

Etude de la structure cristalline du tungstène avec un microscope à émission froide

Objectifs expérimentaux

- Observation de la structure cubique centrée d'un monocristal de tungstène avec un microscope à émission froide.
- Observation d'atomes de baryum individuels et de leur agitation thermique à la surface du monocristal de tungstène.

Notions de base

Dans un microscope à émission froide, une pointe de tungstène extrêmement fine est disposée en guise de cathode K au centre d'une ampoule en verre G dans laquelle il règne un vide poussé (voir fig. 1). La face inférieure de l'ampoule en verre est pourvue d'un écran fluorescent comme anode A. L'écran fluorescent devient lumineux – cela se voit dans une pièce assombrie – dès qu'une haute tension d'environ 5 kW est appliquée entre la cathode et l'anode étant donné que des électrons sont émis par émission froide (effet tunnel) de la pointe de tungstène froide et parviennent à l'écran lumineux.

La pointe de tungstène est l'extrémité monocristalline d'un petit fil recourbé en une boucle. Elle est fabriquée par corrosion et est tout d'abord à bords tranchants et assez irrégulière. Une incandescence sous vide poussé arrondit finalement la pointe pour en faire un hémisphère de rayon $r \approx 0,1-0,2 \mu\text{m}$ qui ne peut plus être observé avec un microscope optique conventionnel. L'hémisphère est quasiment parfait avec seulement de petits segments plans sur quelques faces cristallines faiblement indiquées.

Lorsque la haute tension est appliquée, les lignes de champ évoluent de l'hémisphère vers l'écran lumineux, suivant la direction radiale. A proximité de l'hémisphère, le champ électrique atteint une intensité de champ d'un ordre de grandeur de 10^{10} V m^{-1} ; par conséquent, des électrons de conduction peuvent s'échapper par émission froide (effet tunnel) du cristal de tungstène et se déplacer vers l'écran lumineux suivant la direction radiale. L'émission froide dépend fortement du travail d'extraction des électrons, celui-ci étant, pour sa part, variable pour les différentes faces cristallines. On a donc sur l'écran lumineux une image de la structure de la pointe de tungstène qui est agrandie du facteur

$$V = \frac{R}{r} \quad (I).$$

$R = 4 \text{ cm}$: rayon de l'écran lumineux

Cette structure présente des points clairs et sombres répartis régulièrement.

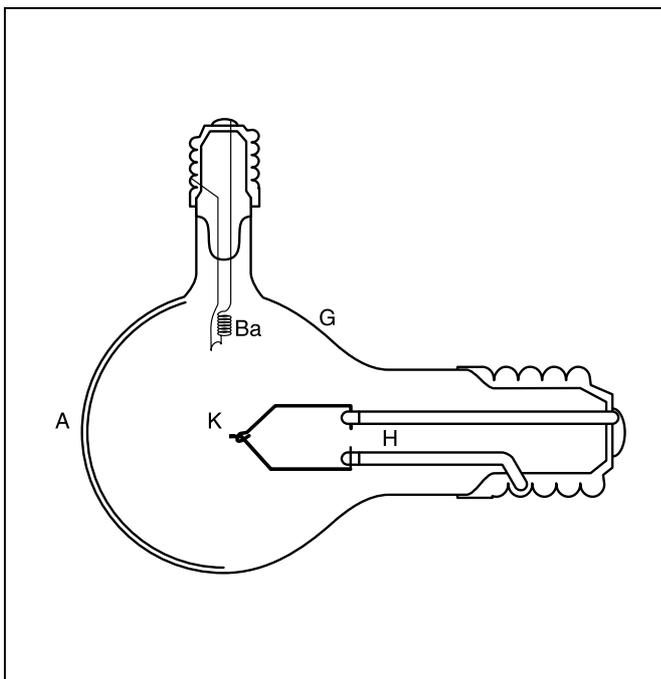


Fig. 1 Microscope à émission froide de E. W. Müller

Matériel

1 microscope à émission froide	554 60
1 plaque de branchement pour le microscope à émission froide	554 605
1 paire d'embases	301 339
1 alimentation haute tension 10 kV	521 70
1 transformateur variable, TBT	52139
1 ampèremètre, jusqu'à 10 A p.ex.	531 090
Câbles de sécurité	

