison. Il est évident qu'aucune modification du diagramme n'aurait lieu si les orientations des microcristaux étaient réparties au hasard.

Il est facile d'expliquer le phénomène en examinant la fig. 20. Un plan réticulaire passant par la normale à la lame est représenté par un point P situé dans le plan même de la lame. Soit π' ce plan. Le lieu du point P pour tous les microcristaux est un cercle C contenu dans π' . Si le faisceau est normal à π' , la sphère d'Ewald π se confondra pratiquement avec π' et on obtiendra un anneau complet. Mais si on incline légèrement le faisceau, π et π' n'ont plus en commun que l'axe CD autour duquel s'est faite l'inclinaison, et il ne subsiste de l'anneau que les points C et D. En réalité, on observe en C et D non de simples points, mais de petits arcs, à cause de la dispersion de l'axe d'orientation, grâce à laquelle le cercle C, sur lequel sont répartis les points P, est remplacé par une petite zone sphérique.

Pour des inclinaisons plus importantes du faisceau, d'autres plans réticulaires peuvent réfléchir et on voit apparaître les arcs d'autres anneaux, anneaux qui prennent la forme d'ellipses de plus en plus excentriques quand l'inclinaison croît. La dispersion de l'axe d'orientation a, ici encore, pour effet d'étaler sur un petit arc de cercle chacun des points du diagramme elliptique (exemple, fig. 21).

Les anneaux DEBYE-SCHERRER et le réseau réciproque.

Reportons-nous à la fig. 5; la longueur AB représente, au facteur D près (D = distance cristal-plaque), le

rayon de l'anneau DEBYE-SCHERRER, correspondant. La largeur de l'anneau est donc représentée par AB' — AB, BB' étant la longueur du bâtonnet correspondant (fig. 22).

Anneaux « supplémentaires ». — Certains anneaux, dont on n'avait pu reconnaître l'origine, avaient reçu l'épithète de « supplémentaires ». Peu à peu, on est parvenu à les interpréter presque tous. Il y a d'abord ceux qui

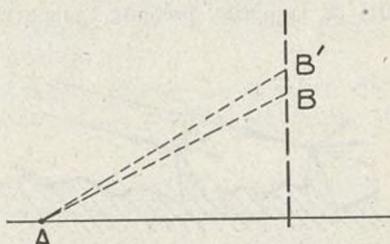


Fig. 22. — Largeur des anneaux dûs à des microcristaux plats.

étaient dus à des impuretés. Comme nous l'avons vu, une couche de quelques molécules d'épaisseur suffit à donner un diagramme et il faut un soin tout particulier pour éliminer les risques de contamination. TRILLAT a montré qu'un certain nombre d'anneaux « supplémentaires » était dû à des traces infimes de matières grasses (voir § 21). Le mercure donne avec certains échantillons métalliques des amalgames superficiels responsables d'anneaux « supplémentaires ». On a reconnu que d'autres anneaux « supplémentaire », observés dans le cas de microcristaux plats très minces, étaient dus aux maxima principaux de la fonction 1 (voir § 3, fig. 6) : sur une ligne réciproque correspondant à un cristal mince, nous avions seulement considéré les maxima principaux de la fonction 1, allongés en « bâtonnets » (fig. 22). Mais si les cristaux sont assez minces, les distances angulaires d'un maximum secondaire au maximum principal le plus voisin (de l'ordre de $1/Na$) peut devenir assez grande pour qu'on puisse distinguer les anneaux qui leur correspondent. Ce cas a été observé, notamment, par FINCH avec le graphite.

CHAPITRE III.

DIAGRAMMES PAR RÉFLEXION

XIII. — Réflexion sur un cristal unique

On peut obtenir d'excellents diagrammes en faisant tomber le faisceau sur une face cristalline suffisamment plane, sous un angle très faible (1 ou 2°), comparable à l'angle de BRAGG des plans réticulaires parallèles à la surface. Le diagramme obtenu présente le plus souvent un bord net AB (fig. 23) qui est la trace, sur la plaque, de la surface cristalline. Au-dessous de AB ne peuvent pénétrer que les rayons qui forment la tache T des rayons non déviés, à l'exclusion de tout rayon diffracté ou diffusé.

Il est commode, pour l'étude de ces diagrammes, de considérer avec KIRCHNER trois files rectangulaires x , y , z , telles que z soit normal à la surface étudiée (fig. 24), la file x étant parallèle au faisceau, ou à peu près. Les cônes maxima correspondants coupent respectivement la plaque suivant des cercles X, des lignes verticales Y et des lignes horizontales Z. L'aspect du diagramme obtenu dépend essentiellement du pouvoir séparateur de x , y et z . A cause de la faible pénétration des électrons, les lignes Z sont toujours étalées en larges bandes. La file x étant dans la direction du faisceau, son pouvoir

séparateur est médiocre, d'abord pour la raison indiquée au § 3, ensuite parce que, dans cette direction, la cohé-

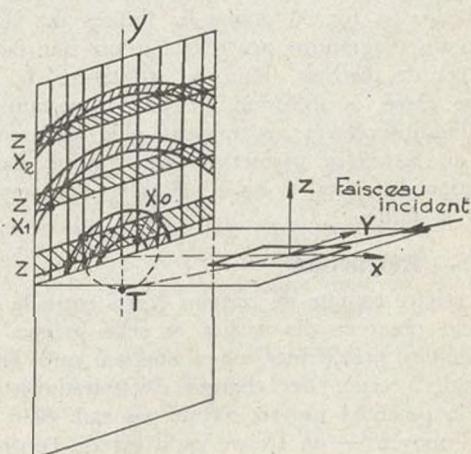
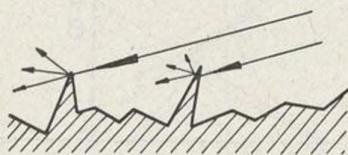


Fig. 24. — Réflexion sur un cristal.

rence ne se conserve que sur une longueur de 150 Å environ. Les cercles X ne sont donc jamais très fins,

sauf pour les ordres d'interférences supérieurs à 1. Seules les lignes verticales Y seront très fines si le cristal est parfait. La fig. 25 représente le diagramme d'une face (001) d'un cristal de carbure de silicium. De nombreuses lignes de KIKUCHI en forment la partie principale, mais on y distingue nettement des taches réparties sur plusieurs cercles concentriques, dont celui d'ordre zéro est assez « épais ». Le diagramme de la fig. 26, obtenu avec une face (001) de la pyrite, présente également 3 cercles



de LAUE d'ordre 0, 1 et 2. Les taches y sont très allongées; pratiquement, elles sont les intersections de lignes verticales très fines avec des cercles assez élargis, ce qui est l'indice d'une surface bien lisse. Il n'y a pas trace des bandes Z, fortement élargies en raison de l'absorption des électrons: cela revient à dire que la diffraction échappe, on peut dire complètement, à la loi de BRAGG.

Considérons maintenant la face (110) d'un cristal de blende qui fournit le diagramme de la fig. 27. Cette même face, après une attaque superficielle à l'acide azotique, donne le diagramme de la fig. 28, qui rappelle tout à fait celui d'un cristal unique par transmission (mica, fig. 3). Le fait, en particulier, qu'on n'observe aucun effet de réfraction (voir § XIII) indique qu'il ne s'agit pas d'une vraie réflexion mais, en réalité, d'une transmission à travers des protubérances qui émergent de la surface tout en faisant corps avec le reste du cristal (fig. 29). Lorsque ces protubérances sont assez épaisses, leur diagramme présente plusieurs zones de LAUE, plus larges que les zones de LAUE correspondant à une vraie réflexion. Dans beaucoup de diagrammes, on observe la superposition des deux sortes de diagrammes prévus pour une « vraie réflexion » et pour une « fausse réflexion », ce qui indique que dans la faible étendue frappée par les électrons, on trouve à la fois des parties lisses et des parties rugueuses.

Les lignes de KIKUCHI, souvent magnifiques, que l'on rencontre dans les diagrammes par réflexion, ont la même origine que celles que nous avons rencontrées en transmission. La fig. 30 donne les indices des lignes de KIKUCHI du diagramme par réflexion sur une face naturelle (111) de diamant. Pour les substances de nombre atomique élevé, la diffusion est plus importante et les lignes d'indices élevés apparaissent plus facilement. Les lignes de KIKUCHI permettent de trouver facilement l'orientation du cristal et on a même pu s'en servir pour corriger la taille.

XIV. — Réfraction

Pour rendre compte de certains écarts entre la position réellement observée des taches et celle prévue par les considérations précédentes, on a supposé qu'à l'intérieur du cristal, à cause des charges électrostatiques discontinues, le potentiel moyen n'était pas nul. Si V est ce potentiel moyen — on trouve qu'il est de l'ordre d'une dizaine de volts — la longueur d'onde des électrons, qui est, à l'extérieur du cristal

$$\lambda = \sqrt{\frac{150}{E}}$$

sera, à l'intérieur de celui-ci

$$(12) \quad \lambda' = \sqrt{\frac{150}{E + V}}$$

d'où un indice de réfraction

$$(13) \quad \frac{\lambda}{\lambda'} = \mu = \sqrt{\frac{E + V}{E}}$$

Pour des électrons rapides, on pourra écrire :

$$\mu = 1 + \frac{V}{2E}$$

Cet indice diffère alors très peu de 1. Ses effets sont cependant accessibles à l'expérience dans le cas d'un cliché par réflexion. On aura alors, dans le plan d'incidence (fig. 31) :

$$\cos \theta = \mu \cos \theta'$$

d'où

$$\theta^2 = \theta'^2 - 2(\mu - 1).$$

Comme

$$2d\theta' = n \gamma \quad (\text{Bragg}),$$

on a

$$(14) \quad \theta^2 = \frac{150 n^2}{4 d^2 E} - \frac{V}{E},$$

équation qui permet de déduire V en observant les déplacements pour les divers ordres.

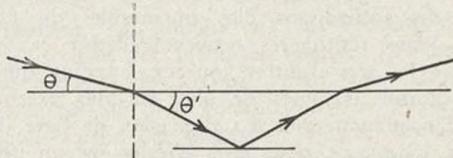


Fig. 31. — Réfraction des électrons (diagramme par réflexion).

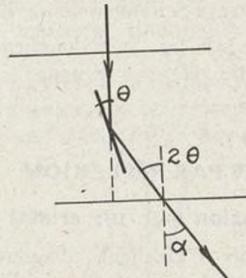


Fig. 32. — Réfraction des électrons (diagramme par transmission).

Dans le cas de la transmission (fig. 32), l'angle de sortie α diffère de 2θ d'une quantité imperceptible à l'expérience, et, en fait, on n'observe aucun effet de réfraction.

XV. — Diagramme par rotation

Si, pendant la pose, on fait tourner le cristal autour de y (fig. 24), l'azimuth reste constant et l'angle d'incidence varie. Si les cercles X sont assez fins, la tache de diffraction, à l'intersection de X et de Y, se déplacera pendant la rotation le long de la ligne Y, toujours fine, sur toute la largeur de la bande Z. La fig. 33 représente un tel diagramme, obtenu avec la face (001) du diamant sous l'azimuth [110]. Sur chacune des taches verticales, il existe un point d'intensité maximum: c'est celui qui correspond à la position exacte de BRAGG. Dans le plan

d'incidence, les positions de ces maxima vérifient la relation (14) et on peut en déduire le potentiel moyen pour chaque ordre de diffraction, c'est-à-dire pour diverses incidences. On obtient le même résultat en utilisant un cristal fixe courbé autour d'un axe normal au faisceau. Les mesures précises montrent qu'en réalité, le potentiel dans le cristal n'est pas fixe : c'est une fonction périodique de la distance à la surface du cristal, la période étant la distance des plans réticulaires parallèles à cette surface.

