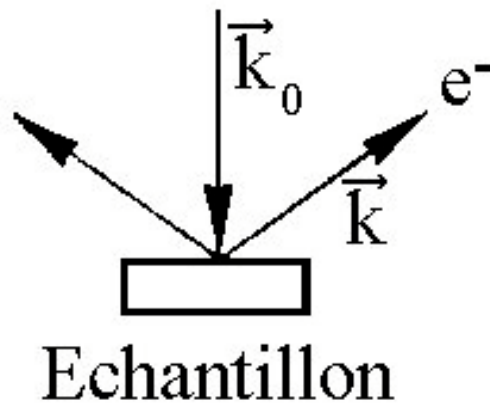


## Diffraction d'électrons lents - DEL.

Low Energy Electron Diffraction LEED,  
Low Energy Electron Microscopy LEEM.

### ➤ Principe.

Diffraction élastique d'électrons lents par la surface cristalline d'un échantillon.



1). Electrons lents d'énergie 10 eV à 300 eV, par suite

$\lambda_e$  longueur d'onde de *de Broglie*

$$\lambda_e(\text{\AA}) \approx 12.26/\sqrt{E(\text{eV})} \Rightarrow 0.71 \text{\AA} < \lambda_e < 3.16 \text{\AA},$$

$\lambda_e$  est du même ordre de grandeur que les distances cristallographiques (inter-atomiques) des solides  $\Rightarrow$  *diffraction*,

2). Electrons lents d'énergie 10 eV à 300 eV, par suite

$\lambda$  libre parcours moyen  $\approx 5 \text{\AA}$  à  $10 \text{\AA}$   $\Rightarrow$  le phénomène de diffraction met en jeu les plans atomiques les plus externes de la surface analysée – *diffraction élastique*.

## Diffraction d'électrons lents - DEL.

### ➤ Principe - Condition de diffraction de Laüé 3D.

*.Cdt de diffraction dans le réseau directe.*

$\forall \vec{r}_{uvw} [uvw]$  et  $\Delta\vec{k} = \vec{k} - \vec{k}_0$  vecteur de diffusion, avec  $\vec{k} = (2\pi/\lambda_e)\vec{n}_k$ , tous les nœuds de la rangée  $[uvw]$  sont en phase, dans la direction  $\vec{k}$ , si et seulement si :

$$(1) \Delta\vec{k} \cdot \vec{r}_{uvw} [uvw] = m, m \in \mathbb{N},$$

*.Cdt de diffraction dans le réseau réciproque.*

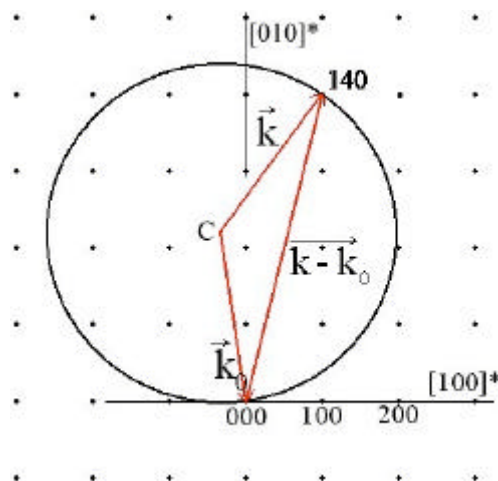
$$(2) \forall \vec{r}_{hkl}^* (hkl), \vec{r}_{uvw} (uvw) \cdot \vec{r}_{hkl}^* (hkl) = n, n \in \mathbb{N},$$

$$(1) + (2) \Rightarrow (3) \Delta\vec{k} = \vec{r}_{hkl}^*, \text{ soit } \vec{k} - \vec{k}_0 = \vec{r}_{hkl}^*$$

*La condition de diffraction est vérifiée lorsque le vecteur de diffusion est un vecteur du réseau réciproque  $\Delta\vec{k} = \vec{r}_{hkl}^*$ .*

### .Construction de la sphère d'Ewald - Cas 3D.

Considérons une sphère de rayon  $|\vec{k}_0| = |\vec{k}| = 2\pi/\lambda_e \approx 0.5 \sqrt{E}$  et centrée en C, origine des vecteurs d'onde  $\vec{k}, \vec{k}_0$ . L'origine du réseau réciproque est choisie à l'extrémité O du vecteur d'onde de l'onde incidente  $\vec{k}_0 = \vec{CO}$ .