Conseils de sécurité

Le microscope à émission froide est une source de rayonnement parasite au sens du décret allemand sur les rayons X étant donné qu'un rayonnement X est généré pour des hautes tensions supérieures à 5 kV. Lorsque la pointe de tungstène est intacte, un fonctionnement sans danger est garanti: le taux de dose du rayonnement X est nettement inférieur à la limite exigée $j = 1 \text{ mSv/h}$. Dans des conditions défavorables, des taux de dose élevés peuvent survenir lorsque la pointe de tungstène est défectueuse.

- Respecter les instructions spécifiées dans le mode d'emploi du microscope à émission froide.
- Ne pas faire fonctionner un microscope à émission froide avec une pointe de tungstène défectueuse (phénomènes de luminescence nettement limités sur l'écran luminescent) avec des hautes tensions de plus de 5 kV.

La pointe de tungstène du microscope à émission froide peut être surchauffée localement par des courants trop forts; elle se met alors à fondre, ceci entraînant la destruction irréversible du microscope.

- Ne jamais chauffer la pointe de tungstène alors que la haute tension est appliquée.
- Couper la haute tension avant de chauffer la pointe de tungstène et lors du chauffage, observer l'ampèremètre (ne pas dépasser le courant de chauffage $I = 1,8 \text{ A}$).
- Appliquer la haute tension après le chauffage, seulement après que la pointe en tungstène ait refroidi.
- Lorsque la haute tension est appliquée pour l'observation des atomes de baryum, chauffer la pointe de tungstène au maximum jusqu'à une faible incandescence rouge foncé.

Une haute tension est appliquée au microscope à émission froide et à la plaque de raccordement appropriée lorsque le dispositif est en marche. Dans le câblage suggéré, l'anode et le chauffage pour la réserve de baryum du microscope à émission froide sont au potentiel de mise à la masse. Cela est possible seulement si on utilise une source de tension de chauffage à haute tension invariable pour chauffer la pointe de tungstène.

- Utiliser la sortie 6,3 V de l'alimentation haute tension 10 kV (521 70) comme source de tension de chauffage.
- N'utiliser la plaque de raccordement du microscope à émission froide que lorsque le couvercle du boîtier est fermé.
- Ne procéder au câblage que lorsque les alimentations sont hors service.

Le microscope à émission froide est une ampoule en verre dans laquelle règne un vide poussé, il est par conséquent très sensible aux chocs.

- Manipuler le microscope à émission froide avec soin, même après l'avoir monté sur la plaque de raccordement, et le préserver des sollicitations mécaniques.