XVI. — Réflexion sur une surface polycristalline

La réflexion, sous incidente rasante, sur une surface polycristalline, produit des anneaux semblables à ceux qu'on obtient par transmission et ayant les mêmes rayons. On n'observe aucun effet dû à la réfraction, ce qui indique qu'il s'agit en réalité d'une transmission à travers des protubérances émergeant de la surface (fig. 34). En général, les anneaux sont plus diffus, ce qu'il faut attribuer au fait que l'aire atteinte par le faisceau électronique sous une incidence aussi faible est très allongée dans le sens du faisceau : la distance du cristal à la plaque est donc mal définie.

nique, on observe des particularités dont il est impossible de rendre compte avec la théorie géométrique simple que schématise la construction d'EWALD (§ VII). En voici quelques exemples :

1^o Les intensités des diverses taches de diffraction d'un cristal unique sont moins différentes que ne le prévoit la théorie;

2^o La zone centrale des diagrammes par transmission de cristaux uniques (fig. 13) est plus grande que ne le prévoit la formule (7) ;

3^o On constate souvent la présence de taches ou d'anneaux que devrait interdire un facteur de structure nul (**).

La plupart de ces anomalies proviennent de l'hypothèse, que nous avons admise implicitement, que l'intensité des rayons diffractés est négligeable par rapport à celle du rayon direct. Or, déjà, pour une feuille de mica d'une centaine d'angströms, 95 % de l'intensité du faisceau primaire se répartit entre les faisceaux diffractés, dont l'intensité est souvent comparable à celle du faisceau direct. Dans ces conditions, chacun des rayons diffractés se diffractera à son tour. Une théorie complète, permettant de prévoir exactement la répartition des électrons

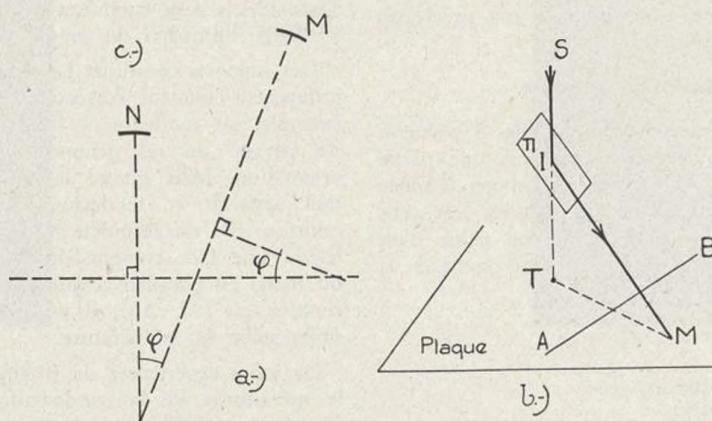


Fig. 35. — On voit en b) suivant SIM, le faisceau électronique réfléchi par le plan réticulaire π dont AB est la trace sur la plaque.

Si les microcristaux admettent un axe d'orientation, généralement normal à la surface, les anneaux se réduisent à des arcs plus ou moins allongés (fig. 34 b). L'observation de ces arcs permet facilement de déduire quel est l'axe d'orientation (*). En effet, l'anneau dont l'arc est situé dans le plan d'incidence (fig. 35 a) correspond aux plans réticulaires parallèles à la surface. On peut d'ailleurs vérifier le résultat obtenu en remarquant que l'angle MTN sous lequel on voit la distance de deux arcs M et N à partir du point T, trace des rayons non déviés, est égal à l'angle des plans réticulaires qui ont donné naissance à ces arcs (car une tache M est symétrique de T par rapport à la trace AB du plan réfléchissant sur la plaque (fig. 35 b).

XVII. — Diffractions multiples : théorie dynamique

Dans beaucoup de diagrammes de diffraction électro-

à la sortie du cristal, doit donc faire intervenir l'interaction des rayons diffractés et des rayons primaires. Elle utilise la dynamique ondulatoire (équation de SCHRODINGER), dans un espace où le potentiel est triplement périodique — comme le réseau lui-même. L'indice de réfraction est donc lui aussi variable, et la longueur d'onde des divers rayons qui se propagent dans le cristal varie (très peu d'ailleurs) avec leurs directions. La construction d'EWALD (§ VII) qui traduit la théorie géométrique simple, apparaît alors comme une première approximation. La schéma d'EWALD est pour ainsi dire déformé par la théorie dynamique, tant en ce qui concerne les angles qu'en ce qui concerne les longueurs.

La théorie dynamique, entre autres résultats, permet une bonne interprétation des lignes de KIKUCHI, mais elle a échoué par exemple dans l'interprétation des « bandes » qui apparaissent souvent entre les lignes de KIKUCHI.

Signalons enfin que de nombreuses anomalies d'intensité sont liées à l'imperfection des cristaux.

(*) G.P. THOMSON; F.R.S. Norman STUART et C.A. MURISON (Proc. Phys. Soc., 1933, 45, 381).

(**) Voir appendice.

CHAPITRE IV

APPLICATIONS

Les applications de la diffraction électronique relèvent soit de sa grande sensibilité, soit de son aptitude à déceler les phénomènes superficiels.

XVIII. — Taille des cristaux et dimensions réticulaires

Dans beaucoup de cas, les dimensions réticulaires fournies par la diffraction électronique pour les couches superficielles de microcristaux sont les mêmes que celles fournies par les rayons X pour des corps massifs. Les dimensions réticulaires de l'or, par exemple, sont les mêmes dans les couches minces d'origines les plus diverses (battage, dépôt électrolytique, évaporation).

Dans certains cas, les dimensions réticulaires sont variables avec celles de microcristaux. D'après la formule (2), la largeur des anneaux est de l'ordre de λ/Na , Na étant la dimension des cristaux normalement au faisceau. FINCH et FORDHAM ont ainsi constaté qu'en général, les dimensions du réseau augmentent quand la taille des cristaux diminue, contrairement aux prévisions de la théorie de LENNARD-JONES.

XIX. — Feuilles métalliques minces

Prenons comme exemple le diagramme (fig. 36) obtenu par BÜRGERS (1) par transmission à travers une partie très mince d'une feuille de tungstène, d'abord laminée puis encore amincie chimiquement. A part un très petit « arcage » des taches, ce diagramme est celui d'un cristal unique. Si R est la distance d'une tache à la tache centrale, on a :

$$2\theta = \frac{R}{D} \text{ avec } 2d_{hkl}\theta = \lambda.$$

Le système étant cubique :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

D'où :

$$h^2 + k^2 + l^2 = \frac{a^2 R^2}{D^2 \lambda^2}.$$

Dans les conditions de l'expérience, avec $a = 3,16 \text{ \AA}$, $D = 35 \text{ cm}$, $\lambda = 0,051 \text{ \AA}$ (vitesse des électrons : environ 58 KV), on trouve :

$$h^2 + k^2 + l^2 = 2,$$

ce qui montre que le plan (110), qui passe par le faisceau, est normal au film.

On trouve que, non seulement, les faces du cube sont dans le plan de la feuille mais que les arêtes font avec la direction du laminage à peu près rigoureusement un angle de 45°.

On obtient des orientations semblables avec le fer et le molybdène (cubes centrés).

Les métaux à cubes à faces centrées (Ag, Al, Au, Cu, Pd) peuvent être obtenus, par battage, en feuilles très minces, qui présentent quelquefois des orientations analogues (TRILLAT) (2), souvent variables d'un point à un autre. Le traitement par la chaleur favorise l'orientation et la croissance des cristaux (fig. 37).

(1) Voir MESURES n° 109, p. 182.

XX. — Films obtenus par évaporation, ou par projection cathodique

La nature et la température du support jouent un rôle essentiel. Si le support est froid, on obtient des anneaux dont l'aspect diffus décèle de très petits microcristaux disposés sans orientation. Avec le temps, ou par chauffage, les cristaux grossissent (anneaux fins), et, en même temps, s'orientent (distribution anormale des intensités des anneaux, « arcages » quand on incline le film). Ce comportement s'explique par la mobilité des molécules à la surface des cristaux, lorsque la température s'élève.

Lorsque le jet de vapeur est oblique sur le support, l'axe d'orientation s'incline vers la direction du jet.

Certains métaux, connus sous la forme cubique à face centrée, présentent en couche mince une structure nouvelle, par exemple, l'or sur support cellulosique, le nickel sur sel gemme (modification hexagonale compacte). Mais cette modification ne prend naissance qu'au voisinage immédiat du support.

Des supports constitués par une face d'un cristal unique influencent souvent fortement la cristallisation. Si, par exemple, on condense, à froid, du nickel sur une face de clivage du sel gemme, on ne remarque aucune orientation. Mais quand la température croît, l'orientation apparaît et, au-dessus d'une certaine température critique, elle est complète : un plan du métal est parallèle à une face cubique du sel, et une ligne d'atomes du métal est parallèle à une ligne d'atomes du sel. Dans certains cas (Al, Au), il y a plusieurs orientations possibles selon la température.

De jolies expériences de BÜRGERS aident à comprendre le mécanisme de la condensation en cristaux d'un jet de vapeur (CaF_2 évaporé dans le vide). Les premières molécules cristallisent *sans orientation*. C'est ensuite seulement que l'orientation apparaît : il faut donc que soit favorisée la croissance des cristallites qui présentent des orientations déterminées par rapport au support et par rapport au jet de vapeur. Cette explication implique la mobilité des molécules à la surface du cristal.

Les films obtenus par projection cathodique ne présentent d'orientation qu'après un chauffage à une température élevée. L'« activité » du support se traduit quelquefois par des phénomènes de pseudomorphisme. FINCH et QUARREL en ont signalé un remarquable exemple dans le cas d'un dépôt d'Al sur un cristal de Pt : la maille cristalline du dépôt est quadratique avec une base égale à la face du cube du platine et une hauteur égale à l'arête du cube d'aluminium.

XXI. — Dépôts électrolytiques

Les dépôts sont fortement influencés, ici encore, par le support : ainsi, l'argent déposé sur un support formé d'un cristal unique de cuivre s'oriente strictement comme ce dernier. Si le support et le dépôt ont tous deux une structure cubique à faces centrées, les deux réseaux sont parallèles.

D'après FINCH, une condition nécessaire pour obtenir un dépôt adhérent est que le métal suive l'orientation du support.

PLANCHES DE PHOTOGRAPHIES

(ÉTUDE DES SURFACES PAR DIFFRACTION DES ÉLECTRONS RAPIDES)

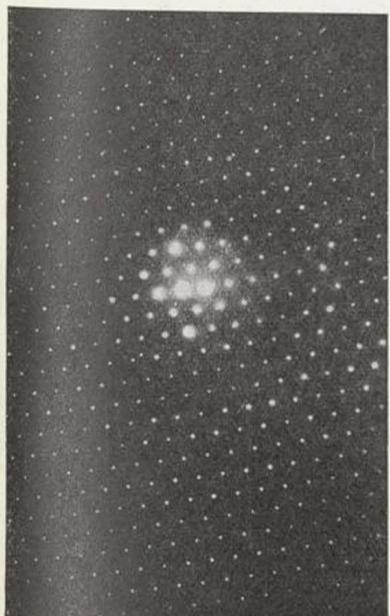
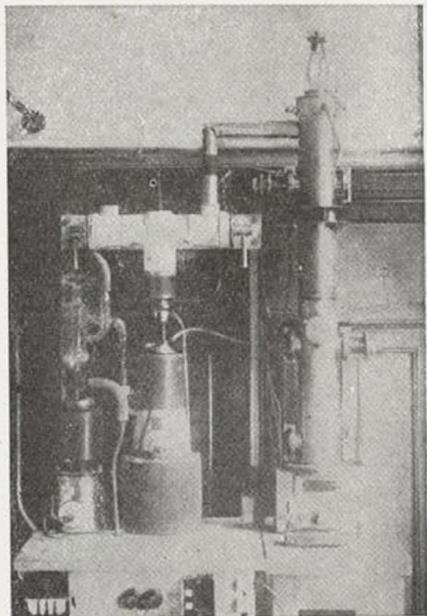


Fig. 3. — Diagramme par transmission du mica très mince.