*Par construction, pour qu'il y ait diffraction sur une famille de plans  $(hkl)$ , il faut que le nœud de la rangée réciproque  $[hkl]^*$  se trouve sur la sphère d'Ewald.*

## Diffraction d'électrons lents - DEL.

### ➤ Principe - Cdt de diffraction de Laüe en surface (2D).

⇒ Diffraction élastique 2D,

⇒ Il y a relâchement complet des conditions de diffraction suivant la normale à la surface.

Les domaines de diffraction 2D sont des droites perpendiculaires à la surface réelle et passant par les nœuds du réseau réciproque 2D : *tiges de diffraction* (période infinie dans l'espace direct - pas de discrétisation).

Cdt de diffraction 3D

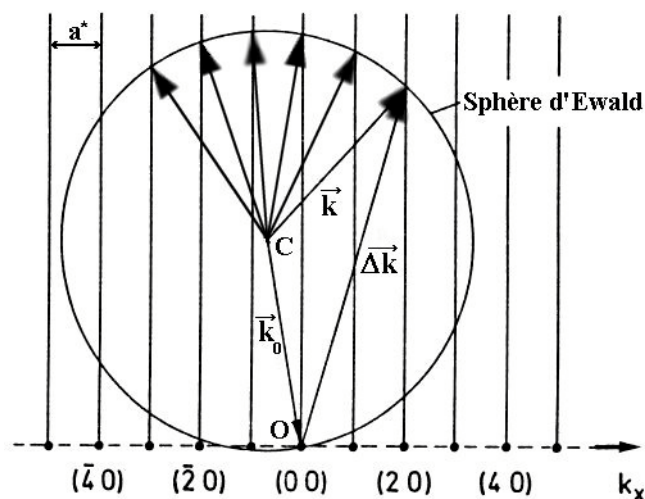
$$\Delta\vec{k} = \vec{r}^*$$

Cdt de diffraction 2D

$$\Delta\vec{k}_{//} = \vec{r}_{//}^*$$

*La condition de diffraction 2D est vérifiée lorsque le vecteur de diffusion est un vecteur du réseau réciproque de surface*  $D\mathbf{k} = \mathbf{r}_{hk}^*$

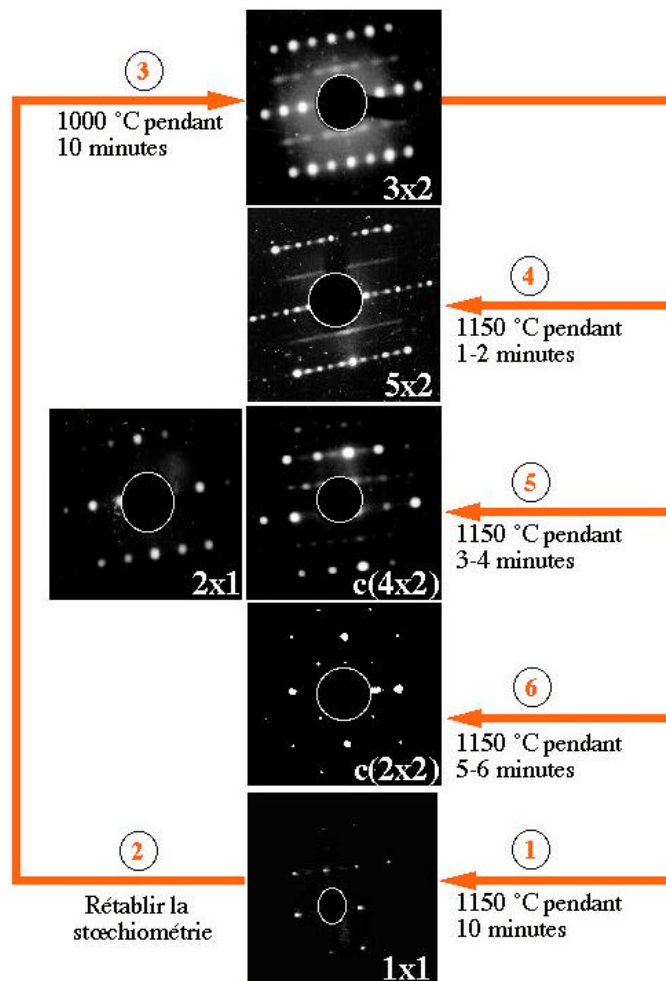
### .Construction de la sphère d'Ewald - Cas 2D.