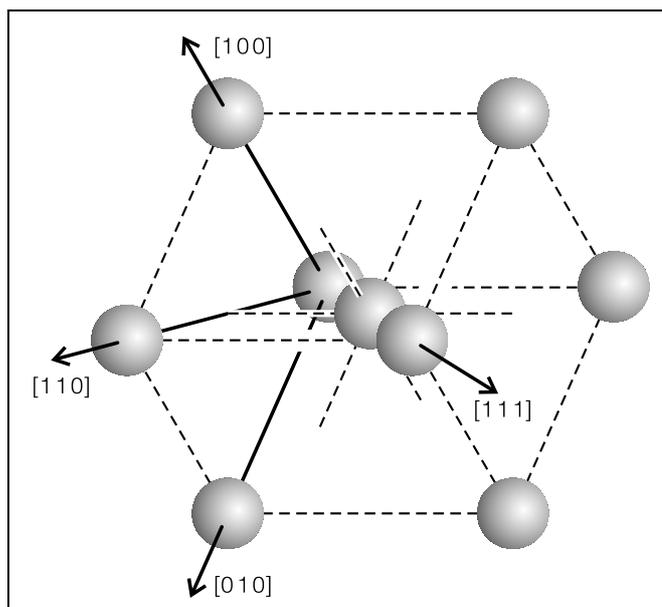
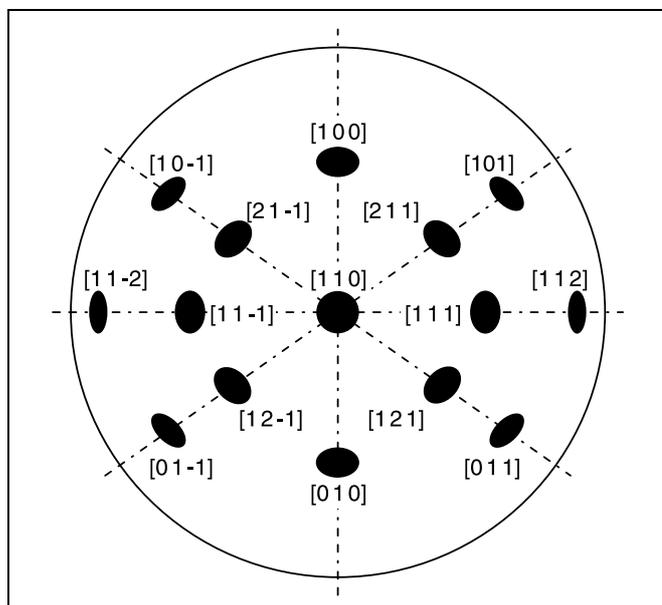


Fig. 2 Cellule élémentaire du réseau du tungstène

Représentation de la structure du tungstène:

La cellule élémentaire cubique centrée du réseau du tungstène est illustrée sur la fig. 2. La direction cristallographique $[1\ 1\ 0]$ indique le centre de l'écran luminescent vu qu'elle coïncide – du fait du processus de fabrication – avec la direction longitudinale de la pointe de tungstène. Les directions $[1\ 0\ 0]$ et $[0\ 1\ 0]$ indiquent le haut et le bas. Les points de trace de ces directions et de quelques autres directions faiblement indiquées sur l'écran luminescent sont représentés sur la fig. 3, dans une projection en parallèle. Une image correspondante de la structure cristalline du tungstène peut être observée sur l'écran luminescent lorsque la pointe de tungstène a été préalablement libérée par chauffage jusqu'à incandescence des atomes étrangers adsorbés en surface. A cause de l'adsorption d'atomes et de molécules du gaz résiduel du microscope à émission froide sur la pointe de tungstène, l'écran luminescent change constamment pendant une observation qui dure quelques minutes [1–3].

Fig. 3 Indication des directions de l'émission, observées sur l'écran luminescent du microscope à émission froide dans une projection en parallèle



