# UNIVERSITÉ DE LILLE

# FACULTÉ DES SCIENCES

# THÈSE DE 3° CYCLE

# MENTION PHYSIQUE DU SOLIDE

# Étude topographique par rayons X des dislocations dans la structure du tellure

Membres	du	Jury	:	Μ.	FOURET	Président
				M.	SAADA	Rapporteur
				м.	BILLARD	Examinateur
				Μ.	AUTHIER	Invité

Présentée à Lille, le 1<sup>er</sup> Juillet 1970

par

**Jean DI PERSIO** 



Listes pour Thèses - 26.3.70

#### DOYENS HONORAIRES

MM. H. LEFEBVRE, M. PARREAU

#### PROFESSEURS HONORAIRES

MM. ARNOULT, BROCHARD, CAU, CHAPPELON, CHAUDRON, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE, FLEURY, P. GERMAIN, KAMPE DE FERIET, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG, MM. MAZET, MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, ROUELLE, WIEMAN, ZAMANSKY, CORDONNIER.

#### PROFESSEURS TITULAIRES

M. BACHHUS Pierre M. BEAUFILS Jean-Pierre M. BECART Maurice M. BLOCH Vincent M. BONNEMAN Pierre M. BONTE Antoine M. BOUGHON Pierre M. BOURIQUET Robert M. CORSIN Pierre M. DECUYPER Marcel M. DEDECKER Paul M. Le Doyen DEFRETIN René M. DEHORS M. DELATTRE Charles M. DURCHON Maurice M. FOURET René M. GABILLARD Robert M. GLACET Charles M. GONTIER Gérard M. HEUBEL Joseph M. LIEBAERT M. MONTREUIL Jean M. MORIAMEZ Michel M. MARTINOT LAGARDE M. PEREZ Jean-Pierre M. PHAM MAU QUAN M. POUZET Pierre Mme SCHWARTZ Marie-Hélène M. TILLIEU Jacques M. TRIDOT Gabriel M. VIDAL Pierre M. VIVIER Emile

Astronomie et Calcul Numérique Chimie Générale I.U.T. Lille Psychophysiologie Chimie Industrielle Géologie Appliquée Mathématiques Biologie Végétale Paléobotanique Mathématiques Mathématiques Directeur du Laboratoire de Biologie Maritime de Wimereux Automatique Géologie Générale Biologie Animale Physique Electronique Chimie Organique Mécanique des Fluides Chimie Minérale I.U.T. Lille Chimie Biologique I.U.T. Valenciennes Mécanique des Fluides Physique Mathématiques I.U.T. Lille Mathématiques Physique Chimie Minérale Appliquée E.N.S.C.L. Automatique Biologie Animale

.../...

-1-

M. WATERLOT Gérard M. WERTHEIMER Raymond Géologie et Minéralogie Physique

#### PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

M. BENABOU Jean

M. LUCQUIN Michel

M. LEBRUN André

M. PARREAU Michel

- M. SAVARD Jean
- M. SCHALLER François

M. SCHILTZ René

Mathématiques Chimie Physique C.U.E.E.P. Mathématiques Chimie Générale Biologie Animale Physique

#### PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean
M. BODART Marcel
M. BOUISSET Simon
M. CELET Paul
M. CONSTANT Eugène
M. DEHAYE Michel
M. DERCOURT Jean-Michel
M. DEVRAINNE Pierre
M. GUILLAUME Jean
Mme LENOBLE Jacqueline
M. LINDER Robert
Mle MARQUET Simone
M. MONTARIOL Frédéric
M. PROUVOST Jean
M. VAILLANT Jean

Physique Biologie Végétale Physiologie Animale Géologie Générale Electronique Chimie Physique et Minérale Ier Cycle Géologie et Minéralogie Chimie Minérale Biologie Végétale Physique Biologie Végatale Mathématiques Chimie Minérale Appliquée Géologie et Minéralogie Mathématiques

MAITRES DE CONFERENCE ( et chargés des fonctions)

M. ABBAR
M. AUBIN Thierry
M. BEGUIN Paul
M. BILLARD Jean
M. BKOUCHE Rudolphe
M. BOILLET Pierre
M. BOILLY Bénoni
M. BONNOT Ernest
M. BRIDOUX Michel
M. CAPURON Alfred
M. CAPURON Alfred
M. CHOQUET Marcel
M. CORTOIS Jean
M. COULON Jean Paul

I.U.T. Amiens Mathématiques Pures Mécanique des Fluides Physique Mathématiques Physique Biologie Animale Biologie Végétale I.U.T. Béthune Biologie Animale Calcul Numérique I.U.T. Lille Physique Electrotechnique

.../...

.../...

Mme DRAN Raymonde M. GOUDMAND Pierre M. CRUSON Laurent M. GUILBAULT Pierre M. HERMAN Maurice M. HUARD de la MARRE Pierre M. JOLY M1e KOSMANN Yvette M. LABLACHE COMBIER Alain M. LACOSTE Louis M. LANDAIS Jean M. LAURENT François M. LEHMANN Daniel Mme LEHMANN Josiane M. LEROY Jean-Marie M. LEROY YVES M. LOUAGE Francis M. LOUCHEUX Claude M. MAES Serge M. MAIZIERES Christian M. MESSELYN Jean M. MIGEON Michel M. MONSIGNY Michel M. MONTEL Marc M. MONTUELLE Bernard Mme MORIAMEZ BOULLET Claude M. NICOLE Jacques M. PANET Marius M. PAQUET Jacques M. PARSY Fernand M. PONSOLLE M, POVY Jean-Claude M. RACZY M. ROOS Philippe M. ROY Jean-Claude M. SAADA Georges M. SALMER Georges M. SMET Pierre M. SEGUIER Guy M. THOMAS Daniel M. WATERLOT Michel

Mme ZINN Justin Nicole

Chimie Organique Chimie Physique Mathématiques Physiologie Animale Physique Calcul Numérique Biologie Animale Mathématiques Chimie Générale Biologie Végétale Chimie Organique Automatique Mathématiques Mathématiques E.N.S.C.L. I.U.T. Lille Sciences Appliquées Chimie Physique Physique Automatique Physique Sciences Appliquées Chimie Biologique Physique I.U.T. Lille I.U.T. Valenciennes E.N.S.C.L. Electrotechnique Sciences Appliquées Mécanique des Fluides C.S.U. Valenciennes Sciences Appliquées Radioélectrique I.U.T. Lille Psychophysiologie Physique Electronique Physique I.U.T. Béthune C.S.U. Valenciennes Géologie Générale Mathématiques

÷2-

à ma femme

Ce travail a été effectué au laboratoire de Défauts dans les Solides de la Faculté des Sciences de Lille sous la direction de Monsieur le Professeur SAADA, à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude.

Je remercie Monsieur le Professeur FOURET qui a bien voulu me faire l'honneur de présider le jury et Monsieur le Professeur BILLARD qui a accepté d'en être membre.

J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur le Professeur AUTHIER qui a suivi avec intérêt la progression de ce travail et avec lequel j'ai eu de fructueuses discussions. Je remercie les membres de son équipe de recherche qui m'ont toujours accueilli avec gentillesse et dont les nombreux conseils et encouragements m'ont été très profitables.

Mes remerciements vont également à tous mes collègues du laboratoire et en particulier à Monsieur Jean-Claude DOUKHAN, dont l'amitié et la collaboration m'ont aidé à mener à bien ce travail.

## SOMMAIRE

#### I : INTRODUCTION

- II : ETUDE CRISTALLOGRAPHIQUE DES DISLOCATIONS
  - II 1) RAPPELS CRISTALLOGRAPHIQUES
  - II 2) ETUDE DES DISLOCATIONS
    - II 2 1) Généralités
    - II 2 2) Dislocations parfaites
    - II 2 3) Propriétés élastiques

## III : LA METHODE DE LANG

- III 1) PRINCIPE DE LA METHODE
- III 2) MISE EN EVIDENCE TOPOGRAPHIQUE DES DEFAUTS III - 2 - 1) Formation des images III - 2 - 2) Contraste des images
- III 3) RESOLUTION
- III 4) APPLICATION A LA DIFFRACTION DES RAYONS X PAR UN CRISTAL DE TELLURE PARFAIT III - 4 - 1) Facteur de structure géométrique

(11 - 4 - 1) Facteur de structure geometrie

III - 4 - 2) Absorption

III - 4 - 3) Largeur des profils de réflexion théoriques
III - 5) PROBLEMES EXPERIMENTAUX

## IV : PREPARATION DES ECHANTILLONS

- IV 1) ORIGINE DE NOS ECHANTILLONS
- IV 2) DECOUPE ET POLISSAGE CHIMIQUES IV - 2 - 1) Scie chimique à fil IV - 2 - 2) Polisseuse chimique
- IV 3) LES CONTRAINTES SUPERFICIELLES
  IV 3 1) Problèmes du collage
  - IV 3 2) Les manipulations
- IV 4) INFLUENCE DU RECUIT
- IV 5) PREPARATION DE LAMES MINCES POUR L'OBSERVATION EN METHODE DE LANG

IV - 5 - 1) Monocristaux W

IV - 5 - 2) Monocristal C

V : ETUDE TOPOGRAPHIQUE DES DEFAUTS DANS UN MONOCRISTAL C

V - 1) CARACTERISTIQUES GEOMETRIQUES DE L'ECHANTILLON

- V 2) LES REFLEXIONS UTILISABLES
- V 3) TOPOGRAPHIES OBTENUES
  - V 3 1) Réflexion (0003)
  - V 3 2) Les autres réflexions

V - 4) INTERPRETATION DES TOPOGRAPHIES (0003)

V - 4 - 1) Remarques préliminaires

- V 4 2) Dislocations au voisinage des défauts de surface
- V 4 3) Effets du collage

V - 4 - 4) Sous-joints et dislocations

V - 4 - 4 - 1) Sous-joints

V - 4 - 4 - 2) Dislocations individuelles

#### VI : CONCLUSION

#### ANNEXES :

- I Facteurs de structure géométriques Rayonnement Ag Kα<sub>1</sub>
- II Coefficients d'absorption
- III Largeur à mi-hauteur des profils de réflexion théoriques

# . I - INTRODUCTION :

L'étude expérimentale des défauts dans la structure du tellure et de leur influence sur le comportement plastique et électrique de ce semi-conducteur fait maintenant l'objet de nombreux travaux et publications. Les méthodes employées sont essentiellement la technique des figures d'attaque [1], [2], [3], [4] et la microscopie électronique [5], [6], [7]. Nous avons tenté d'utiliser une technique de rayons X, la méthode de Lang [8], déjà appliquée avec succès à l'étude des défauts dans de nombreux cristaux. C'est une méthode non destructive qui nécessite des monocristaux de faible épaisseur et relativement parfaits. Son principe est exposé brièvement au chapitre III. Dans le cas du tellure, elle s'est avérée délicate à mettre en oeuvre car ce matériau est à la fois très absorbant et très ductile. Ceci nous a amené à concevoir des techniques particulières de préparation des échantillons qui, tout en introduisant un nombre minimum de dislocations, permettaient de les amincir convenablement jusqu'à l'épaisseur désirée (de l'ordre de 100 microns). Nous décrivons au chapitre IV les techniques utilisées et les difficultés expérimentales rencontrées au cours de ces préparations (collage et manipulation des échantillons). Nous montrons comment ces difficultés ont été résolues et en particulier comment l'amélioration systématique du procédé d'amincissement chimique nous a permis de mettre en évidence des dislocations individuelles dans les cristaux de tellure. Les premiers résultats obtenus sont présentés et analysés au chapitre V.

Nous commençons par rappeler les propriétés cristallographiques du tellure et envisageons les types de dislocations que l'on peut déduire de sa structure (chapitre II).

## II - ETUDE CRISTALLOGRAPHIQUE DES DISLOCATIONS :

# II - 1) RAPPELS CRISTALLOGRAPHIQUES :

Le tellure et le selenium sont des semi-conducteurs appartenant au groupe VI.b de la classification périodique des éléments (Z = 34 pour le selenium, Z = 52 pour le tellure). Ils cristallisent dans le système hexagonal et présentent tous deux une structure assez particulière où les atomes sont disposés en chaînes hélicoïdales parallèles à l'axe  $\vec{c}$ , qui se déduisent les unes des autres par les translations primitives du réseau plan hexagonal. La structure dans chaque chaîne se reproduit périodiquement tous les trois atomes [9]. Leur groupe spatial est noté P3<sub>1</sub>21. La figure 1a reprèsente la maille cristalline hexagonale. Les paramètres, mesurés à la température ambiante, sont les suivants :

> Pour le tellure :  $\begin{vmatrix} a = 4,4559 \text{ Å} & c = 5,9269 \text{ Å} & [10] \\
> \frac{c}{a} = 1,3301 \\
> \text{rayon d'une chaîne : } \rho = 1,19 \text{ Å}
> \end{vmatrix}$ Pour le selenium :  $\begin{vmatrix} a = 4,36397 \text{ Å} & c = 4,95945 \text{ Å} \\
> \frac{c}{a} = 1,1364 \end{vmatrix}$

La figure lb est une projection dans le plan de base du contenu de la maille. Nous avons indexé sur la figure 2 les directions et les plans cristallographiques qui seront fréquemment utilisés tout au long de cet exposé (notation de Bravais-Miller à quatre indices). Le système d'axes est celui qui est indiqué sur la figure la. Nous ne nous intéresserons par la suite qu'à l'étude des défauts dans la structure du tellure. Dans ce domaine, une analogie entre tellure et selenium est certaine.

