

50376

N° d'ordre 229

1971

3

50.376

1971

3

UNIVERSITE DE LILLE - FACULTE DES SCIENCES

# THESE

présentée à la

FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE LILLE

pour obtenir

le grade de Docteur Es Sciences Physiques

par

J.C. DOUKHAN

PROPRIETES DES DISLOCATIONS

DANS LE TELLURE



Membres du Jury : MM. FOURET, Président  
SAADA, Rapporteur  
ESCAIG, Examineur  
FRIEDEL, Invité

Soutenue le 1er Février 1971

DOYENS HONORAIRES

MM. H. LEFEBVRE, 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. BACCHUS Pierre	Astronomie et Calcul Numérique
M. BEAUFILS Jean-Pierre	Chimie Générale
M. BLOCH Vincent	Psychophysiologie
M. BONNEMAN Pierre	Chimie Industrielle
M. BONTE Antoine	Géologie Appliquée
M. BOUGHON Pierre	Mathématiques
M. BOURIQUET Robert	Biologie Végétale
M. CELET Paul	Géologie Générale
M. CONSTANT Eugène	Electronique
M. CORSIN Pierre	Paléobotanique
M. DECUYPER Marcel	Mathématiques
M. DEDECKER Paul	Mathématiques
M. le Doyen DEFRETIN René	Directeur du Laboratoire de Biologie Maritime de Wimereux
M. DELATTRE Charles	Géologie Générale
M. DURCHON Maurice	Biologie Animale
M. FOURET René	Physique
M. GABILLARD Robert	Electronique
M. GLACET Charles	Chimie Organique
M. GONTIER Gérard	Mécanique des Fluides
M. GUILLAUME Jean	Biologie Végétale
M. HEUBEL Joseph	Chimie Minérale
Mme LENOBLE Jacqueline	Physique
M. MONTREUIL Jean	Chimie Biologique
Mme SCHWARTZ Marie-Hélène	Mathématiques
M. TILLIEU Jacques	Physique
M. TRIDOT Gabriel	Chimie Minérale Appliquée
M. VIDAL Pierre	Automatique
M. VIVIER Emile	Biologie Animale
M. WATERLOT Gérard	Géologie et Minéralogie
M. WERTHEIMER Raymond	Physique

PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

M. BOUISSET Simon	Physiologie Animale
M. DELHAYE Michel	Chimie Physique et Minérale 1er Cycle
M. LINDER Robert	Biologie Végétale
M. LUCQUIN Michel	Chimie Physique
M. PARREAU Michel	Mathématiques
M. SAVARD Jean	Chimie Générale
M. SCHALLER François	Biologie Animale
M. SCHILTZ René	Physique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean	Physique
M. BODARD Marcel	Biologie Végétale
M. BOILLET Pierre	Physique
M. DERCOURT Jean-Michel	Géologie et Minéralogie
M. DEVRAINNE Pierre	Chimie Minérale
M <sup>le</sup> MARQUET Simone	Mathématiques
M. MONTARIOL Frédéric	Chimie Minérale Appliquée
M. PROUVOST Jean	Géologie et Minéralogie
M. VAILLANT Jean	Mathématiques

MAITRES DE CONFERENCE (et chargés des fonctions)

M. AUBIN Thierry	Mathématiques Pures
M. BEG'IN Paul	Mécanique des Fluides
M. BILLARD Jean	Physique
M. BKOUCHE Rudolphe	Mathématiques
M. BOILLY Bénoni	Biologie Animale
M. BONNOT Ernest	Biologie Végétale
M. CAPURON Alfred	Biologie Animale
M. CARREZ Christian	Calcul Numérique
M. CORDONNIER Vincent	Calcul Numérique
M. CORTOIS Jean	Physique
M. COULON Jean-Paul	Electrotechnique
M. DEBRABANT Pierre	Sciences Appliquées
M. ESCAIG Bertrand	Physique
M. FROELICH Daniel	Sciences Appliquées
M. GOBLOT Rémi	Mathématiques
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GRUSON Laurent	Mathématiques
M. GUILBAULT Pierre	Physiologie Animale
M. HERMAN Maurice	Physique
M. HUARD DE LA MARRE Pierre	Calcul Numérique

M. JOURNEL Gérard	Sciences Appliquées
Mlle KOSMANN Yvette	Mathématiques
M. LABLACHE COMBIER Alain	Chimie Générale
M. LACOSTE Louis	Biologie Végétale
M. LANDAIS Jean	Chimie Organique
M. LAURENT François	Automatique
M. LEHMANN Daniel	Mathématiques
Mme LEHMANN Josiane	Mathématiques
M. LOCQUENEUX Robert	Physique
M. LOUAGE Francis	Sciences Appliquées
M. LOUCHEUX Claude	Chimie Physique
M. MAES Serge	Physique
M. MAIZIERES Christian	Automatique
M. MESSELYN Jean	Physique
M. MIGEON Michel	Sciences Appliquées
M. MONTEL Marc	Physique
M. OUZIAUX Roger	Sciences Appliquées
M. PANET Marius	Electrotechnique
M. PAQUET Jacques	Sciences Appliquées
M. PARSY Fernand	Mécanique des Fluides
M. POVY Jean-Claude	Sciences Appliquées
M. RACZY Ladislas	Radioélectricité
M. ROUSSEAU Jean-Paul	Physiologie Animale
M. ROYNETTE Bernard	Mathématiques
M. SALMER Georges	Electronique
M. SMET Pierre	Physique
M. VANDORPE Bernard	Sciences Appliquées
M. WATERLOT Michel	Géologie Générale
Mme ZINN JUSTIN Nicole	Mathématiques

## SOMMAIRE

<u>I - INTRODUCTION</u>	p. 1
<u>II - PROPRIETES GENERALES DU TELLURE</u>	3
2 - 1 Généralités	3
2 - 2 Cristallographie	3
2 - 2 - 1 Structure du tellure	3
2 - 2 - 2 Réseau réciproque	5
2 - 3 Propriétés du tellure	6
2 - 3 - 1 Propriétés chimiques	6
2 - 3 - 2 Propriétés électriques	6
<u>III - DISLOCATIONS ET DEFAUTS PLANS</u>	8
3 - 1 Généralités	8
3 - 2 Dislocations parfaites	9
3 - 2 - 1 Vecteurs de Burgers	9
3 - 2 - 2 Plans de glissement, systèmes de glissement	9
3 - 2 - 3 Remarques	10
3 - 3 Défauts plans	11
3 - 3 - 1 Défaut plan prismatique <b>P</b>	11
3 - 3 - 2 Défaut plan basal <b>B</b>	13
3 - 3 - 3 Macles <b>M</b>	15
3 - 4 Dislocations imparfaites	16
3 - 4 - 1 Dislocations $\vec{c}$ dissociées	16
3 - 4 - 2 Dislocations $\vec{a}$ dissociées	16
3 - 5 Effets de cœur et dissociation	17
<u>IV - ENERGIE ET CHAMP DE DEFORMATION DES DISLOCATIONS</u>	18
4 - 1 Généralités	18
4 - 2 Dislocations en milieu anisotrope	18
4 - 3 Dislocations contenues dans les plans $\{10\bar{1}0\}$	19
4 - 4 Dislocations contenues dans les plans $\{11\bar{2}0\}$	21
4 - 5 Discussion des résultats - Conclusion	23
<u>V - TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>	
5 - 1 Généralités	24
5 - 2 Taille et polissage du tellure	24
5 - 3 Recuit	29

<b><u>VI - OBSERVATION DES DISLOCATIONS PAR FIGURES D'ATTAQUE</u></b>	<b>p. 30</b>
6 - 1 Généralités	30
6 - 2 Comparaison des divers bains d'attaque	31
6 - 3 Etude du clivage	37
6 - 4 Mouvement des dislocations	38
6 - 5 Détermination des systèmes de glissement	40
6 - 6 Conclusion	41
<b><u>VII - MICROSCOPIE ELECTRONIQUE</u></b>	<b>42</b>
7 - 1 Généralités	42
7 - 2 Préparation des échantillons	42
7 - 3 Conditions d'observation	43
7 - 4 Contraste	46
7 - 5 Observations	48
7 - 5 - 1 Identification des dislocations à vis	48
7 - 5 - 2 Autres dislocations	52
7 - 5 - 3 Plans de glissement	55
7 - 6 Conclusion	57
<b><u>VIII - DEFORMATION PLASTIQUE</u></b>	<b>58</b>
8 - 1 Généralités	58
8 - 2 Dispositif expérimental	59
8 - 3 Vérification de la loi de Schmid et Boas	61
8 - 3 - 1 Facteur de Schmid	63
8 - 3 - 2 Dépouillement des courbes	67
8 - 3 - 3 Courbes de compression	67
8 - 3 - 4 Stade de micro-déformation , limite élastique	70
<b><u>IX - CONCLUSION</u></b>	<b>78</b>
ANNEXES	80
- Annexe 1	80
- Annexe 2	91
- Annexe 3	93
- Annexe 4	94
- Annexe 5	107
BIBLIOGRAPHIE	113
REMERCIEMENTS	119

## 1 - INTRODUCTION

### GENERALITES

Le tellure est un semi conducteur dont un grand nombre de propriétés physiques sont affectées par la présence de dislocations, même à température ambiante: En particulier, la résistivité électrique peut varier dans un rapport 10 suivant les traitements mécanique et thermique qu'a subis le cristal [1]. Un certain nombre de propriétés optiques liées à la résistivité sont également modifiées par la présence d'une grande densité de dislocations.

Avant d'étudier de façon systématique l'influence des dislocations sur ces propriétés, ou d'essayer de discriminer le rôle des dislocations de celui des surfaces, il faut étudier les propriétés des dislocations elles-mêmes. C'est ce que nous avons entrepris dans ce travail.

Bien que vaste, ce domaine a été à peine exploré en raison des nombreuses difficultés expérimentales rencontrées. Nous avons en fait été contraint de mettre au point les techniques de taille et de polissage des cristaux, d'amincissement des échantillons pour l'observation par microscopie électronique et d'élaboration des éprouvettes pour les essais de compression. De plus, les techniques de figures d'attaque déjà existantes étaient peu reproductibles et les publications sur ce sujet souvent contradictoires. Nous avons donc proposé de nouvelles solutions. Ces études ont constitué une partie de notre travail.

De même se posaient des problèmes théoriques liés à la structure du tellure et à son anisotropie élastique qui nous ont conduit à développer un certain nombre de calculs d'élasticité et de théorie du contraste en microscopie électronique.

Tous ces problèmes devaient être abordés simultanément pour comprendre les mécanismes de déformation du tellure et les propriétés des dislocations.

### PLAN DE L'ÉTUDE

Contrairement à la règle habituelle, nous avons exposé les considérations théoriques avant les résultats expérimentaux. La structure du tellure est en effet assez particulière. On peut la décrire comme un ensemble de chaînes hélicoïdales à trois atomes par tour, les liaisons entre atomes étant fortes et de type covalent le long des chaînes tandis que les liaisons entre les atomes de chaînes adjacentes sont faibles et de type Van der Waals [2].

Une telle description ne peut être qu'approximative ; elle rend compte toutefois d'un grand nombre de faits. Par exemple le tenseur des rigidités élastiques rapporté à ses axes principaux est tel que les coefficients  $c_{13}$  et  $c_{33}$  qui sont dus essentiellement aux liaisons covalentes sont plus grands que  $c_{11}$ ,  $c_{12}$ ,  $c_{14}$  et  $c_{44}$  qui sont dus aux liaisons de Van der Waals ( $c_{33}/c_{11} = 2,2$  ;  $c_{13}/c_{12} = 1,8$  [3]).

