

CRISTALLOGRAPHIE. — *Effets d'un bombardement électronique sur la surface de cristaux de fluorure de lithium.* Note (\*) de MM. CLAUDE DUPUY, HENRI SAUCIER et BERNARD SCHAEFFER, présentée par M. Jean Wyart.

Les cristaux de LiF, placés dans un vide d'environ  $10^{-7}$  torr, ont été bombardés sous une incidence normale par un faisceau d'électrons de 50 kV (intensité du faisceau : 5  $\mu$ A) pendant un temps  $t$  variant de 1 à 15 mn. Pendant le bombardement on observe sur la surface du cristal, au point d'impact, une tache lumineuse <sup>(1)</sup> circulaire d'environ 1 mm de diamètre; pour  $0 < t < 0,5$  mn : la tache d'abord verdâtre devient progressivement jaune clair; pour  $0,5 < t < 3$  mn : au-dessus de la surface du cristal apparaissent des lueurs rouges; pour  $3 < t < 10$  mn : les lueurs rouges disparaissent, mais la tache lumineuse jaune persiste; pour  $10 < t < 15$  mn : à partir de la tache lumineuse apparaissent à la surface du cristal des raies lumineuses de même couleur dirigées suivant des directions cristallographiques que nous chercherons à préciser tout à l'heure.

En examinant au microscope optique les cristaux après bombardement, on constate que : pour  $0 < t < 0,5$  mn, on ne voit aucune trace à la surface du cristal; pour  $0,5 < t < 1$  mn, il apparaît une tache colorée jaunâtre, due certainement à la création de centres de couleur <sup>(2)</sup>; pour  $1 < t < 3$  mn à l'intérieur de la tache, qui est d'autant plus foncée que le temps est plus long, on voit des stries rectilignes très bien marquées; pour  $t > 10$  mn, la tache devient très sombre, et les stries précédemment observées sont presque totalement brouillées.

Lorsqu'on examine les stries ( $1 < t < 3$  mn) à un grossissement assez fort, environ 850, on constate qu'on a affaire à de véritables sillons (*fig. 1*). Les sillons formés peuvent se recouper l'un l'autre suivant leur âge relatif. Ils confluent pour donner des sillons plus importants. Si l'on effectue alors une attaque par une solution aqueuse de FeCl<sub>3</sub> sur la surface bombardée, on constate que les figures de corrosion sont très denses et très petites dans l'impact, très espacées et deux à trois fois plus grosses sur le reste du cristal. Si l'on fait par clivage une coupe perpendiculaire à la face ayant reçu le faisceau, on constate qu'au voisinage de la tache les figures de corrosion sont beaucoup plus fines et beaucoup plus denses que dans le reste du cristal. L'épaisseur de la zone modifiée à l'aplomb du faisceau est d'environ 0,2 mm.

L'étude de la géométrie des « sillons » pour un impact effectué sur une face (001) (*fig. 2*) montre qu'ils sont répartis suivant deux systèmes A et B de droites parallèles se coupant à angle droit ( $\alpha = 90^\circ \pm 10'$ ), le réseau A ayant pour direction  $[1\bar{1}0]$  et B  $[110]$ . On peut obtenir — difficilement — un clivage suivant (011); un impact effectué sur une face ainsi

obtenue (fig. 3) montre que les sillons se répartissent suivant trois systèmes A', B', C' de droites parallèles, la direction A' étant bissectrice de l'angle  $\alpha'$  formé par l'intersection des directions B' et C'. La mesure de  $\alpha'$  donne une valeur de  $110 \pm 2^\circ$ . Les directions de ces réseaux sont pour A' :  $[0\bar{1}1]$ , B' :  $[2\bar{1}1]$ , C' :  $[21\bar{1}]$ . (Ces directions semblent d'ailleurs être également celles des raies lumineuses signalées plus haut, observées pour  $10 < t < 15$  mn.)