Les liaisons entre atomes d'une même chaîne sont covalentes [11]. Elles sont de type Van der Waals entre chaînes voisines. Il est donc raisonnable de considérer que les atomes d'une même chaîne seront fortement liés tandis que les atomes de chaînes distinctes seront faiblement liés. Ceci est en accord avec le fait que le tellure clive facilement selon n'importe lequel des plans prismatiques {1010}, ce qui suggère une énergie superficielle faible selon ces plans. La figure 3 représente une hélice droite (dextro-tellure). L'hélice gauche (levo-tellure) existe également. Ces deux variétés ont été effectivement observées  $\lfloor 12 \rfloor$  les facteurs de structure géométriques sont d'ailleurs différents pour ces deux la vatures (paragraphe III - 4 - 1).

# II - 2) ETUDE DAS DISLOCATIONS :

# II - 2 - 1) Généralités :

L'étude expérimentale des défauts linéaires ou plans et des propriétés élastiques ou plastiques d'un cristal est généralement précédée d'une étude qualitative à partir du modèle cristallographique. Dans le cas présent, la structure en chaînes et la forte anisotropie des liaisons doivent influencer grandement les types de dislocations que l'on peut y trouver et leur mouvement. A partir de considérations énergétiques simples, nous avons envisagé et discuté l'existence de telles dislocations [13]. L'énergie d'une dislocation étant proportionnelle à Kb<sup>2</sup>, où K est une fonction des constantes élastiques du cristal et de l'orientation de la dislocation, les dislocations susceptibles d'exister sont celles qui ont à la fois les plus petits vecteurs de Burgers [14] et les plus petites valeurs de K.

# II - 2 - 2) Dislocations parfaites :

Les vecteurs de Burgers possibles peuvent être les translations primitives du réseau hexagonal, c'est-à-dire  $\vec{a}$  et  $\vec{c}$ , et des combinaisons linéaires de ces vecteurs, par exemple  $\vec{a} \pm \vec{c}$  et  $\vec{a}_1 - \vec{a}_2$ . D'autres vecteurs conduiraient à des énergies trop élevées et on peut supposer que de telles dislocations se dissocieraient en dislocations du type précédent, d'énergie moindre.

Toutes ces dislocations admettent les plans prismatiques comme plans de glissement. Ce point a été vérifié expérimentalement par des études de figures d'attaque [4], de microscopie électronique [7], ainsi que par des études de déformation plastique [15], [16]. Ce fait est cohérent avec la très forte anisotropie des <u>liaisons</u>. Notons que, sauf dans un cas, [7], les vecteurs de Burgers n'ont pu être identifiés en raison de la très grande anisotropie élastique du tellure dont nous examinons les conséquences au paragraphe suivant.

II - 2 - 3) Propriétés élastiques :

Le tellure appartient à la classe 3.2. Son tenseur élastique rapporté à ses axes naturels s'écrit [17] :

$$\begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & -c_{14} & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ c_{14} & -c_{14} & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} = \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) \end{pmatrix}$$

Nous avons calculé, en utilisant la méthode d'Eshelby, Read et Shockley [18], les champs de déplacements  $\vec{u}$  ( $\vec{r}$ ) et le coefficient d'énergie K pour différents types de dislocations [16]. Il ressort des calculs les faits suivants :

- Seules les dislocations vis parallèles à l'axe  $\vec{a}$  ont un champ de déplacement parallèle au vecteur de Burgers. Ces dislocations sont donc les seules à pouvoir être identifiées à l'aide de la condition  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ , où  $\vec{g}$  est le vecteur de diffraction et  $\vec{b}$  le vecteur de Burgers.
- De même, seules les dislocations coin parallèles à l'axe à ont un champ de déplacement perpendiculaire à la ligne de dislocation. Elles peuvent donc en principe être identifiées à l'aide des deux conditions :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$
$$\vec{g} \cdot (\vec{b} \cdot \vec{n}) = 0$$

où n est un vecteur unitaire porté par la ligne de dislocation.

- Les dislocations de vecteur de Burgers à, à ± c, č ne présentent pas d'instabilité élastique dans les plans prismatiques de première espèce {1010}.
- Les dislocations de vecteur de Burgers c, a<sub>1</sub> a<sub>2</sub>, présentent par contre des instabilités élastiques dans les plans prismatiques de seconde espèce {1120}. Ceci est sans doute la cause de l'absence de glissement macroscopique dans ces plans.
- Les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{a}$  ont des énergies trois à quatre fois plus faibles que les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{c}$  et  $\vec{c} \pm \vec{a}$ .

- 4 -

 $\begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & -c_{14} & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ c_{14} & -c_{14} & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} = \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) \end{pmatrix}$ 

Nous avons calculé, en utilisant la méthode d'Eshelby , Read et Shockley [18], les champs de déplacements  $\vec{u}$  ( $\vec{r}$ ) et le coefficient d'énergie K pour différents types de dislocations [16]. Il ressort des calculs les faits suivants :

- Seules les dislocations vis parallèles à l'axe à ont un champ de déplacement parallèle au vecteur de Burgers. Ces dislocations sont donc les seules à pouvoir être identifiées à l'aide de la condition  $\dot{g}$ .  $\vec{b} = 0$ , où  $\dot{g}$  est le vecteur de diffraction et  $\vec{b}$  le vecteur de Burgers.
  - De même, seules les dislocations coin parallèles à l'axe à ont un champ de déplacement perpendiculaire à la ligne de dislocation. Elles peuvent donc en principe être identifiées à l'aide des deux conditions :

$$\dot{\vec{g}} \cdot \vec{b} = 0$$
  
 $\dot{\vec{g}} \cdot (\dot{\vec{b}} \cdot \vec{b}) = 0$ 

où n est un vecteur unitaire porté par la ligne de dislocation.

- Les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{a}$ ,  $\vec{a} \pm \vec{c}$ ,  $\vec{c}$  ne présentent pas d'instabilité élastique dans les plans prismatiques de première espèce  $\{10\overline{10}\}$ .
- Les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{c}$ ,  $\vec{a}_1 \vec{a}_2$ , présentent par contre des instabilités élastiques dans les plans prismatiques de seconde espèce {1120}. Ceci est sans doute la cause de l'absence de glissement macroscopique dans ces plans.
  - Les dislocations de vecteur de Burgers à ont des énergies trois à quatre fois plus faibles que les dislocations de vecteur de Burgers  $\dot{c}$  et  $\dot{c} \pm \dot{a}$ .

## III - LA METHODE DE LANG [8]

III - 1) PRINCIPE DE LA METHODE :

Un faisceau de rayons X issu d'une source quasi-ponctuelle tombe sur un cristal réglé à l'incidence de Bragg pour une famille particulière de plans réflecteurs. Une fente f, placée avant le cristal, limite la divergence de ce faisceau (figure 4). L'onde émise par l'anticathode est sphérique. Elle peut être analysée en somme d'ondes planes [19]. Chaque onde plane incidente donne naissance, à l'intérieur du cristal, à quatre champs d'ondes, deux par direction de polarisation. Chacun des champs d'ondes est constitué par deux ondes dont les vecteurs d'ondes sont approximativement parallèles aux directions incidente et réfléchie [20]. Comme la divergence du faisceau incident est rarement inférieure à quelques dizaines de secondes d'arc, tous les points de la surface de dispersion sont simultanément excités et les directions de propagation des champs d'ondes correspondants, normales en tous points à cette surface, se répartissent à l'intérieur du triangle A B C, d'angle au sommet 2  $\Theta_{\rm B}$ , appelé "triangle de Borrmann" (figure 4). Le long de tout trajet Ap se propagent deux champs d'ondes dont les points caractéristiques sont conjugués sur la surface de dispersion et qui donnent lieu à des interférences [19]. A la sortie du cristal, chacune des ondes retrouve son individualité. Deux faisceaux émergent du cristal, l'un, Ro, dans la direction d'incidence (faisceau transmis), l'autre, Rh, dans la direction réfléchie (faisceau diffracté).

Pour un cristal parfait, la largeur du profil de réflexion est de l'ordre de quelques secondes d'arc. Par suite, seule une faible partie du faisceau incident est réfléchie. La majeure partie du faisceau direct traverse le cristal en subissant simplement l'absorption photoélectrique normale. La fente f<sub>2</sub> l'arrête et isole le faisceau réfléchi qui est alors reçu sur une plaque photographique.

## III - 2) MISE EN EVIDENCE TOPOGRAPHIQUE DES DEFAUTS :

III - 2 - 1) Formation des images [21]

Le faisceau direct est composé de rayons qui ne sont pas dans les conditions de Bragg pour le cristal parfait. Lorsqu'il pénètre dans une région déformée (au voisinage d'une dislocation par exemple), certains des rayons qui le composent peuvent satisfaire à la condition de Bragg dans cette région si la désorientation effective est supérieure à une ou deux fois la largeur de la courbe de réflexion pour le cristal parfait et inférieure à la divergence totale du faisceau direct. La région entourant le défaut donne alors naissance à une image i sur la plaque photographique (figure 5). Cette image est appelée "image directe" ou "cinématique". Dans le cas d'une dislocation, la zone qui est à l'origine de l'image a un diamètre de 1 à 4 microns. Ce diamètre correspond à la distance du coeur pour laquelle la désorientation est de l'ordre de grandeur de la largeur angulaire du profil de réflexion pour le cristal parfait.

Il existe un autre type d'image, appelée "image dynamique", qui apparaît dans le faisceau réfléchi et dans le faisceau transmis lorsque la ligne de dislocation coupe le triangle de Borrmann, perturbant de ce fait la propagation des champs d'ondes tels que Ap. Les régions qui contribuent à la formation de cette image sont beaucoup plus éloignées du coeur de la dislocation que celles qui produisent l'image directe.

On peut noter sur la figure 5 que la distance h' de l'image directe au bord du faisceau permet de déduire immédiatement la distance du défaut à la face de sortie. Sur la plaque photographique, la trace du faisceau réfléchi reprèsente une "section du cristal". Pour obtenir la topographie des régions perturbées dans tout le cristal, on fait subir un mouvement de translation simultané au cristal et à la plaque photographique (topographie par translation). Les images directes constituent alors les projections des défauts dans la direction réfléchie.

# III - 2 - 2) Contraste des images [21]

L'image directe correspond à un renforcement d'intensité sur la plaque photographique : l'intensité en i (figure 5) est la superposition de l'intensité normale du faisceau réfléchi et de l'intensité des rayons du faisceau direct diffractés par la zone de l'imperfection. L'image dynamique apparaît avec un contraste blanc sur les topographies par section (les phénomènes d'interférences entre champs d'ondes sont détruits lorsque les plans réticulaires sont légèrement déformés). Elle est diffuse sur les topographies par translation.

L'importance relative des deux types d'images dépend de la valeur du produit  $\mu_0 d$ , où  $\mu_0$  est le coefficient d'absorption linéaire du cristal et d son épaisseur. Le contraste de l'image directe est maximum lorsque  $\mu_0 d < 1$  ou 2. Si  $\mu_0 d$  est compris entre 2 et 4, les deux types d'images sont visibles simultanément. Si  $\mu_0 d > 6$  ou 8, le faisceau direct est complètement

- 6 -

absorbé. Seule l'image dynamique est visible (cas de la transmission anormale).

- 7 -

Le contraste d'une image de dislocation (image directe ou image dynamique) dépend également d'un certain nombre de facteurs, entre autres de la position de la dislocation à l'intérieur du cristal et de son orientation [22], [23], [24]. La largeur de l'image est d'autant plus fine et le contraste d'autant plus accentué que la dislocation est plus proche de la face de sortie (pour les cristaux absorbants). Sa "visibilité" est aussi fonction de la valeur du produit  $\vec{g}$ .  $\vec{u}$ , où  $\vec{u}$  est le vecteur déplacement de la ligne de dislocation. Nous reviendrons sur ce dernier point au paragraphe V - 2.

III - 3) RESOLUTION :

Les facteurs géométriques susceptibles de limiter le pouvoir de résolution dépendent en partie des dimensions de la source de rayons X et du système de collimation. La divergence horizontale du faisceau incident est d'environ 100 secondes pour une topographie par translation. Elle est d'environ 1 minute pour une topographie par section. La divergence verticale est fonction de la dimension verticale de la plage de l'échantillon topographiée. Elle peut atteindre 1 ou 2 degrès. Le pouvoir de résolution instrumental est de l'ordre de 2 à 4 microns. Il faut également tenir compte d'une limitation du pouvoir de résolution par le cristal lui-même (fonction des largeurs à mi-hauteur des profils de réflexion théoriques). Par suite, l'image d'une dislocation a généralement une largeur de 5 à 10 microns. Ceci limite l'emploi de la méthode de Lang à l'étude des défauts dans des cristaux relativement parfaits (densité de dislocations < 10<sup>4</sup> / cm<sup>2</sup>).