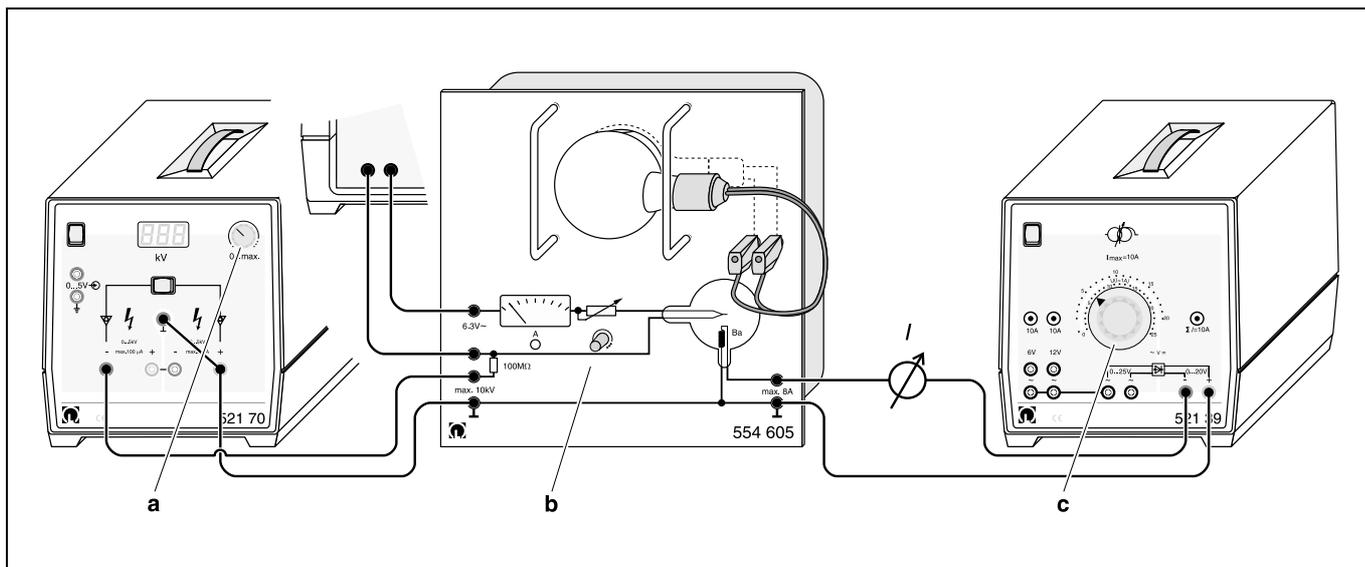


Fig. 4 Montage expérimental avec le microscope à émission froide.

Visualisation d'atomes de baryum:

Les atomes de gaz résiduel sont trop petits pour une observation d'atomes isolés sur l'écran luminescent. Par contre, les atomes du metal baryum électropositif d'un diamètre d'environ 0,4 nm sont si grands qu'ils se voient très bien sur l'écran luminescent, sous forme de points clairs, lorsqu'ils se sont déposés sur la pointe de tungstène. Les points clairs sont même plus grands qu'annoncé par le facteur d'agrandissement indiqué dans l'équation (I) étant donné que les atomes de baryum influencent l'allure des lignes de champ sur la pointe de tungstène [4].

Pour l'observation d'atomes de baryum métallisés par évaporation, le microscope à émission froide comprend à côté de la cathode, un creux annulaire avec une réserve de baryum Ba (voir fig. 1). Il est appliqué au potentiel de l'anode et peut être chauffé électriquement. Si maintenant une quantité infime de baryum s'évapore dans l'ampoule en verre, des atomes de baryum isolés se déposent sur la pointe de tungstène et produisent des points luminescents clairs sur l'écran luminescent. En chauffant prudemment la pointe de tungstène, on peut observer le changement de place des atomes de baryum du fait du changement de température sous forme d'éclaircissement et d'assombrissement des points clairs.

Montage

Le montage expérimental est représenté sur la fig. 4. L'anode et le chauffage de la réserve de baryum sont au potentiel de mise à la masse. Pour le chauffage de la réserve de baryum, il est donc possible d'utiliser une source de tension courante, par ex. le transformateur variable TBT (521 39). Par contre, pour le chauffage de la pointe de tungstène, il est nécessaire d'utiliser une source de tension de chauffage à haute tension invariable, par ex. la sortie 6,3 V de l'alimentation haute tension 10 kV (521 70).

- Eventuellement monter le microscope à émission froide dans la plaque de raccordement prévue pour celui-ci (voir mode d'emploi de la plaque de raccordement pour microscope à émission froide).
- Positionner sur zéro (butée gauche) le bouton de réglage de la haute tension (a) et le potentiomètre (b) pour le courant de chauffage de la pointe de tungstène.
- Ainsi qu'illustré sur la fig. 4, relier la sortie de haute tension et la sortie 6,3 V de l'alimentation haute tension 10 kV à la plaque de raccordement pour le microscope à émission froide.
- Positionner le bouton de réglage (c) du transformateur variable TBT sur la butée gauche, brancher le transformateur variable TBT au chauffage de la réserve de baryum puis monter l'ampèremètre en série.