*Par construction, un vecteur de diffusion est défini par l'intersection d'une tige de diffraction avec la sphère d'Ewald.*

## Diffraction d'électrons lents - DEL.

### ➤ Principe - Diagramme de diffraction.



Séquence de préparation des reconstructions de  $\beta$ -SiC(100) - F. Semond, L. Douillard, V. Aristov, P. Soukiassian DSM/DRECAM/SPCSI CEA Saclay (1996).

1). Les positions des points de diffraction DEL sont caractéristiques de la **symétrie de la surface**,

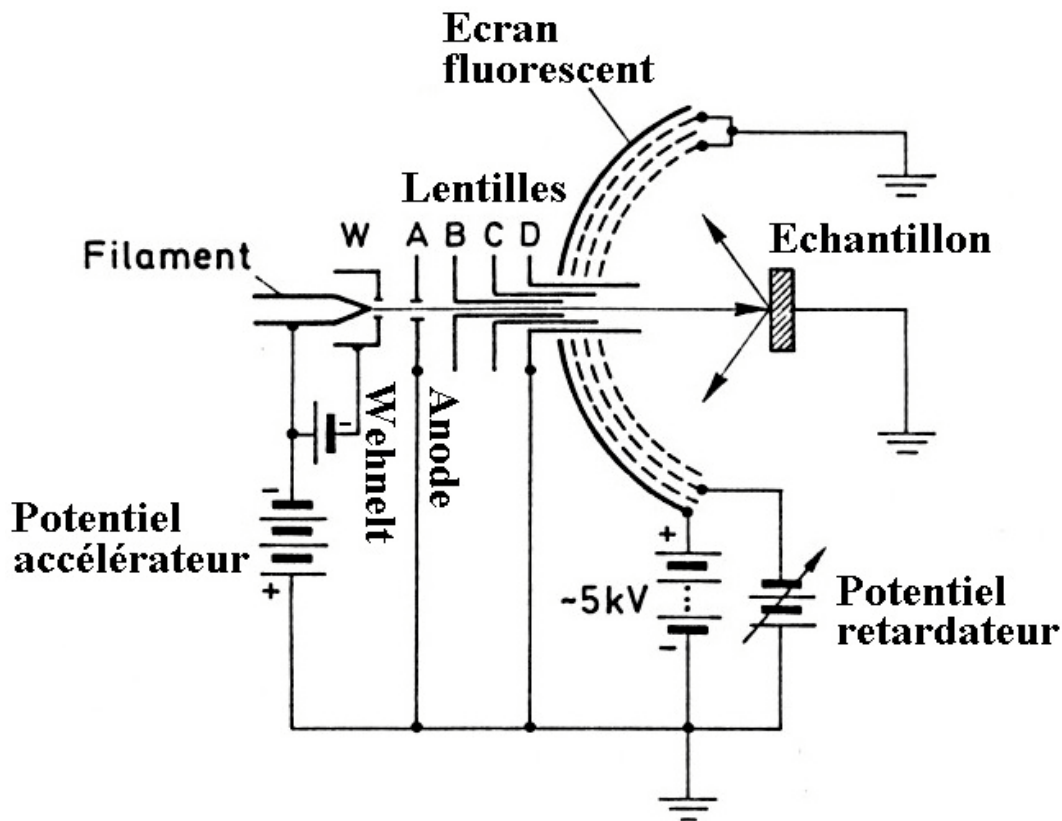
*La figure de diffraction DEL d'une surface cristalline est une représentation (homothétique  $|k| \propto E^{1/2}$ ) de l'espace réciproque de la surface.*