De même, on considère généralement deux températures de Debye : à basse température  $T_D = 95^\circ \text{K}$  tandis qu'à haute température  $T_D = 245^\circ \text{K}$  [4, 5]. On peut en effet considérer que le réseau cristallin est unidimensionnel à haute température, les liaisons de Van der Waals devenant négligeables.

Nous verrons par la suite que l'étude expérimentale confirme le fait que les liaisons entre atomes d'une même chaîne sont beaucoup plus fortes que les liaisons entre atomes de chaînes voisines.

Cette structure assez particulière et l'anisotropie élastique du tellure ont un certain nombre de conséquences qu'il est relativement facile d'établir. C'est ainsi qu'après avoir rappelé au chapitre II la description cristallographique du tellure et ses propriétés les plus importantes au point de vue de ce travail, nous décrivons au chapitre III les différents types de dislocations et les défauts plans que l'on s'attend à rencontrer dans le tellure. Toute cette étude est basée sur le modèle des chaînes hélicoïdales. Elle indique notamment, qu'à basse température au moins, les plans de glissement doivent être parallèles à l'axe des chaînes de façon que les dislocations ne coupent pas de liaisons covalentes au cours de leur mouvement.

Le chapitre IV est consacré au calcul des champs de déplacement et de l'énergie des dislocations envisagées au chapitre III.

La partie expérimentale de cette étude débute par la description des techniques de taille et de polissage des cristaux (chapitre V). Nous avons utilisé exclusivement des méthodes d'usinage chimique.

Les chapitres suivants sont consacrés à l'observation des dislocations par figures d'attaque (chapitre VI) et microscopie électronique (chapitre VII). Les résultats obtenus confirment la description proposée dans les chapitres III et IV.

Nous abordons au chapitre VIII l'étude de la déformation des monocristaux de tellure en compression. On a mis en évidence deux systèmes de glissement prismatiques dont les limites élastiques semblent contrôlées à température ambiante par la propagation des dislocations à travers la forêt tandis qu'à température plus basse le frottement de réseau devient prépondérant. La microscopie électronique montre en effet qu'après une légère déformation les dislocations marquent une très grande tendance à s'aligner parallèlement à l'axe des chaînes atomiques. Cette observation est en accord avec la grande variation des limites élastiques avec la température.

Nous concluons enfin au chapitre IX.



## II - PROPRIETES GENERALES DU TELLURE

### 2 - 1 GENERALITES

Le tellure a été découvert en 1782 par MULLER VON RICHENSTEIN [6 , 7] et étudié chimiquement dès 1798 par KLAPROTH [8] qui le baptisa tellure (de tellus = terre en latin). Malgré cette dénomination le tellure est très peu abondant dans l'écorce terrestre.

On trouve actuellement dans le commerce du tellure monocristallin de grande pureté (99,999 %) contenant encore des impuretés de Cu, Ag et Fe et des traces de Mg, Si, S et Se observables seulement par analyse spectroscopique. On peut encore améliorer la pureté par fusion de zone mais il devient alors très difficile d'évaluer la proportion des impuretés restantes car la mesure du nombre d'accepteurs (qui est la mesure la plus sensible) ne caractérise pas les seules impuretés ; les défauts cristallins produisent également des niveaux accepteurs.

Le tellure monocristallin commercial se présente généralement sous la forme de barreaux parallèles à l'axe  $c$  et de section hexagonale. Leur diamètre peut atteindre 18 mm et leur longueur 100 mm. Ils sont obtenus par tirage sous atmosphère d'hydrogène (méthode de Czochralski).

### 2 - 2 CRISTALLOGRAPHIE

#### 2 - 2 - 1 STRUCTURE DU TELLURE

La structure de la variété cristalline stable à température et pression ordinaires a été établie par BRADLEY [9] et SLATERY [10 , 11] en 1924. On décrit généralement cette structure comme un ensemble de chaînes hélicoïdales à trois atomes par tour (figure 2 - 1). Dans une coupe perpendiculaire à la direction des chaînes les atomes forment un réseau hexagonal plan (figure 2 - 2).

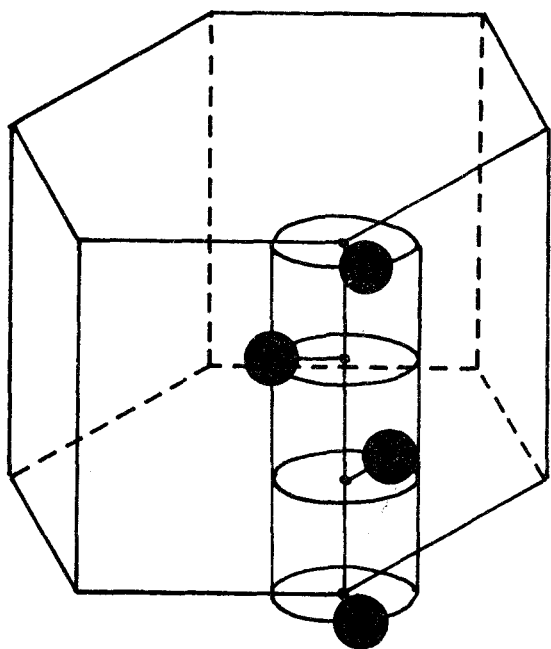


Figure 2 - 1 : Maille hexagonale du tellure.  
On a fait apparaître les chaînes hélicoïdales.

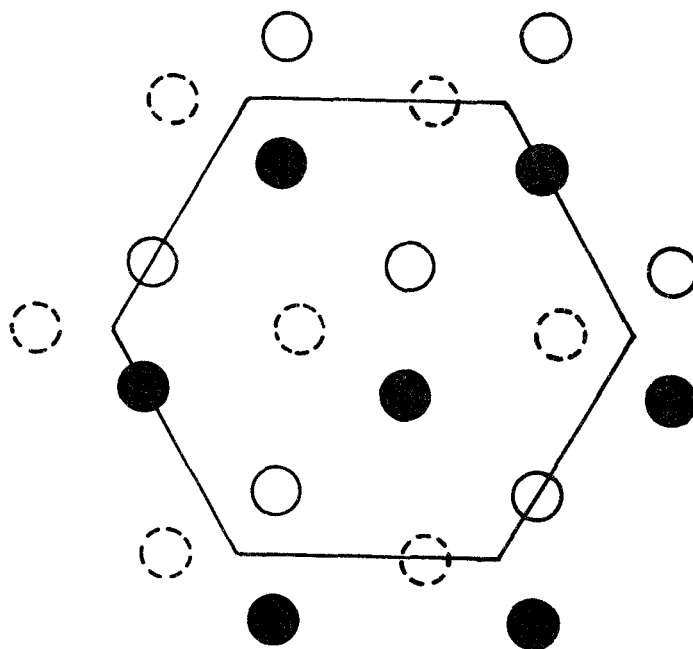


Figure 2 - 2 : Coupe perpendiculaire à la direction des chaînes.  
● niveau zéro  
○ niveau  $c/3$   
⊙ niveau  $2c/3$

On voit immédiatement qu'il y a deux variétés possibles de tellure, le tellure droit ou **dextrotellure** avec des hélices à pas à droite et le tellure gauche ou **levo-tellure**. On rencontre en fait les deux variétés qui ont des pouvoirs rotatoires opposés et on peut noter que l'on passe d'une variété à l'autre par une symétrie par rapport à un plan. Aucune des deux variétés ne possède de maille centrosymétrique.

Les paramètres cristallins du tellure sont résumés dans le tableau suivant \* :

Grandeur	Symbole	Valeur à 300° K
Constantes de réseau [9 à 19]	a	4,456 Å
	c	5,927 Å
Distance plus proche voisin	$d_1$	2,86 Å
Distance second voisin	$d_2$	3,45 Å
Angle entre plus proches voisins	$\theta$	102,6°
Rayon de la chaîne hélicoïdale [19]	$\rho$	1,173 Å
Rapport c / a	c / a	1,33

En outre la valeur de a augmente avec la température tandis que celle de c diminue légèrement et celle de  $\rho$  diminue de façon plus nette [15, 16, 18, 19].

Le groupe spatial du tellure [2, 20] (figure 2 - 3) s'écrit dans la notation de Schoenflies  $D_3^4$  pour la variété dextro et  $D_3^6$  pour la variété lévo. D indique l'existence d'un groupe diédrique (c'est-à-dire qui contient des axes d'ordre 2 perpendiculaires à l'axe de plus haute symétrie. L'indice inférieur 3 caractérise l'axe de symétrie la plus élevée (axe  $\tilde{c}$  de la figure 2 - 1) ; enfin l'indice supérieur 4 (ou 6) est un symbole signifiant que l'axe d'ordre 3 est hélicoïdal droit (ou gauche). Dans la notation internationale le groupe spatial du tellure s'écrit  $P3_121$  (ou  $P3_221$ ) et dans la notation de Wyckoff il s'écrit  $A_8$  pour les deux variétés.

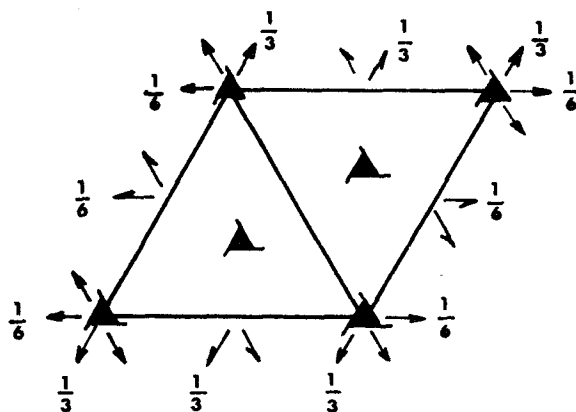


Figure 2 - 3 : Représentation du groupe spatial du tellure.

\* On peut noter que les constantes a et c figurant dans les tables internationales de cristallographie [14] dues aux mesures de STRAUMANIS [13] sont des valeurs en KX et non en angströms. Il convient donc de les multiplier par le facteur 1,00202 pour retrouver celles de FOURET et als [17].

2 - 2 - 2 RESEAU RECIPROQUE

On peut décrire les cristaux de diverses façons suivant que l'on fait apparaître la maille primitive ou la maille hexagonale [21]. On rencontre en fait essentiellement trois systèmes d'axes que l'on appelle parfois les systèmes orthohexagonal, hexagonal à trois axes et hexagonal à quatre axes [22 , 23]. Nous utiliserons exclusivement tant pour le réseau direct que pour le réseau réciproque, ce dernier système dans lequel un plan ou une direction est repéré par les quatre indices de Miller-Bravais. Dans ce système, des directions, ou des plans, cristallographiquement équivalents ont une seule forme analytique. La définition du réseau réciproque présente par contre quelques difficultés à cause du quatrième axe. On peut cependant repérer les nœuds du réseau réciproque (construits de la façon habituelle) dans un système de quatre axes colinéaires des axes du réseau direct, soient  $\vec{b}_1^*$ ,  $\vec{b}_2^*$ ,  $\vec{b}_3^*$ ,  $\vec{c}^*$ , et ayant des longueurs telles que (figure 2 - 4).

$$|\vec{b}_i^*| = \frac{2}{3a}$$

$$\vec{b}_i^* \parallel \vec{a}_i$$

$$|\vec{c}^*| = \frac{1}{c}$$

$$\vec{c}^* \parallel \vec{c}$$

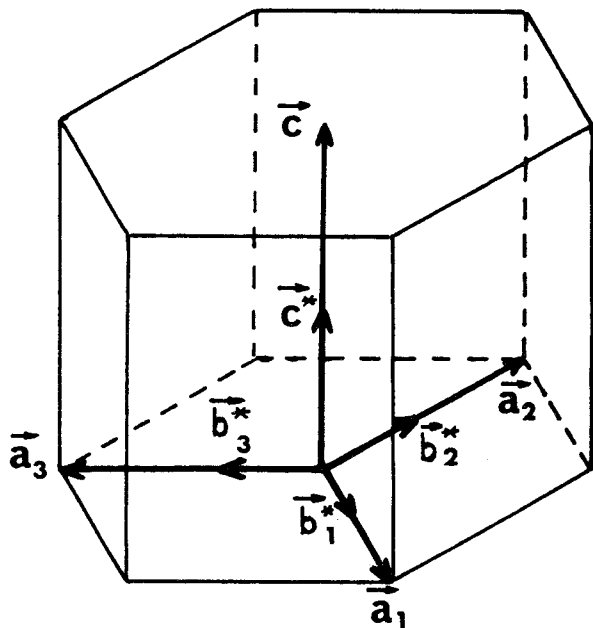


Figure 2 - 4 : Système hexagonal à quatre axes. Réseau direct et réseau réciproque.