Vue d'ensemble de l'installation de diffraction électronique.

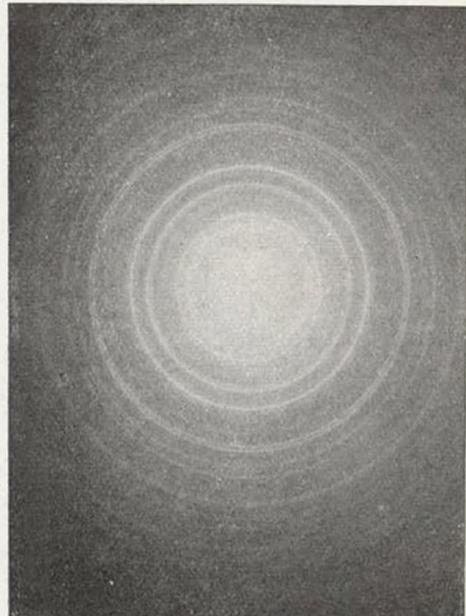


Fig. 4. — Diagramme par transmission de l'or (sans orientation).

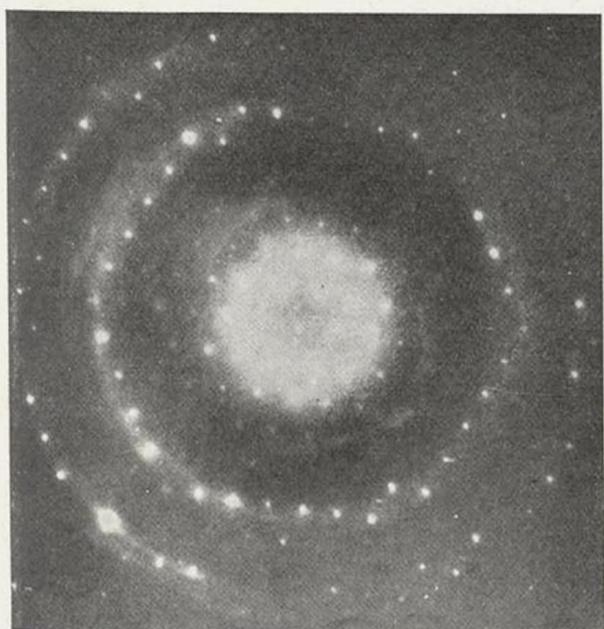


Fig. 13. — Diagramme par transmission d'une feuille mince de mica, zone de LAUE (KIRCHNER.)

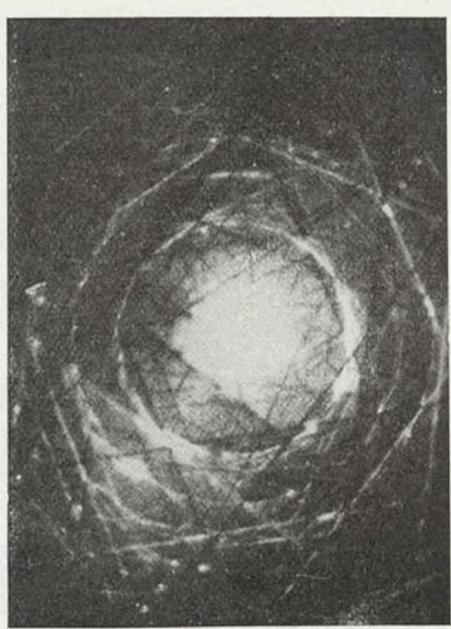


Fig. 14. — Diagramme par transmission d'une feuille de mica épaisse (env. 10⁸ Angström). Lignes de KIKUCHI (FINCH).

Bib.
Cnam



Fig. 18. — Diagramme transmission-rotation d'une écaille de molybdénite sans distorsion. Le plan de clivage incliné de 28° sur l'axe du cristal, est normal au faisceau.

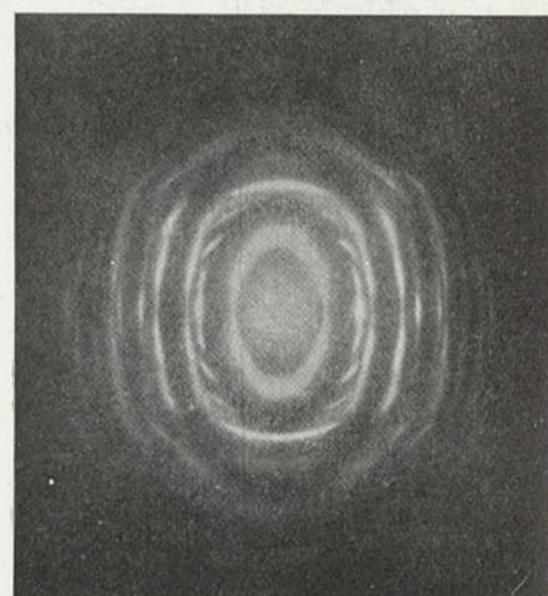
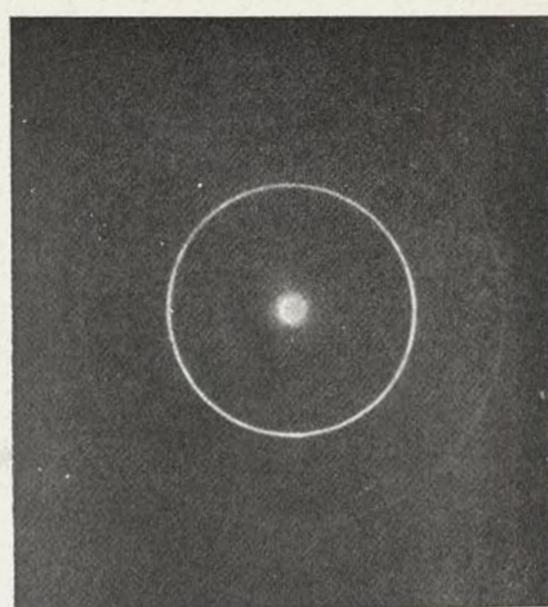


Fig. 21. — Diagramme d'une mince pellicule d'iodure de cadmium. a) Faisceau normal à la pellicule. b) Faisceau incliné de 50° .



Fig. 23. — Diagramme par réflexion du diamant.

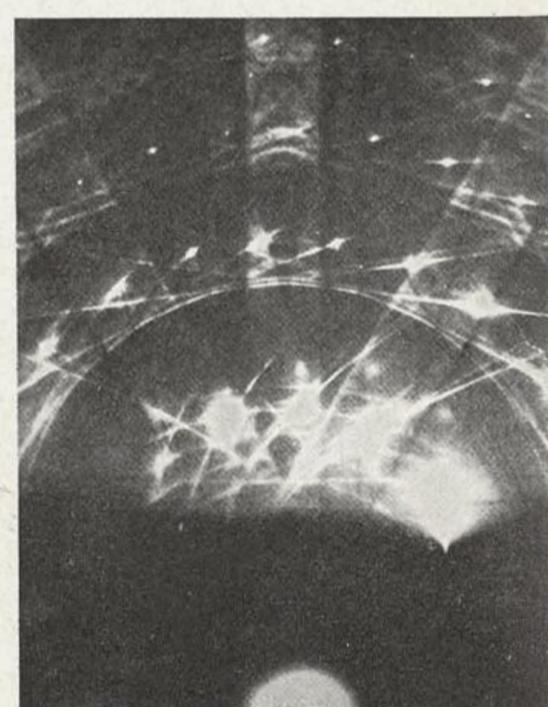


Fig. 25. — Réflexion sur la face (001) d'un cristal de carbure de silicium (azimut [110]) (FINCH).

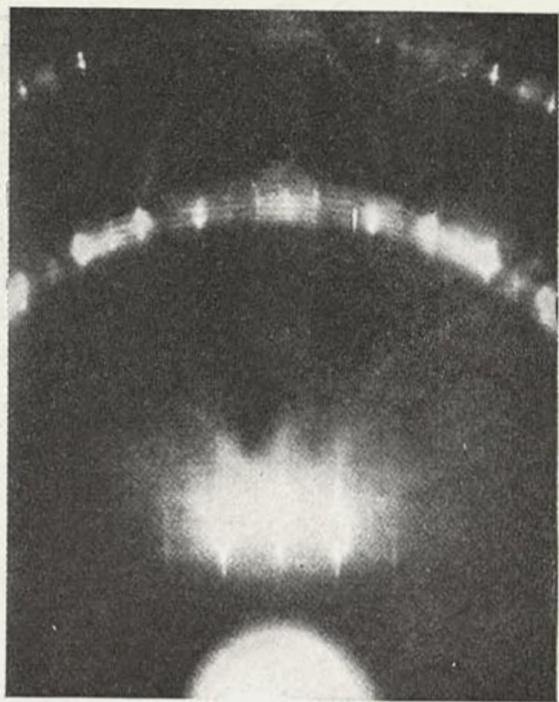


Fig. 26. — Réflexion sur la face (100) d'un cristal de pyrite (azimuth [001] (FINCH)

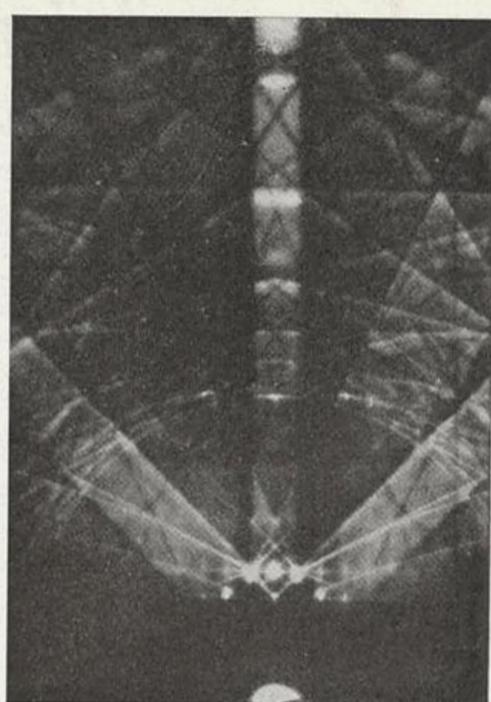


Fig. 27. — Réflexion sur la face (110) d'un cristal de blende.