# III - 4) <u>APPLICATION A LA DIFFRACTION DES RAYONS X PAR UN CRISTAL DE</u>

# TELLURE PARFAIT :

III - 4 - 1) Facteur de structure géométrique :

Pour des raisons de commodité de calcul, nous l'exprimons en notation à trois indices. Compte-tenu de la relation h + k + i = 0, l'extension à la notation à 4 indices est immédiate.

Le facteur de structure a pour expression générale :

$$F_{hkl} = \sum_{j} f_{j} \exp 2 i \pi \vec{H} \cdot \vec{r}_{j}$$
(1)

où  $\vec{H}$  est un vecteur du réseau réciproque joignant l'origine au noeud (hkl). f<sub>i</sub> est le facteur de diffusion atomique pour l'atome j. Il est le même pour absorbé. Seule l'image dynamique est visible (cas de la transmission anormale).

- 7 -

Le contraste d'une image de dislocation (image directe ou image dynamique) dépend également d'un certain nombre de facteurs, entre autres de la position de la dislocation à l'intérieur du cristal et de son orientation [22], [23], [24]. La largeur de l'image est d'autant plus fine et le contraste d'autant plus accentué que la dislocation est plus proche de la face de sortie (pour les cristaux absorbants). Sa "visibilité" est aussi fonction de la valeur du produit  $\vec{g}$ .  $\vec{u}$ , où  $\vec{u}$  est le vecteur déplacement de la ligne de dislocation. Nous reviendrons sur ce dernier point au paragraphe V - 2.

III - 3) RESOLUTION :

Les facteurs géométriques susceptibles de limiter le pouvoir de résolution dépendent en partie des dimensions de la source de rayons X et du système de collimation. La divergence horizontale du faisceau incident est d'environ 100 secondes pour une topographie par translation. Elle est d'environ 1 minute pour une topographie par section. La divergence verticale est fonction de la dimension verticale de la plage de l'échantillon topographiée. Elle peut atteindre 1 ou 2 degrès. Le pouvoir de résolution instrumental est de l'ordre de 2 à 4 microns. Il faut également tenir compte d'une limitation du pouvoir de résolution par le cristal lui-même (fonction des largeurs à mi-hauteur des profils de réflexion théoriques). Par suite, l'image d'une dislocation a généralement une largeur de 5 à 10 microns. Ceci limite l'emploi de la méthode de Lang à l'étude des défauts dans des cristaux relativement parfaits (densité de dislocations <  $10^4 / cm^2$ ).

## III - 4) APPLICATION A LA DIFFRACTION DES RAYONS X PAR UN CRISTAL DE

## TELLURE PARFAIT :

III - 4 - 1) Facteur de structure géométrique :

Pour des raisons de commodité de calcul, nous l'exprimons en notation à trois indices. Compte-tenu de la relation h + k + i = 0, l'extension à la notation à 4 indices est immédiate.

Le facteur de structure a pour expression générale :

$$F_{hkl} = \sum_{j}^{\Sigma} f_{j} \exp 2 i \pi \vec{H} \cdot \vec{r}_{j}$$
(1)

où  $\vec{H}$  est un vecteur du réseau réciproque joignant l'origine au noeud (hkl). f<sub>i</sub> est le facteur de diffusion atomique pour l'atome j. Il est le même pour tous les atomes d'un même type. Nous l'appellerons f dans ce qui suit. f est en général complexe et s'écrit sous la forme :

$$\mathbf{f} = \mathbf{f}_{o} + \Delta \mathbf{f}' + \mathbf{i} \Delta \mathbf{f}'' \qquad (2) \qquad [25]$$

 $\Delta f'$  et  $\Delta f''$  sont les corrections de dispersion anormale. Nous posons  $S_{hkl} = \exp 2 \ i \ \pi \ H \ . \ r_j$ ;  $S_{hkl}$  est également complexe (cristal non centrosymétrique). Dans le cas du tellure,  $S_{hkl}$  n'a pas la même valeur selon que l'hélice est droite ou gauche. La maille élémentaire possède trois atomes qui ont comme coordonnées dans le système d'axes représenté sur la figure la (cas de l'hélice droite) :

$$\frac{\rho}{a} = 0 = 0$$
$$0 = \frac{\rho}{a} = \frac{1}{3}$$
$$- \frac{\rho}{a} = \frac{\rho}{a} = \frac{2}{3}$$

Ceci donne, pour le dextro-tellure :

$$\begin{vmatrix} S_{hkl}^{D} \end{vmatrix}^{2} = 3 + 2 \left\{ \cos 2 \pi \left( -hu + ku + \frac{k}{3} \right) + \cos 2 \pi \left( hu + 2 ku - \frac{k}{3} \right) + \cos 2 \pi \left( 2 hu + ku + \frac{k}{3} \right) \right\}$$

$$(3)$$

$$avec \quad u = \frac{\rho}{a} = 0,267 \simeq \frac{8}{30}$$

Pour le levo-tellure :

$$\begin{vmatrix} S_{hkl}^{G} \end{vmatrix}^{2} = 3 + 2 \left\{ \cos 2 \pi \left( -hu + ku - \frac{l}{3} \right) + \cos 2 \pi \left( hu + 2 ku + \frac{l}{3} \right) + \cos 2 \pi \left( 2 hu + ku + \frac{2l}{3} \right) \right\}$$
(4)

On constate que l'on passe du dextro-tellure au levo-tellure en changeant  $\ell$  en  $-\ell$ .

$$\begin{vmatrix} \mathbf{S}_{\mathbf{h}\mathbf{k}\,\boldsymbol{\lambda}}^{\mathbf{G}} \end{vmatrix}^{2} = \begin{vmatrix} \mathbf{S}_{\mathbf{h}\mathbf{k}\,\overline{\boldsymbol{\lambda}}}^{\mathbf{D}} \end{vmatrix}^{2}$$

Le facteur de structure géométrique est alors défini par :

 $\left|\mathbf{F}_{\mathrm{hk}\,\ell}\right|^{2} = \left|\mathbf{f}\right|^{2} \cdot \left|\mathbf{S}_{\mathrm{hk}\,\ell}\right|^{2}$  (5) [25]

Nous donnons en annexe I les valeurs numériques des termes  $\left|S_{hk\ell}\right|^2$ ,  $\left|f\right|^2$  et  $\left|F_{hk\ell}\right|^2$ , avec  $\left|f\right|^2 = (f_0 + \Delta f')^2 + (\Delta f'')^2$  (il est tenu compte des corrections de dispersion anormale). Les valeurs de  $f_0$  sont prises dans les tables internationales de cristallographie [26]. Celles de  $\Delta f'$  et  $\Delta f''$  sont dues à M.J. COOPER [27]. Nous nous limitons aux plans (h k i  $\ell$ ) pour lesquels ces valeurs sont les plus élevées et aux plans qui possèdent une orientation cristallographique privilégiée (exemple des plans {1010}). Ce tableau donne une première indication sur les réflexions utilisables en diffraction des rayons X par un cristal de tellure. Noter sur ce tableau la valeur très faible du terme  $\left|F_{hk\ell}\right|^2$  pour la réflexion {1010} comparée aux valeurs du même terme pour les réflexions (0003) et {1120} par exemple et l'écart important observé entre les valeurs  $\left|F_{hk\ell}\right|^2$  et  $\left|F_{hk\ell}\right|^2$  lorsque h, k = 0 ou 1.

III - 4 - 2) L'absorption

Le tellure possède un numéro atomique élevé (Z = 52) et appartient à la catégorie des cristaux très absorbants. Le coefficient d'absorption linéaire  $\mu_0$  est égal à 111,8 cm<sup>-1</sup> pour le rayonnement Ag K $\alpha$  ( $\lambda_{K\alpha} = 0,5608$  Å). Il est égal à 218,6 cm<sup>-1</sup> pour le rayonnement Mo K $\alpha$  ( $\lambda = 0,7107$  Å) [26]. Cela signifie que, pour le rayonnement Ag par exemple, l'intensité du faisceau direct est égale au centième de sa valeur initiale I<sub>0</sub> pour une épaisseur traversée de 400 microns environ. Il est intéressant dans cette étude d'appliquer les résultats de la théorie dynamique au calcul du coefficient d'absorption effectif pour un cristal de tellure placé à l'incidence de Bragg et d'étudier la possibilité d'une absorption anormale (effet Borrmann). On définit généralement deux coefficients [28] :

Le coefficient d'absorption effectif μ<sub>e</sub> dans la direction d'incidence.
Le coefficient d'absorption μ<sub>s</sub> dans la direction de propagation, à l'intérieur du triangle de Borrmann.

Le premier conduit à un facteur d'atténuation pour l'intensité de la forme exp (-  $\mu_e \frac{z}{\gamma_o}$ ), où z est la profondeur à l'intérieur du cris-

- 9 -

tal selon la normale à la face d'entrée et  $\gamma_0$  le cosinus de l'angle  $\psi_0$  entre cette normale et la direction d'incidence.

Le deuxième conduit à un facteur d'atténuation pour l'intensité du champ d'ondes dans la direction de propagation de la forme exp  $(-\mu_s, \overline{Ap})$ , où  $\overline{Ap}$  est la longueur du trajet du champ d'ondes correspondant dans le cristal (figure 6). Les expressions de  $\mu_s$  et  $\mu_e$  sont données en annexe II. Elles ont été obtenues en supposant l'onde incidente plane. Kato [29] a montré que le traitement de l'onde incidente en onde sphérique conduisait pratiquement au même résultat (pour les topographies par translation tout au moins). Ces expressions se simplifient considérablement dans le cas symétrique, c'est-àdire lorsque le plan réflecteur est perpendiculaire à la face d'entrée.

Dans ces conditions :  $\gamma_o = \gamma_h$  et :

$$\mu_{e} = \mu_{o} \left\{ 1 + \frac{|\chi_{ih}|}{|\chi_{io}|} \cdot \frac{|C| \cos \phi}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}} \right\}$$
(6)

$$\mu_{s} = \mu_{o} \frac{\cos \alpha}{\cos \theta_{B}} \left\{ 1 + |c| \frac{|\chi_{ih}| \cos \phi}{|\chi_{io}|} \sqrt{1 - \frac{tg^{2} \alpha}{tg^{2} \theta_{B}}} \right\}$$
(7)

L'équation (6) explique l'effet Borrmann : le coefficient d'absorption effectif est plus petit que le coefficient d'absorption normal pour des champs d'ondes correspondant à la branche 1 de la surface de dispersion. C'est l'inverse pour les champs d'ondes appartenant à la branche 2. Cet effet est maximum pour  $\eta_r = 0$ , c'est-à-dire au centre du domaine de réflexion. Quand  $\eta_r \rightarrow \pm \infty$  (loin du domaine de réflexion), on retrouve le coefficient d'absorption normale.

Le calcul des termes  $|\chi_{ih}|$  et  $|\chi_{io}|$  est explicité en annexe II pour les réflexions particulières (0003) et (1010), et dans le cas symétrique (rayonnement Ag Ka). Les équations (6) et (7) s'écrivent alors respectivement : - Pour la réflexion (0003) :

$$\mu_{e} \simeq \mu_{o} \left\{ 1 + \frac{0,93}{\sqrt{1+\eta_{r}^{2}}} \right\}$$
(8)  
$$\mu_{s} \simeq \mu_{o} \cos \alpha \left\{ 1 + 0,93 \cdot \sqrt{1 - \frac{tg^{2} \alpha}{tg^{2} \theta_{B}}} \right\}$$
(9)

- Pour la réflexion (1010) :

$$\mu_{e} \simeq \mu_{o} \left\{ \frac{1}{1 + \frac{0,27}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}}}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}} \right\}$$
(10)  
$$\mu_{s} \simeq \mu_{o} \cos \alpha \left\{ 1 + 0,27 \sqrt{1 - \frac{tg^{2} \alpha}{tg^{2} \theta_{B}}} \right\}$$
(11)

Les équations (8) et (10) montrent que, dans le tellure, le comportement dynamique des faisceaux sera très différent pour les réflexions envisagées.

- Pour la réflexion (0003), au centre du domaine de réflexion, le champ d'ondes 2 est pratiquement absorbé au bout d'une distance très courte à partir de la face d'entrée. Le champ d'ondes 1 se propage avec un coefficient d'absorption presque nul (il est de l'ordre de 0,07  $\mu_0$ , soit 8 cm<sup>-1</sup>). Il en résulte deux conséquences :

- . ] : Les phénomènes d'interférences entre champs d'ondes 1 et 2 seront très limités, sauf si l'échantillon est très mince ( $\mu_{c}$  d << 1).
- 2: Il est possible, pour des cristaux suffisamment parfaits, d'utiliser des échantillons dont l'épaisseur est de 1 mm et plus, par suite du coefficient d'absorption anormal particulièrement faible dans ce cas. L'étude des défauts à l'aide de la transmission anormale a déjà fait l'objet de nombreuses applications, entre autres sur le silicium [30] et sur le cuivre [31]. Cette technique n'a toutefois pas été utilisée dans le présent travail.

-. Pour la réflexion (1010), l'effet d'absorption anormale est beaucoup plus réduit ( $\mu_e = 82 \text{ cm}^{-1}$  pour le champ 1,  $\mu_e = 142 \text{ cm}^{-1}$  pour le champ 2, au centre du domaine de réflexion). Les faisceaux sont très absorbés dans ce cas, ce que corrobore la valeur très faible du facteur de structure géométrique calculé en annexe I. Pour un  $\mu_o$  d petit (<1), des phénomènes d'interférences entre champs d'ondes peuvent être visibles dans de bonnes conditions à la sortie du cristal.

