

Comment interpréter les clichés de précession électronique à l'aide de la diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED)

Jean-Paul Morniroli ^{a,*}

^a Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux, USTL, ENSCL, CNRS, Bâtiment C6, Cité Scientifique, 59500 Villeneuve d'Ascq

Résumé - Nous présentons une nouvelle méthode originale d'interprétation des clichés de précession électronique à l'aide de clichés LACBED en fond noir. Le caractère « deux ondes » des clichés de précession ainsi que le comportement des réflexions cinématiquement interdites s'explique très facilement grâce à cette méthode.

1. Introduction

La précession électronique proposée par Vincent et Midgley en 1994 [1] est une nouvelle technique de diffraction électronique qui augmente de façon très importante les possibilités de la diffraction électronique car elle permet de prendre en compte les intensités diffractées. En plus, les clichés de diffraction sont moins dynamiques et ils contiennent un plus grand nombre de réflexions que les clichés de diffraction conventionnels en microdiffraction ou en aire sélectionnée. L'interprétation de ces clichés est généralement réalisée à l'aide de la construction d'Ewald et des cercles de Laue ou encore à l'aide de logiciels de simulations dédiés (Jems de P. Stadelmann, par exemple). Nous proposons, ici, une nouvelle façon d'interpréter les clichés de précession électronique à l'aide de clichés LACBED (Large-Angle Convergent Beam Electron Diffraction) en fond noir. En effet, ces deux techniques comportent de fortes similarités.

2. Description comparative des techniques de précession électronique et LACBED

Les conditions d'illumination de l'échantillon pour les techniques de précession électronique et LACBED sont données sur la figure 1. Pour des raisons de simplification, le faisceau transmis et un seul faisceau diffracté hkl seront représentés et les trajets des électrons vers le plan focal et le plan image ne seront pas dessinés.

Dans la technique de précession électronique, l'échantillon est illuminé par un faisceau incident parallèle (diffraction en aire sélectionnée) ou par un faisceau incident focalisé et presque parallèle (microdiffraction) qui tourne très rapidement sur la surface d'un cône dont l'axe est l'axe optique du microscope selon lequel est placé un axe de zone [uvw] du cristal étudié (figure 1a). Les conditions exactes de Bragg pour (hkl) sont observées quand le faisceau incident est dirigé selon les deux directions particulières AE et BE. Dans le plan focal (Figure 1c), on observe deux cercles plus ou moins superposés dont l'intensité est l'intensité transmise et diffractée en fonction de l'orientation du faisceau incident par rapport à la famille de plans réticulaires (hkl). Ainsi, les points a', b', c' et d' correspondent aux conditions exactes de Bragg. Ces deux cercles sont ensuite séparés et transformés en deux points grâce aux bobines défectrices post-échantillon puis projetés sur l'écran (Figure 1e). Cela signifie que l'intensité du spot hkl observé sur cet écran est l'intensité diffractée intégrée le long du cercle hkl situé dans le plan focal.

Pour la configuration LACBED, le faisceau incident est fixe et il remplit entièrement le même cône que celui de la précession lorsque les angles de précession et de convergence sont identiques. Cependant, l'échantillon n'est plus situé dans le plan objet, mais il est surélevé d'une distance de défocalisation Δh (Figure 1b). Les rayons incidents qui se propagent selon la surface ABE sont en position exacte de Bragg pour (hkl) et ils diffractent selon la ligne A'B' de l'échantillon pour donner un spot hkl situé dans le plan objet à une certaine distance du spot transmis E. Dans le plan focal (Figure 1d) on observe deux disques pleins ayant le même rayon et la même distance de séparation que les deux cercles de précession. Les conditions exactes de Bragg se produisent selon la ligne diffractée a'b' (appelée ligne d'excès) et la ligne transmise c'd' (appelée ligne de défaut). Ces deux disques sont ensuite séparés grâce au diaphragme d'aire sélectionnée [2] si bien que sur l'écran (Figure 1f) on n'observe plus qu'un seul disque diffracté hkl comportant une ligne d'excès hkl.

3. Utilité de cette description

Cette description comparative indique que l'intensité intégrée d'un spot hkl d'un cliché de précession électronique (figure 1e) correspond à l'intensité diffractée selon la circonférence du disque LACBED en fond noir de la réflexion correspondante (cercle pointillé sur la figure 1f). L'effet de l'angle de précession sur les intensités diffractées devient facilement interprétable car il correspond tout simplement sur les clichés LACBED en fond noir, à des cercles concentriques qui représentent les angles de précession comme le montre la figure 1g. Cette description montre aussi que les conditions deux-ondes deviennent de plus en plus vérifiées lorsque l'angle de précession devient grand. Enfin, elle aide aussi à comprendre pourquoi les réflexions cinématiquement

* Auteur à contacter : Jean-Paul. Morniroli@univ-lille1.fr – Tel : 03 20 43 69 37

interdites sont généralement visibles pour de faibles angles de précession (figure 2a) et deviennent très faibles et éventuellement disparaissent lorsque l'angle de précession devient grand (figure 2b). Il suffit de considérer, sur le cliché LACBED en fond noir de la réflexion interdite, les cercles qui correspondent aux angles de précession (figure 2c) pour comprendre cette propriété utile car elle permet d'identifier les réflexions interdites [3].