Dans ces conditions la direction  $[uvw]^*$  du réseau réciproque est perpendiculaire au plan P du réseau direct d'indices  $(uvw)$ , c'est-à-dire au plan qui coupe les axes en des points  $A_1, A_2, A_3, C$  tels que :

$$\vec{OA_1} = \frac{\vec{a}_1}{u} ; \vec{OA_2} = \frac{\vec{a}_2}{v} ; \vec{OA_3} = \frac{\vec{a}_3}{t} ; \vec{OC} = \frac{\vec{c}}{w} ;$$

et l'on a toujours la relation :

$$u + v + t = 0$$

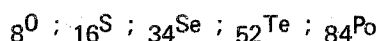
qui est valable dans le réseau direct comme dans le réseau réciproque. L'annexe 1 donne quelques justifications sur l'introduction de ces axes pour le réseau réciproque ainsi qu'un tableau des différentes formules permettant de calculer l'angle entre deux directions ou deux plans ....

L'annexe 2 donne les valeurs de quelques angles entre les plans et entre les directions les plus importants dans le tellure ainsi que les principales projections stéréographiques du tellure et quelques coupes du réseau réciproque.

## 2 - 3 PROPRIETES DU TELLURE

### 2 - 3 - 1 PROPRIETES CHIMIQUES

Le tellure est le quatrième élément de la colonne VI<sub>B</sub> de la classification périodique. On a en effet la succession :



Le sélénium et le tellure sont des semi-conducteurs formant transition entre les isolants oxygène et soufre et le métal polonium. La couche électronique externe de tous ces éléments est du type  $ns^2np^4$  de sorte qu'ils ont une forte tendance à former des liaisons covalentes p.

Il est commode de distinguer dans le tellure cristallin deux types de liaisons : les liaisons covalentes fortes et orientées le long d'une chaîne hélicoïdale et les liaisons de Van der Waals beaucoup plus faibles entre les chaînes.

D'autre part, l'activité chimique du tellure est très modérée. Les acides forts non oxydants comme HCl ou HF ne l'attaquent pas. Le tellure ne réagit avec l'oxygène qu'à température élevée (il brûle alors avec une flamme bleue caractéristique). Nous avons donc dû utiliser des oxydants énergiques en milieu acide (Cr O<sub>3</sub> dissous dans HCl ou dans H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) pour le polir ou révéler les dislocations par figures d'attaque.

L'oxydation superficielle par l'air ambiant est tout à fait négligeable, le tellure poli ou clivé présente un éclat métallique durable.

### 2 - 3 - 2 PROPRIETES ELECTRIQUES

Le tellure est un semi-conducteur de type p dans sa phase habituelle, même aux très hautes puretés. Il reste semi-conducteur à l'état liquide jusqu'à 500° C environ [24 à 28] (sa température de fusion est  $T_F = 452^\circ \text{C}$ ).

Sa structure de bandes a été décrite par diverses méthodes : combinaisons linéaires d'orbitales atomiques [29], approximation des liaisons fortes [30], électrons presque libres [31] et par la théorie des groupes [2]. La hauteur de sa bande interdite est 0,34 eV.

La résistivité électrique du tellure dépend énormément de la densité de dislocations [32, 33] même à température ambiante [1, 34]. Ceci doit permettre d'interpréter certaines de ses propriétés optiques et galvanomagnétiques, notamment la double inversion des coefficients Hall en fonction de la température [35 à 37]. Une synthèse récente des propriétés électriques et optiques du tellure et du sélénium est donnée dans le symposium de Montreal [38].

D'autre part, le facteur de piézorésistance  $K = \frac{\Delta R}{\epsilon R}$ , qui est le rapport de la variation relative de résistance à la variation relative de longueur sous l'action d'une contrainte élastique, peut devenir remarquablement élevé car la contrainte modifie la hauteur de la bande interdite. Le tellure peut même devenir conducteur lorsqu'on le comprime fortement [39 , 40].

En outre le tellure est fortement piézoélectrique [41 , 42] et la piézoélectricité joue certainement un rôle non négligeable dans la distorsion élastique du réseau autour d'une dislocation [43 , 44].

Enfin FUKUROIT et als. [35 , 45] estiment que les valeurs des coefficients thermoélectriques sont affectées par la densité de dislocations. Ces coefficients présentent, comme les coefficients Hall, le phénomène de double inversion en fonction de la température.

Toutes ces mesures (résistivité, coefficients Hall ....) ont été faites sans contrôler ni la densité de dislocations, ni les états de surface. Les valeurs numériques devraient donc être réévaluées, ou tout au moins confirmées par des mesures sur des échantillons élaborés proprement.

On trouvera dans l'annexe 3 un tableau des valeurs numériques des principales propriétés physiques (électriques, optiques ...) du tellure.

### III - DISLOCATIONS ET DEFAUTS PLANS

#### 3 - 1 GENERALITES

Pour prédire la nature et les propriétés (plans de glissement notamment) des dislocations, nous sommes partis de deux hypothèses :

- a) Les dislocations stables sont celles qui ont les plus petits vecteurs de Burgers. Elles sont décrites au paragraphe 3 - 2 ; Ces considérations sont précisées au chapitre IV par un calcul complet de l'énergie élastique des dislocations.
- b) Les liaisons entre atomes d'une même chaîne sont suffisamment fortes pour que soient interdits , tout au moins à basse température, les mouvements de dislocations qui auraient pour effets de couper ces liaisons. Ceci limite les plans de glissement possibles aux plans parallèles à l'axe des chaînes, c'est-à-dire aux plans prismatiques. Ce dernier point est parfaitement vérifié expérimentalement (voir chapitre VIII ) pour des températures allant jusqu'à 300° K. Signalons en outre qu'aucun glissement sur d'autres plans n'a été observé pour  $T < 300^{\circ} \text{ K}$ .

Nous avons montré d'autre part [46] qu'il est possible de créer des dislocations parfaites dans le tellure sans couper de liaisons covalentes, au contraire de ce qui se produit dans les semi-conducteurs les plus étudiés, germanium et silicium. De plus, les dislocations alignées selon l'axe  $\vec{c}$  et de vecteur de Burgers  $\vec{c}$  ou  $\vec{a}$  ne provoquent pas de distorsion appréciable de l'axe des chaînes. Leur énergie de cœur doit donc être faible. L'étude des dislocations parfaites est faite au paragraphe 3 - 2.

Partant de l'existence d'une structure en chaînes, il était tentant de se poser le problème de l'existence de défauts plans\*. Il faut admettre que pour le moment cette étude développée au paragraphe 3 - 3 reste spéculative car nous n'avons pu observer de tels défauts de façon certaine (voir chapitre VII). Les considérations sur les défauts plans permettent toutefois de manière analogue à ce qui s'est fait pour les métaux cubiques centrés [47] ou pour le glissement prismatique des métaux hexagonaux [48] d'analyser de manière relativement précise la structure du cœur des dislocations et d'expliquer leur stabilité parallèlement à l'axe  $\vec{c}$ , stabilité qui est confirmée par des observations au microscope électronique (voir chapitre VIII ). Ces considérations sont développées dans le paragraphe 3 - 4.

\* Nous avons préféré utiliser dans le cas du tellure l'expression défaut plan plutôt que faute d'empilement.

## 3-2 DISLOCATIONS PARFAITES

### 3-2-1 VECTEURS DE BURGERS

Le tableau ci-dessous donne les longueurs des plus petits vecteurs de Burgers :

Symbole	$\vec{a}$	$\vec{c}$	$\vec{a} + \vec{c}$	$\vec{a}'$	$\vec{a}' + \vec{c}$
Indice	$\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	$\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$
Longueur (Å)	4,45	5,92	7,42	7,70	9,18
Evidence expérimentale	OUI	OUI			

Par la suite, pour abréger, nous désignerons une dislocation par son vecteur de Burgers ; nous dirons par exemple la dislocation  $\vec{a}$ .

Comme on peut toujours trouver un plan prismatique contenant un vecteur de Burgers donné pris dans la liste précédente, une ligne de dislocation contenue dans ce plan peut toujours être créée et déplacée sans qu'il y ait rupture des liaisons covalentes [46].

### 3-2-2 PLANS DE GLISSEMENT, SYSTÈMES DE GLISSEMENT

Les plans prismatiques les plus denses sont les plans  $\{10\bar{1}0\}$ . Il est donc raisonnable d'admettre qu'à basse température ( $T < 300^\circ \text{K}$ ) ce sont les seuls qui participent à la déformation. L'expérience confirme ce point de vue et permet même de préciser (voir chapitres VI, VII, VIII) que les plans  $\{11\bar{2}0\}$  ne sont activés qu'exceptionnellement.

Remarquons que les dislocations  $\vec{a}$  ont le plus petit vecteur de Burgers et sont mobiles dans les plans les plus denses ; il est donc normal que le système  $\{10\bar{1}0\}, \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  ait été le premier mis en évidence [49].

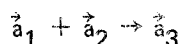
En résumé, les systèmes de glissement prévisibles à basse température sont :

$\{10\bar{1}0\}, \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	(1, 2)	(1) mis en évidence avant notre étude
$\{10\bar{1}0\}, \langle 0001 \rangle$	(2)	(2) mis en évidence dans la présente étude
$\{10\bar{1}0\}, \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	(3)	(3) non encore mis en évidence
$\{11\bar{2}0\}, \langle 0001 \rangle$	(4)	(4) seuls les plans de glissement ont été mis en évidence.
$\{11\bar{2}0\}, \langle 10\bar{1}0 \rangle$	(4)	

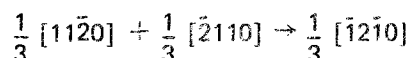
Il faut noter que ces systèmes de glissement se réduisent en fait à quatre systèmes indépendants de sorte qu'un monocristal de tellure ne peut accommoder un régime de contrainte quelconque [50]. Ce fait est bien confirmé expérimentalement (voir chapitre VIII).

### 3 - 2 - 3 REMARQUES

La stabilité des dislocations  $\vec{a}'$ ,  $\vec{c} + \vec{a}$  et a fortiori  $\vec{c} + \vec{a}'$  ne peut être discutée avant un calcul précis tenant compte de l'anisotropie élastique du tellure ; par contre on peut prédire que, tout au moins pour certaines orientations, des réactions de jonction du type :



ou



sont possibles de manière analogue à ce qui se passe dans les cristaux ioniques [51], les métaux cubiques à faces centrées [52, 53] ou hexagonaux compacts comme le zinc [54].

La formation de crans pose un problème intéressant : un schéma simple [46, 49] montre en effet que le croisement de deux dislocations  $\vec{a}_1$  et  $\vec{a}_2$  donne sur chacune des dislocations un cran qui ne peut pas glisser sur un plan prismatique. Le mouvement d'un tel cran, ainsi que sa création, nécessitent la rupture de liaisons covalentes ; ce sont donc des opérations difficiles à basse température. Il n'est pas aisé d'en avoir une preuve expérimentale directe, nous verrons toutefois que certains résultats du chapitre VII peuvent s'interpréter ainsi. Des études systématiques et délicates du durcissement lors du glissement double permettraient de préciser un peu ce point.