Les relations (9) et (11) qui donnent les coefficients d'absorption dans la direction de propagation montrent que celui-ci est minimum lorsque cette direction est parallèle aux plans réflecteurs (figure 7). On a en effet dans ces conditions  $\alpha = 0$  et  $\mu_s = 0,07 \mu_o$  pour la réflexion (0003) et  $\mu_s = 0,73 \mu_0$  pour la réflexion (1010) (champs d'ondes 1). Dans le premier cas, on peut s'attendre à ce que l'énergie se propage principalement le long des plans de base. Dans le deuxième cas, cet effet sera à peine sensible. Pour  $\alpha = \theta_B$ , on retrouve  $\mu_s = \mu_0$ , quelle que soit la réflexion utilisée, c'est-àdire l'absorption normale le long des bords du triangle de Borrmann.

# III - 4 - 3) Largeur des profils de réflexion théoriques :

La courbe de réflexion s'obtient lorsque l'on enregistre l'intensité totale des faisceaux diffracté ou transmis reçue par un compteur à scintillation en fonction de l'angle d'incidence sur le cristal animé d'un mouvement de rotation uniforme. Nous ne considérons ici que le faisceau réfléchi. Nous donnons en annexe III les expressions des intensités diffractées pour les réflexions (0003) et (1010) (cas de Laue symétrique). On en déduit les largeurs à mi-hauteur des profils de réflexion. Nous avons effectué les applications numériques pour les cas  $\mu_0$  d = l et  $\mu_0$  d = 2.

Pour	μ <sub>o</sub> .d	d = 1	2	<b>(</b> Δ	<sup>θ)</sup> (0003)	=	3,35 secondes	
				2	<b>(</b> Δ	θ)(10 <u>1</u> 0)	=	2,60 secondes
Pour	μ <sub>o</sub> , d	=	2	2	<b>(</b> Δ	<sup>θ)</sup> (0003)	=	2,70 secondes
				2	<b>(</b> Δ	<sup>θ)</sup> (1010)	=	2,46 secondes

Le profil de réflexion théorique est d'autant plus étroit que l'échantillon est plus épais. La largeur des images de dislocations est inversement proportionnelle à la largeur de la courbe de réflexion [21]. Ces images seront donc plus fines pour la réflexion (0003) que pour la réflexion (1010). Le pouvoir de résolution sera d'autant meilleur que le cristal sera plus mince. Toutefois, pour  $\mu_0$  d  $\simeq$  2, la résolution sera presque la même pour les deux réflexions.

## III - 5) PROBLEMES EXPERIMENTAUX :

Ces problèmes découlent des limitations imposées par la méthode de Lang et diffèrent selon les buts poursuivis dans l'application de cette technique. Nous nous proposons pour l'instant de mettre en évidence les dislocations dans la structure du tellure (images directes) et de caractériser géométriquement les diverses configurations observées. La possibilité de révèler dans de bonnes conditions les images directes des dislocations est liée d'une part à la valeur du produit  $\mu_0$ , d (III - 2 - 2) et d'autre part à la densité limite des dislocations observables sur la plaque photographique. Pour obtenir un  $\mu_0$ , d  $\approx$  1, l'épaisseur de la lame doit être de l'ordre de 50 microns pour la raie K $\alpha_1$  du molybdène et de l'ordre de 100 microns pour la raie K $\alpha_1$  du molybdène et de l'ordre de 100 microns pour la raie K $\alpha_1$  de l'argent. La préparation d'échantillons d'épaisseur aussi faible pose un certain nombre de problèmes délicats sur lesquels nous reviendrons au chapitre suivant.

L'étude topographique a été réalisée à l'aide du rayonnement issu d'un tube microfoyer à anticathode d'argent (TUBIX, type GBA). Ce rayonnement a l'avantage d'être très pénétrant et permet de diminuer la durée des temps de pose (6 heures par millimètre en moyenne pour un échantillon de 200 microns d'épaisseur). La résolution est cependant moins bonne pour la raie Ag Ka<sub>1</sub> que pour la raie Mo K a<sub>1</sub> (le pouvoir de résolution augmente en fonction de la longueur d'onde du rayonnement incident [21]). L'utilisation d'un tube microfoyer (dimensions du foyer optique (150 x 150) microns) permet de l'améliorer sensiblement.

#### IV - PREPARATION DES ECHANTILLONS :

L'étude des propriétés mécaniques du tellure a montré que, selon les modes de sollicitation, celui-ci peut être fragile ou ductile. Le résultat essentiel de cette étude est la valeur particulièrement basse de la contrainte de cisaillement pour laquelle le glissement s'amorce [15], [16]. La contrainte de cisaillement résolue sur les plans prismatiques peut atteindre dans certains cas 10 g/mm<sup>2</sup> [7]. L'étude des propriétés électriques a montré de même que celles-ci sont étroitement liées à l'état de perfection interne du cristal [32]. Ces expériences ont aussi prouvé que le comportement plastique et électrique du tellure est très sensible à l'état de surface et aux conditions de manipulations. Nous nous sommes donc efforcés de concevoir une méthode de préparation excluant clivage, sciage et polissage mécaniques, puis nous avons recherché les conditions de manipulations qui provoquaient le minimum de dommages superficiels.

IV - 1) ORIGINE DE NOS ECHANTILLONS :

Les monocristaux que nous avons utilisés proviennent de différentes sources :

- <u>a</u> des monocristaux W fournis par la firme Wacker-Chemie et obtenus par tirage (pureté 99,999 %).
- <u>b</u> Un monocristal C fabriqué par la méthode de Czochralski dans les laboratoires du C.N.E.T. à Issy-les-Moulineaux [33].

Nous avons également tenté de faire croître nos propres monocristaux [34]. La méthode utilisée (Bridgmann modifié) a conduit à des résultats décevants.

# IV - 2) DECOUPE ET POLISSAGE CHIMIQUES :

Afin d'introduire un nombre minimum de dislocations au cours des diffèrentes étapes de la préparation des échantillons, nous avons réalisé une scie chimique à fil et une polisseuse chimique [4]. Elles utilisent toutes deux le même agent chimique composé de :

> l part Cr O<sub>3</sub> 2 parts H<sub>2</sub> O en poids l part HCl concentré

Cette solution est extrêmement corrosive et attaque la plupart des matériaux

courants. Nous avons utilisé presque exclusivement du P.C.V. (polychlorure de Vinyle), de l'acier inoxydable au molybdène, et des axes en verre pour certaines pièces tournantes.

IV - 2 - 1) Scie chimique à fil :

Le transport du liquide est assuré par un fil de tergal de 0,4 mm d'épaisseur. L'échantillon est fixé sur un chariot qui roule sur des billes guidées dans des rails en Vé. La vitesse de coupe dépend de l'épaisseur de la section à découper. Elle varie en moyenne de 0,5 mm à 2 mm par heure. Pour tenir compte de cette variation, nous avons adopté un système qui permet de faire varier l'inclinaison du chariot autour d'un axe perpendiculaire à sa direction de translation. Cette solution s'est révélée très satisfaisante car elle permet d'appliquer le cristal contre le fil avec une force constante très faible. Le sens de passage du fil s'inverse toutes les dix minutes en moyenne. Il en résulte une surface striée car la tension du fil, pour des raisons mécaniques, n'est pas la même dans les deux sens, de même que la quantité d'agent chimique apportée par le fil et mise en contact avec l'échantillon. C'est un inconvénient mineur dans la mesure où cette découpe est suivie d'un polissage chimique de la surface.

# IV - 2 - 2) Polisseuse chimique :

La surface à polir est placée en regard d'une surface de référence rigoureusement plane sur laquelle glisse de façon continue une bande de tergal qui a préalablement baigné dans la solution de polissage. Le polissage de la surface s'effectue au contact du liquide amené par la bande. L'échantillon est également positionné sur un chariot mobile. Une inclinaison réglable de tout l'appareil permet d'appliquer l'échantillon contre la bande avec une pression très faible. Le chariot possède deux réglages angulaires qui, associés à une chambre de Laue, permettent de donner l'orientation désirée à la surface à polir.

## IV - 3) LES CONTRAINTES SUPERFICIELLES :

Ces contraintes peuvent être créées à la fois par le collage et par les manipulations (pinces, rayures accidentelles, chocs, etc...).

IV - 3 - 1) Problèmes du collage :

La découpe et le polissage chimiques nécessitent la fixation du cristal sur le chariot porte-échantillon. Dans les deux cas, il est difficile d'éviter le frottement, même léger, du cristal contre le fil ou la bande.

Ceci exclut pour la fixation l'emploi de substances molles (cire, vacoplast, etc...) qui présentent une faible résistance au cisaillement et ont tendance à fluer sous le poids de l'échantillon. Les colles que nous avons utilisées (colles organiques) ont l'inconvénient de subir un important retrait au cours du séchage, dont l'effet sur le cristal est un cisaillement au niveau de la surface. Si l'échantillon est assez mince, il se déforme généralement après décollage. Les faces, initialement planes, deviennent courbes. Cette relaxation des contraintes de surface produit une torsion du réseau suffisante pour que les désorientations effectives entre régions voisines soient supérieures à la divergence angulaire du faisceau direct, ce qui rend ces lames pratiquement inutilisables en méthode de Lang. La figure 8 représente la topographie obtenue à partir d'une lame taillée parallèlement à un plan de clivage (monocristal W) et collée à l'aide d'une colle organique sur une fine lamelle de verre, ceci afin de conserver une surface relativement plane. On peut constater que l'effet des contraintes superficielles masque entièrement le phénomène de diffraction dû aux régions intérieures du cristal. L'examen de la surface au microscope optique révèle l'existence de très nombreuses lignes de glissement parallèles à l'axe c, indiquant que l'échantillon a subi une déformation plastique assez importante.

Nous n'avons pas encore résolu de façon satisfaisante ce problème du collage. Il nous paraît difficile, compte-tenu du mode de préparation employé, de l'éviter.

# IV - 3 - 2) Les manipulations :

Une étude des monocristaux W par la technique des figures d'attaque [4] nous a permis de vérifier que des manipulations sans soin conduisaient effectivement à une multiplication rapide du nombre de dislocations. Par exemple, tenir l'échantillon avec des pinces introduit localement une densité de dislocations qui peut atteindre  $10^6$  / cm<sup>2</sup> et plus. En règle générale, tout contact, même léger, avec l'échantillon, introduit des dislocations. Le polissage chimique lui-même, s'il n'est pas effectué avec soin, peut affecter une couche superficielle d'épaisseur non négligeable. Ceci est dû en partie au frottement mécanique du cristal contre la bande, en partie aux poussières ou impuretés non solubles dans la solution de polissage et entrainées par la bande. Nous verrons au chapitre suivant l'effet sur le cristal des rayures créées accidentellement par ces impuretés.

Dans le cas d'un cristal épais, on peut éliminer les dégâts produits par le collage et les manipulations simplement par trempages successifs de l'échantillon dans le bain de polissage. On retrouve ainsi, après retrait d'une couche de 50 microns environ, une surface peu perturbée qui se prète à l'étude des dislocations par la technique des figures d'attaque par exemple [4].

Dans le cas d'une lame mince, où le polissage doit être effectué sur les deux faces, les problèmes se compliquent et il devient pratiquement impossible d'éliminer totalement ces contraintes.

IV - 4) INFLUENCE DU RECUIT :

Lovell, Wernick et Benson [1] ont montré que le recuit favorise l'annihilation des dislocations mais conduit également à une structure polygonisée. Nous n'avons pu, pour des raisons matérielles, étudier de façon systématique son influence sur la densité des figures d'attaque. Nous l'avons cependant utilisé dans la préparation de lames minces pour l'observation en méthode de Lang.

IV - 5) PREPARATION DE LAMES MINCES POUR L'OBSERVATION EN METHODE DE LANG :

IV - 5 - 1) Monocristaux W :

Afin de réduire au minimum les contacts avec le cristal, nous avons envisagé sa fixation sur un support rigide percé d'une fenêtre de dimensions légèrement inférieures à celles de l'échantillon. Celui-ci est d'abord poli chimiquement sur une face, puis collé sur le support, la face polie en regard de la fenêtre. L'autre face est ensuite amincie jusqu'à l'épaisseur désirée. Cette manière de procéder présente certains avantages : d'une part, toute manipulation ultérieure se fait par l'intermédiaire du support. En particulier, c'est celui-ci que l'on fixe sur la tête goniométrique de la chambre de Lang. D'autre part, en admettant que le collage n'introduit de contraintes superficielles qu'au voisinage des bords, on peut espérer disposer au centre de la fenêtre d'une région relativement parfaite.