Réalisation

N.B.: Il est préférable de réaliser l'expérience dans une pièce aussi sombre que possible pour que la haute tension n'ait pas besoin d'être trop élevée.

- Pour vérifier la pointe de tungstène, enclencher l'alimentation haute tension, lentement augmenter la haute tension tout en observant l'écran luminescent dans la pièce assombrie.

Si des phénomènes de luminescence aux contours nets laissent supposer sur l'écran luminescent que la pointe de tungstène est défectueuse:

- Ne pas faire fonctionner le microscope à émission froide avec des hautes tensions de plus de 5 kV.

Chauffage de la pointe de tungstène:

- Régler la haute tension sur zéro et attendre que la tension de sortie revienne à zéro.
- Augmenter le courant de chauffage de la pointe de tungstène jusqu'à maximum 1,6 à 1,7 A en partant de zéro et le laisser circuler pendant env. 5 min (la pointe de tungstène s'éclaircit).

Observation de la pointe de tungstène pure:

- Régler le courant de chauffage de la pointe de tungstène sur zéro.
- Lentement augmenter la haute tension jusqu'à environ 7 kV en partant de zéro.
- Observer l'écran luminescent pendant quelques minutes.

Métallisation sous vide avec du baryum:

- Alors que la haute tension est appliquée, lentement augmenter le courant de chauffage de la réserve de baryum à env. 7,5 A (max. 8,0 A) en partant de zéro tout en observant l'écran luminescent.

Au bout d'une durée de chauffage de quelques secondes, on reconnaît d'abord une légère agitation sur l'image verte qui apparaît sur l'écran, puis une accumulation de points clairs à luminescence spontanée tout autour des grandes zones sombres de l'image sur l'écran luminescent.

- Au bout de maximum 30 à 60 s, cesser de chauffer la réserve de baryum.

Observation de la pointe de tungstène métallisée sous vide avec du baryum:

- Lentement augmenter le courant de chauffage de la pointe de tungstène sur maximum 0,5 à 0,6 A (faible incandescence rouge foncé) tout en observant l'écran luminescent.

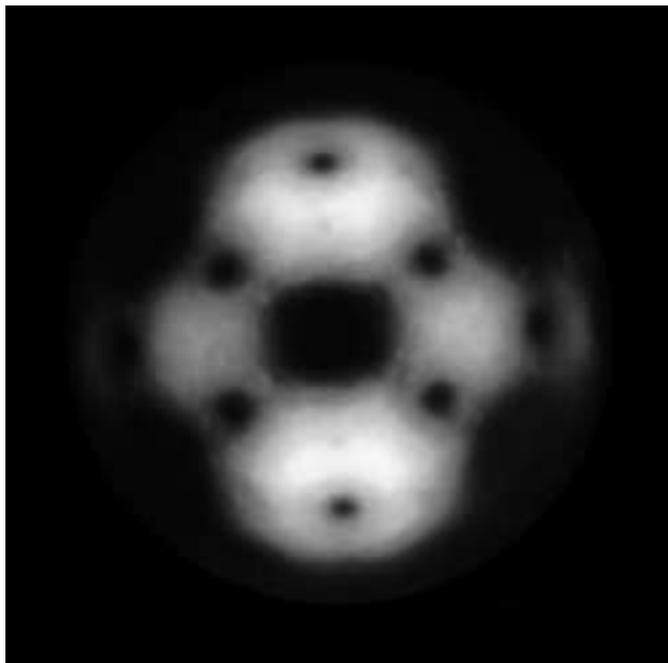


Fig. 5 Image de la pointe de tungstène pure juste après le chauffage.