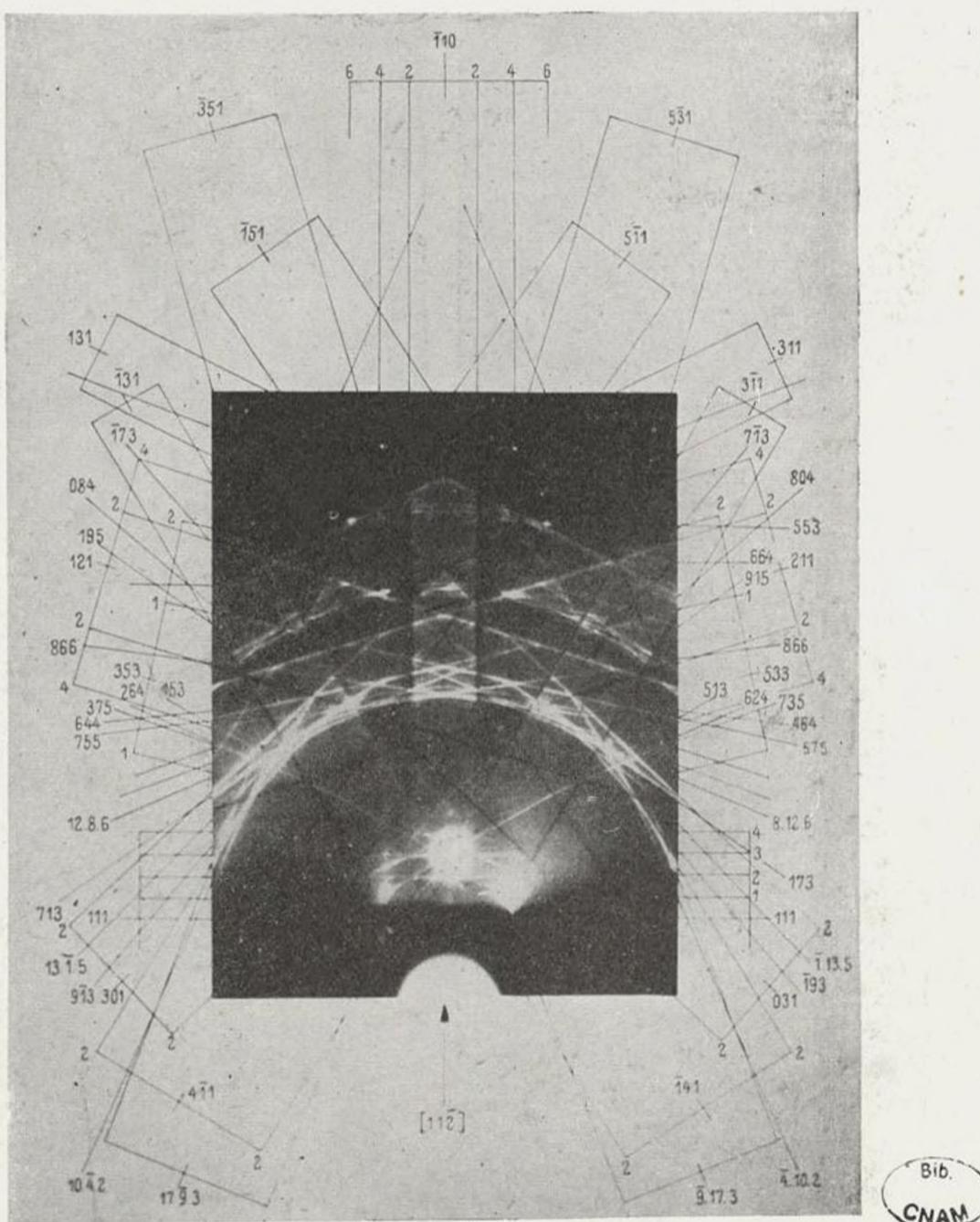


Fig. 30. — Réflexion sur la face (111) d'un diamant : identification des lignes de KIKUCHI.

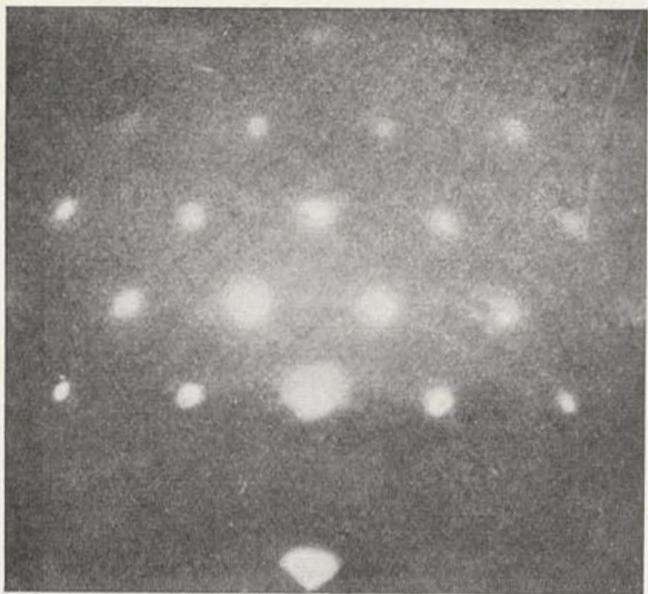


Fig. 28. — Réflexion sur la face (110) d'un cristal de blende, après attaque chimique : fausse réflexion.



Fig. 33. — Diagramme par réflexion-rotation, face (100) du diamant, azimuth constant

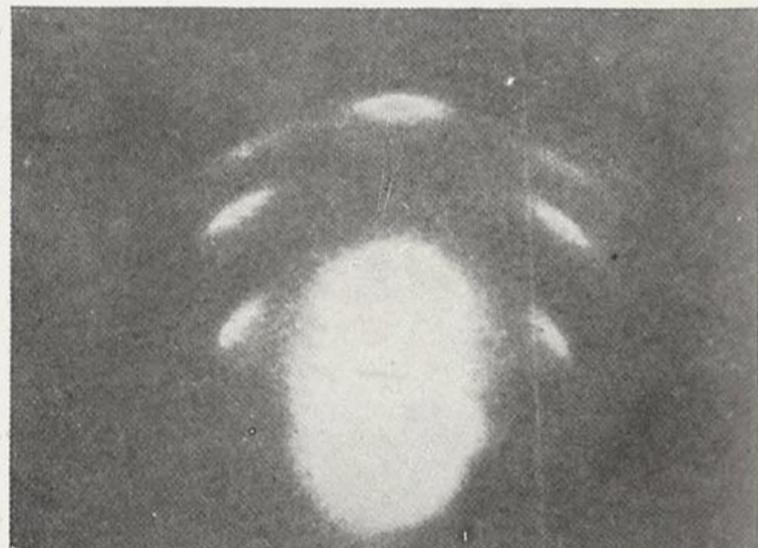


Fig. 34. — Projection cathodique de platine. *a*) Sans orientation; *b*) Avec orientation des microcristaux.

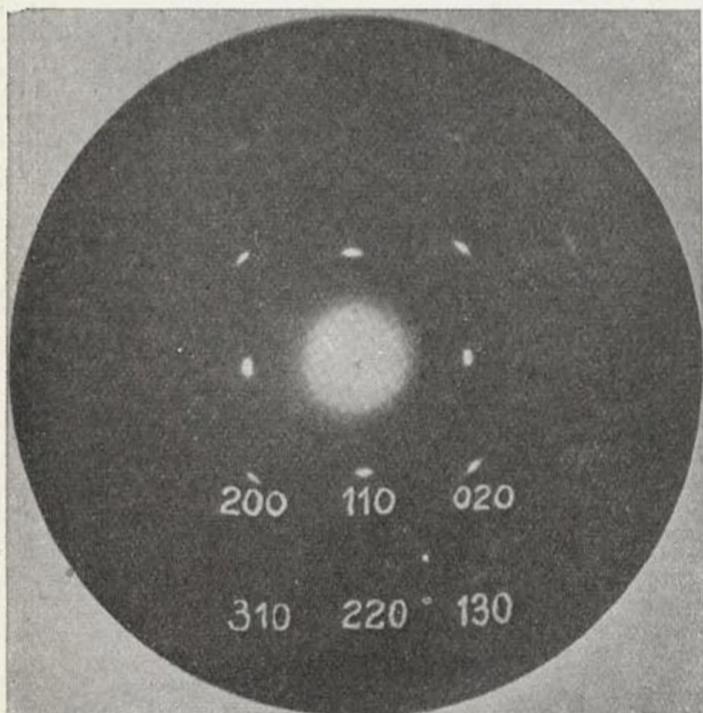


Fig. 36. — Diagramme par transmission à travers une feuille laminée de tungstène.

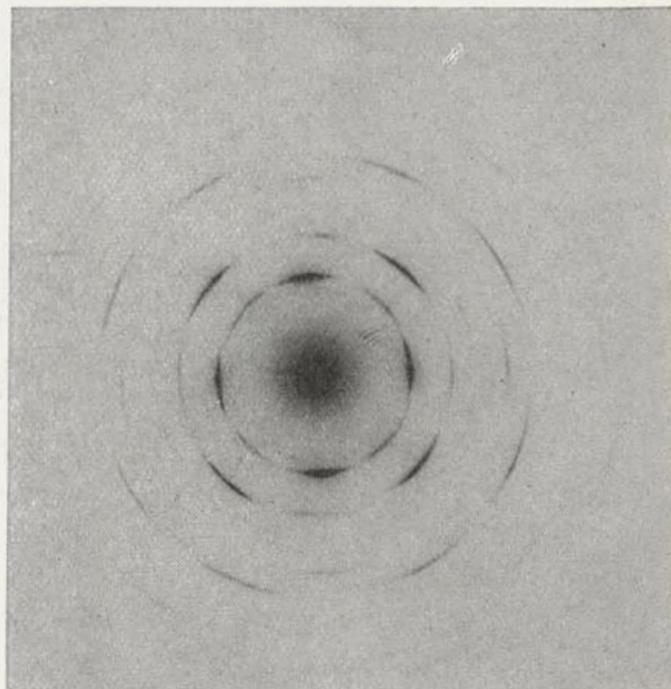


Fig. 37. — Diagramme de l'or, cristaux orientés (comparez fig. 4).

La grosseur des microcristaux est également influencée par celle des microcristaux du support.

Au delà d'une épaisseur de 2000 Å environ, le réseau du support n'exerce plus d'action sur la structure du métal déposé, qui ne dépend plus que des conditions électriques et chimiques du dépôt.

Tandis que, le plus souvent, les molécules d'un métal déposées par voie chimique sur un autre métal forment un alliage (diagramme différent de celui du support et de celui du métal déposé), il n'en est pas de même pour les dépôts électrolytique. Notons une observation du même genre, par FINCH et ses collaborateurs, sur des dépôts par projection cathodique : si on projette simultanément l'or et le platine, aucune trace d'alliage

couches minces présente d'intéressantes particularités. On peut la concevoir comme une expansion et une déformation de la maille cubique centrée du baryum A B C D E F G H en une maille quadratique centrée A' B' C' D' E' F' G' H' (fig. 38). Comme on voit, les atomes de baryum forment alors dans l'oxyde un réseau cubique à faces centrées. Après l'oxydation, le plan (110) de l'oxyde est parallèle au plan (100) du baryum initial.