**.accès aux reconstructions de surface (surstructures).**

2). L'intensité des points de diffraction est modulée par les motifs atomiques structuraux présents sur l'épaisseur  $\lambda$  (libre parcours moyen) sondée  $\rightarrow I_{LEED} = F(E_e(V))$ .

## Diffraction d'électrons lents - DEL.

### ➤ Mise en œuvre de la diffraction d'électrons lents.



#### **.Système ultra-vide (Ultra-High Vacuum UHV).**

Pression  $\sim 1.10^{-10}$  mb,

#### **.Source d'électrons - Energie $e.\Delta V < 500$ eV.**

Canon à émission thermo-ionique -  $I_{\text{canon}} < 1 \mu\text{A}$  -  $\varnothing \approx 1$  mm  
 -  $\Delta E \approx 3/2 kT$ , soit 0.4 eV pour W 2800 °C,

#### **.Analyseur - Sélection des $e^-$ diffractés élastiquement.**

Ensemble de deux, trois voire quatre grilles métalliques hémisphériques concentriques polarisées suivant la séquence (masse, -  $(\Delta V - \delta V)_{\text{retard.}}$ , masse) : *analyseur à potentiel retardateur*.

#### **.Décteur - Collecteur d'électrons.**

Ecran fluorescent hémisphérique polarisé positivement (de 3 à 6 kV)  $\rightarrow$  Diagrammes de diffraction,  
 Caméra CCD  $\rightarrow$  Courbes  $I_{\text{LEED}} = F(E_e)$ .

## Diffraction d'électrons lents – DEL/LEED.

### ➤ Applications.

**Informations structurales qualitatives** déduites de l'examen de diagrammes de diffraction DEL/LEED (*théorie cinématique - diffraction simple*) :

.Détermination de *reconstructions* de surface.

***Reconstructions intrinsèques:***

Ir(001) - (1x2), Si(100) - (2x1), Si(111) - (7x7)...

***Reconstructions extrinsèques:***

Adsorption d'atomes H, C, O, N, Na, K, Cl, I, S, Te, Se

Ag(111)( $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ )R30° - I, Ni(100) c(2x2) - Na...

Adsorption de molécules CO, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>...

Cu(100) c(2x2) - CO, Rh(111) (2x2) - C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>...

***Qualité cristallographique*** de la surface. Un bon rapport signal/bruit renseigne sur la qualité cristallographique de la reconstruction sur une échelle spatiale de l'ordre de la longueur de cohérence d'un électron  $w$ , soit environ 100 Å,

.Présence de défauts de surfaces périodiques : surfaces vicinales à marches...