Cette méthode a été testée sur une série d'échantillons extraits de différents monocristaux W. Nous avons pu constater en général que le comportement mécanique des lames s'était nettement amélioré. Les résultats sont restés toutefois décevants. Nous attribuons ces échecs à la fois à une qualité intrinsèque médiocre des monocristaux W (densité de dislocations élevée, révélée par la technique des figures d'attaque sur les plans prismatiques et sur les plans de base, présence de nombreux sous-joints), au collage des échantillons sur des supports trop minces, donc déformables, à l'utilisation d'une colle à prise et séchage trop rapides (colle cellulosique ordinaire diluée

- 17 -

dans l'acétone). La figure 9 représente le meilleur résultat obtenu sur une trentaine d'échantillons préparés par cette méthode. Aucun de ces échantillons n'a été recuit. On notera la présence de nombreux sous-joints dont les orientations cristallographiques ne sont pas simples et de parois qui pourraient être des sous-joints de polygonisation. Les désorientations sont trop importantes pour permettre une interprétation quantitative des divers contrastes observés.

# IV - 5 - 2) Monocristal C:

Nous avons repris la méthode décrite précédemment, en cherchant à améliorer systématiquement les conditions d'obtention des échantillons. Dans le cristal brut de tirage ont été découpées des lames de différentes orientations : faces parallèles aux plans (1010), (1120) et (0001) respectivement. Polies chimiquement sur une face (retrait d'une couche superficielle d'épaisseur 1 mm environ sur un échantillon de dimensions initiales (10 x 10 x 4) mm<sup>3</sup>), elles ont été recuites à 350° C sous atmosphère d'argon pendant 72 heures. Le but poursuivi était évidemment d'améliorer la qualité des cristaux. Après recuit, les lames ont été collées sur un support épais en aluminium, la face polie en regard de la fenêtre. Nous avons utilisé dans cette préparation une colle élastomère à durcissement très lent, pratiquement sans retrait, et non soluble dans le bain de polissage (Colle R.T.V produite par General Electric et distribuée par Micro-mesures Europe). Afin de protéger la face polie d'une attaque chimique ultérieure lors du polissage de la deuxième face, il est nécessaire d'effectuer le collage sur tout le pourtour de l'échantillon. L'amincissement chimique à la polisseuse est arrêté lorsque la lame a une épaisseur de 400 microns environ. L'amincissement final jusqu'à l'épaisseur désirée est obtenu par la méthode dite "de la goutte": on dépose sur la surface polie une goutte de solution chimique. Il se forme très vite une couche visqueuse de couleur brune, entrainée facilement par rinçage à l'eau distillée. L'attaque chimique s'effectue de façon homogène à travers cette couche. On renouvelle la solution, dès qu'elle se sature, à l'aide d'un compte-goutte dont l'extrémité est rendue très effilée. Les avantages, ici encore, sont multiples :

- par dissolution sur chaque face d'une couche superficielle de 100 à 200 microns, on élimine en principe tous les dégâts créés, après le recuit, par le collage et le frottement sur la bande.

- 18 -

- On peut amincir localement la surface en déposant une goutte de solution en un endroit précis. En particulier, on peut amincir l'échantillon au centre de la fenêtre et conserver des bords plus épais, ce qui améliore la tenue mécanique.

La méthode a toutefois l'inconvénient d'être très longue et d'exiger beaucoup de soins. Il arrive fréquemment que le poli de la surface se détériore ou que l'attaque se fasse préférentiellement en certains endroits, laissant une surface très irrégulière, difficile à reprendre.

Tous ces échantillons se sont révélés suffisamment bons pour que la mise en évidence des dislocations individuelles par la méthode de Lang s'avère effective. L'étude en méthode de Lang n'a été effectuée complètement que pour l'un d'entre eux, de faces parallèles à un plan prismatique de type  $\{11\overline{2}0\}$ . Nous présentons au chapitre suivant les résultats obtenus.

#### V - ETUDE TOPOGRAPHIQUE DES DEFAUTS DANS UN MONOCRISTAL C

#### V - 1) CARACTERISTIQUES GEOMETRIQUES DE L'ECHANTILLON

Nous avons représenté sur la figure 10 la lame prismatique et son orientation par rapport au système d'axes  $(a_1, a_2, a_3, c)$ . La figure 11 donne la projection stéréographique correspondante. Seules ont été indexées les projections stéréographiques des pôles localisés sur la demi-sphère polaire située du côté de la face de sortie et parmi ces projections, celles des plans cristallographiques les plus intéressants au point de vue diffraction des rayons X. Expérimentalement, nous avons choisi comme face d'entrée la face placée en regard de la fenêtre (face A B C D sur la figure 10). L'axe  $a_3$  est perpendiculaire à cette face et dirigé vers la source de rayons X. On remarque sur la projection stéréographique que la majorité des plans à facteurs de structure géométriques élevés(annexe I) se trouve sur le cercle de base. Tous ces plans sont perpendiculaires à la face d'entrée. En les choisissant comme plans réflecteurs, on se place dans le cas de Laue symétrique et l'absorption est moindre car les trajets de l'énergie sont minimum pour ces orientations particulières.

L'épaisseur moyenne de la lame, mesurée sur une topographie en pose fixe (section) est de 175 microns environ, ce qui donne  $\mu_0$  d  $\simeq$  2, satisfaisant pour l'observation des images directes.

# V - 2) LES REFLEXIONS UTILISABLES :

L'image recueillie sur une plaque photographique est une projection plane des défauts contenus à l'intérieur du cristal. Pour reconstruire géométriquement ces défauts, il est nécessaire de disposer d'au moins deux projections. On les obtient en choisissant des plans réflecteurs différents. Les plans (0003), (Ī101), (1Ī02) et (1Ī00), bien que ce dernier donne une intensité diffractée très faible (annexe I) sont les plus intéressants. On peut y ajouter les réflexions non symétriques (Ī2Ī0) et (2Ī10). Les plans (1Ĭ00), (Ĩ2Ĩ0) et (2Ĩ10) sont perpendiculaires au plan (0003) (figure 11). Les plans (Ī101) et (1Ĩ02) sont presque perpendiculaires entre eux (85°30'). Les topographies obtenues par réflexion sur ces plans suffisent en principe à déterminer l'orientation de tout segment de dislocation. La détermination du vecteur de Burgers s'avère par contre délicate en raison de l'amisotropie élastique du tellure (paragraphe II - 2 - 3). La condition d'extinction de l'image d'une ligne de dislocation s'écrit, dans le cas général,(théorie cinématique) : Ceci revient à écrire que, au point de vue diffraction, les rayons X sont insensibles à la présence d'un défaut lorsque le vecteur-déplacement est dans le plan réflecteur correspondant.

Comme nous l'avons vu plus haut, la condition (1) se réduit à

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$
 (2)  
g  $\cdot (\vec{b} \cdot \vec{n}) = 0$  (3)

uniquement pour les dislocations portées par l'axe a.

- Si ces dislocations sont de type vis, on pourra obtenir l'extinction de leurs images en prenant comme plans réflecteurs les plans de base et les plans prismatiques de première espèce parallèles aux dislocations [7] (condition (2)).
- Si ces dislocations sont de type-coin, on pourra obtenir l'extinction de leurs images en prenant comme plans réflecteurs les plans prismatiques de deuxième espèce perpendiculaires aux lignes de dislocations (conditions (2) et (3) ). Il sera donc possible de distinguer, à l'aide de ces différentes réflexions, le caractère vis ou coin de dislocations parallèles à une direction à.
- Pour les autres dislocations, la condition (1) ne peut être satisfaite qu'approximativement et seuls des calculs détaillés permettront d'interpréter convenablement les images observées. Ces calculs sont actuellement en cours.

V - 3) TOPOGRAPHIES OBTENUES :

Les topographies que nous présentons ont été presque toutes obtenues par réflexion sur les plans (0003). Celles obtenues par réflexion sur les autres plans et en particulier sur les plans prismatiques se sont révélées pratiquement inexploitables. Nous reviendrons par la suite sur les raisons de ces échecs. L'interprétation des clichés est rendue de ce fait plus difficile. Nous avons tenté de pallier ce manque de projections supplémentaires en prenant une paire stéréoscopique (0003) - (0003) et plusieurs sections (plan réflecteur (0003) ).

# V - 3 - 1) Réflexion (0003) :

On peut recueillir du profil de réflexion expérimental et de la valeur de l'intensité intégrée mesurée par le nombre de photons X reçus sur le compteur à scintillation des informations utiles sur la qualité intrinsèque de l'échantillon. La largeur à mi-hauteur du profil de réflexion est d'autant plus grande que l'échantillon est plus imparfait. Il en est de même pour l'intensité intégrée. Pour la réflexion (0003), nous avons noté une largeur à mi-hauteur moyenne de 90 secondes d'arc. C'est nettement inférieur aux valeurs relevées pour la même réflexion dans l'étude des monocristaux W (300 à 400 secondes en moyenne). On peut attribuer ceci à l'influence du recuit qui relâche en partie les contraintes internes. L'écart angulaire Ka<sub>1</sub> - Ka<sub>2</sub> vérifie très exactement la séparation théorique (220 secondes). L'intensité intégrée, assez faible, n'est pas constante lorsque l'échantillon est translaté devant le faisceau, parallèlement à l'axe c. Le déplacement du pic de Bragg observé au cours de la translation indique une désorientation entre les plans de base. Les résultats obtenus suggèrent qu'il s'agit d'une flexion de la lame autour de l'axe  $\vec{a}_1 - \vec{a}_2$  (figure 10).

Les topographies 12 a-b-c donnent une vue d'ensemble des défauts contenus à l'intérieur de l'échantillon. La topographie 12b est relative à la région centrale de l'échantillon. La surface explorée est de (8 x 4,5) mm. Deux zones y sont hors réflexion. De façon à les amener successivement en position de réflexion, nous avons pris deux topographies supplémentaires (topographies 12 a et c). Dans chaque cas, nous avons indiqué par une flèche la position pour laquelle l'écart à l'incidence de Bragg expérimental est nul. Nous avons indiqué également les désorientations observées aux extrémités des domaines de translation.

Une inspection rapide des trois clichés montre que les différentes images peuvent être attribuées à :

- Des enchevêtrements de dislocations parmi lesquelles des dislocations individuelles assez bien résolues et à contraste noir. Ces dernières sont en nombre relativement limité et leurs formes géométriques sont très diverses. La largeur de leurs images est de l'ordre de 5 à 7 microns.
- Des sous-joints non résolus, localisés dans la moitié droite des clichés, dont les traces, pour certains d'entre eux, sont presque parallèles à l'axe c.
- Des défauts de surface. Les zones correspondantes, assez étendues, apparaissent avec un contraste uniforme, noir ou blanc.

Les figures 13a, 13b, 13c et 13d reproduisent des topographies d'une même région du cristal prises avec des plans réflecteurs différents, respectivement (0003), (1102) à 37° 30' des plans de base, (1101) à 57° des plans de base, (1100) à 90° des plans de base (figure 11). La comparaison entre la figure 13a et les figures 13b et c permet de préciser la nature du fond continu assez important et inhomogène qui recouvre la figure 13a et toutes les topographies (0003) en général. On remarque en effet sur la figure 13b (réflexion (1102) ) la présence d'un grand nombre de dislocations, faiblement contrastées, le plus souvent petites, qui ne sont pas résolues sur le cliché 13a. De même, la plupart des dislocations individuelles qui sont bien contrastées sur la figure 13a sont pratiquement invisibles sur la figure 13b. Ceci exclut toute correspondance entre les images d'une même dislocation sur ces deux figures. Ces considérations s'appliquent également à la figure 13c, où il n'est plus possible d'effectuer une étude sur des dislocations particulières car leur densité devient trop importante. La structure en sous-grains de l'échantillon y est par contre nettement mise en évidence. A la limite, sur la figure 13d (réflexion (1100) ), la densité de dislocations, trop éle-. vée, conduit à un recouvrement des images, ce qui tend à uniformiser les contrastes sur la plaque photographique. La comparaison entre ces clichés suggère fortement l'existence à l'intérieur de l'échantillon de deux familles de dislocations qui seraient d'origine et de nature différentes. Cette hypothèse découle des remarques faites précédemment, à savoir que ce ne sont pas les mêmes dislocations qui donnent lieu à des effets de contraste sur les topographies (0003) et sur les topographies obtenues par réflexion sur les autres plans. Sur les topographies (0003), les images bien individualisées qui apparaissent avec un contraste noir pourraient correspondre à des dislocations fraichement créées, soit pendant le recuit, soit au cours des différentes étapes de la préparation des échantillons. Inversement, les images visibles sur les topographies (1102) et (1101) et non résolues sur les topographies (0003) (fond continu) pourraient correspondre à des dislocations anciennes, créées pendant la croissance du cristal. Bien que ces deux familles de dislocations présentent des contrastes très distincts, on ne peut faire aucune hypothèse quant à la nature de leurs vecteurs de Burgers (paragraphe V - 2). Toutefois, l'étude précédente suggère que les composantes du vecteur-déplacement élastique perpendiculaires à l'axe c sont prépondérantes, ce qui n'est pas contradictoire avec l'hypothèse que les dislocations de vecteur de Burgers a

sont les plus nombreuses (paragraphe II - 2 - 3).