On avait déjà trouvé une relation analogue entre le réseau cristallin du Fer (cubique centré) et celui de l'oxyde superficiel FeO (cubique à face centrée). La diffraction électronique a également permis d'étudier l'attaque superficielle de métaux par les halogènes, les composés halogénés (HCl, trichloréthylène, etc.), le soufre,

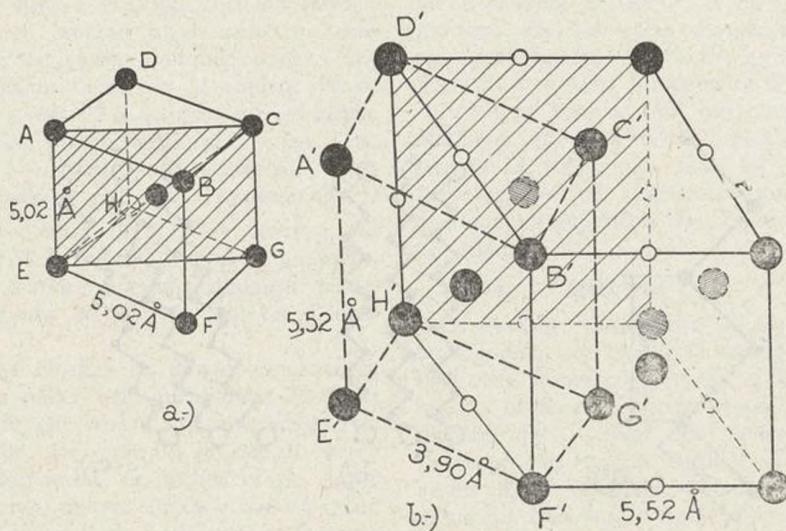


Fig. 38. — Les cercles noirs figurent les atomes de baryum et les cercles blancs les atomes d'oxygène. — a) Maille cubique du baryum métallique. — b) Maille de l'oxyde de baryum. On peut concevoir l'oxydation comme la déformation du cube centré ABCDEFGH en une maille quadratique centrée A'B'C'D'E'F'G'H'. Les positions des atomes de baryum forment en somme un cube à face centrée.

n'apparaît. Tout se passe comme si les atomes s'attachaient de préférence à des atomes de même nature.

XXII. — Oxydation d'une surface cristalline

L'étude, par la diffraction électronique, de l'oxyde formé à la surface de certains cristaux uniques permet non seulement d'identifier les oxydes et de déceler leurs transformations, mais elle donne encore de précieuses indications sur le mécanisme de la formation du réseau cristallin de l'oxyde.

Il existe des cas où l'oxyde formé est polycristallin sans orientation. Mais, le plus souvent, l'orientation du réseau de l'oxyde est déterminée par celle du réseau du métal.

A la surface du fer, au-dessus de 250°, on trouve que $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^3\text{O}^4$ (amorphe) $\rightarrow \alpha \text{Fe}^2\text{O}^3$ (cristallisé, non magnétique).

Mais, au-dessous de cette mince couche superficielle, on trouve Fe^3O^4 .

Souvent, le métal impose à l'oxyde une structure différente de celle de l'oxyde normal, par pseudomorphisme. C'est ainsi que la couche superficielle d'oxyde de zinc (qui protège le métal sous-jacent) présente une structure hexagonale, la base étant celle du zinc, mais l'axe normal à la surface devenant plus grand.

BÜRGERS (3) a étudié par réflexion les pellicules de baryum métallique condensées à température suffisamment élevée : elles sont orientées au point qu'elles se comportent comme un cristal unique. L'oxydation de ces

le sélénium, etc.).

XXIII. — Huiles et graisses

Divers procédés et, notamment, les rayons X (4), ont montré que les molécules des corps organiques à longues chaînes (hydrocarbures, acides gras, etc.) s'orientent par rapport à un support sur lequel ces corps sont déposés en couches minces.

Ces chaînes forment en réalité des zig-zags plans dont les dimensions sont données par la fig. 39-a. Celles des hydrocarbures sont normales au support. Celles dont une extrémité est constituée par un groupement à forte densité électronique (CH_2OH , CO^2H , CO^2R), peuvent présenter par rapport au support des angles déterminés, d'autant plus grands que la densité du groupe actif est plus grande. De plus, les chaînes ont tendance à se grouper côté à côté en formant des cristaux. Les extrémités actives des molécules, qui se trouvent sur le support, forment alors un plan réticulaire. Dans le voisinage immédiat du support, la substance prend donc la forme de couches parallèles superposées, ayant comme épaisseur la double longueur des molécules, comme l'indique la fig. 39-b. Ces couches peuvent glisser les unes par rapport aux autres. Cette structure explique l'onctuosité. Quel que soit le groupe actif terminal, la distance entre les chaînes groupées parallèlement est la même : les cristaux de même sorte dont donc disposés tous avec le même angle par rapport au support, mais dans tous les azimutifs possibles.

La diffraction électronique par ces couches minces a été étudiée notamment par MURRISON, par réflexion, et par TRILLAT, par transmission. Les divers plans formés par les extrémités des molécules ont une équidistance trop grande pour être traduite sur un cliché électronique. Sur les clichés par réflexion, on observe suivant les cas :

1^o Avec les chaînes longues (lard, suif, huiles lourdes) : des lignes parallèles au bord du diagramme, dont l'examen montre qu'elles sont dues à des plans équidistants de 2,54 Å, c'est-à-dire aux divers plans contenant les atomes de carbone successifs de la chaîne.

Lorsque les chaînes se groupent parallèlement, cette orientation supplémentaire se traduit par des taches de diffraction dont on peut déduire l'espacement latéral des

Lorsque deux surfaces planes graissées, en mouvement l'une par rapport à l'autre, sont fortement appliquées l'une contre l'autre, l'attraction des extrémités des chaînes par les supports s'oppose à l'élimination totale du lubrifiant. Une couche mince, formée de molécules orientées, reste adhérente à chacune des surfaces portantes, et les chaînes s'inclinent d'autant plus que la pression est plus forte (fig. 39-c). Si la surface est cristalline, les pointes des cristaux déchirent ces films protecteurs et les molécules s'attachent au hasard dans toutes les directions sur les contours des cristaux. Il y a grippage. Mais si les surfaces sont polies, elles sont protégées par ces films, qui glissent l'un par rapport à l'autre.

Certains physiciens, notamment TRILLAT (6), ont étudié les couches moléculaires formées sur des supports métal-

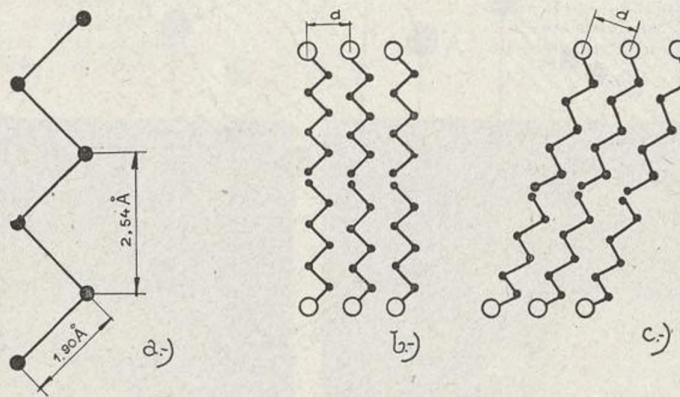


Fig. 40. — Système cubique : a) faces du cube; b) faces de l'octaèdre; c) faces du dodécaèdre.

chaînes. Les mélanges d'hydrocarbures présentent plus de tendance à l'orientation que les substances pures.

2^o Avec certains corps purs, des anneaux fins dévoilent l'absence d'orientation : cristaux relativement grands orientés au hasard.

3^o Avec certaines huiles légères, on obtient des halos diffus tout à fait semblables à ceux que MARK et WIERL (5) ont obtenu avec des vapeurs, et dont l'interprétation est la même : molécules orientées au hasard. Lorsqu'on égalise ces couches en les pressant avec une substance lisse (verre), des taches apparaissent qui indiquent un commencement d'orientation.

4^o On observe souvent (avec les alcools, les acides gras) des arcs diffus et des lignes horizontales courbées aux extrémités qui s'interprètent aisément comme dues à de longues molécules, faisant un angle déterminé avec le support, mais orientées dans tous les azimuts.

Comme l'onctuosité d'une substance dépend de son aptitude à l'orientation, on peut jusqu'à un certain point classer à ce point de vue les lubrifiants d'après leurs diagrammes électroniques. L'expérience montre que l'orientation est plus facile avec des chaînes longues et qu'elle est médiocre avec des corps purs.

On a pu aussi étudier le rôle du support : on a trouvé que l'effet d'orientation est maximum avec le fer et l'acier, et on a constaté que l'attraction du groupe actif par le support, pour la première couche de molécules, ne semble pas différer essentiellement d'une action chimique.

liques très minces ou sur des pellicules de collodion. Des anneaux fins indiquent d'abord la présence de cristaux répartis au hasard, mais peu à peu, les microcristaux s'orientent et on finit souvent par obtenir des diagrammes de cristaux uniques.

XXIV. — Structure d'une surface polie

La diffraction électronique a fourni sur ce sujet des résultats inédits. Il y a une quarantaine d'années, G. BEILBY (7) avait examiné au microscope des surfaces au cours de leur polissage et, aussi, au fur et à mesure de la dissolution, par voie chimique, de la couche polie. Il arriva à la conclusion que la couche polie résultait, non d'un niveling de la surface, mais d'un écoulement liquide et qu'elle était soumise à une véritable tension superficielle. Lorsque, par réflexion d'électrons sur des surfaces polies, G.P. THOMSON (8) et FRENCH (9) obtinrent des diagrammes de halos diffus, tout à fait semblables à ceux que les rayons X fournissent avec le liquide, on vit dans ce fait la confirmation de l'état amorphe de la couche polie (couche de BEILBY).

Mais KIRCHNER (10) montra qu'une feuille d'or, dont l'état cristallin est bien établi par les diagrammes tels que celui de la fig. 4, obtenu par transmission, donne par transmission des halos diffus. Il concluait que la couche polie pouvait, comme la feuille d'or, être constituée par des microcristaux qui n'émergeaient qu'à peine au-dessus de la surface, et dont le pouvoir séparateur

dans la direction normale à la surface était par conséquent très faible.

Cependant, quelques expériences très intéressantes ont permis de s'assurer de l'exactitude des vues de BEILBY. COCHRANE (11) a réussi à isoler la couche polie d'or, en polissant un bloc de nickel doré, puis en dissolvant ensuite le support de nickel par l'acide azotique : il observa le halo aussi bien par transmission que par réflexion (fig. 19). D'autre part, FINCH, QHARREL et ROEBUCK (12) ont trouvé que la couche polie était capable de dissoudre très rapidement, à la température ordinaire, de minces couches de zinc obtenues par évaporation : ils ont pu « dissoudre » ainsi jusqu'à 12 couches successives de zinc avant d'obtenir un diagramme persistant dû aux cristaux de zinc. Rappelons d'autre part la belle expérience de BOWDEN et RIDLER (13) qui, par un procédé thermoélectrique, ont pu montrer qu'au cours du polissage, la surface atteignait presque immédiatement une température limite, indépendante de la vigueur et de la durée du polissage, et égale à la température de fusion.

HOPKINS et LEES ont montré comment variait l'état du métal au fur et à mesure qu'on s'éloignait de la surface. Suivant le mode de polissage, l'épaisseur de la couche de BEILBY varie entre 10 et 20 Å environ. Au delà de cette épaisseur, l'état cristallin apparaît graduellement. Mais il faut atteindre plusieurs centaines d'angstroms avant d'arriver aux cristaux de taille et d'orientation normales.

Les expériences et les résultats de BEILBY concernaient également les surfaces polies non métalliques. Plusieurs observateurs, cependant, ont trouvé que la surface d'un cristal unique de calcite, par exemple, fournissait encore après polissage un diagramme de taches et de lignes caractéristiques d'un cristal unique. FINCH a montré qu'en polissant une surface qui faisait un angle assez grand avec un plan de clivage, c'est bien une couche amorphe qu'on obtenait. Cet état amorphe persistait d'autant moins que l'angle entre la surface et le plan de clivage était plus faible et, en chauffant à quelques centaines de degrés, on finissait toujours par obtenir le diagramme de cristal unique. Autrement dit, la couche polie, d'abord amorphe, se cristallise et s'oriente sous l'action du réseau cristallin sous-jacent, et cet effet d'orientation est maximum pour la direction de clivage. D'après FINCH, la couche polie de tous les cristaux uniques présente le caractère d'un écoulement superficiel, suivi d'une recristallisation et d'une orientation plus ou moins prononcées. Seul le diamant fait exception et ne fournit jamais de diagramme de halo. FINCH admet que, dans ce seul cas, le polissage consiste en un nivelingement des aspérités cristallines.