L'étude de l'intersection de dislocations  $\vec{c}$  et  $\vec{a}$  conduit à des conclusions légèrement différentes : le cran sur la dislocation  $\vec{a}$  ne nécessite pas la rupture de liaisons covalentes tandis que sur la dislocation  $\vec{c}$  le résultat dépend de l'orientation de la ligne de dislocation. Sur une dislocation  $\vec{c}$  vis il n'y a pas de rupture de liaisons covalentes.



Il faut enfin noter une conséquence intéressante de l'existence de liaisons coupées au niveau des crans : après une forte déformation en glissement duplex, un nombre considérable de liaisons coupées peut-être créé pouvant atteindre  $10^{13}$  par % de déformation. Il n'est pas exclu que ce soit le nombre de liaisons coupées autant et sinon plus que la densité totale de dislocations qui influence les propriétés électriques du tellure.

### 3 - 3 DEFANTS PLANS

#### 3 - 3 - 1 DEFANT PLAN PRISMATIQUE P

On le crée en tradant une partie du cristal de  $\vec{c}/3$  ou  $2\vec{c}/3$  par rapport à l'autre le long d'un plan prismatique (figures 3 - 1 et 3 - 2).

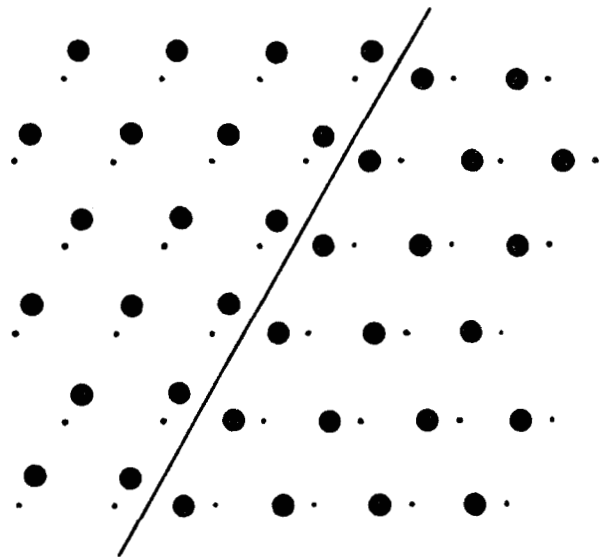
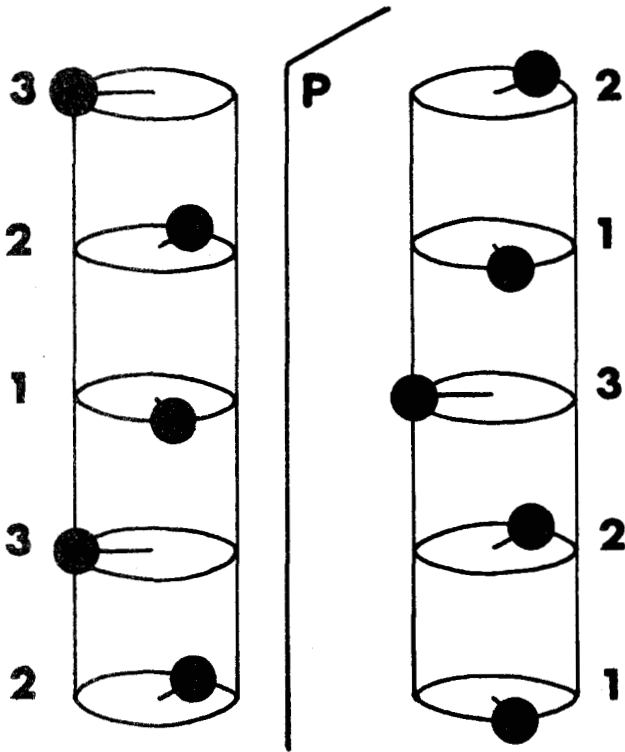


Figure 3 - 2 : Défaut P, vue du plan de base

Figure 3 - 1 : Défaut P, vue perspective.

On peut avoir plusieurs défauts P consécutifs dans le même plan prismatique ; ils sont alors séparés par des dislocations partielles de vecteur de Burgers  $\frac{\vec{c}}{3}$  ou  $\frac{2\vec{c}}{3}$  (figure 3 - 3) . On peut également avoir un défaut P en zig-zag (figure 3 - 4) ou trois défauts P dans trois plans prismatiques à  $120^\circ$  (figure 3 - 5) ; dans ce dernier

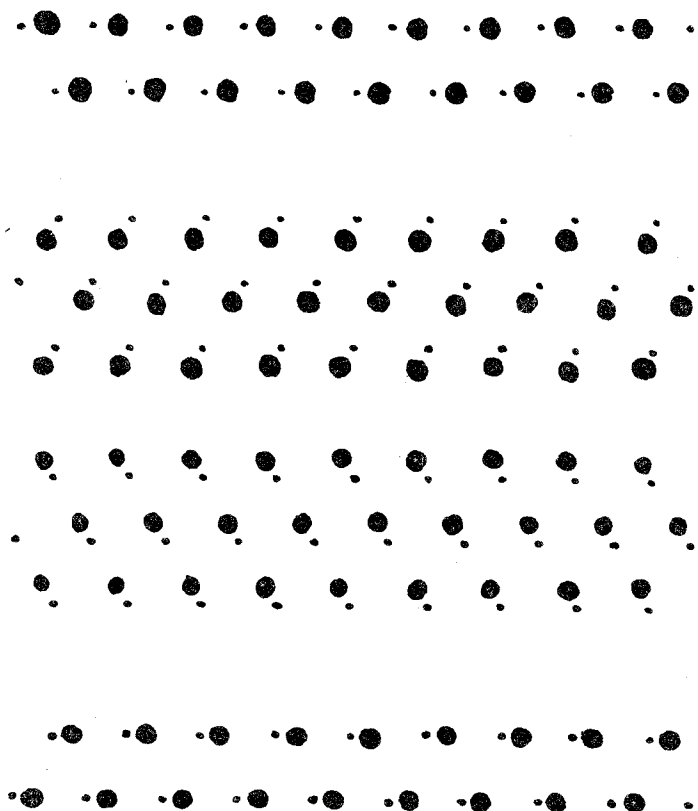


Figure 3 - 3 : Plusieurs défauts P successifs dans le même plan prismatique ; on n'a pas représenté les dislocations partielles qui les séparent.

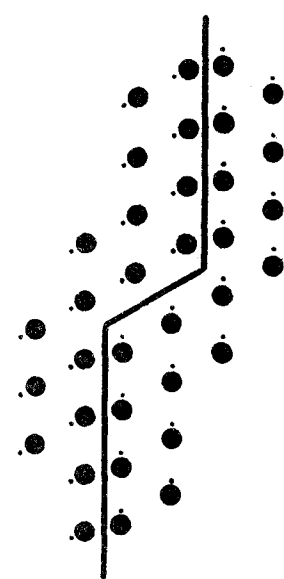


Figure 3 - 4 : Défaut P en zig - zag

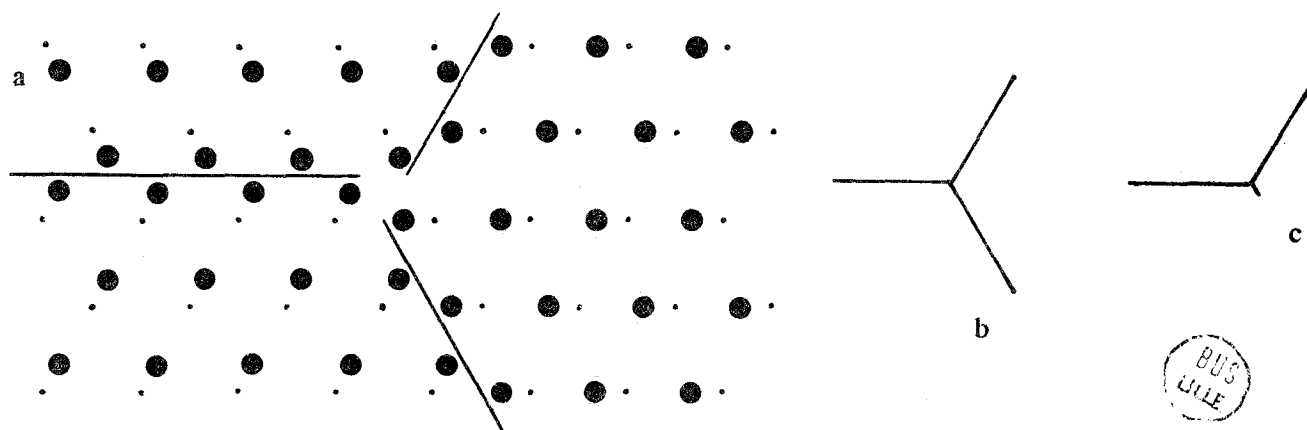


Figure 3 - 5 : a) Trois défauts P dans trois plans prismatiques à  $120^\circ$

b) Représentation schématique

c) Configuration stable



cas, il n'y a pas de dislocation partielle à leur intersection. On peut également décrire cette configuration par la dissociation sur trois plans prismatiques d'une dislocation  $\vec{c}$  vis selon

$$\vec{c} \rightarrow \frac{\vec{c}}{3} + \frac{\vec{c}}{3} + \frac{\vec{c}}{3}$$

Cette configuration et ses conditions de stabilité ont été étudiées dans les structures cubiques centrées [47].

La création d'un défaut P n'entraîne aucune coupure des liaisons covalentes, elle affecte seulement le nombre de seconds et quatrièmes voisins.

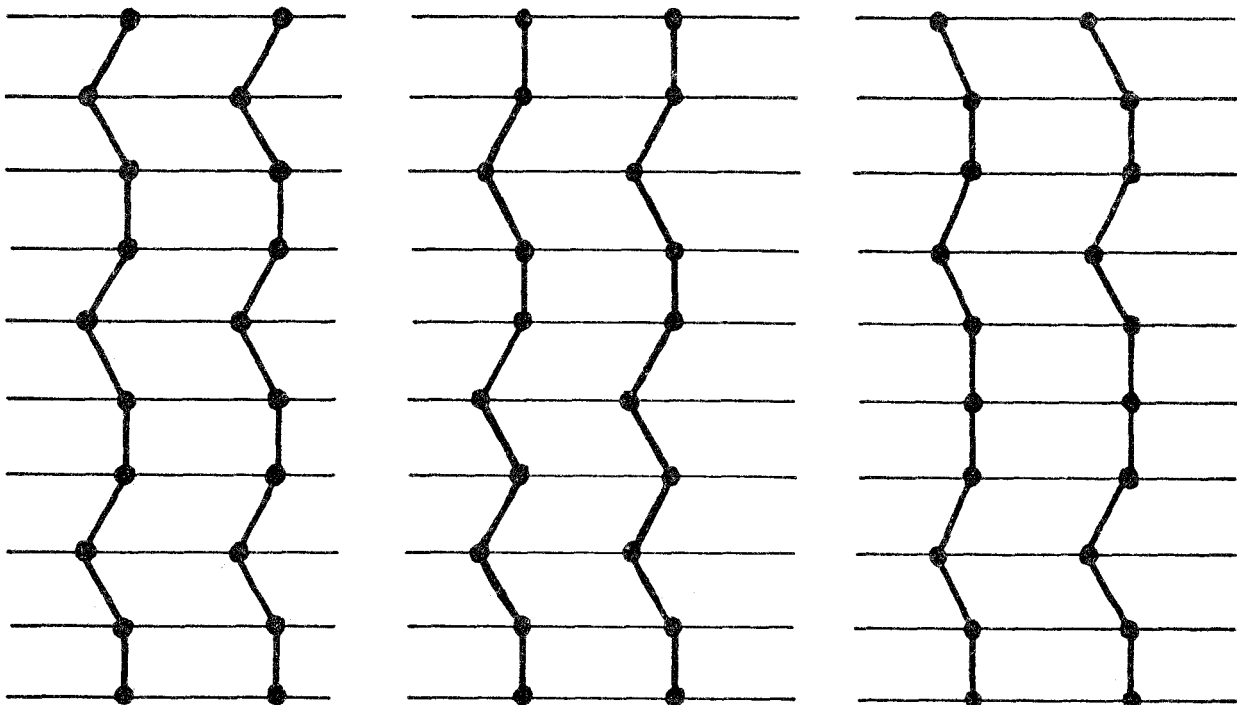
### 3-3-2 DEFAUT PLAN BASAL B

On le crée en retranchant un ou deux plans de base ce qui modifie la succession des plans hexagonaux empilés selon [0001]. C'est le défaut qui est le plus proche des fautes d'empilement dans les structures cubiques à faces centrées [55]. On peut définir un défaut intrinsèque  $B_i$  par la succession de plans de base :