4. Conclusion

Cette nouvelle façon originale d'interpréter les clichés de précession électronique au moyen de clichés LACBED en fond noir est très utile car elle donne une vue directe de l'intensité intégrée et permet d'expliquer simplement les principales propriétés des clichés de précession électronique.

5. Références

- [1] R. Vincent et P. A. Midgley, *Double conical beam-rocking system for measurement of integrated electron diffraction intensities*, Ultramicroscopy. **53** (1994) 271-282
- [2] J.P. Morniroli, *LACBED; Application to crystal defects*, Monograph of the Sf μ , SF μ , Paris (2002)
- [3] J.P. Morniroli, A. Redjaïmia et S. Nicolopoulos, *Contribution of electron precession to the identification of the space group from microdiffraction patterns*. **107** (2007) 514-522

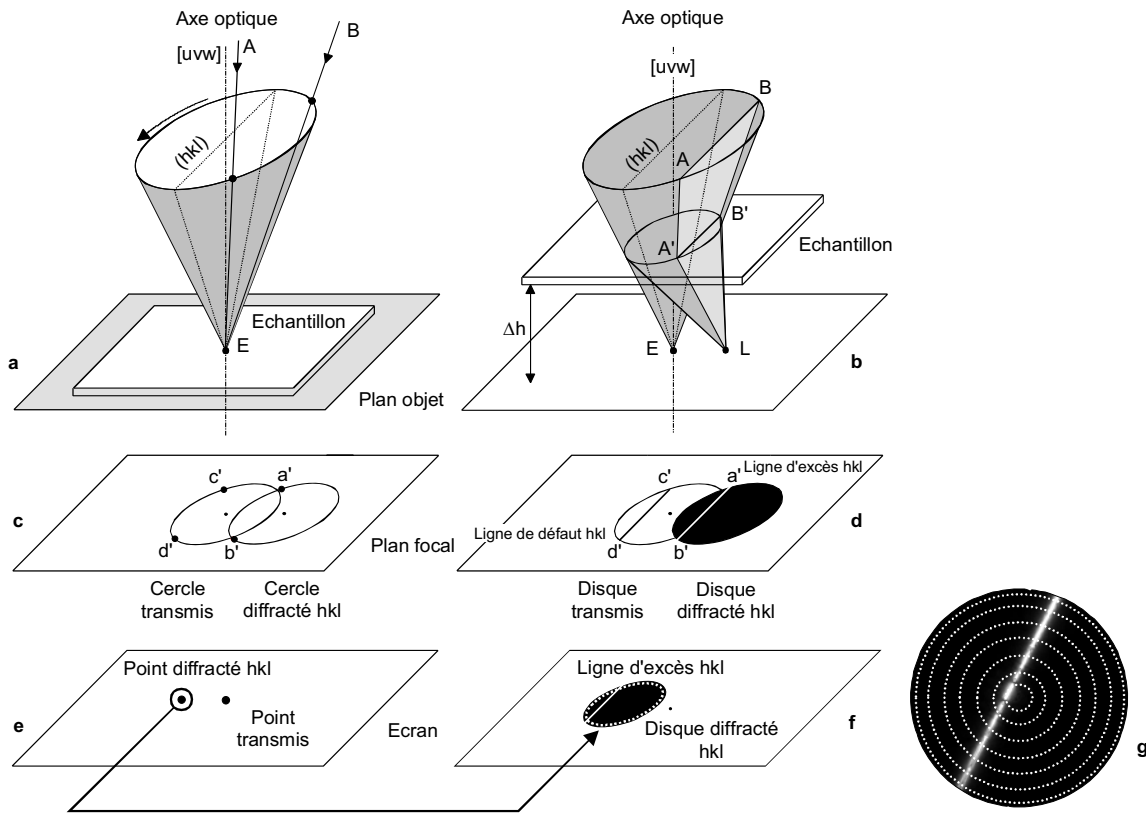


Figure 1 - Description comparative de la précession électronique et de la diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle en fond noir.

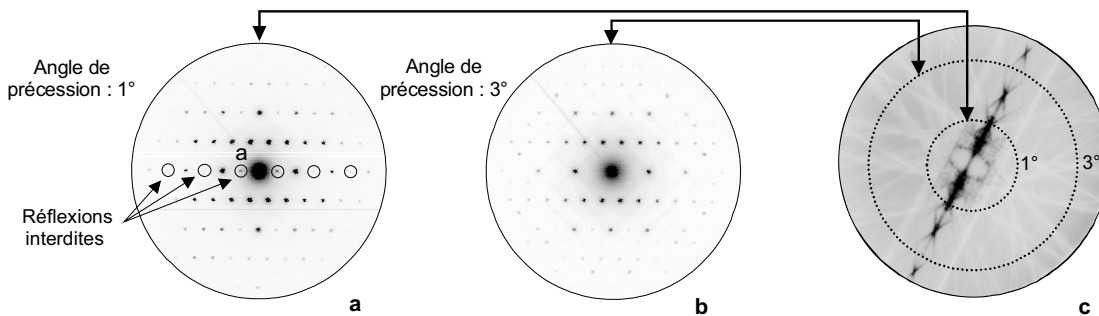


Figure 2 - Presence (a) et absence (b) des réflexions cinématiquement interdites sur les clichés de précession électronique. Cliché LACBED en fond noir correspondant à la réflexion interdite (c).