FINCH et ses collaborateurs ont trouvé que la couche polie est cristalline pour le corindon (Al_2O_3) et amorphe dans le cas des spinelles (Al_2O_3 , MgO). L'alumine amorphe qui recouvre les surfaces d'aluminium se cristallise par un polissage énergique. C'est ce qui explique l'usure rapide des cylindres de moteurs par les pistons d'aluminium. En « spinellisant » la surface d'aluminium, on diminue beaucoup l'usure.

XXV. — Le graphite et la lubrification

JENKINS (14) et FINCH (15) ont étudié la constitution des dépôts de graphite sur un support inactif (verre). Un dépôt obtenu par évaporation d'une suspension de graphite en grains fins donne par réflexion un diagramme d'anneaux fins : les cristaux sont de tailles notables et orientés au hasard. Au contraire, un dépôt obtenu à partir d'une solution colloïdale de graphite donne un diagramme d'anneaux diffus (cristaux très petits). Après l'action d'un léger frottement, le dépôt de graphite colloï-

dal est complètement transformé. Son diagramme par réflexion est alors formé d'un petit nombre de taches ou arcs très diffus (petits grains) alignés dans une direction normale au bord du diagramme et passant par la tache non déviée : l'orientation est complète et l'espace-ment des taches montre que les cristaux très plats (prismes à base hexagonale) ont leur plan de base orienté parallèlement au support. Un dépôt d'« Aquadag » très fin présente même immédiatement cette orientation, sans aucun frottement préalable.

Si on étudie par diffraction électronique des surfaces de fer qui ont été lubrifiées avec une solution colloïdale de graphite dans l'huile (« Oildag »), on trouve qu'après un frottement modéré, le diagramme laisse subsister, à côté des anneaux du graphite, ceux du fer α . Mais après un frottement énergique, il ne reste plus dans le diagramme que les taches du graphite fortement orienté, qui recouvre toute la surface. Le glissement se fait parallèlement aux bases hexagonales des cristaux.

FINCH et WILMAN (16) ont montré que deux surfaces frottantes en acier doux présentent le diagramme du fer α . La fonte, plus riche en carbone, présente après le frottement un diagramme net du graphite, ce qui explique les propriétés bien connue d'autolubrification de cet alliage.

XXVI. — Catalyse

La catalyse, phénomène de surface, a également pu être étudiée par la diffraction électronique. Les travaux de FINCH, MURRISON, STUART et THOMSON (17) ont établi que les couches de platine projeté cathodiquement étaient d'autant plus actives que l'orientation était moindre. Beaucoup des surfaces étudiées étaient en réalité recouvertes d'une pellicule d'oxyde de platine qui, après réduction, était active. Après utilisation comme catalyseur, certaine surfaces se trouvaient « orientées ». A une température de plus de 300°, on observait la disparition de l'activité.

XXVII. — Autres applications

Nous ne pouvons que mentionner ici l'application de la diffraction électronique à l'étude de la nitruration de l'acier, de l'éirement du caoutchouc, de la diffusion des métaux, de l'émission thermoionique, des émulsions photographiques, des parois semi-perméables, etc.

R. ZOUCKERMANN.

APPENDICE

NOTE SUR LA STRUCTURE DES CRISTAUX.

Rappelons que les rayons X ont confirmé la structure des cristaux imaginée d'abord par HAÜY et BRAYAIS : le cristal est formé d'ions ou de molécules régulièrement disposés aux nœuds d'un réseau à trois dimensions. Ce réseau peut être défini par trois vecteurs a , b , c (suivant trois axes x , y , z) déterminant la « maille » élémentaire. Il existe une infinité de moyens d'aligner les nœuds du réseau suivant des « lignes » ou « files » réticulaires, ou des « plans réticulaires ». Au point de vue physique, tous les plans réticulaires parallèles sont équivalents et forment une famille. On démontre que, si on considère un plan réticulaire passant par le nœud origine, le plan réticulaire parallèle le plus proche coupe les axes x , y , z , en des points situés à des distances a/h , b/k et c/l , de l'origine ; h , k , l sont les « indices » de MILLER de la famille de plans considérée, qu'on désigne simplement par le symbole (h, k, l) . Les faces du cube (100), (010), (001) étant équivalentes, on les désigne simplement par (100) (fig. 40). De même, (111) sera une face d'octaèdre et (110) une face de dodécaèdre.

Il est facile de voir que dans un système cubique d'arête a , la distance des plans d'indices h, k, l est :

$$d_{hkl} = \sqrt{\frac{a}{h^2 + k^2 + l^2}}$$

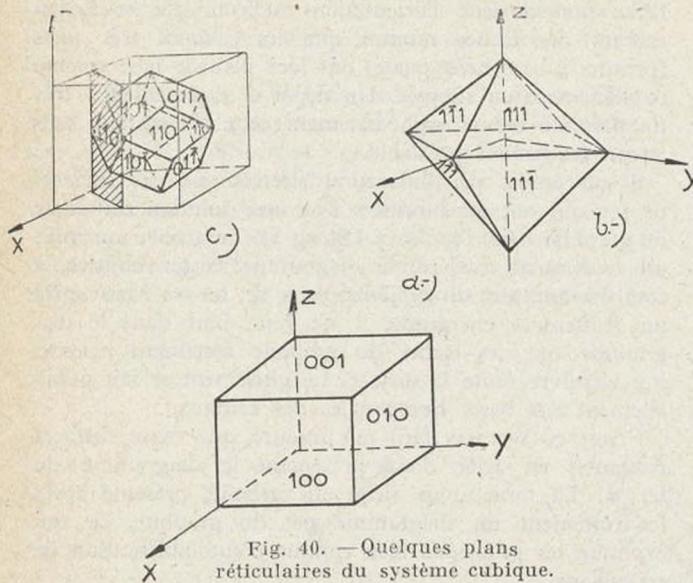


Fig. 40. — Quelques plans réticulaires du système cubique.

Beaucoup de substances cristallisent dans un système qu'on peut se représenter par des cubes élémentaires dont des ions ou des atomes occupent aussi soit le centre (système cubique centré), soit les centres des faces (cubique à faces centrées). L'intensité du rayonnement (électromagnétique ou corpusculaire) diffracté dans les diverses directions peut se calculer à partir du rayonnement diffracté par des cubes simples, qu'il suffit de multiplier par un « facteur de structure » facile à calculer. Ce facteur peut

s'annuler : les diffractions prévues dans les directions correspondantes sont alors supprimées.

BIBLIOGRAPHIE

I. — Monographies détaillées

- (1) FINCH et WILMAN : The study of surface structure by electron diffraction (*Ergebnisse der exakt-Naturw.*, 1937)
- (2) G.P. THOMSON and W. COCHRANE : Theory and practice of electron diffraction. (*Londres*, 1939).

II. — Monographies élémentaires

- (1) J. J. TRILLAT : Diffraction électronique (actualités scientifiques et industrielles, n° 269, *Hermann*).
- (2) R. BEECHING : Electron diffraction (*Londres*, *Methuen*, 1936).

III. — Références

Pour l'ensemble du sujet, et spécialement pour la première partie de cet exposé, voir la bibliographie très détaillée de FINCH et WILMAN (loc. cit.). Les mémoires suivants font l'objet de renvois dans le texte de la deuxième partie (Applications).

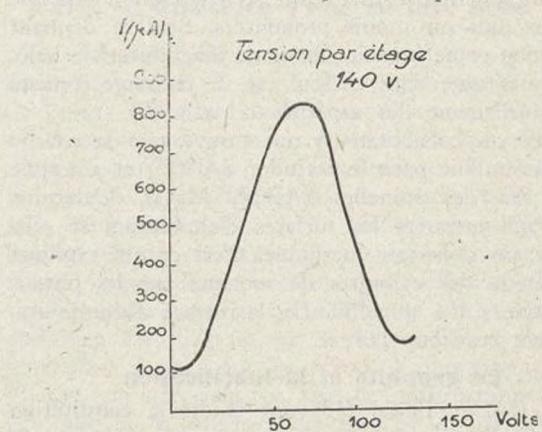
- (1) BÜRGERS et PLOOS VAN AMSTEL, Texture of thinly rolled tungsten foil. *Physica*, 3, 1064 (1936).
- (2) J. J. TRILLAT et T. V. HIRSCH, *J. de Phys.*, 3, 185 (1932).
- (3) BÜRGERS et PLOOS VAN AMSTEL, *Physica*, 3, 1057 (1936).
- (4) J. J. TRILLAT, *Ann. de Phys.*, 6, 5, (1926).
- (5) R. WIERL, *Ann. der Phys.*, 8, 453 (1932).
- (6) J.-J. TRILLAT, 7, 38 (1933).
- (7) BEILBY, Aggregation and flow of solids (*Londres*, 1921).
- (8) G.-P. THOMSON, *Phil. Mag.*, 18, 640 (1934).
- (9) FRENCH, *Proc. Roy. Soc.*, 166, 228 (1933).
- (10) KIRCHNER, *Ergeb. der Exakt. Naturw.* (1932).
- (11) COCHRANE, *Proc. Roy. Soc.*, 166, 228 (1938).
- (12) FINCH, QUARREL, ROEBRUCK, *Proc. Roy. Soc.*, 145, 676 (1934).
- (13) BOWDEN and RIDLER, *Proc. Roy. Soc.*, 154, 640 (1936).
- (14) JENKINS, *Phil. Mag.*, 17, 457 (1934).
- (15) FINCH, QUARREL, WILMAN, *Trans. Farad. Soc.*, 31, 1050 (1935).
- (16) FINCH, *Science Progress*, 31, 609 (1937).
- (17) FINCH, MURISON, STUART and THOMSON, *Proc. Roy. Soc.*, 141, 414 (1933).

POSSIBILITÉ DE COMPARER LES FLUX LUMINEUX NON MODULÉS

AU MOYEN D'UNE CELLULE PHOTOÉLECTRIQUE A MULTIPLICATEUR D'ÉLECTRONS SUIVIE D'UN AMPLIFICATEUR DE TENSIONS ALTERNATIVES.

Un photomètre photoélectrique de haute précision doit réaliser la comparaison du flux lumineux étudié à un flux étalon. L'emploi des cellules photoélectriques pour la comparaison de flux très faibles exige, pour l'obtention de la meilleure sensibilité, une résistance de charge d'au moins quelques dizaines de mégohms, ce qui exclut la possibilité d'opérer en lumière modulée à une fréquence supérieure à 1.000 p.s. environ. En effet, si la fréquence de modulation est élevée, la capacité grille-cathode de la lampe d'entrée de l'amplificateur constitue un shunt nuisible. Si la fréquence est assez basse pour que le phénomène ci-dessus soit négligeable (fréquence inférieure à 1.000 p.s.), on éprouve des difficultés à réaliser un amplificateur assez sélectif pour atténuer suffisamment le bruit de fond de l'ensemble. Un moyen pour y parvenir consiste en l'utilisation d'un filtre mécanique (diapason), qui exige alors une grande stabilité de la fréquence de modulation difficile à obtenir au moyen d'un disque tournant.