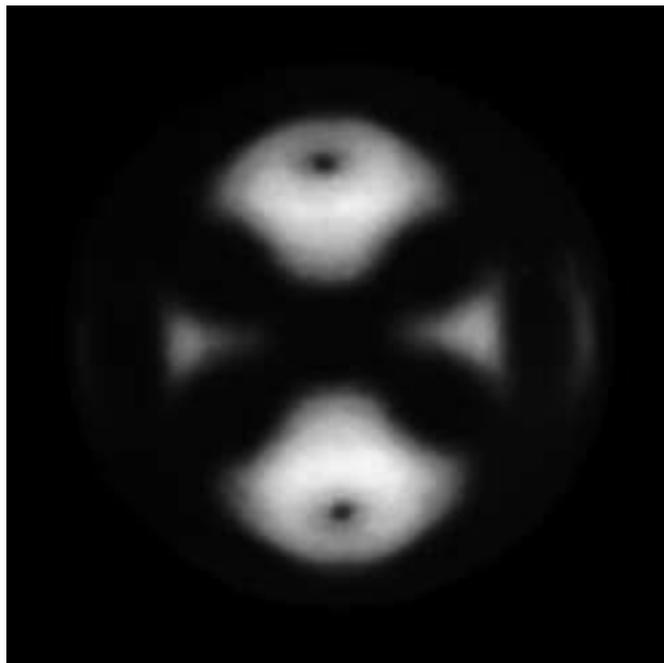


Fig. 6 Image de la pointe de tungstène pure environ 3 min après le chauffage

Exemple de mesure et réalisation

Pointe de tungstène pure:

La fig. 5 montre l'image de la pointe de tungstène épurée par chauffage jusqu'à incandescence. Les zones claires et sombres sont faciles à identifier par comparaison avec la fig. 3:

La face $(1\ 1\ 0)$ perpendiculaire à la direction $[1\ 1\ 0]$ est représentée au centre de l'écran luminescent, elle a l'aspect d'une grande zone sombre. Toutes les autres faces avec la même symétrie cristallographique, donc $(1\ 0\ 1)$, $(0\ 1\ 1)$, $(1\ 0\ -1)$ et $(0\ 1\ -1)$, sont elles aussi sombres. Seulement peu d'électrons sont émis de ces faces, le travail d'extraction est donc légèrement plus grand que celui des autres faces.

Les faces cristallines $(1\ 0\ 0)$ et $(0\ 1\ 0)$ ainsi que $(2\ 1\ 1)$, $(1\ 2\ 1)$, $(1\ 1\ 2)$, $(2\ 1\ -1)$, $(1\ 2\ -1)$ et $(1\ 1\ -2)$ ont l'aspect de petites zones sombres. On peut leur attribuer un travail d'extraction moyen.

Les images des faces cristallines $(1\ 1\ 1)$ et $(1\ 1\ -1)$ sont claires, le travail d'extraction est donc faible ici, par comparaison à celui des autres faces.

Recouvrement de la pointe de tungstène avec des atomes de gaz résiduel:

Déjà au bout d'environ 3 min, l'image de la surface a nettement changé étant donné que la pointe de tungstène est recouverte d'atomes du gaz résiduel (voir fig. 6).