# V - 4) INTERPRETATION DES TOPOGRAPHIES (0003) :

# V - 4 - 1) <u>Remarques préliminaires</u> :

Les topographies 12a - b - c ne permettent pas, pour les raisons évoquées au paragraphe V - 3, d'étudier de façon approfondie les diverses configurations observées. L'étude sera limitée à certaines d'entre elles qui présentent des caractéristiques particulières. Nous ne nous intéresserons qu'aux images de dislocations résolues individuellement. On notera que ces dislocations n'ont pas pour la plupart d'orientations préférentielles, ce qui est conforme aux conclusions du paragraphe II - 2 - 3. Aucune topographie n'a été faite avant recuit, de sorte qu'il n'est pas possible de préciser l'effet de celui-ci sur leur répartition. On remarque cependant qu'elles sont beaucoup plus nombreuses dans la partie droite des topographies l2a et l2b, c'est à dire dans la région de l'échantillon constituée par des sous-grains. Il semble qu'il y ait une corrélation entre leur densité et la présence de nombreux sous-joints dans cette région.

Dans la partie gauche de ces clichés, les dislocations sont toutes localisées au voisinage de défauts de surface ou près des bords encollés de la lame. Nous pouvons dans ce cas les attribuer sans ambiguité à l'effet des contraintes superficielles.

# V - 4 - 2) Dislocations au voisinage des défauts de surface :

Quelques images de défauts de surface sont visibles sur les topographies 12. Ces défauts sont probablement les vestiges de rayures assez profondes créées durant l'opération de polissage à la polisseuse et non éliminées entièrement par le polissage à la goutte. L'un d'entre eux (à gauche sur la topographie 12a) est assez profond et visible à l'oeil nu sur la face d'entrée. On constate sur la figure 14 que le défaut a exercé en son voisinage des contraintes qui s'étendent sur des distances considérables (la figure 14 recouvre une surface de 7 mm<sup>2</sup>). La configuration spatiale des dislocations qui l'entourent présente une certaine symétrie autour d'un axe d'ordre 2 perpendiculaire au plan de la photographie, c'est-à-dire pratiquement autour de l'axe  $\dot{a}_3$ (figure 10). Cet axe passe par le centre du défaut. Les deux zones à contraste noir correspondent à un écrasement des deux bords de la rayure. Dans l'axe de celle-ci, la relaxation des contraintes s'est manifestée par l'émission de boucles de dislocations dans deux directions perpendiculaires. L'une de ces directions est l'axe  $\vec{c}$ . Les séries de boucles 1 et 2 (figure 14) sont particulièrement bien résolues sur les topographies 12a et b. Les boucles 3 ne sont pas résolues car se superposent dans cette zone les images d'un grand nombre de dislocations. Nous y reviendrons au paragraphe suivant. Les boucles 4 sont presque hors réflexion. Elles sont bloquées dans leur mouvement par un défaut dont nous ne connaissons pas la nature. On remarquera que les boucles qui se propagent dans une direction donnée ont même allure (boucles 2 et 4 par exemple). La figure 15a reproduit les boucles 1. Ces boucles se développent dans des plans prismatiques et se propagent dans la direction  $\vec{c}$ . La figure 15b reproduit une topographie en pose fixe du cristal (plan réflecteur (0003) ) dont la trace sur la figure 15a est repérée par une flèche. Cette section montre que les plans de glissement sont essentiellement de deux types :

- des plans parallèles à la face d'entrée et très proches de cette face (plans de seconde espèce (1120)).

- des plans de première espèce (0110) à 30 degrés de cette face (figure 10).

Nous avons repéré sur la section la ligne d'intersection apparente de ces deux familles de plans. Elle ne peut être définie avec précision sur la figure 15a. Il semble effectivement qu'il y ait sur ce cliché une superposition des images de deux ensembles de dislocations : les dislocations les plus contrastées ont des images assez larges et pourraient être proches de la face d'entrée et parallèles à cette face. La plupart sont encore épinglées sur la source (boucles 1). Les boucles 2 se sont détachées et tendent à devenir rectilignes. Leurs extrémités s'incurvent lorsqu'elles percent la surface de l'échantillon. La distance parcourue par les dislocations de tête est de l'ordre de 700 microns.

Les boucles 2 et 4 (figure 14) se propagent dans une direction perpendiculaire à l'axe  $\dot{c}$ . Nous ne disposons pas de section qui permette, comme pour les boucles 1, de préciser les plans dans lesquels elles se développent. On constate cependant que les segments horizontaux (boucles 2) ont une extension latérale limitée et semblent aboutir à la surface du cristal. La largeur des images diminue tout au long de ces segments. Leur longueur correspond globalement à celle de la trace du plan prismatique de première espèce (0110). Les boucles 2 se propagent donc probablement dans la direction  $\dot{a}_1$  (figure 10).

Les autres défauts de surface n'ont pas donné naissance à des configurations de dislocations aussi particulières que celles rencontrées dans l'exemple précédent. La figure 16 montre toutefois un autre type de boucles de

- 25 -

petites dimensions qui se développent également dans une direction perpendiculaire à l'axe  $\dot{c}$  (numérotées 1 sur le schéma 16). Une configuration semblable de boucles se retrouve le long de la trace d'une rayure (boucles 2). Cette rayure traverse l'échantillon d'un bord à l'autre et n'a pas été éliminée par le polissage à la goutte. Sa trace sur la figure 17 donne un aperçu des dommages créés en son voisinage. Au-dessus de la rayure, les dislocations lui sont d'abord parallèles. Elles se déforment ensuite à plus grande distance (300 microns environ). Au-dessous de la rayure, on observe un alignement de demiboucles émises dans une direction parallèle à son axe. La droite qui joint les points d'émergence est parallèle à l'axe  $\dot{c}$ . On en déduit que les plans qui les contiennent sont prismatiques et inclinés par rapport à la face d'entrée (vraisemblablement de première espèce). Les mêmes considérations nous paraissent s'appliquer aux boucles 1 (figure 16).

V - 4 - 3) Effets du collage :

Nous avons souligné, dans un précédent chapitre, l'influence des contraintes créées par le collage de l'échantillon sur un support rigide. L'effet de ces contraintes est particulièrement bien visible sur la figure 14. On se rend compte aisément que le défaut constitue une barrière qui s'oppose au mouvement d'un front de dislocations (5) qui se propagent dans la direction [0001]. (Le bord encollé de l'échantillon est ici perpendiculaire à l'axe  $\vec{c}$ ). Ce front s'étend sur toute la largeur de l'échantillon, comme le montre la figure 18. Cette figure reproduit une topographie qui recouvre la même région du cristal que la topographie 12a, mais prise sous un angle d'incidence légérement différent. La zone non contrastée correspond à la partie encollée du cristal, proche du bord métallique de la fenêtre. Les dislocations n'ont pas des orientations cristallographiques simples et sont en général très inclinées par rapport à l'axe  $\vec{c}$ .

La figure 19 reproduit la partie inférieure gauche de la topographie 12b. Le bord encollé de l'échantillon (1), parallèle à l'axe  $\vec{c}$ , et le bord métallique de la fenêtre (2) y sont visibles. On n'y retrouve pas une configuration de dislocations semblable à celle décrite précédemment (figure 18). Nous attribuons les segments rectilignes très contrastés et rigoureusement parallèles à l'axe  $\vec{c}$  à des traces de plans de glissement perpendiculaires à la face d'entrée (plans ( $\overline{1}100$ ) ). L'hypothèse de dislocations rectilignes nous paraît en effet peu vraisemblable, d'une part parce que ces segments sont très longs (jusqu'à 4 mm de longueur), d'autre part parce qu'ils traversent sans rupture et pratiquement sans déviation une zone où les contraintes locales sont très élevées (défaut de surface). La région dans laquelle ils se trouvent est totalement hors réflexion sur la topographie 12c. Sur la topographie 12b, la zone hors contraste voisine de ces traces de glissement traduit probablement un fléchissement de la lame consécutif à une relaxation des contraintes créées par le collage et apparu au cours de l'amincissement chimique. Nous avons fréquemment constaté ce fait dans nos préparations. L'observation des surfaces au microscope optique révèle presque toujours la présence de lignes de glissement, ce qui montre que les contraintes créées sont suffisantes pour provoquer une déformation plastique des échantillons C. Notons sur la figure 19 que les dislocations ne sont pas résolues dans les plans de glissement. Leur très grande densité explique le renforcement d'intensité observé le long des traces de ces plans. Une exception toutefois pour les traces 3, 4, 5 où les effets de bout des dislocations sont séparés. Notons également l'équidistance des plans de glissement, de l'ordre de 20 microns.

# V - 4 - 4) Sous-joints et dislocations :

Nous concluons ce chapitre par une brève analyse des sous-joints et des dislocations visibles dans la partie droite de la topographie 12b. Les figures 20a (0003) et 20b (0003) donnent une vue stéréoscopique des défauts intérieurs à cette région de l'échantillon. L'observation stéréoscopique des défauts [35] permet en principe de les situer les uns par rapport aux autres et par rapport à la face de sortie dans l'espace à trois dimensions. Dans le cas présent, l'utilisation de la paire stéréoscopique (0003) - (0003) est inopérante en ce qui concerne les dislocations : bien résolues sur le cliché 20a, elles sont en revanche "esquissées", sinon invisibles, sur le cliché 20b. Elle permet cependant d'obtenir une représentation tridimensionnelle des sousjoints. La comparaison entre ces deux clichés montre que le contraste dépend fortement du sens du vecteur de diffraction. Nous attribuons ceci à un effet dynamique dû à une courbure homogène des plans de base (paragraphe V - 3 - 1). L'étude théorique de la diffraction des rayons X par un cristal courbe a été effectuée par Penning et Polder [36]. Ces auteurs ont montré que les trajets des champs d'ondes à l'intérieur d'un cristal courbé élastiquement sont euxmêmes courbes. La courbure du champ d'ondes l est toujours de même signe que celle des plans réflecteurs. Celle du champ d'ondes 2 est de signe opposé. Dans ces conditions, la distribution d'énergie sur la face de sortie n'est pas la même lorsqu'on passe de la réflexion  $(+\vec{g})$  à la réflexion  $(-\vec{g})$  (il y a alors transfert d'énergie du faisceau diffracté au faisceau transmis, ou

- 27 -

vice-versa, dépendant du signe de la courbure des plans cristallins). Cette "non-identité" des contrastes entre topographies (hkl) et (hkl) a déjà été observée [37]. Elle s'accentue en présence d'un effet d'absorption anormale (les deux champs d'ondes sont dans ce cas très inégalement absorbés). Nous avons vu au paragraphe III - 4 - 2 qu'un tel effet est possible dans le tellure pour la réflexion (0003). Il peut expliquer l'allure particulière du contraste observé sur la figure 20b.

V - 4 - 4 - 1) Sous-joints :

Les sous-joints n'ont pas en général d'orientations cristallographiques simples. Nous avions fait les mêmes remarques dans l'étude des monocristaux W (figure 9). Ils sont aussi dans l'ensemble non plans. Une exception cependant en ce qui concerne le sous-joint l (figures 20 bis a et b). Sa trace a même largeur que celle d'un plan prismatique de deuxième espèce incliné par rapport à la face d'entrée. La séquence des sections 20 d-e-f confirme cette orientation. Elle permet de préciser que le sous-joint est situé dans un plan (2110) (figure 10). Sur les figures 20a et b, son bord droit coupe la face d'entrée.

#### . Remarques :

- 1 : Les sections 20 c-d-e sont relatives à la figure 20a. Nous avons repéré par des flèches les positions en lesquelles elles ont été effectuées. La section 20 f est relative à la figure 17. Le bord supérieur, bien net, correspond à la face de sortie. Le bord inférieur (face d'entrée) est mal défini. Notons que ces sections ont une largeur moyenne de 45 microns sur les plaques photographiques. Compte-tenu de la densité des défauts, la résolution y est nécessairement médiocre.
- 2 : Nous avons mesuré la désorientation du réseau de chaque côté du sousjoint 1, pour la réflexion (2110). Elle est de 3 minutes d'arc environ. Hörl et Weiss [5] ont observé en microscopie électronique des alignements dans la direction [0001] de dislocations vues de bout. (les faces de l'échantillon étaient parallèles à un plan (1010) ). Ils déduisent de leurs observations que ces alignements sont les traces de sous-joints de flexion constitués par des dislocations-coin d'orientation [1010] et de vecteur de Burgers [1120] (figure 2). En admettant qu'il en est ainsi pour le sous-joint 1, la distance entre dislocations serait de 0,5 micron sur la plaque photographique (nous supposons les disloca-

"tions équidistantes). La méthode de Lang ne permet pas de les résoudre.

Les sections c et d ne confirment pas le pliage à mi-hauteur du sousjoint l suggéré sur la figure 20b. La section 20 d montre en fait que deux autres sous-joints sont venus se greffer sur le sous-joint 1. Le sous-joint 2 est parallèle à la face d'entrée et proche de cette face. Le sous-joint 3 a une donne hélicoïdale. La région 4, dont la section c en donne une coupe, semble posséder une structure assez complexe que nous ne sommes pas en mesure d'interpréter. La région 5 et son extension au-delà du cliché 20b est visible sur la topographie 12a (à l'extrême droite). Le sous-joint 2 y est bien mis en évidence. Le sous-joint 6, à gauche sur les figure 20a et b, a une forme également hélicoïdale (nous avons repéré ses traces sur les figures 20 bis d-e-f). A sa partie inférieure se raccorde un sous-joint presque plan qui a pour orientation celle du plan (1010) (sous-joint 7 sur la section 20 f, visible dans son entier sur la figure 17).