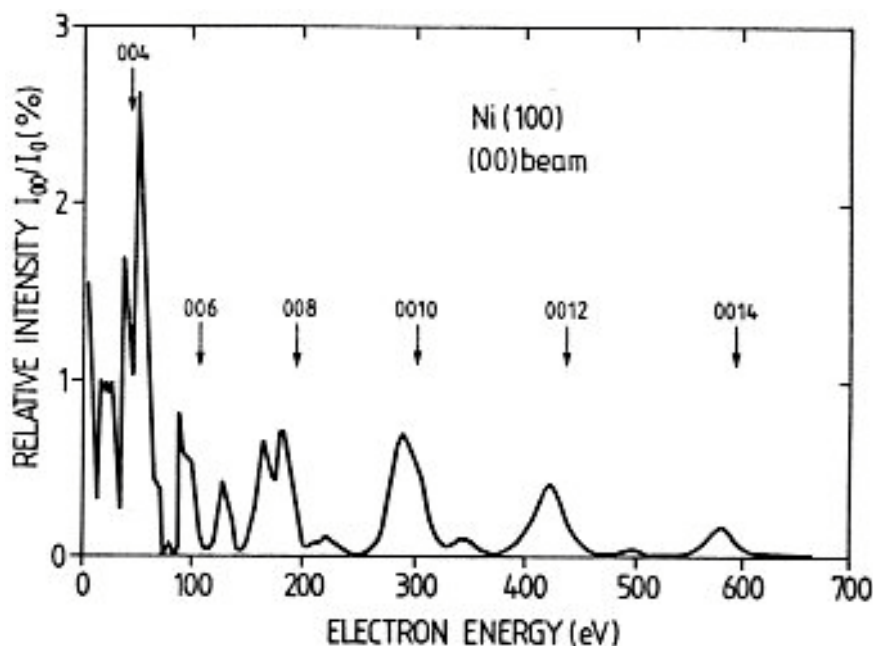
## Diffraction d'électrons lents - DEL.

### ➤ Applications.

**.Informations structurales quantitatives** déduites de l'examen des intensités des spots de diagrammes de diffraction (LEED dynamique):

Détermination de la structure atomique de la surface par modélisation des courbes d'intensité  $I_{LEED} = F(E_e.(V))$  dans le cadre de la *théorie dynamique - diffraction multiple* (cf. cours diffraction de photoélectrons),

Réactions de surface, transitions de phases via l'acquisition des profils  $I_{LEED} = F(E, T)...$



Méthodes DATALEED, SPA-LEED (*spot profile analysis LEED*). Courbe (I - V) obtenue sur une surface propre Ni(100) K. Christmann *et al. Surf. Sci.* **40** (1973) 61.

## Diffraction d'électrons lents - DEL.

.**Imagerie directe** – Low Energy Electron Microscope LEEM.

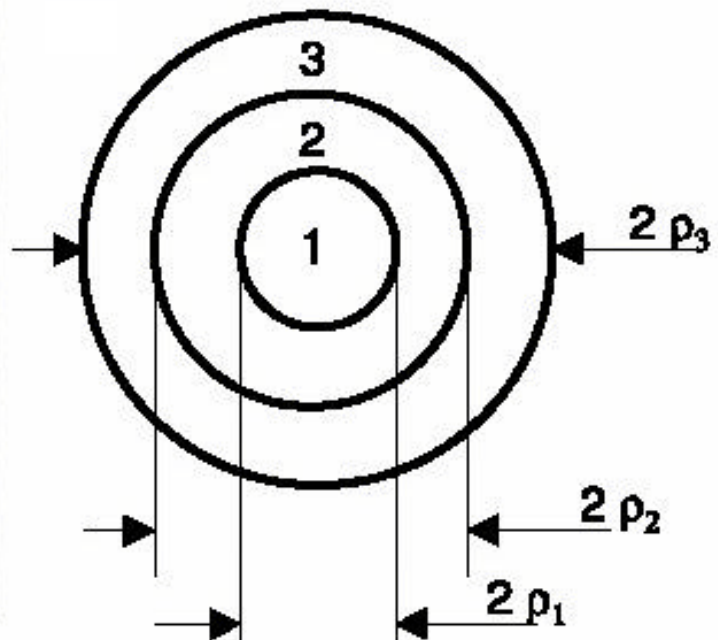
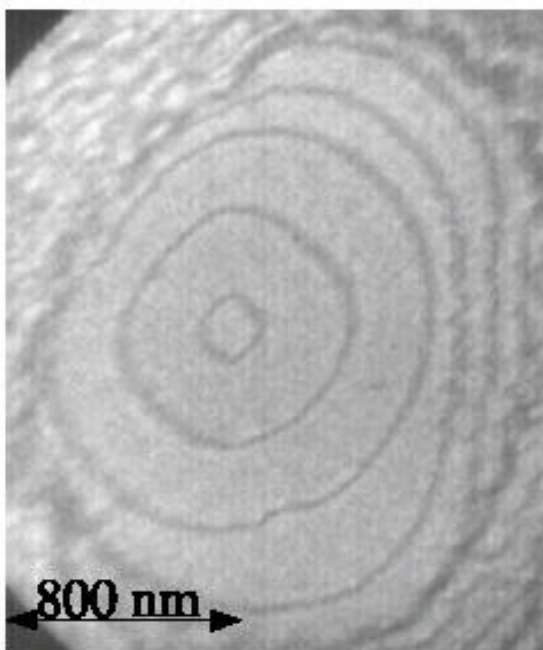
.Principe : Construction d'une image réelle de la surface par *Transformée de Fourier inverse* du diagramme de diffraction DEL/LEED. En pratique, *Transformée de Fourier inverse* du spot spéculaire (00).