↓  
1 2 3 1 3 1 2 3 1 2 3

et un défaut extrinsèque  $B_e$  (figure 3-6)

1 2 3 1 3 2 3 1 2 3 1 2 3  
↑



Cristal parfait

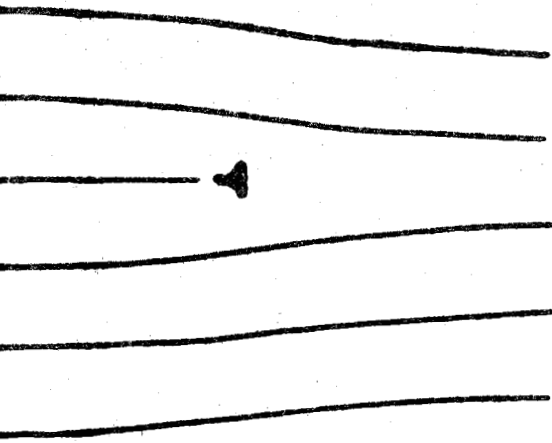
Défaut  $B_i$

Défaut  $B_e$

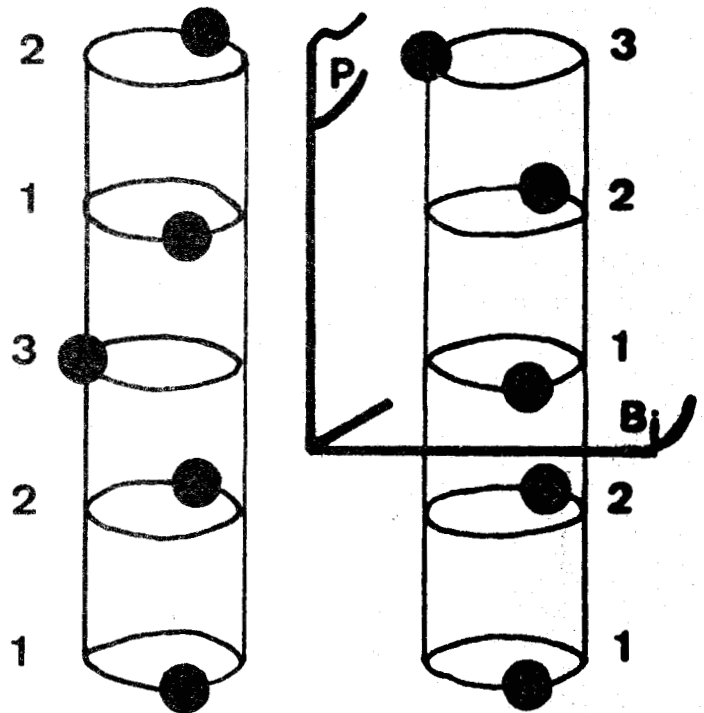
Figure 3-6 : Défauts  $B_i$  et  $B_e$ . Les traits horizontaux représentent les plans de base.

Si le défaut B est fini, il est bordé par une dislocation partielle coin de vecteur de Burgers  $\vec{c}/3$  (figure 3 - 7). Le défaut ne peut s'étendre que par montée de la partielle.

Il faut cependant remarquer que ce défaut doit posséder une très grande densité d'énergie superficielle car il perturbe les liaisons covalentes. En outre il est vraisemblablement instable dès la température ambiante, le défaut B montant vers la surface sous l'action des vibrations thermiques du réseau tandis que la dislocation partielle qui le borde glisse sur son cylindre de glissement. Par contre un défaut B peut être stabilisé par un défaut P (figure 3 - 8). Dans ce cas il n'y a pas de dislocation à leur intersection.



**Figure 3 - 7** : Défaut B limité par une dislocation partielle. Vue d'un plan prismatique.



**Figure 3 - 8** : Défaut P limité par un défaut B



Il faut noter que, de tous les défauts plans décrits, celui qui présente la densité d'énergie superficielle la plus faible est certainement la macle prismatique. C'est également le défaut que l'on risque le plus de rencontrer, cependant il ne modifie pas la géométrie de l'espace réciproque mais agit uniquement sur le facteur de structure de sorte qu'on ne peut l'observer par diffraction d'électrons ou de rayons X qu'en comparant les intensités des diverses réflexions de part et d'autre de la paroi d'accolement.

### 3-4 DISLOCATIONS IMPARFAITES

#### 3-4-1 DISLOCATIONS $\vec{c}/3$ DISSOCIEES

On a déjà mentionné les dislocations imparfaites de vecteurs de Burgers  $\vec{c}/3$  qui bordent les défauts plans P. On peut obtenir les mêmes configurations de défauts P en dissociant une dislocation  $\vec{c}$  selon les réactions :

$$\vec{c} \rightarrow \frac{1}{3} \vec{c} + \frac{2}{3} \vec{c}$$

ou

$$\vec{c} \rightarrow \frac{1}{3} \vec{c} + \frac{1}{3} \vec{c} + \frac{1}{3} \vec{c}$$

La deuxième réaction est énergétiquement plus favorable et si la dislocation initiale est vis, la dissociation peut se faire dans trois plans prismatiques à  $120^\circ$  donnant une configuration très stable.

Par contre les dislocations partielles  $\vec{c}/3$  bordant des défauts B ne proviennent pas de la dissociation de dislocations coin parfaites  $\vec{c}$ .

#### 3-4-2 DISLOCATIONS $\vec{a}$ DISSOCIEES

On peut également envisager la dissociation des dislocations  $\vec{a}$  [56] suivant la réaction :

$$\vec{a} \rightarrow \frac{1}{2} \vec{a} + \frac{1}{2} \vec{a}$$

La figure 3-11 représente une dislocation  $\vec{a}$  coin parfaite vue du plan de base.

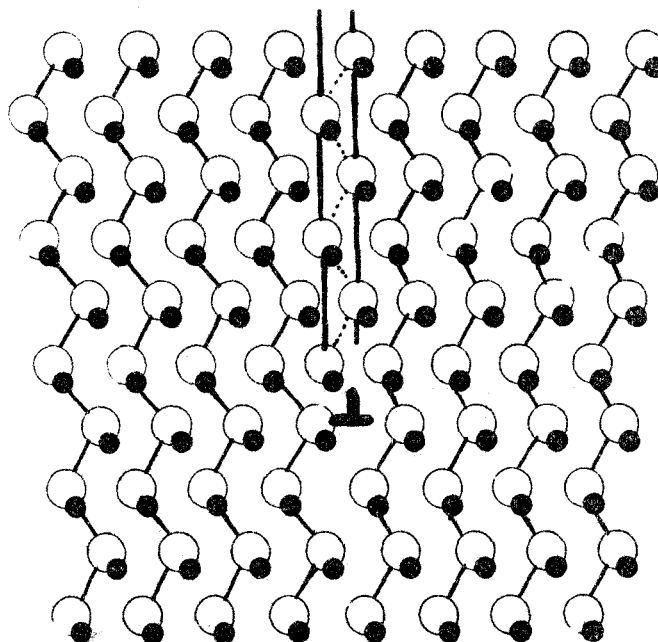


Figure 3-11 : dislocation  $\vec{a}$  coin parfaite. On remarque que le demi plan atomique supplémentaire rugueux (pointillés) peut être décomposé en deux quarts de plan.

Le demi plan atomique supplémentaire est un plan rugueux ; on peut considérer qu'il est constitué de deux parties (deux "quarts" de plans supplémentaires) qui ne sont pas forcément accolées.

On obtient en les écartant la figure 3 - 12 qui représente une dislocation coin  $\vec{a}$  dissociée. Entre les deux partielles il y a un plan de faute qui est différent de ceux déjà décrits. Ce nouveau défaut plan doit posséder une forte densité d'énergie superficielle de sorte que la dissociation ne doit pas être importante.

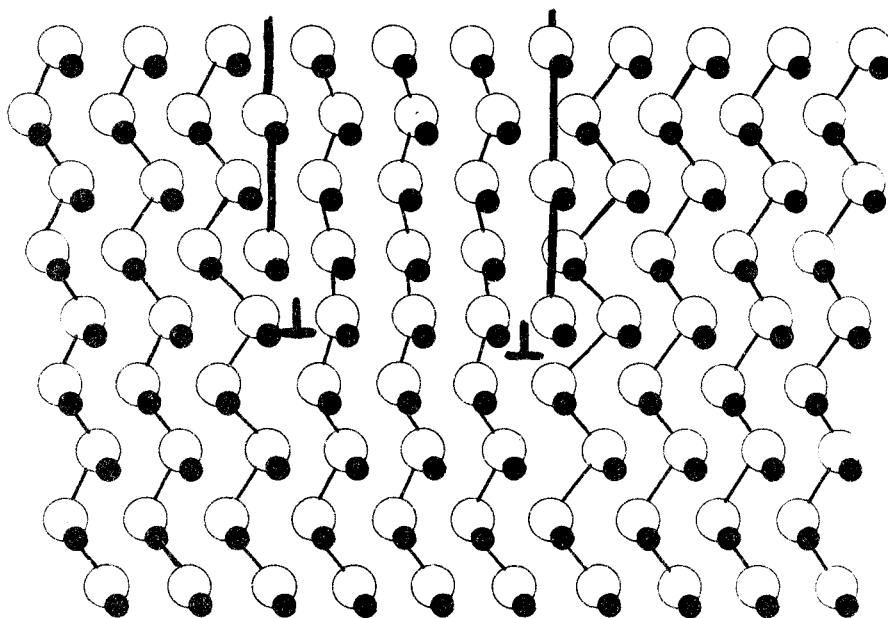


Figure 3 - 12 : Dislocation  $\vec{a}$  coin dissociée, les deux parties du demi plan atomique rugueux sont séparées, introduisant ainsi un nouveau type de défaut plan pointillés à grande densité d'énergie superficielle.

### 3 - 5 EFFETS DE COEUR ET DISSOCIATION

On note tout d'abord qu'aucun des défauts plans décrits n'impose de rupture des liaisons covalentes. Les mécanismes de dissociation ne sont plausibles que dans un modèle où les liaisons entre chaînes sont faibles ; ils impliquent une stabilisation marquée des dislocations parallèlement à l'axe  $\vec{c}$ . Nous verrons plus loin que cette stabilisation est effectivement observée (chapitre VII) et qu'elle ne résulte pas d'un effet purement élastique.