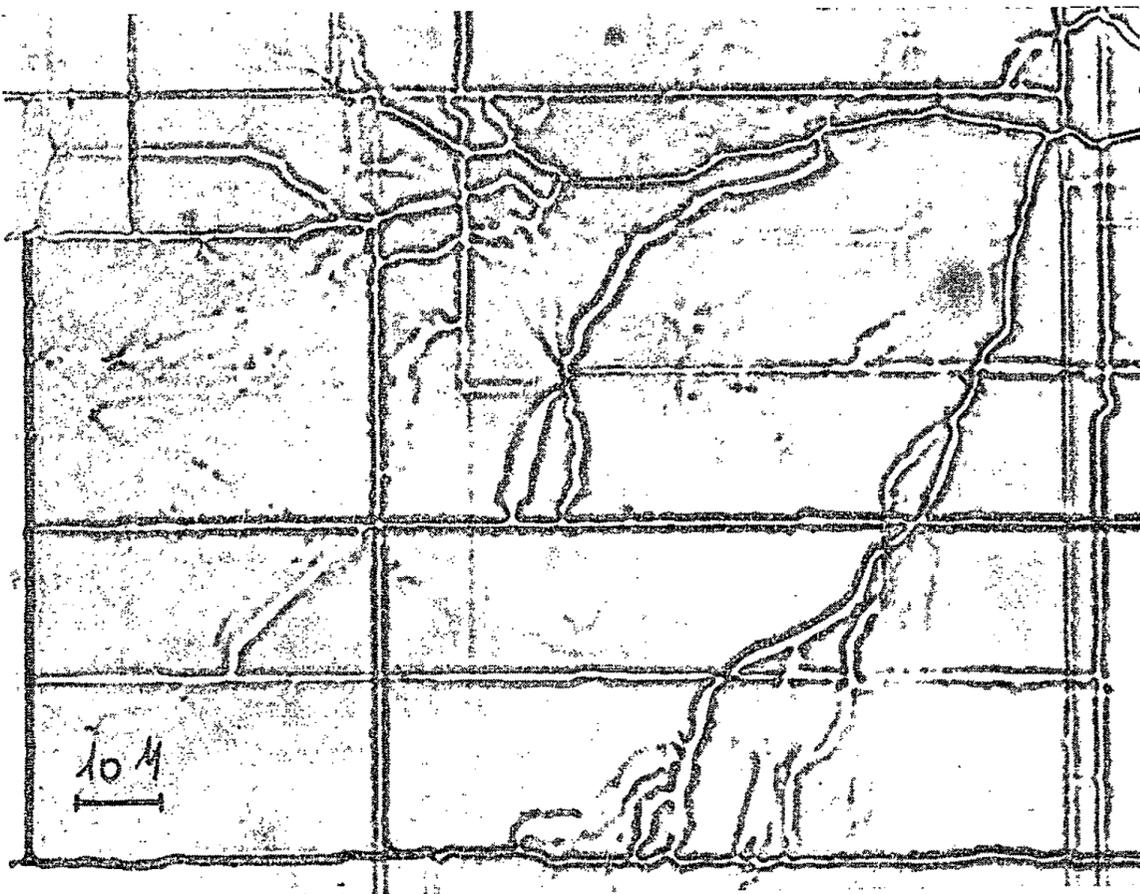


Fig. 1. — Détail des sillons sur (001).

On peut noter que les directions A', B', C' sont celles de rangées portant des ions de même signe; elles correspondent à l'intersection avec le plan d'observation des plans  $\{111\}$  constitués de plans structuraux ne portant que des ions de même signe. Ces sillons n'ont donc aucun lien avec les bandes de glissement, intersection avec le plan de la face étudiée des plans de glissement  $\{110\}$ . L'étude des « rosettes » obtenues par saupoudrage<sup>(3)</sup> a d'ailleurs confirmé ce résultat. La figure ainsi obtenue sur un plan (011) n'a pas la même orientation cristallographique que les sillons dus à l'impact des électrons; elles peuvent se déduire l'une de l'autre par une rotation de  $90^\circ$ .

*En résumé*, pour une durée convenable d'irradiation par des électrons de 50 kV, on voit apparaître à la surface du cristal de LiF des phénomènes nouveaux : des sillons se creusent suivant des directions correspondant

à des rangées d'ions tous de même signe. En même temps il semble que des ions  $\text{Li}^+$  soient arrachés au cristal (lueurs rouges) et qu'un grand nombre de dislocations se rassemble au point d'impact.