.Imagerie en temps réel,

.résolution latérale  $\Delta x \approx 10$  nm (aberration lentilles),

.résolution verticale  $\Delta z \approx$  marche atomique  $\approx 1$  Å.

.Etudes de cinétique de croissance, transformations de phase, réactions de surface...



Etude de la croissance Cu/Cu(001) par LEEM. R. Gerlach, L. Douillard, T. Maroutian, D. Martinotti, H.-J. Ernst, *Surface Science* **480** (2001), vidéo disponible à l'adresse <http://www.LEEM-user.com>

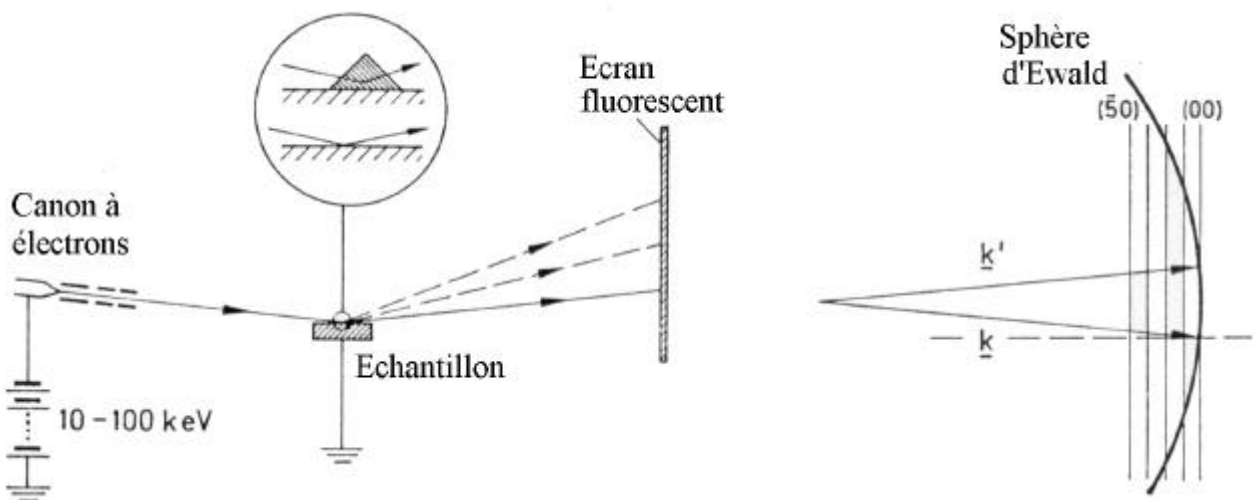


## Diffraction d'électrons rapides.

### Reflection High-Energy Electron Diffraction RHEED.

#### ➤ Principe.

Diffraction, sous incidence rasante, d'électrons de grande énergie cinétique par la surface d'un échantillon cristallin.