Ces dissociations n'ont pas été caractérisées avec certitude jusqu'à présent, ce qui implique que si elles existent, elles donnent des rubans trop étroits comme par exemple dans les métaux purs.

Ajoutons que la stabilisation des dislocations parallèlement à l'axe  $\vec{c}$  ne constitue pas une preuve de la dissociation. Dans le modèle des chaînes en effet il est clair que les distorsions au cœur d'une dislocation seront particulièrement faibles si celle-ci est parallèle à l'axe  $\vec{c}$ , ce qui implique une stabilisation des dislocations parallèlement à  $\vec{c}$ .

Il faut noter toutefois que les deux descriptions (dissociation et effets de cœur) impliquent la validité du modèle de chaînes et que pour des dissociations de faible largeur elles sont à peu près identiques.

## IV - ENERGIE ET CHAMP DE DEFORMATION DES DISLOCATIONS

### 4-1 GENERALITES

Les considérations développées au chapitre III ne permettent pas de préciser un certain nombre de problèmes comme la stabilité des dislocations. Il est également important de savoir si la tendance des dislocations à s'aligner parallèlement à l'axe  $\vec{c}$  est un effet d'anisotropie élastique ou plutôt un effet de dissociation ou de cœur. Enfin il faut connaître les déplacements élastiques autour d'une dislocation si l'on veut analyser en détail le contraste en microscopie électronique.

Ce chapitre est donc consacré à l'étude des propriétés élastiques des dislocations dans le tellure. Après un rappel des principaux résultats de l'élasticité anisotrope (paragraphe 4-2), on étudie en détail les propriétés des dislocations contenues dans les plans  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$  (paragraphe 4-3 et 4-4). La discussion des résultats (paragraphe 4-5) indique clairement que la tendance à l'alignement des dislocations parallèlement à l'axe  $\vec{c}$  n'est pas un effet élastique. En outre ce sont les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{a} = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  glissant dans les plans prismatiques de première espèce  $\{10\bar{1}0\}$  qui ont l'énergie de ligne la plus faible, ce qui explique que le système de glissement  $\langle 11\bar{2}0 \rangle, \{10\bar{1}0\}$  soit le système de glissement facile.

### 4-2 DISLOCATIONS EN MILIEU ANISOTROPE

ESHELBY [57] a le premier abordé l'étude du champ de déplacement autour d'une dislocation coin rectiligne en milieu anisotrope. Le problème a été généralisé par ESHELBY, READ et SCHOCKLEY [58] et d'autres [59 à 63]. On a utilisé ici la notation de TEUTONICO [62].

On obtient le champ de déplacement  $\vec{u}(x_1, x_2)$  autour d'une dislocation rectiligne située le long de l'axe  $ox_3$  en résolvant l'équation de Navier, compte tenu des conditions aux limites qui sont la condition de Burgers

$$\oint \vec{du} = \vec{b} \quad (1)$$

et la condition de nullité de la densité volumique de contraintes

$$\text{Div } \vec{\sigma} = 0 \quad (2)$$

$\vec{\sigma}$  étant le tenseur des contraintes lié à  $\vec{u}$  par la loi de Hooke.

On trouvera dans l'annexe 4 la méthode de résolution et le détail des calculs. Le champ de déplacement  $\vec{u}(x_1, x_2)$  a la forme

$$u_k(x_1, x_2) = \frac{b}{2\pi} \sum_{n=1}^3 (\lambda_{kn} \log \rho_n - \epsilon_{kn} \theta_{kn}) \quad (k = 1 \text{ à } 3) \quad (3)$$

avec

$$\rho_n = \sqrt{(x_1 - q_n x_2)^2 + p_n^2 x_2^2} \quad (4)$$



$$\theta_n = \text{Arctg} \frac{p_n x_2}{x_1 - q_n x_2} \quad (5)$$

$p_n, q_n, \lambda_{kn}$  et  $\epsilon_{kn}$  sont des fonctions des constantes élastiques seulement, (elles sont définies dans l'annexe 4).

On peut déduire de (3) les champs de contrainte  $\vec{\sigma}$  et de déformation  $\vec{\epsilon}$ , ainsi que l'énergie de la dislocation. Cependant, l'évaluation la plus simple de l'énergie consiste à calculer le travail fourni sur la surface de coupure. En supposant que la dislocation est située le long de l'axe d'un cylindre de rayon R, on obtient l'énergie par unité de longueur

$$\frac{W}{L} = \frac{k b^2}{4 \pi} \text{Log} \frac{R}{r_0} \quad (6)$$

$r_0$  est le rayon de cœur de la dislocation et k est une constante qui dépend de l'angle  $\varphi$  que fait la ligne de dislocation avec son vecteur de Burgers.

#### 4-3 DISLOCATIONS CONTENUES DANS LES PLANS $\{10\bar{1}0\}$

Les dislocations glissiles dans  $\{10\bar{1}0\}$  peuvent avoir pour vecteur de Burgers  $\vec{a}$ ,  $\vec{c}$  ou  $\vec{c} + \vec{a}$ . On a porté sur la figure 4-1 les valeurs de  $k_{\vec{b}}^{(1)} b^2$ , le coefficient de l'énergie de ligne de ces diverses dislocations, en fonction de l'angle  $\varphi$  que font les dislocations avec l'axe  $\vec{c}$ . On peut noter les points suivants :

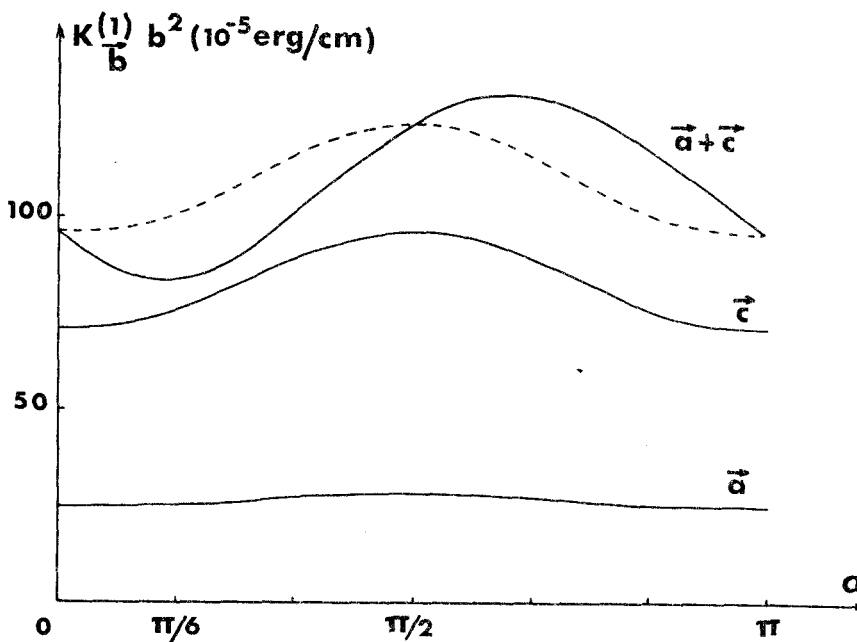


Figure 4-1 : Energie des dislocations glissiles dans  $\{10\bar{1}0\}$ .

En pointillés la courbe  $k_{\vec{a}}^{(1)} a^2 + k_{\vec{c}}^{(1)} c^2$  permettant d'étudier la stabilité de la dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{c} + \vec{a}$ .

- Les dislocations  $\vec{a}$  ont une énergie sensiblement trois fois plus faible que les dislocations  $\vec{c}$  ou  $\vec{c} + \vec{a}$ . De plus, leur énergie est pratiquement indépendante de l'orientation. Les dislocations  $\vec{a}$  sont donc celles qui doivent glisser et se multiplier le plus facilement. Nous verrons dans le chapitre VIII que le glissement  $\{10\bar{1}0\}, \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  est effectivement le glissement le plus facile.
- La courbe d'énergie des dislocations  $\vec{c}$  est très analogue à celle que l'on rencontre dans le cas isotrope. Les dislocations  $\vec{c}$  coin ont une énergie supérieure de 30 % environ à celle des dislocations  $\vec{c}$  vis. Cette différence n'est cependant pas suffisante pour expliquer l'alignement des dislocations parallèlement à  $[0001]$  que l'on observe sur des échantillons légèrement déformés (voir chapitre VIII).
- La courbe d'énergie correspondant aux dislocations  $\vec{c} + \vec{a}$  présente un minimum vers  $\alpha = 37^\circ$  (orientation vis) et un maximum vers  $\alpha = 127^\circ$  (orientation coin). La différence d'énergie entre le maximum et le minimum est plus marquée que pour les dislocations  $\vec{c}$ . On a représenté sur la figure 4 - 1 la quantité  $k_{\vec{a}}^{(1)} a^2 + k_{\vec{c}}^{(1)} c^2$  (courbe en pointillés) qui permet d'étudier la stabilité de la dislocation  $\vec{c} + \vec{a}$ . On voit que pour  $\frac{\pi}{2} < \alpha < \pi$ , la décomposition :

$$(\vec{c} + \vec{a}) \rightarrow \vec{c} + \vec{a}$$

doit se produire spontanément, l'énergie d'interaction entre des dislocations parallèles de vecteurs de Burgers  $\vec{c}$  et  $\vec{a}$  étant monotone et positive dans l'intervalle  $\frac{\pi}{2} < \alpha < \pi$ . Pour  $0 < \alpha < \frac{\pi}{2}$  la dislocation  $\vec{c} + \vec{a}$  est stable. Ces résultats sont inversés pour une dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{c} - \vec{a}$  (la courbe représentant l'énergie d'une dislocation  $\vec{c} - \vec{a}$  se déduit de celle d'une  $\vec{c} + \vec{a}$  par une symétrie par rapport à l'axe  $\alpha = \frac{\pi}{2}$  sur la figure 4 - 1).

Il faut cependant noter que la différence d'énergie :

$$\Delta W = W_{\vec{a} + \vec{c}} - W_{\vec{a}} - W_{\vec{c}}$$

est faible.  $\frac{\Delta W}{W_{\vec{a} + \vec{c}}} < 20\%$  dans le meilleur des cas, elle est presque de l'ordre de

grandeur des énergies de cœur dont nous n'avons pas tenu compte dans ce calcul. En tout cas cette décomposition a pour effet d'interdire le système de glissement  $\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle, \{10\bar{1}0\}$ , en gelant les sources qui n'engendrent que des dislocations  $\vec{c}$  ou que des dislocations  $\vec{a}$ .

4 - 4 DISLOCATIONS CONTENUES DANS LES PLANS  $\{11\bar{2}0\}$

On n'a considéré que les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{a}' = \langle 10\bar{1}0 \rangle$  et  $\vec{c}'$ . La figure 4 - 2 représente la variation de leur coefficient d'énergie en fonction de l'angle  $\alpha$  que font les dislocations avec l'axe  $\vec{c}$ .