La figure 20b montre que les sous-joints 1 et 6 bordent une région constituée par des sous-grains de dimensions très réduites. Cette structure n'était pas apparente sur la figure 20a. Elle résulte vraisemblablement d'une polygonisation de l'échantillon.

# V - 4 - 4 - 2) Dislocations\_individuelles\_:

Elles ont presque toutes des formes géométriques quelconques, non cristallographiques. On note toutefois à droite du sous-joint 3 une tendance à l'alignement dans la direction  $\vec{c}$ . Elles peuvent dans ce cas être très longues (figure 20a), mais aucune n'est parfaitement rectiligne. Nous nous intéresserons plus particulièrement aux deux ensembles de boucles visibles dans la moitié supérieure gauche de la figure 20a.

La figure 21a reproduit cette partie du cliché 20a. La figure 21b reproduit une topographie (0003) obtenue après rotation de l'échantillon de 180° autour d'un axe parallèle à la direction  $(\overrightarrow{a}_1 - \overrightarrow{a}_2)$  (figure 10). La face d'entrée est devenue face de sortie et vice-versa. Cette figure permet, par comparaison avec la figure 21a, d'obtenir des renseignements sur la position des dislocations par rapport à la face de sortie (elle remplace avantageusement la topographie (0003) (figure 20b). La largeur des images des boucles et l'intensité du contraste varient sur ces deux figures, ce qui montre que les boucles ne sont pas coplanaires mais situées à différentes profondeurs à l'intérieur du cristal. Elles sont dans des plans prismatiques. Parmi toutes ces boucles, seule la boucle 1 a une forme simple rectangulaire. Un de ses côtés est parallèle à l'axe  $\overrightarrow{c}$ . Il a une longueur de 400 microns environ. Les deux autres côtés sont dans des plans de base. Leurs traces coïncident, sur la fígure 21b, avec celle de la direction  $\vec{a}_1$  (figure 10). Cette boucle, et les suivantes, pourraient être dans des plans prismatiques de première espèce (0110). Une boucle de même forme que la boucle 1 et également de grandes dimensions est visible sur la figure 17.

Remarquons que toutes ces boucles prennent naissance dans des zones où les contraintes locales sont élevées (c'est le cas en particulier pour les boucles 2 visibles à la partie supérieure de la figure 21a et que l'on retrouve sur la topographie 12 a). Leur forme est à rapprocher de celle des boucles 2 sur la figure 14. Il est probable que le recuit a favorisé leur développement (dislocations fraiches - paragraphe V - 3 - 2).

## VI - CONCLUSION

La méthode topographique de Lang nous a permis de mettre en évidence des dislocations dans la structure du tellure. Les résultats présentés montrent que nous avons réussi à concevoir de bonnes méthodes de traitement des échantillons. Ils confirment le soin tout particulier qui doit être pris dans l'élaboration des lames minces. Ces résultats restent toutefois incomplets car seules les topographies obtenues par réflexion sur les plans de base ont pu être exploitées. La présence de nombreux sous-joints et d'une densité élevée de dislocations l'expliquent en partie. Nous allons reprendre cette étude en cherchant d'abord à améliorer la qualité propre de nos cristaux. Pour cela, une étude sérieuse des conditions de recuit s'avère nécessaire. L'étendue des dommages créés par le collage nous incite de même à rechercher un moyen d'éviter ce collage tout en conservant à l'échantillon une bonne tenue mécanique. Ceci semble a priori difficilement réalisable.

Dans la mesure où ces problèmes auront été correctement résolus, nous pourrons envisager par la suite l'extension de la méthode à l'étude des défauts de structure dans le sélénium monocristallin. ANNEXE I : Facteurs de structure géométriques - Rayonnement Ag Ka

•

			and the second second state of the second	·					
Plan	l d <sub>hkil</sub>	<sup>θ</sup> B <sub>Kα</sub> ι	$\frac{\sin \theta}{\lambda}$	f	Δf'	∆f"	$ f ^2$	$\left  s_{hk\ell} \right ^2$	$\left  {F_{hk\ell}} \right ^2$
(0003)	0,5072	8° 10'	0,2536	38,8	-0,993	1,264	1431	9. juni mini ava	12 879
(0006)	1,0144	16° 30'	0,5072	27,8	-1,02	1,218	718,7	9	6 468
[10]0}	0,2597	4°10'	0,1298	46,5	-0,98	1,28	2074	0,624	1 292
{4040}	1,0388	16° 19†	0,5193	27,4	-1,021	1,216	697,4	7,994	5 575
(1011)	0,3098	4°59'	0,1549	44,7	-0,984	1,278	1912,7	7,994	15 290
(1011)	0,3098	4°59'	0,1549	44,7	-0,984	1,278	1912,7	0,382	731
[1012]	0,4263	6°51!	0,21315	40,4	-0,989	1,27	1555	0,382	594
[1012]	0,4263	6°51'	0,21315	40,4	-0,989	1,27	1555	7,994	12 430
[1014]	0,7243	11°43'	0,3621	33,4	-1,004	1,244	1051	7,994	8 402
[1014]	0,7243	11°43'	0,3621	33,4	-1,004	1,244	1051	0,382	401
[2020]	0,5193	8°21'	0,2597	38,4	-0,994	1,262	1401	0,916	1 283
[2021]	0,5461	8°48'	0,2731	37,8	-0,996	1,26	1356,2	2,618	3 550
(2021)	0,5461	8°48'	0,2731	37,8	-0,996	1,26	1356,2	5,466	7 413
(2022)	0,6197	10°	0,3099	35,8	-0,999	1,254	1212,6	5,466	6 628
{2022}	0,6197	10	0,3099	35,8	-0,999	1,254	1212,6	2,618	3 175
{1120}	0,4497	7°13'	0,2248	40,2	-0,991	1,268	1539	6,236	9 603
{11 <b>2</b> 3}	0,6779	11°	0,3389	34,4	-1,002	1,248	1117	6,236	6 966
{1123}	0,6779	11°	0,3389	34,4	-1,002	1,248	1117	6,236	6 966
{2130}	0,6870	11°4	0,3435	34,2	-1,0025	1,247	1104	3,618	3 994
{3140}	0,9362	15°12'	0,4681	29,2	-1,015	1,226	797	1,384	1 103

- 32 -

Les expressions de 
$$\mu_{s}$$
 et  $\mu_{e}$  sont données par : [28]  

$$\mu_{e} = \gamma_{o} \mu_{o} \left\{ \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\gamma_{o}} + \frac{1}{\gamma_{h}} \right) + \frac{1}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}} \left[ \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\gamma_{o}} - \frac{1}{\gamma_{h}} \right) + \frac{|C|}{\sqrt{\gamma_{o}, \gamma_{h}}} \frac{|\chi_{ih}|}{|\chi_{io}|} \cos \phi \right] \right\} (1)$$

$$\mu_{s} = \mu_{o} \frac{\cos \alpha}{\cos \theta_{B}} \left[ 1 + |C| - \frac{|\chi_{ih}| \cos \phi}{|\chi_{io}|} \sqrt{1 - \frac{tg^{2}\alpha}{tg^{2}\theta_{B}}} \right] (2)$$

 $\gamma_0 = \cos \psi_0 = \cos \theta$  cosinus directeur de l'angle entre la normale à la face d'entrée dirigée vers l'intérieur du cristal et le faisceau transmis.

= 
$$\cos \psi_h$$

γh

= cosinus directeur de l'angle entre la normale et le faisceau diffracté

- $\theta_{\rm R}$  = angle de Bragg
- a angle entre le plan réflecteur et la direction de propagation du flux
   d'énergie à l'intérieur du cristal : (figure 6)

- |C| = 1 si la direction de polarisation est perpendiculaire au plan d'incidence
- $|C| = \cos 2\theta$  si la direction de polarisation est normale au plan d'incidence.
- Le signe se réfère à la branche l de la surface de dispersion (champ d'ondes l)
- Le signe + se réfère à la branche 2 de la surface de dispersion (champ d'ondes 2)
- $\eta_r$  est la partie réelle d'un paramètre  $\eta$  défini par A. Authier, proportionnel à l'écart à l'incidence de Bragg  $\Delta\theta$  :

$$\Delta \theta \sin 2\theta + \frac{1}{2} \chi_{0} \left(1 - \frac{\gamma_{h}}{\gamma_{0}}\right)$$

$$|c| \sqrt{\chi_{h} \cdot \chi_{\overline{h}}} \sqrt{\left|\frac{\gamma_{h}}{\gamma_{0}}\right|}$$
(3)

 $x_{oi}$  et  $x_{hi}$  sont les termes de rang (0, 0, 0) et (h, k, l) du développement en série de Fourier de la partie imaginaire de la susceptibilité électrique  $\chi$  du cristal considéré ( $\chi_{hi}$  signifie  $\chi_{hk\,l}$ ). Ils peuvent être déterimag. minés à partir du facteur de structure complexe  $F_{hk\,l}$  de la façon suivante :

Dans la théorie de la diffraction des rayons X, on introduit formellement l'absorption en considérant un facteur de diffusion atomique complexe

$$\mathbf{f} = \mathbf{f}_{o} + \Delta \mathbf{f}' + \mathbf{i} \Delta \mathbf{f}'' \qquad (4)$$

(paragraphe III - 4 - 1). Dans cette expression, le terme  $\Delta f''$  rend compte de l'absorption [25].

En théorie dynamique [20], on introduit une susceptibilité électrique  $\chi$ , triplement périodique, dont les termes du développement en série de Fourier sont reliés à F<sub>hkl</sub> par la relation :

$$\chi_{h} = -F \cdot F_{hk\ell}$$
(5)

où l'est un paramètre qui dépend du cristal et de la longueur d'onde du rayonnement incident.

De  $F_{hkl} = \sum_{j}^{\Sigma} (f_{o} + \Delta f' + i \Delta f'') \exp 2i \pi \vec{H} \cdot r \vec{j}$  (6) on déduit  $\chi_{h} \cdot \chi_{h}$  est également complexe car  $F_{hkl}$  est complexe. On pose :

$$x_{h} = x_{hr} + i x_{hi} \qquad (7)$$

$$x_{o} = x_{or} + i x_{oi} \qquad (8)$$

$$\sqrt{x_{h}} x_{\overline{h}} = |x_{rh}| + i |x_{ih}| \cos \phi \qquad (9)$$

 $\chi_{\rm oi}$  est relié directement au coefficient d'absorption linéaire  $\mu_{\rm o}$  par la relation :

$$x_{oi} = -\frac{u_o^{\lambda}}{2\pi}$$
 [20] (10)

où  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement incident.

Le calcul des termes  $\chi_{hr}$ ,  $\chi_{hi}$  est généralement compliqué.

Si on applique ces résultats à un cristal de tellure placé à l'incidence de Bragg pour une famille de plans réflecteurs (h k i  $\ell$ ) donnés, les calculs se simplifient lorsque les plans considérés sont du type (0003) ou (1010). (S<sub>hkl</sub> est alors réel). Les expressions de  $\mu_s$  et  $\mu_e$  se simplifient de même si ces plans sont perpendiculaires à la face d'entrée (figure 7) (cas de Laue symétrique). Dans ces conditions,  $\gamma_o = \gamma_h$  et :

$$\mu_{e} = \mu_{o} \left( 1 + \frac{|\chi_{ih}|}{|\chi_{io}|} + \frac{|C| \cos \phi}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}} \right)$$
(11)  
$$\mu_{s} = \mu_{o} \frac{\cos \alpha}{\cos \theta} \left\{ 1 + |C| \frac{|\chi_{ih}| \cos \phi}{|\chi_{io}|} + \sqrt{1 - \frac{tg^{2}\alpha}{tg^{2}\theta}} \right\}$$
(12)

On obtient alors, d'après (7) et (9) :

$$\chi_{(0003)r} = - 3\Gamma (f_{0} + \Delta f') (0003)$$

$$\chi_{(10\overline{10})r} = -\Gamma (1+2\cos 2\pi u) (f_{0} + \Delta f') (10\overline{10})$$

$$\chi_{(10\overline{10})i} = -\Gamma (1+2\cos 2\pi u) \Delta f'' (10\overline{10})$$

Le calcul de  $\chi_h \chi_{\overline{h}}$  donne :

- Pour la réflexion (0003)

$$\sqrt{\chi_{h} \chi_{\overline{h}}} = 3\Gamma \cdot (f_{o} + \Delta f') (0003) + i 3\Gamma \cdot \Delta f'' (0003)$$
$$|\chi_{ih}| \cdot \cos \phi = 3\Gamma \cdot \Delta f'' (0003)$$

- Pour la réflexion (1010) :

$$\sqrt{\chi_{h} \chi_{\bar{h}}} = \Gamma \cdot (1 + 2\cos 2\pi u) \cdot (f_{0} + \Delta f')_{(10\bar{1}0)} + i \Gamma (1 + 2\cos 2\pi u) \Delta f''_{(10\bar{1}0)}$$
$$|\chi_{ih}| \cos \phi = \Gamma \cdot (1 + 2\cos 2\pi u) \Delta f''_{(10\bar{1}0)}$$

Application numérique :

Les valeurs de f<sub>o</sub>,  $\Delta f'$ ,  $\Delta f''$  sont données en annexe I pour les réflexions (0003) et (1010) et le rayonnement Ag Ka<sub>1</sub>. Elles doivent être corrigées pour tenir compte du facteur de température  $e^{-M}$  [20]. Nous prenons, dans l'expression de  $M = B \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}$  une valeur moyenne

 $\bar{B} = 1,845 \text{ Å}^2 [26].$ I \_M

Le calcul donne : 
$$c^{-M} = 0,89$$
 pour (0003)  
 $e^{-M} = 0,97$  pour (1010)

 $\Gamma$  a pour expression [20] :

$$\Gamma = \frac{\mathbf{r}_{e} \cdot \lambda^{2}}{\pi V} \qquad \mathbf{r}_{e} = \text{ rayon classique de l'électron} \\ (\mathbf{r}_{e} = 2,818 \cdot 10^{-13} \text{ cm}) \\ \lambda = \text{ longueur d'onde du rayonnement incident} \\ \mathbf{V} = \text{ volume de la maille élémentaire} \end{cases}$$

$$\Gamma = 2,75 \cdot 10^{-8}$$
  
x<sub>oi</sub> = - 9,95 \cdot 10^{-8}

On en déduit :

 $\varepsilon_{(0003)} = \frac{|\chi_{ih}| \cos \phi}{|\chi_{i...}|} = 0,93$  $\epsilon_{(10\overline{1}0)} = 0,27$ 

C = 1 ou 0,99 pour la réflexion (1010) On a également C = 1 ou 0,96 pour la réflexion (0003)

Nous convenons de prendre C = 1, c'est-à-dire de confondre les deux directions de polarisation. On obtient alors les équations (8), (9), (10), (11) du paragraphe III - 4 - 2.