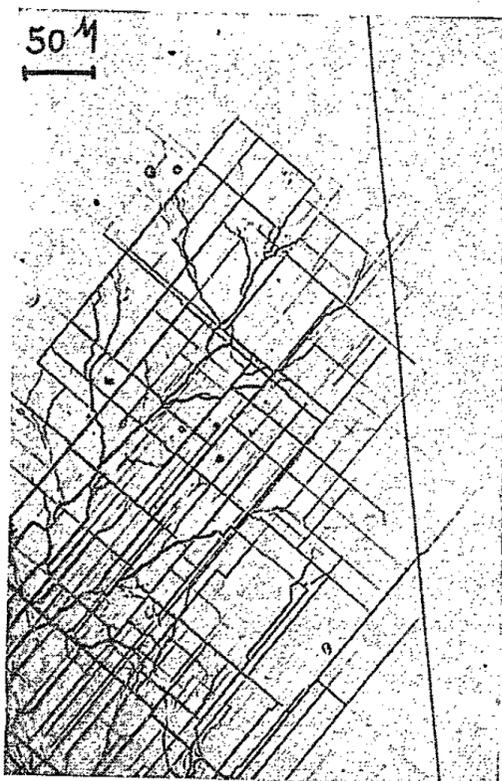


Fig. 2. — Impact sur (001).

Les phénomènes observés sont identiques si l'on opère avec des cristaux de  $\text{LiF}$  préalablement irradié au  $^{60}\text{Co}$  ou préalablement déformés. Par contre

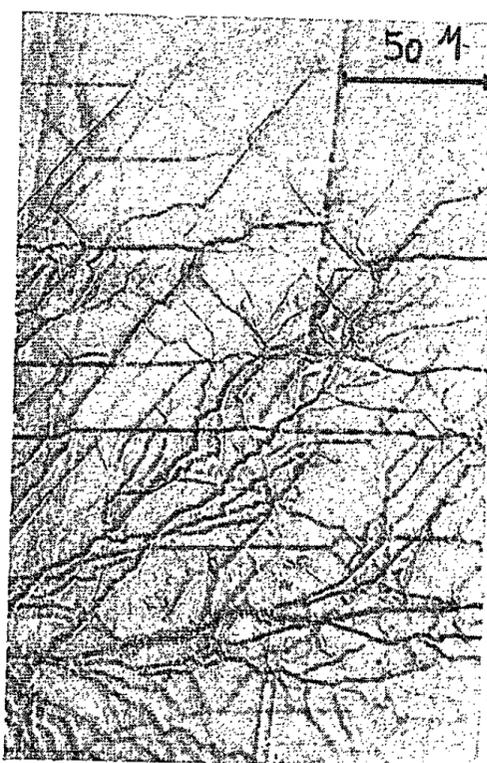


Fig. 3. — Impact sur (011).

Les stries horizontales fortement marquées sont dirigées suivant  $[0\bar{1}1]$ .

nous n'avons rien observé de comparable sur KBr. Il semble que la grande résistivité électrique superficielle de LiF soit un facteur déterminant. Les échantillons utilisés ont été clivés dans l'air ambiant. Or on sait (\*) que, pour les halogénures alcalins, la résistivité superficielle — très grande en milieu anhydre — s'abaisse brusquement à partir d'un certain taux d'humidité de l'atmosphère, qui est variable suivant l'espèce. Dans le cas de LiF, l'humidité de l'atmosphère devait être inférieure à la valeur critique. C'est dans ces conditions de grande résistivité superficielle que l'écoulement des électrons se fait suivant des droites préférentielles et est accompagné de phénomènes d'érosion.

Les observations précédentes sont à rapprocher de celles faites antérieurement, par une méthode dérivée de la xérogaphie (†). Nous avons constaté que les particules chargées qui se fixent à la surface d'un cristal de LiF déformé laissent apparaître des bandes interdites. Ces bandes sont orientées suivant des directions où les intersections avec la face d'observation — face (001) — des plans de glissement ;110; coïncident avec celles des plans ;111;. Dans ce cas les charges qui pourraient apparaître en surface, s'écoulent le long des directions privilégiées précédemment observées et la surface du cristal reste neutre; aucune particule ne vient s'y fixer.

(\*) Séance du 25 janvier 1965.

(†) M. CURIE et C. CURIE, *Questions actuelles en luminescence cristalline*, Paris, 1956, p. 75-83.

(‡) K. PRZIBRAM, *Verfärbung und Lumineszens*, Wien, 1953, p. 9.

(§) J. J. GILMAN et W. G. JOHNSTON, *The origin and growth of glide bands in lithium fluoride crystals (Dislocations and mechanical properties of crystals)*, New-York, 1957.

(¶) M. HUCHER, A. OBERLIN et J. WYART, *Comptes rendus*, 258, 1964, p. 6473.

(§§) H. SAUCIER et C. DUPUY, *Comptes rendus*, 252, 1961, p. 1039.