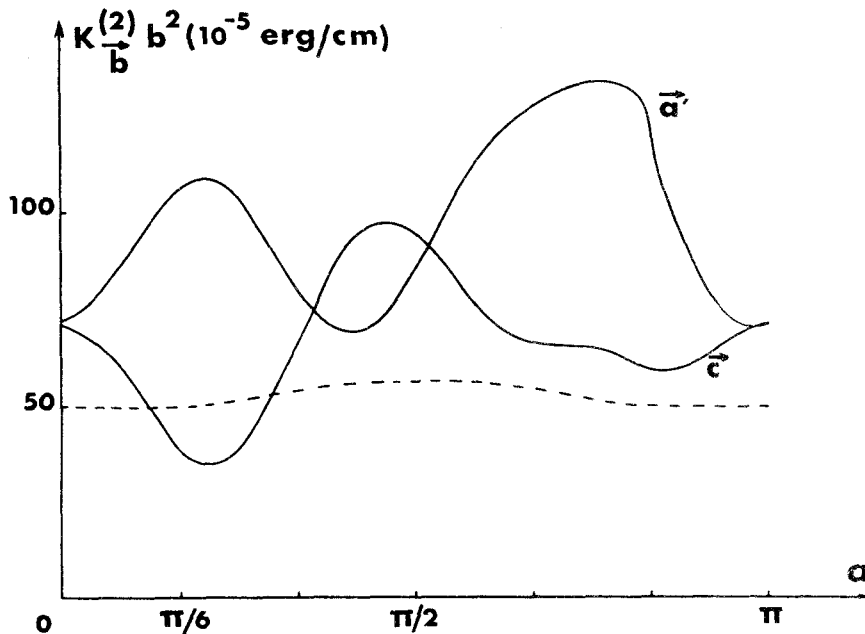
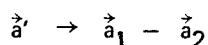


Figure 4 - 2 : Energie des dislocations glissiles dans les plans  $\{11\bar{2}0\}$

En pointillés la courbe  $2 k_{\vec{a}}^{(1)} a^2$ .

On peut noter que :

- L'énergie de ces dislocations est toujours beaucoup plus forte que celle des dislocations  $\vec{a}$  glissant dans  $\{10\bar{1}0\}$ . De plus ces énergies varient très fortement avec l'orientation des dislocations de sorte que des dislocations rectilignes sont instables pour certaines orientations, leur tension de ligne étant négative. On s'en rend compte en traçant (figure 4 - 3) leur diagramme de Wulff  $1 / k_{\vec{b}}^{(2)} b^2$  en fonction de l'angle  $\alpha$  en coordonnées polaires [64]. On voit que les courbes ne sont pas partout convexes.
- Les dislocations  $\vec{a}'$  ont deux orientations d'énergie minimale pour  $\alpha = 90^\circ$  (orientation vis) et pour  $\alpha = 0$  (orientation coin) mais dans ce dernier cas la dislocation se décompose en deux dislocations  $\vec{a}$  glissiles dans des plans prismatiques de première espèce suivant la réaction



En effet la différence d'énergie

$$\Delta W = W_{\vec{a}'} - 2 W_{\vec{a}}$$

est toujours grande devant les énergies de cœur (la quantité  $2 k_{\vec{a}}^{(1)} a^2$  est représentée sur la figure 4 - 2 par la courbe en pointillés) . Le glissement  $\vec{a}'$  s'il existe, doit donc être très difficile à solliciter.

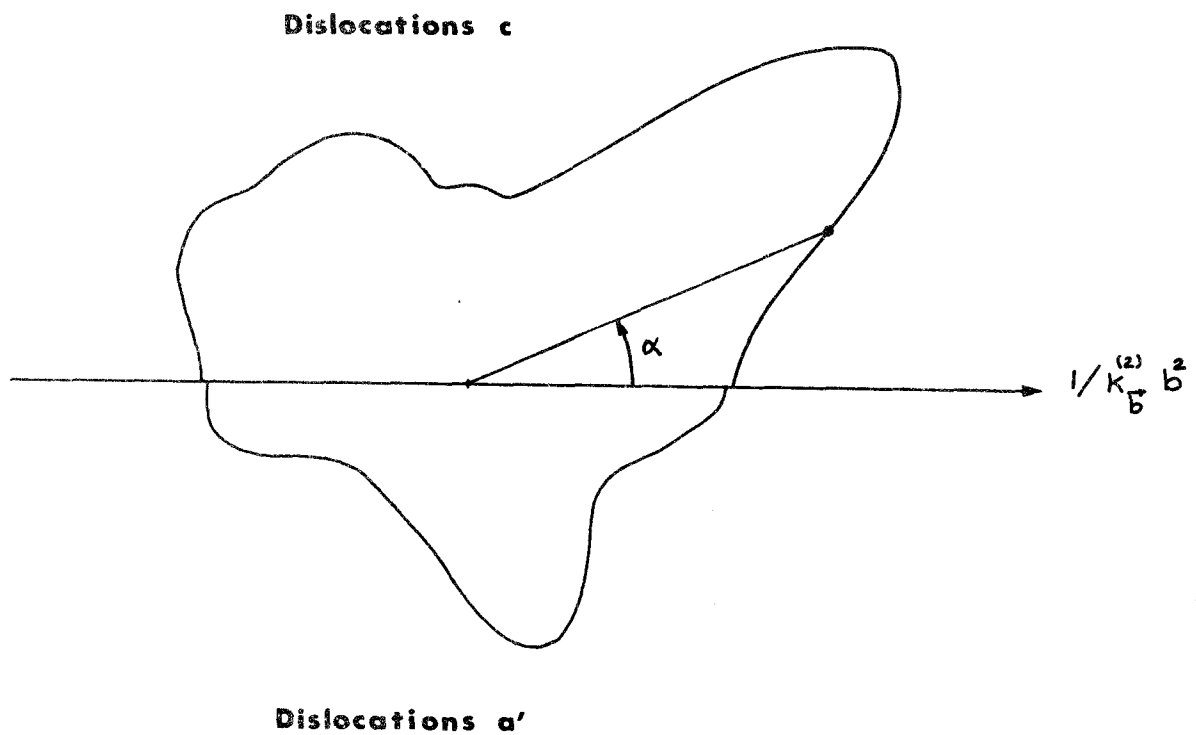


Figure 4 - 3 : Diagramme de Wulff pour les dislocations glissiles dans  $\{11\bar{2}0\}$ .

- Les dislocations  $\vec{c}$  dans  $\{11\bar{2}0\}$  présentent une position d'énergie minimale assez basse vers  $\alpha = 40^\circ$  . Ceci suggère la possibilité de glissement dévié des dislocations  $\vec{c}$  vis qui peuvent glisser aussi bien dans  $\{10\bar{1}0\}$  que dans  $\{11\bar{2}0\}$  . Cependant cette possibilité n'a pas été mise en évidence actuellement ni par vérification de la loi de Schmid et Boas, ni par observation directe des lignes de glissement.

#### 4-6 DISCUSSION DES RESULTATS - CONCLUSION

L'étude de l'énergie élastique des dislocations met en évidence un certain nombre de faits. Elle ne fait apparaître pour aucun type de dislocation une tendance marquée à l'alignement le long de l'axe  $\vec{c}$ . Cet effet abondamment observé sur des échantillons légèrement déformés est donc lié à des problèmes de cœur ou de dissociation décrits dans le chapitre précédent.

Parmi toutes les dislocations étudiées, ce sont les dislocations  $\vec{a}$  glissant dans  $\{10\bar{1}0\}$  qui forment le système de glissement le plus facile à solliciter (énergie faible et indépendante de l'orientation, pas de singularité de la tension de ligne). Par contre le glissement  $\vec{a}' <10\bar{1}0>$ ,  $\{11\bar{2}0\}$  et le glissement  $\vec{c} + \frac{1}{3}\vec{a} <11\bar{2}3>$ ,  $\{10\bar{1}0\}$  doivent être très difficiles à solliciter à cause des décompositions des dislocations.

En outre l'étude des dislocations  $\vec{c}$  dans  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$  fait apparaître la possibilité de glissement dévié qui n'a pas été confirmé expérimentalement.

Notons enfin que les calculs présentés ici souffrent d'un certain nombre de limitations. On n'a pas tenu compte des effets piézoélectriques \* qui peuvent être considérables dans le cas du tellure. D'autre part les constantes élastiques utilisées dans les calculs sont des constantes adiabatiques  $C_S$  alors que ce sont les constantes isothermes  $C_T$  (non mesurées) qui conviendraient (le rapport  $C_T / C_S$  n'est pas le même pour tous les coefficients).

Il existe d'autre part une assez grande dispersion dans les mesures des constantes élastiques effectuées par divers auteurs [3, 65 à 68]. Par exemple  $C_{12}$  vaut  $0,85 \cdot 10^{11}$  dynes /  $\text{cm}^2$  d'après MALGRANGE et als [3] tandis que VEDAM [68] trouve  $1,37 \cdot 10^{11}$  dynes /  $\text{cm}^2$ . Nous avons utilisé dans nos calculs les valeurs fournies par MALGRANGE et als [3] qui sont les plus complètes.

*de ces valeurs pour  
venir e*

\* Un calcul précis fait pour les dislocations portées par un axe binaire  $\{11\bar{2}0\}$  montre que l'effet du couplage piézoélectrique sur l'énergie des dislocations est négligeable [44].

## V - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### 5 - 1 GENERALITES

Les premiers monocristaux de tellure étaient obtenus par la méthode de Bridgman. Cependant cette méthode ne fournit généralement pas de bons monocristaux à cause de l'anomalie des coefficients de dilatation linéaire du tellure [ 15 , 16 , 18 ] .

C'est DAVIES [69] qui réalisa le premier de bons monocristaux de tellure par une méthode de tirage dérivée de celle de Czochralski. Actuellement, presque toutes les méthodes de fabrication de monocristaux de tellure sont basées sur le principe de Czochralski [70 à 77] tandis que les techniques de purification [78 à 80] fournissent couramment une pureté de 99,999.

Nous avons essayé de fabriquer nos propres cristaux par une méthode mettant en œuvre un matériel moins onéreux que le tirage. Ces essais s'étant révélés infructueux, nous avons utilisé par la suite des cristaux fournis par la firme Wacker - Chemie G.M.B.H. (pureté annoncée 99,999) ou exceptionnellement, pour comparaison, des cristaux élaborés dans d'autres laboratoires ( C.N.E.T. , E.N.S. ) .