ANNEXE III : Largeur à mi-hauteur des profils de réflexion théoriques :

Soit  $I_h$  l'intensité du faisceau diffracté. Pour un faisceau incident non polarisé, on définit un pouvoir réflecteur  $R_h = \frac{I_h}{I_o} = \frac{I_h^{\perp} + I_h^{\parallel}}{I_o}$ où  $I_h^{\perp}$  est l'intensité du faisceau diffracté correspondant à C = 1 et  $I_h^{\parallel}$ l'intensité du faisceau diffracté correspondant à  $C = |\cos 2\theta| [20]$ .  $I_o$  est l'intensité du faisceau incident. Nous convenons de confondre ici encore les directions de polarisation. Dans ces conditions, d'après [20] :

(0003)  $\left| \begin{array}{c} R_{h1} = \frac{1}{4} \frac{1}{1 + \eta_{r}^{2}} \exp \left\{ -\frac{\mu_{o}d}{\cos \theta} \left(1 - \frac{0.93}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}}\right) \right\} \\ R_{h2} = \frac{1}{4} \frac{1}{1 + \eta_{r}^{2}} \exp \left\{ -\frac{\mu_{o}d}{\cos \theta} \left(1 + \frac{0.93}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}}\right) \right\} \end{array} \right.$ 

(1010) 
$$\left| \begin{array}{c} R_{h1} = \frac{1}{4} \frac{1}{1 + \eta_{r}^{2}} \exp \left\{ -\frac{\mu_{o}^{d}}{\cos \theta} \left(1 - \frac{0.27}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}}\right) \right\} \\ R_{h2} = \frac{1}{4} \frac{1}{1 + \eta_{r}^{2}} \exp \left\{ -\frac{\mu_{o}^{d}}{\cos \theta} \left(1 + \frac{0.27}{\sqrt{1 + \eta_{r}^{2}}}\right) \right\} \end{array} \right.$$

L'intensité diffractée s'écrit alors :

$$R_{h(0003)} = \frac{1}{2} \frac{1}{1 + \eta_r^2} \left\{ \exp\left(-\frac{\mu_o d}{\cos\theta}\right) \right\} ch \frac{\mu_o d}{\cos\theta} \cdot \frac{0.93}{\sqrt{1 + \eta_r^2}}$$
$$R_{h(10\overline{10})} = \frac{1}{2} \frac{1}{1 + \eta_r^2} \left\{ \exp\left(-\frac{\mu_o d}{\cos\theta}\right) \right\} ch \frac{\mu_o d}{\cos\theta} \cdot \frac{0.27}{\sqrt{1 + \eta_r^2}}$$

On vérifie que l'intensité est maximum pour n = 0 et qu'elle dépend essentiellement du produit  $\mu_0 d$ . La courbe de réflexion est symétrique autour de  $n_r = 0$  (ou  $\Delta \theta = 0$ ).

En posant 
$$\cos \theta \approx 1$$
 |  $R_{h(0003)max} = \frac{1}{2} ch \ 0,93 \ \mu_{o}d \ e^{-\mu_{o}d}$   
|  $R_{h(10\overline{1}0)max} = \frac{1}{2} ch \ 0,27 \ \mu_{o}d \ e^{-\mu_{o}d}$ 

La largeur à mi-hauteur du profil de réflexion s'obtient en cherchant la valeur de n pour laquelle  $R_h = \frac{R_h \max}{2}$ .

Ceci conduit aux valeurs de n rassemblées dans le tableau suivant :

	$\mu_{o}d = 1$	$\mu_o d = 2$
(0003)	n = ± 0,85	n = ± 0,685
(1010)	η = ± 0,98	η = ± 0,93

En reportant ceci dans l'expression de  $n_r$  en fonction de l'écart à l'incidence de Bragg, on en déduit la largeur angulaire du profil de réflexion théorique :

$$\Delta \theta = |x_{rh}| \frac{\eta_r}{\sin 2\theta}$$

• Application numérique :

$$|x_{\rm rh}|_{(0003)} = 2,77 \cdot 10^{-6}$$
  
 $|x_{\rm rh}|_{(10\overline{10})} = 0,96 \cdot 10^{-6}$ 

	$\mu_0 d = 1$	$\mu_{o}d = 2$
(0003)	$2(\Delta \theta) = 3,35"$	$2(\Delta \theta) = 2,7"$
(1010)	$2(\Delta \theta) = 2,6"$	$2(\Delta \theta) = 2,46^{\prime\prime}$

#### REFERENCES

[1] : L.C. LOVELL, J.H. WERNICK, K.E. BENSON : Acta Met. 6 (1958) 716-720 [2] : A.I. BLUM Fiz Tverd. Tela 2 (1960) 1666-1668 [3] : J.S. BLAKEMORE, J.W. SCHULTZ, K.C. NOMURA : J. Appl. Phys. 31 (1960) 2226 [4] : J. DI-PERSIO, J.C. DOUKHAN, G. SAADA - Mat. Sc. and Eng. (1969) 4, 123 [5] : HÖRL E.M., WEISS J. : J. Appl. Phys. (1967) 38, 5132 [6] : KLEIN P., KEINHENZ K. : Z. Naturforsch. (1968) 23, 530 [7] : J.C. DOUKHAN, N. DOUKHAN, G. SAADA, B. THOMAS : Phys. stat. sol. (1969) 35, 835 [8] : A.R. LANG : Acta Cryst. (1959) 12, 249 [9] : A. NUSSBAUM : Solid State Physics (1966) 18, 226 [10] : R. FOURET, G. LUSSIEZ, M. MORE : C.R. Acad. Sc. Paris t. 265, 553 [11] : A. VON HIPPEL : J. Chem. Phys. (1948) 16, 372 [12] : J.S. BLAKEMORE, K.C. NOMURA : J. Appl. Phys. (1961) 32, 745-746 [13] : J. DI-PERSIO, J.C. DOUKHAN, G. SAADA : J. de Physique (1967) Tome 28  $N^{OS}$  9 - 10, 661 [14] : F.C. FRANK, J.F. NICHOLAS : Phil. Mag. (1953) 44, 1213 [15] : R.J. STOKES, T.L. JOHNSTON, C.H. LI : Acta Met. (1961) 9, 716 [16] : J. DI-PERSIO, J.C. DOUKHAN, G. SAADA : A paraître [17] : MALGRANGE J.L., QUENTIN G., THUILLIER J.M. : Phys. stat. sol. (1964) 4, 139 [18] : J.D. ESHELBY, W.T. READ, W. SHOCLEY : Acta Met. (1953) 1, 251 [19] : N.KATO : Acta Cryst. (1961) 14, 526-532, 627-636 [20] : A. AUTHIER : Bull. Soc. Franç. Minér. Crist. (1961) 84, 51-89 [21] : A. AUTHIER : Advances in X-Ray Analysis (1966) vol 10, 9-31 [22] : U. BONSE : dans "Direct observations of imperfections in crystals" (1961) page 431 [23] : A. AUTHIER : Bull. Soc. Franç. Minér. Crist. (1961) 84, 115 [24] : D. TAUPIN : Acta cryst. (1967) 23, 25 [25] : R.W. JAMES : "The Optical principles of the diffraction of X-Rays" (1965) Cornell-University Press [26] : Tables internationales de cristallographie - vol III (1962) [27] : M.J. COOPER : Acta Cryst. (1963) 16, 1067 [28] : A. AUTHIER : Summer School on dynamical theory - Harmonia (1966) [29] : N. KATO : J. of Appl. Phys. (1968) vol 39 n° 5, 2225

[30] : A.AUTHIER : J. Phys. et le Radium (1960) Tome 21 N<sup>os</sup> 8 - 9, 655
[31] : A. MERLINI : F.W. YOUNG Jr. : J. de Physique (1966) Colloque C.3, 219
[32] : A. NUSSBAUM : Progress in Semi-conductors
[33] : M. CERCLET : Revue de Physique appliquée (1969) n° 4, 63
[34] : J.L. FARVACQUE : Rapport D.E.A. (1969)
[35] : A.R. LANG : J. of Appl. Physics vol 30 (1959) n° 1, 1748-1755
[36] : P. PENNING, D. POLDER : Philips Res. Repts (1961) <u>16</u>, 419
[37] : F.C. FRANK, B.R. LAWN, A.R. LANG, E.M. WILKS ; Proc. Roy. Soc. (1967) A <u>301</u>, 239



Figure la : Maille cristalline du tellure



Figure 1b : Projection dans le plan de base du contenu de la maille hexagonale

- Atomes à la cote 0 ou l
- Atomes à la cote  $\frac{1}{3}$
- $\square$  Atomes à la cote  $\frac{2}{3}$

Ces symboles repèrent les positions des centres des atomes.



1





Figure 3 : Représentation des atomes dans une chaîne. Cas d'une hélice droite



Figure 4 :	Méthode	de Lang : principe (cas symétrique)
	A B C :	triangle de Borrmann
	Ap :	trajet des champs d'ondes
	D :	faisceau direct
	R <sub>o</sub> :	faisceau transmis
	R <sub>H</sub> :	faisceau diffracté
	P :	plaque photographique
	т :	direction de translation



Figure 5 : Méthode de Lang - Formation d'une image d : ligne de dislocation (i) : image directe (j) : image dynamique



Figure 6 : Réflexion asymétrique :

- A E : trace du plan réflecteur
  - n : normale à la face d'entrée dirigée vers l'intérieur du cristal
  - $\theta$  : angle de Bragg



Figure 7 : Réflexion symétrique Plan réflecteur perpendiculaire à la face d'entrée.



Figure 8 : Echantillon W collé sur lamelle de verre Réflexion (1120) (x20)



<u>Figure 9</u> : Echantillon W monté sur support rigide Réflexion (1120) (x20)

T



1

Figure 10 : Orientation de l'échantillon A B C D : face d'entrée. Vecteur a<sub>3</sub> normal à la face d'entrée et dirigé vers la source de rayons X.



Figure 11 : Projection stéréographique de référence. Pôle (1120) Demi-sphère située côté face de sortie O:Réflexions utilisées.



Figure 12a : Réflexion (0003) - translation 2,5 mm (x20)



Figure 12b : Réflexion (0003) - translation 4,5 mm (x20)



Figure 12c : Réflexion (0003) - translation 4 mm (x20)



Figure 13a : Réflexion (0003) (x40)



Figure 13b : Réflexion (1102) (x40)





Figure 13d : Réflexion (1100) (x40)







Figure 15a : Boucles de dislocations émises à partir d'un défaut de surface Réflexion (0003) (x60)





Figure 15b : Section (0003) relative à la figure 15a (x120)



Figure 16 : Autres effets des contraintes superficielles Réflexion (0003) (x50) c



<u>Figure 17</u> : Défauts au voisinage d'une rayure Réflexion (0003) (x30)



Figure 18: Effets du collageRéflexion (0003)(x25)



<del>c</del>



Figure 19 : Autres effets du collage. Déformation plastique près des bords de l'échantillon. Réflexion (0003) (x50)



Figure 20a : Réflexion (0003) (x30)

Figure 20b : Réflexion (0003) (x30)

State of the second С A STATE AND A STATE OF A d e and the second of the second o MARK AND STREET

Figures 20c - d - e - f : Sections (0003) relatives à la figure 20a (x90)



ļ

· · · ·

Figures 20 bis c - d - e - f:



Figure 21a : Boucles de dislocations - Réflexion (0003) (x40)

Figure 21b : Même réflexion mais échantillon retourné de 180° autour de l'axe  $\vec{a}_1 - \vec{a}_2$ . (x40)