Si la couche photoélectrique est suivie d'un multiplicateur d'électrons, les inconvénients précédents disparaissent, l'impédance de charge d'un tel appareil pouvant être de quelques dizaines de milliers d'ohms seulement, sans que le bruit de fond de l'amplificateur qui suit soit gênant, car, par suite de l'amplification considérable du courant photoélectrique par le multiplicateur (de 10^5 à 10^6), les fluctuations de la tension de sortie de ce dernier sont grandes relativement au bruit de fond propre de l'amplificateur.



représente la valeur du courant de sortie I du multiplicateur en fonction de la tension V de l'électrode qui suit la cathode par rapport à la cathode, les tensions des autres électrodes par rapport à la cathode étant maintenues constantes. Le maximum de cette courbe correspond à la tension optimum de l'électrode considérée. On déduit de ce graphique que, si la tension de l'électrode est

modulée sinusoïdalement, le flux électronique sera modulé avant la même période. En particulier, si le point de repos est le point optimum, la modulation du flux électronique contiendra très peu d'harmonique 1 et une proportion importante d'harmonique 2. Cette dernière circonstance permet l'emploi de fréquences de modulations élevées, ou de multiplicateurs à faible nombre d'étages, la capacité entre l'électrode de modulation et l'électrode finale n'étant pas gênante, si l'amplificateur, étant accordé sur l'harmonique 2, atténue suffisamment le fondamental.

Cette méthode évite l'emploi d'un disque tournant pour moduler la lumière, d'où les avantages suivants :

1^o Amélioration de la stabilité de la fréquence de modulation. Elle n'est plus celle de la vitesse de rotation d'un moteur, mais celle d'un oscillateur de faible puissance;

2^o On n'a plus à craindre l'effet nuisible des vibrations mécaniques du moteur;

3^o Si plusieurs faisceaux tombent sur la cellule simultanément ou séparément, ils sont modulés suivant la même loi quel que soit leur trajet dans l'espace, à condition toutefois qu'ils couvrent la même portion de cathode;

4^o Les irrégularités du disque n'interviennent plus.

L. LE BLAN.

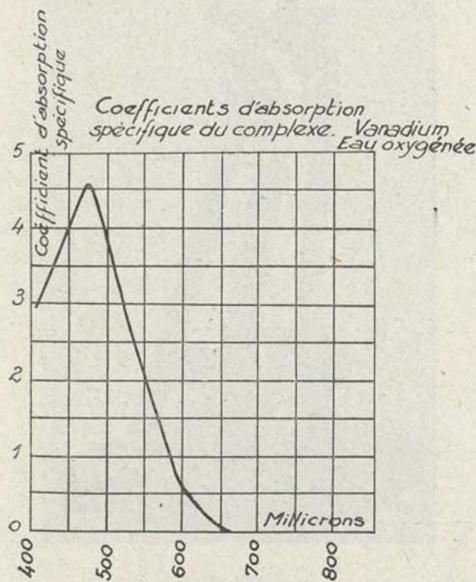
ESSAI DE DOSAGE DU VANADIUM

DANS LES ACIERS

PAR VOIE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Les courbes de transmission spectrale du complexe coloré obtenu par réaction de l'eau oxygénée sur une solution de métavanadate d'ammonium dans l'acide azotique ont été déterminées, pour diverses concentrations, par enregistrement au spectrophotomètre (1). A partir des facteurs de transmission, on obtient les valeurs des coefficients d'absorption spécifique (2).

Les valeurs trouvées sont indépendantes des concentrations à l'approximation des mesures près, ce qui prouve la validité de la loi de BEER-LAMBERT. La courbe ci-dessus donne les variations des coefficients d'absorption spécifique en fonction des longueurs d'onde. Il existe un maximum pour 480 m μ .



Pour les applications industrielles à l'analyse des alliages, il est intéressant de vérifier que les résultats restent invariables quand le vanadium se trouve en présence d'une grande quantité de fer, ou encore associé à du chrome ou à du nickel.

Nous avons d'abord enregistré au spectrophotomètre les courbes de transmission spectrale de solutions nitriques ou

sulfuriques de fer, de nickel ou de chrome.

L'examen de ces courbes permet de choisir la longueur d'onde la plus favorable pour mesurer l'absorption du vanadium en présence de ces métaux. Il est préférable en effet, pour la précision des mesures, que les métaux étrangers présentent une absorption faible pour la longueur d'onde choisie, tandis que le complexe vanadium-eau oxygénée présente une absorption notable.

Nous avons effectué toute une série de mesures pour diverses concentrations en vanadium en ajoutant une forte proportion de fer, de chrome ou de nickel, ainsi qu'on peut en trouver dans les aciers courants au vanadium. La longueur d'onde choisie était 520 m μ . Dans tous les cas, les coefficients d'absorption trouvés pour le complexe formé par addition d'eau oxygénée ont été les mêmes que si le vanadium était le seul métal présent dans la solution. La présence de fer, de chrome ou de nickel ne modifie pas la méthode de dosage, pourvu que la solution utilisée soit portée à un degré d'oxydation tel que tout le vanadium reste bien à la valence 5. La séparation préalable de ces métaux n'est pas nécessaire.

On se trouve donc en présence d'une méthode d'analyse quantitative sensible, simple et rapide. La mesure du coefficient d'absorption α se ramène à celle de deux élongations x et y du spot galvanométrique de l'appareil pour la longueur d'onde choisie, avant et après réaction à l'eau oxygénée; on a

$$\alpha = \log \frac{x}{y}$$

Soit a_0 le coefficient d'absorption spécifique, connu une fois pour toutes ($a_0 = 3,46$ pour $\lambda = 520$ m μ). Le rapport α/a_0 donne en grammes par litre la concentration en métal vanadium dans la solution étudiée.

La précision dans les mesures atteint 1/100, si l'on choisit les concentrations des solutions de façon que les coefficients d'absorption α restent compris entre 0,2 et 1. Elle est du même ordre que le titre des solutions utilisées.

De telles mesures ne sont plus possibles si l'on remplace la lumière monochromatique fournie par le spectrophotomètre par des bandes spectrales de 50 à 80 m μ de largeur, comme on les utilise dans les colorimètres ordinaires.

On démontre aisément, et l'expérience confirme que les coefficients apparents d'absorption ne sont plus proportionnels aux concentrations; de plus, ils varient notablement avec la couleur initiale de la solution. C'est ainsi

(1) J. GULLOD, *Thèse de Paris*, 14 janvier 1944.

(2) Calculés pour 1 g. de vanadium métal par litre et une cuve de 1 cm d'épaisseur.

qu'en présence de chrome (dans la proportion de 5 gr de chrome pour 1 gr de vanadium), le coefficient d'absorption mesuré augmentait de 30 % en lumière verte et de 20 % en lumière bleue.

Il apparaît bien que beaucoup de dosages par voie colorimétrique ordinaire dans lesquels la loi de BEER-LAMBERT semble ne pas s'appliquer, pourraient être repris par spectrophotométrie. L'utilisation de lumière monochromatique avec une longueur d'onde bien choisie montrerait souvent que la loi de BEER-LAMBERT se vérifie en fait, permettant ainsi une méthode de dosage simple et précise.

J. GILLON.

DISPOSITIF D'ENREGISTREMENT POUR LES ESSAIS DE RÉSILIENCE AU MOUTON-PENDULE

E. 121

On sait l'importance qu'ont pris les essais de résilience pour le contrôle des produits métallurgiques et dans l'élaboration de métaux de hautes qualités. Ces essais sont aussi indispensables dans l'étude des matières plastiques qui, maintenant, prennent dans la construction une place de plus en plus grande. C'est pourquoi nous avons été amenés à étudier l'adaptation au contrôle des matières plastiques des appareils utilisés depuis longtemps par les métallurgistes.

**

On sait que l'essai de résilience est réalisé très simplement à l'aide d'un appareil appelé « mouton-pendule »; un balancier, oscillant autour d'un axe, est libéré à partir d'une hauteur fixe; il rencontre l'éprouvette au bas de sa course, la rompt, et remonte à une hauteur d'autant plus grande que l'énergie absorbée par la rupture de l'éprouvette est plus faible. La mesure de la résilience de l'éprouvette, après l'étalonnage du pendule, se ramène à la mesure de l'angle de remontée du balancier. Les essais sur matières plastiques sont caractérisés par le fait que la résilience des éprouvettes est bien plus petite que celle des éprouvettes métalliques. On conçoit alors que, pour que la mesure soit possible, il soit nécessaire d'employer des pendules bien plus légers, de façon que leur énergie maximum soit de l'ordre de grandeur des énergies de rupture de l'éprouvette.

L'expérience montre que, pour les matières plastiques les plus résistantes au choc (où la charge est constituée par des chiffons), il suffit d'un pendule d'énergie de l'ordre de 40 kg-cm. Pour les matières plastiques plus fragiles (charge à base de farine de bois), surtout quand on opère sur éprouvettes entaillées, une telle puissance du pendule est encore trop grande: il faut descendre jusqu'à 10 kg-cm. Mais la diminution du poids du balancier soulève des difficultés de réalisation qui ne se rencontrent pas dans les pendules usuels.

En effet, si l'on veut conserver la précision des mesures, il est nécessaire de diminuer les frottements dans le même rapport dont on a abaissé l'énergie maximum du pendule: en particulier, dans le cas des pendules métallurgiques, on lit généralement l'angle de remontée à l'aide d'une aiguille, montée à frottement dur, que le balancier entraîne dans sa remontée jusqu'à son élévation maximum et qui doit rester immobile quand le balancier retombe. L'énergie absorbée par ce dispositif, qui est négligeable pour un pendule lourd, devient gênante pour un pendule d'une puissance de 10 kg-cm. Nous avons donc cherché à réaliser un dispositif plus sensible: c'est ce qui constitue l'originalité du pendule pour essais de matières plastiques dont nous allons donner une brève description.

**

La construction générale du pendule, bien visible sur la figure 1, ne diffère pas sensiblement de la construction

classique. Le balancier, qui doit être particulièrement léger, est en duralumin; seule, la panne qui frappe l'éprouvette est en acier. La masse oscillante a été dessinée de façon que les conditions suivantes soient vérifiées: d'une part, quand le pendule tombe à partir de la position initiale (angle 160° avec la verticale) il doit avoir, à la position d'équilibre, une énergie de 10 kg-cm, d'où la condition :

$$m g a (1 + \cos 160^\circ) = 10 \text{ kg-cm}$$

où m est la masse du balancier, a la distance du centre de gravité à l'axe. D'autre part, la distance de l'axe à

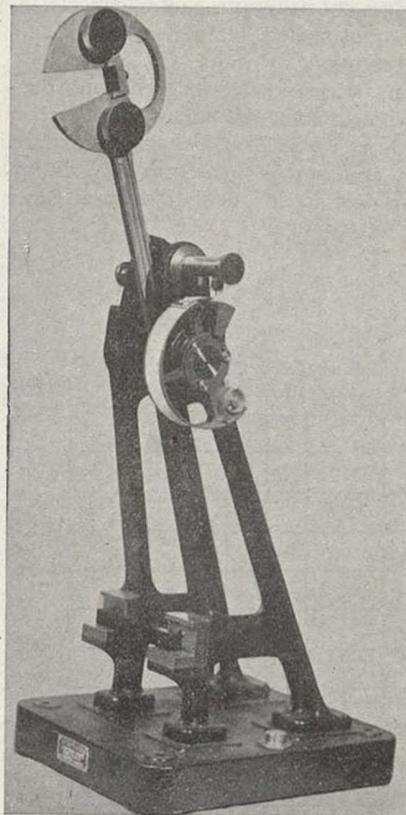


Fig. 1

la panne doit être égale à la longueur du pendule simple synchrone, soit $a + K^2/a$ ($m K^2$ étant le moment d'inertie de la masse oscillante par rapport à son centre de gravité). On sait que c'est à cette condition que les réactions sur l'axe au moment du choc sur l'éprouvette sont nulles; si cette condition n'était pas réalisée, les supports de l'axe auraient à absorber une percussion à chaque choc, ce qui entraînerait la détérioration des roulements et pourrait fausser les résultats. En réalité, comme

la panne vient frapper l'éprouvette sur une dizaine de millimètres, cette deuxième condition n'a pas besoin d'être vérifiée avec une grande exactitude.