1). Electrons rapides d'énergie 10 keV à 100 keV, par suite

$\lambda_e$  longueur d'onde de *de Broglie*

$$\lambda_e(\text{\AA}) \approx 12.26/\sqrt{E(\text{eV})} \Rightarrow 0.04 \text{\AA} < \lambda_e < 0.12 \text{\AA},$$

$$\lambda_e \ll d(hkl) \Rightarrow \text{Cdt de Bragg } 2\theta = n\lambda_e/d(hkl), 2\theta \approx 1^\circ$$

**Petits angles de diffraction (géométrie particulière),**

2). Electrons rapides sous incidence rasante  $\phi \approx 3^\circ$ , par suite

$\lambda$  libre parcours moyen grand  $\approx$  qqes 10  $\text{\AA}$ , mais pénétration en  $\lambda \sin(\theta) \approx$  quelques couches atomiques (**surface**).

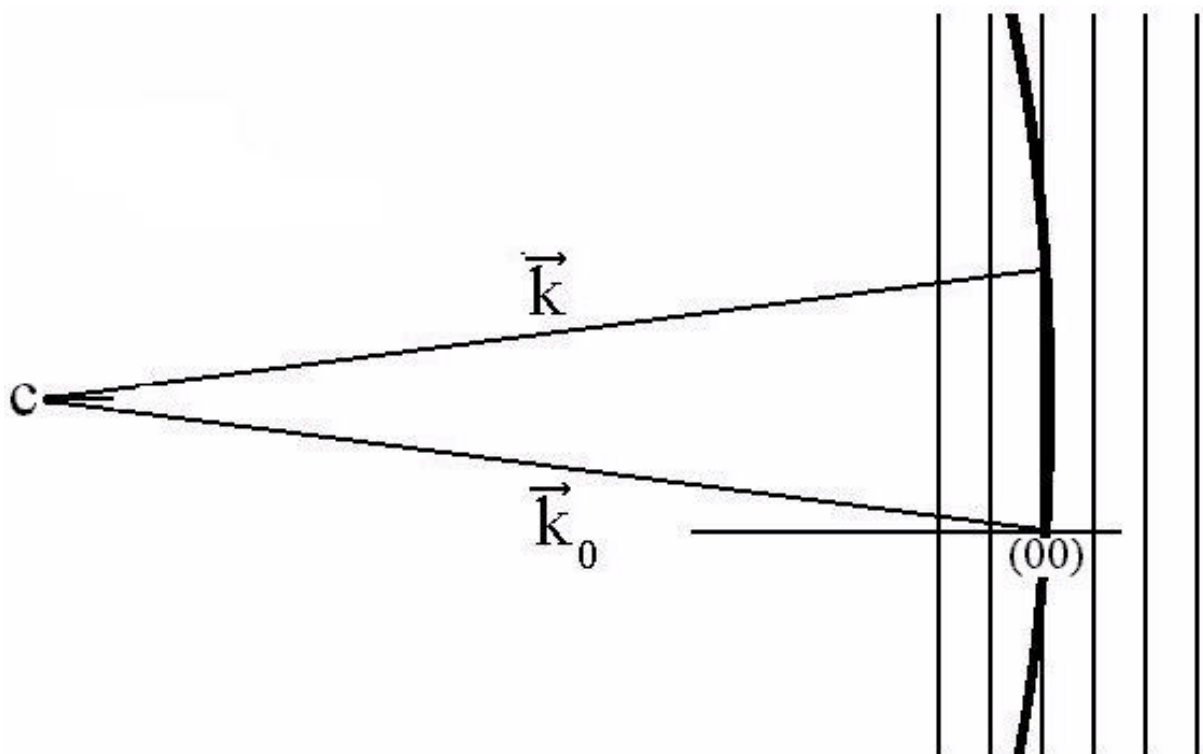
## Diffraction d'électrons rapides.