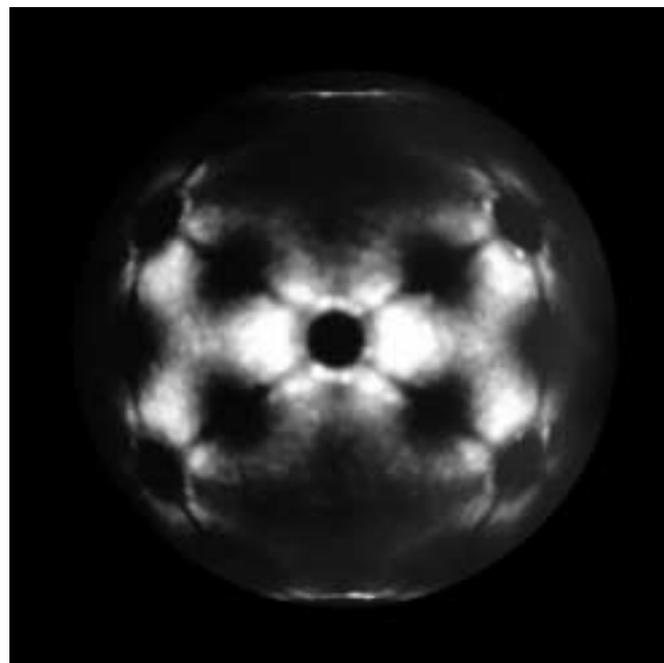
Observation de la pointe de tungstène métallisée sous vide avec du baryum:

Après la métallisation sous vide de la pointe de tungstène avec du baryum, on observe en chauffant prudemment que certains atomes de baryum changent de place, ceci se traduisant par le scintillement de points clairs isolés. Cela se voit particulièrement bien dans les zones sombres. Les vibrations thermiques du réseau deviennent si importantes que les forces d'adsorption exercées sur les atomes de baryum peuvent être surmontées. Dans la répartition statistique des atomes, certains d'entre eux se libèrent. Le déplacement latéral des atomes de baryum eux-mêmes ne se voit pas.

Le processus peut tout d'abord être observé sur les faces $\{1\ 0\ 1\}$, donc sur le bord de l'écran luminescent. Ces faces apparaissent plus nettement qu'avec l'image de la pointe de tungstène pure car elles sont entourées d'images claires d'atomes de baryum.

Plus tard, les atomes de baryum se mettent eux aussi à changer de place. Les forces d'adsorption sont apparemment minimales sur les faces $\{1\ 0\ 1\}$ et maximales sur les faces $\{1\ 0\ 0\}$ car c'est là que le déplacement des points lumineux commence en dernier.

Fig. 7 Image d'une pointe de tungstène métallisée sous vide avec du baryum



Si on augmente encore un peu la température, l'agitation des atomes de baryum devient telle que sous peu, on ne reconnaît plus aucun atome de baryum dans les zones sombres. Ensuite, les atomes de baryum visibles dans les surfaces claires se mettent à bouger. Suite à la grande agitation, il n'est plus possible de séparer des atomes de baryum individuels. Si on augmente encore une fois la température, les atomes de baryum sur les faces claires disparaissent de plus en plus et des points caractéristiques se forment entre les faces sombres. Les atomes de baryum sont particulièrement agités à ces endroits-là.

Information supplémentaire

Si on métallise sous vide la pointe de tungstène avec du baryum alors que la haute tension est coupée, les atomes de baryum se déposent essentiellement sur le côté tourné vers la réserve de baryum et ils peuvent se superposer là en une couche polyatomique. Une fois la haute tension appliquée, l'image sur l'écran luminescent présente une frange lumineuse claire. Elle correspond à la limite monoatomique du baryum métallisé sous vide.

On peut désormais répartir le baryum sur toute la pointe en chauffant la pointe de tungstène. Ici aussi, on commence avec une très faible tension de chauffage tout en observant les atomes de baryum migrer de plus en plus vers la partie non recouverte de la pointe de tungstène. Les zones sombres restent largement évidées parce que les atomes de baryum sont liés par des forces d'absorption assez faibles. Les atomes de baryum apparaissent finalement sous la forme de points fluctuants aux endroits clairs de l'image.

Littérature

- [1] E. W. Müller, Zeitschrift für Physik, 1937, 106, 541.
- [2] E. W. Müller, Zeitschrift für Physik, 1938, 108, 668
- [3] E. W. Müller, Zeitschrift für Physik, 1949, 126, 642
- [4] E. W. Müller, Zeitschrift für Naturforschung, 1950, 5a, 473