Pour augmenter l'énergie du pendule, on rajoute au balancier deux masses supplémentaires disposées comme l'indique la figure 2. Les masses ont été calculées de façon que l'énergie du pendule devienne 40 kg-cm et que la longueur du pendule simple synchrone ne soit pas

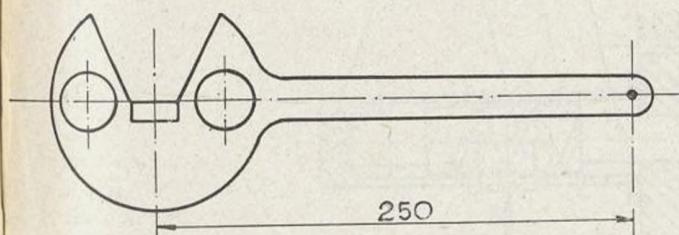


Fig. 2

sensiblement changée, puisque le point d'impact du pendule sur l'éprouvette n'est pas modifié. Voici les caractéristiques numériques du pendule que nous avons réalisé :

- Angle de chute : 160° .
- Poids du balancier : 240 g.
- Poids des surcharges : 626 g.
- Distance du centre de gravité à l'axe : 20,8 cm.
- Distance de la panne à l'axe : 25 cm.
- Longueur du pendule simple synchrone : 25,1 cm.

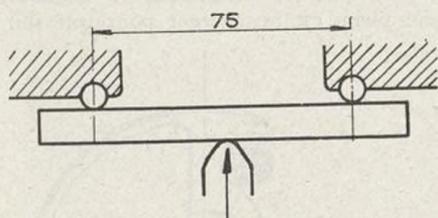
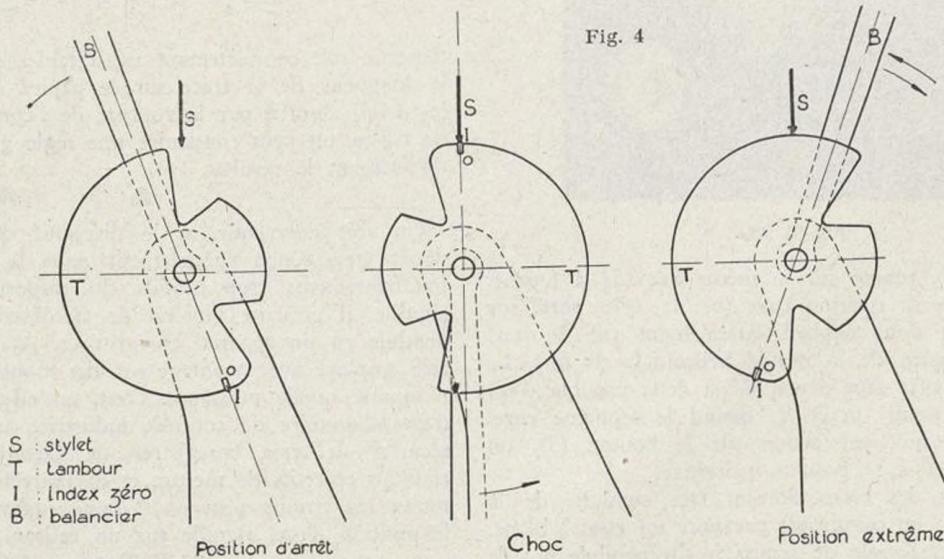


Fig. 3

L'éprouvette est appuyée sur deux tiges demi-rondes de 3 mm de diamètre, de façon que la distance entre appuis soit nettement déterminée (fig. 3). Notons encore que, pour réduire au minimum les frottements lors de l'oscillation du pendule, l'axe est monté sur des roulements à billes (roulements magnéto).



Le dispositif destiné à la lecture de l'angle de remontée est ainsi constitué : un tambour demi-cylindrique, équilibré, est solidaire du balancier. Sur ce tambour est tendue une bande de papier paraffiné. Un stylet fixé sur le bâti frotte légèrement sur le tambour de façon à laisser une trace sur le papier; cette trace, comme on le voit d'après la figure 4, commence au moment où le pendule passe par sa position d'équilibre et s'arrête au moment où il atteint sa position la plus élevée. On repère la position de l'équilibre par un trait marqué sur le papier en face d'un index porté par le tambour et, comme le diamètre du tambour a été choisi de façon que 1° corresponde à 1 mm ($\pi = 114,65$ mm), la longueur de la trace mesurée en mm donne l'angle de remontée du pendule.

**

Une caractéristique des essais de résilience, surtout sur matières plastiques, est que les résultats individuels sont

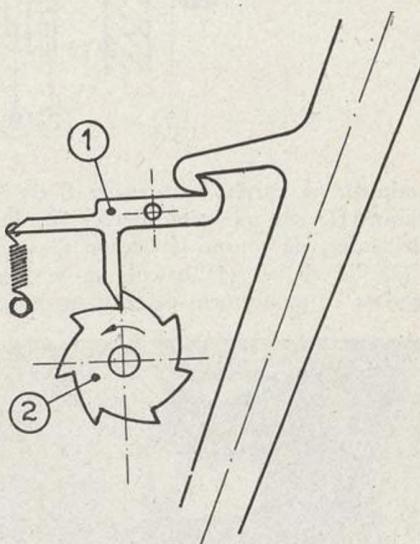


Fig. 5

assez dispersés; il est donc nécessaire de faire la moyenne d'une série de mesures, en général au nombre de cinq. Nous avons donc prévu que plusieurs essais successifs pourraient être enregistrés sur la même bande de papier,

sans qu'une fausse manœuvre puisse permettre que les traces du stylet, dans deux essais successifs, se superposent. Les figures 5 et 6 montrent comment ces conditions ont été réalisées. Le stylet, d'un essai à l'autre, se déplace automatiquement le long d'une génératrice du tambour, car c'est le mouvement de déclenchement du balancier lui-même qui commande le déplacement du

et vérifier son bon fonctionnement. On casse ensuite la série de cinq éprouvettes et on termine par un nouvel essai à vide afin de contrôler qu'aucun frottement accidentel n'est survenu pendant l'expérience. On détache alors la bande de papier; le tambour porte une réserve de papier enroulée sur un rouleau (fig. 7). Pour remettre l'appareil en état de marche pour une nouvelle série

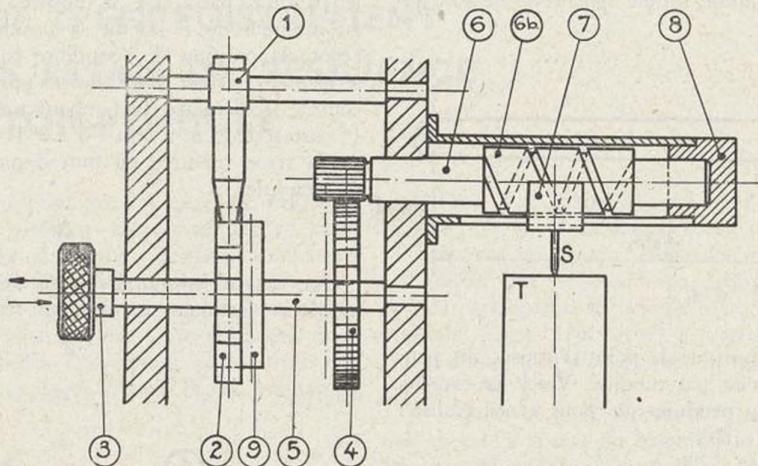


Fig. 6

stylet inscripteur. A l'arrêt, le balancier B est immobilisé par un cliquet (1) sur une came dentée (2). Pour décrocher ce balancier, on tourne le bouton (3), solidaire de la came (2); le cliquet (1) bascule et le balancier est libéré. Pendant ce mouvement de rotation du bouton (3),

d'essais, on déroule ce rouleau et on tend sur le tambour la longueur de papier nécessaire. La longueur totale de la réserve de papier est telle qu'on peut faire dix expériences successives; néanmoins, le tambour, portant un rouleau plein, est assez léger pour que son moment

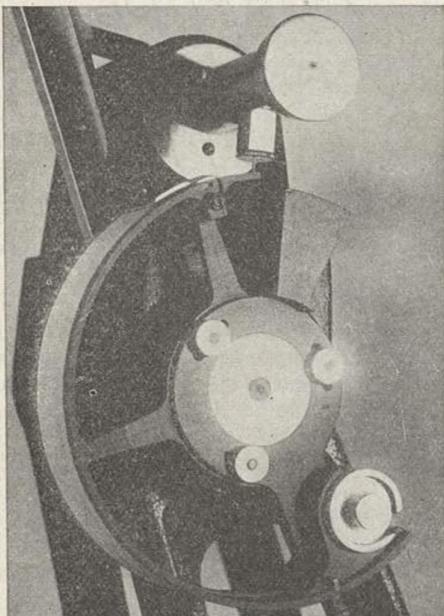


Fig. 5 bis

l'engrenage (4), monté sur le même axe (5) a tourné, entraînant dans sa rotation l'axe (6); le stylet porté sur l'écrou (7) est donc déplacé latéralement (de 2 mm) par l'intermédiaire de la rampe hélicoïdale (6 bis). La came (2) comporte sept dents; il est donc possible d'enregistrer sept essais successifs; quand le septième enregistrement est fait, par action sur le bouton (3), on ramène le stylet à sa position primitive.

Pratiquement, les essais doivent être conduits de la façon suivante: on commence par faire un essai à blanc, pour enregistrer l'angle de remontée du pendule à vide

Dépôt légal, 4^{me} trim. 1946, n° 154.

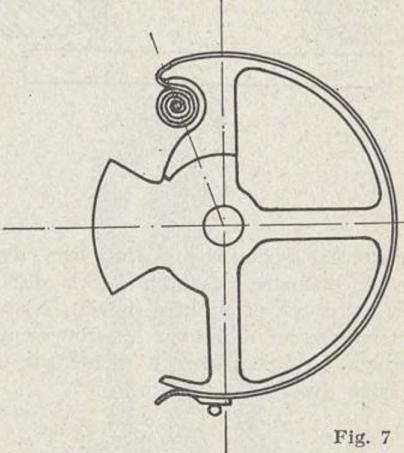


Fig. 7

d'inertie soit complètement négligeable. Au lieu de lire la longueur de la trace sur le papier et d'en déduire le travail absorbé par la rupture de l'éprouvette à l'aide de tables, on peut construire une règle graduée donnant directement le résultat.

**

On voit donc que, si le dispositif qui vient d'être décrit était conçu spécialement dans le but d'éliminer les frottements trop grands du dispositif classique à aiguille, il présente l'intérêt de transformer le mouton-pendule en un appareil enregistreur. A ce titre, il peut être employé avec avantage sur des moutons-pendules de n'importe quelle puissance. C'est, en effet, pour le chef d'un laboratoire de contrôle industriel, une très grande sécurité de voir enregistrer de façon indélébile les résultats objectifs de mesure et de pouvoir éliminer ainsi toutes les erreurs provenant d'une mauvaise lecture de la position d'une aiguille sur un cadran.

E. PEILLON et G. PELLEGRIN.