### ➤ Principe - Diagramme de diffraction RHEED.

- (1) Diffraction 2D,
- (2) Le rayon de la sphère d'Ewald est très grand,  $1/\lambda_e \gg 1$ ,
- (3) La dispersion en énergie  $\Delta E$  du faisceau donne une épaisseur à la sphère d'Ewald.

Sur une surface plane,

⇒ **Sonde continûment une tige du réseau réciproque 2D (tiges de diffraction)**



Sur une surface réelle non parfaitement plane (îlots, défauts...)

↳ **Superposition de la diffraction de volume (diffraction 3D) par transmission des aspérités de surface (présence de spots distincts).**

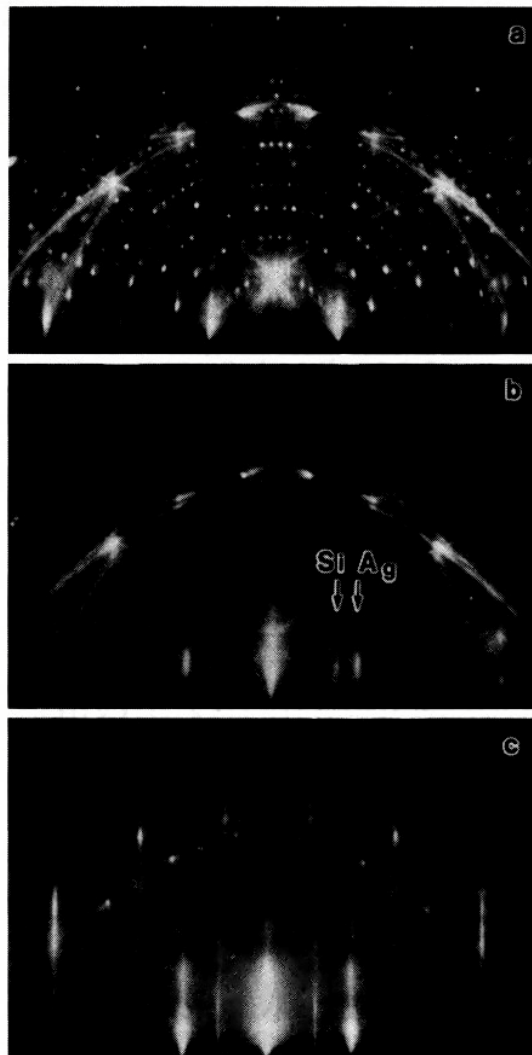
## Diffraction d'électrons rapides.

### ➤ Applications.

Etude de la rugosité des surfaces...

Etude *in situ* des modes de croissance de couches minces par jet moléculaire (Molecular Beam Epitaxy MBE),

→ Présence ou non de spots distincts.



Diagrammes de diffraction RHEED de Si(111) suivant la direction [112],  $E_0 = 15$  keV. (a) Si(111) 7x7, (b) + 1.5 MC Ag, (c) + 3.0 MC Ag - S. Hasegawa *et al. Surf. Sci.* **186** (1987) 138.

**Développement du caractère plan des couches Ag sur Si.**

## **Diffraction d'électrons lents - DEL.**

- Principe.
- Principe - Condition de diffraction de Laüe 3D.
  - .Construction de la sphère d'Ewald - Cas 3D.
- Principe - Cdt de diffraction de Laüe en surface (2D).
  - .Construction de la sphère d'Ewald - Cas 2D.
- Principe - Diagramme de diffraction.
- Mise en œuvre de la diffraction d'électrons lents.
  - .Système ultra-vide (Ultra-High Vacuum UHV).
  - .Source d'électrons
  - .Analyseur - Sélection des  $e^-$  diffractés élastiquement.
  - .Détecteur - Collecteur d'électrons.
- Applications.
  - .Informations structurales qualitatives.
  - .Informations structurales quantitatives.
  - .Imagerie directe – **Low Energy Electron Microscope**  
LEEM.

## **Diffraction d'électrons rapides.**

- Principe.
- Principe - Diagramme de diffraction RHEED.
- Applications.