### 5 - 2 TAILLE ET POLISSAGE DU TELLURE

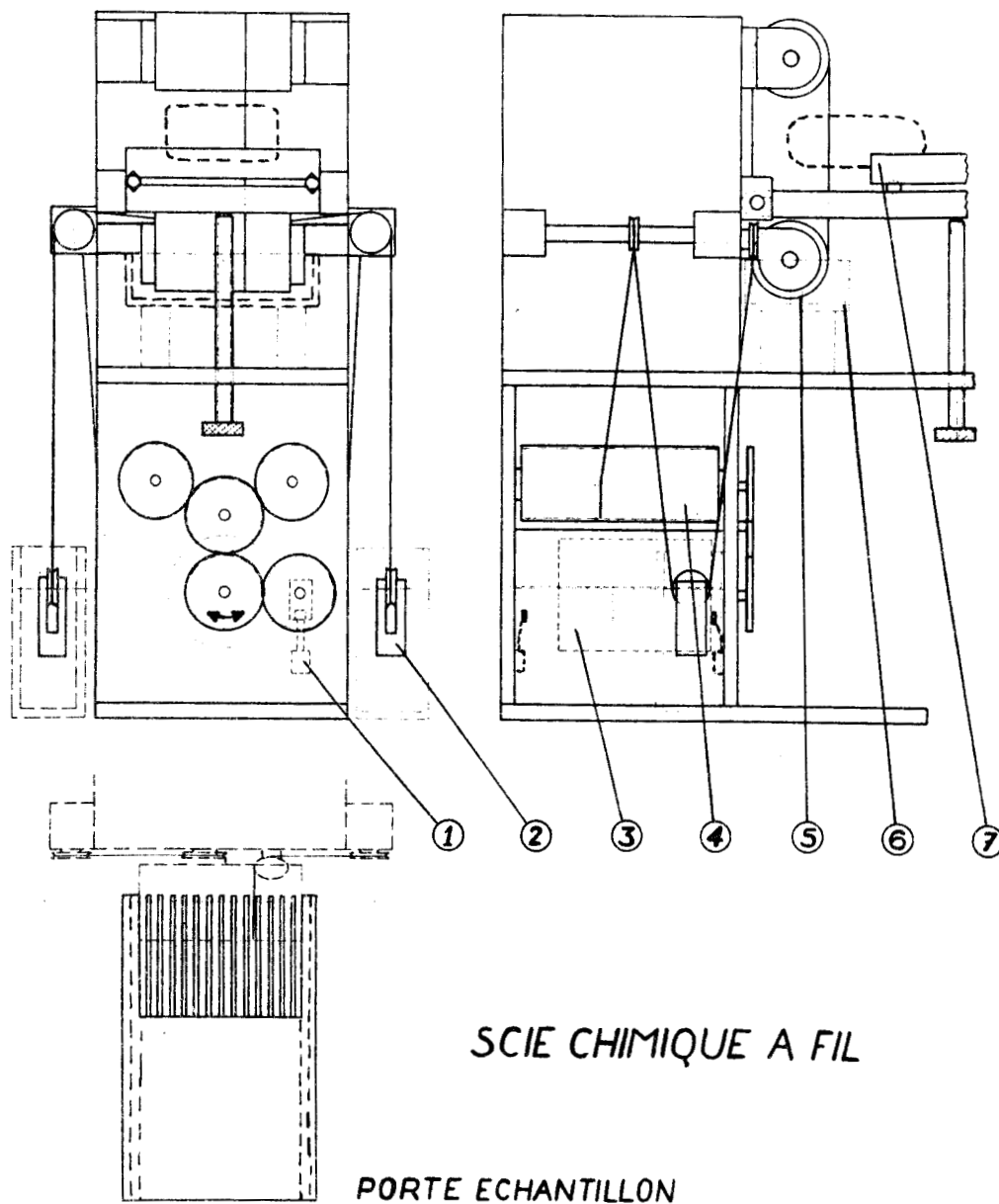
Le tellure monocristallin est très fragile au choc, il clive facilement sur les plans prismatiques  $\{10\bar{1}0\}$ , mais il est également très ductile et sa limite élastique est très basse à température ambiante. Les techniques de coupe et de polissage habituelles d'abrasion ne sont donc pas applicables et nous avons dû mettre au point une scie chimique et une polisseuse chimique [81] (figure 5 - 1 , 5 - 2 , 5 - 3 ) en nous aidant de modèles déjà existants prévus pour d'autres cristaux [82 à 84] .

Nous avons élaboré divers modèles de scies à fil à mouvement alternatif ou continu, la difficulté dans ce dernier cas résidant dans l'élaboration d'un fil continu sans nœud. \*

Nous avons également utilisé au début une guillotine (figure 5 - 4), permettant de réaliser de très beaux clivages sur les plans prismatiques. Cependant le clivage introduit des dégâts sur une profondeur assez importante [81] de sorte que nous avons abandonné assez rapidement cette méthode.

La scie et la polisseuse sont couplées avec une chambre de Laue (figure 5 - 5) permettant l'orientation des faces à usiner. Pour les faces cristallographiques simples (0001) ;  $(10\bar{1}0)$  ;  $(11\bar{2}0)$  ..... on obtient une précision de l'ordre de  $1/4^\circ$  par la méthode du double Laue [82] . Pour les faces quelconques, un réseau de Wulff de grand diamètre permet une précision de  $1^\circ$  environ.

\* Nous tenons à remercier Monsieur REGNIER qui nous a suggéré cette méthode et nous a donné de nombreux conseils utiles.



## SCIE CHIMIQUE A FIL

PORTE ECHANTILLON

Figure 5 - 1 : Scie chimique alternative.

- 1 : Contacteur électrique monté sur tige filetée tournante assurant le mouvement de va et vient par inversion du sens de rotation du moteur.
- 2 : Poulie flottante lestée trempant dans un bac d'eau pour rinçage.
- 3 : Moteur enfermé dans une cage de protection contre les vapeurs acides.
- 4 : Tambour sur lequel s'enroule ou se déroule le fil.
- 5 : Tambour guide fil.
- 6 : Cuve contenant la solution chimique.
- 7 : Chariot porte échantillon mobile sur rails grâce à des billes.



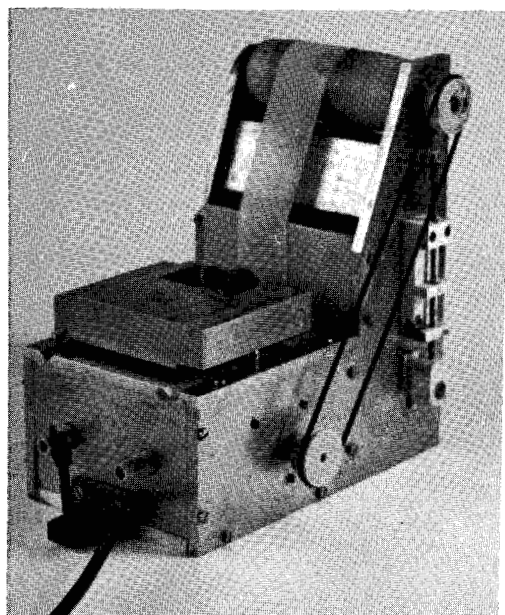


Figure 5 - 2 : Polisseuse chimique

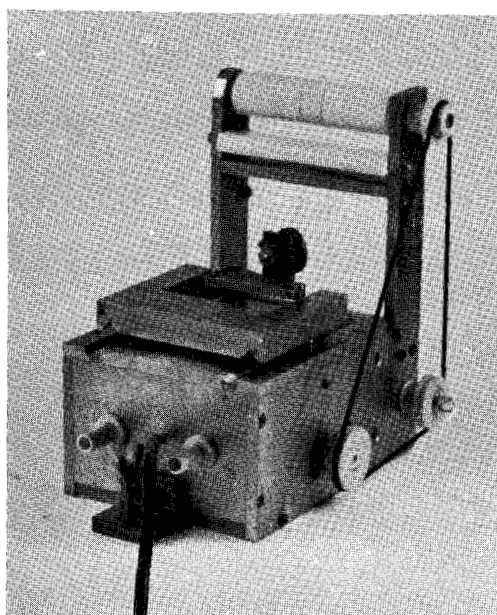


Figure 5 - 3 : Scie chimique continue

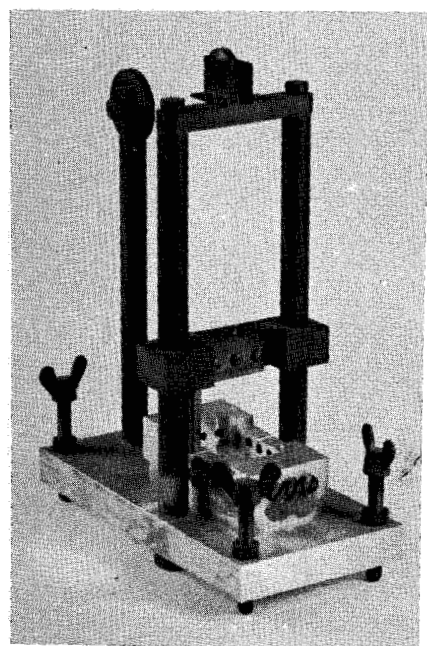


Figure 5 - 4 : Guillotine

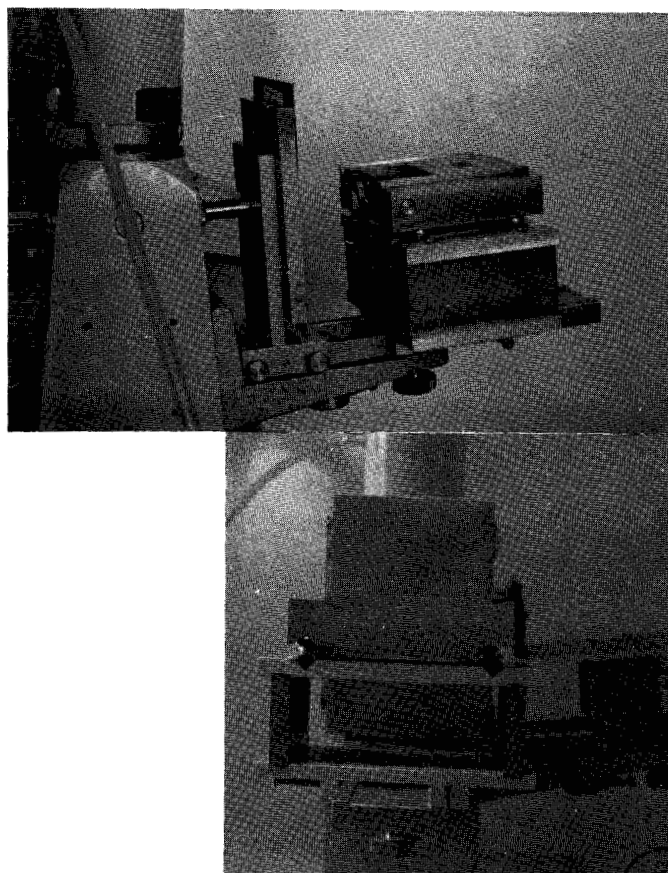


Figure 5 - 5 : Adaptation des chariots sur la chambre de Laue permettant le double Laue.

MS  
LILLE



On a proposé divers agents chimiques pour polir le tellure. Ce sont tous des milieux acides et oxydants. STOKES, LI et JOHNSTON [49] utilisaient le mélange

H <sub>2</sub> O	3 parts	
Cr O <sub>3</sub>	1 part	(température ambiante)
HCl conc.	1 part	

pour polir et le mélange

H <sub>2</sub> O	1 part	
Cr O <sub>3</sub>	1 part	(température ambiante)

pour leur scie chimique à fil d'acier inoxydable.

D'autre part KOLB et LAUDISE [77] préconisent

H <sub>2</sub> O	1 part	(température ambiante)
H <sub>2</sub> S O <sub>4</sub> conc.	1 part	

tandis que d'autres auteurs [85] utilisent H<sub>2</sub>S O<sub>4</sub> concentré à 150 à 200° C ou H N O<sub>3</sub> pur à 150° [86].

Nous avons pour notre part utilisé tant pour scier que pour polir le mélange

Solution n° 1	H <sub>2</sub> O	2 parts	
	Cr O <sub>3</sub>	1 part	(température ambiante)
	HCl conc.	1 part	

ou plus récemment

Solution n° 2	H <sub>2</sub> O	3 parts	
	Cr O <sub>3</sub>	1 part	(température ambiante)
	HF à 40 %	1 part	

La solution n° 1 forme rapidement une couche visqueuse marron sur la surface à polir. L'attaque ralentit beaucoup et donne un très beau poli ; cependant l'acide chlorhydrique étant très volatil, la composition de la solution évolue dans le temps tandis que les divers objets métalliques environnants sont lentement attaqués par les vapeurs de HCl.

La solution n° 2 ne forme pas de couche visqueuse, sa vitesse d'attaque est donc plus grande (15 μ / minute environ si l'on agite constamment). En outre, elle attaque le verre à cause de la présence de l'acide fluorhydrique. Elle est beaucoup plus stable mais doit être conservée dans des récipients de polyéthylène.

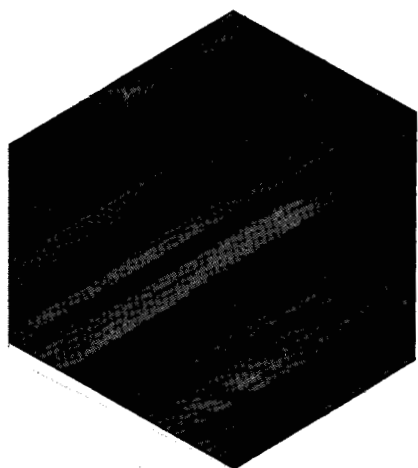


Figure 5 - 6 : Face sciée à la scie alternative  
( x 3 )

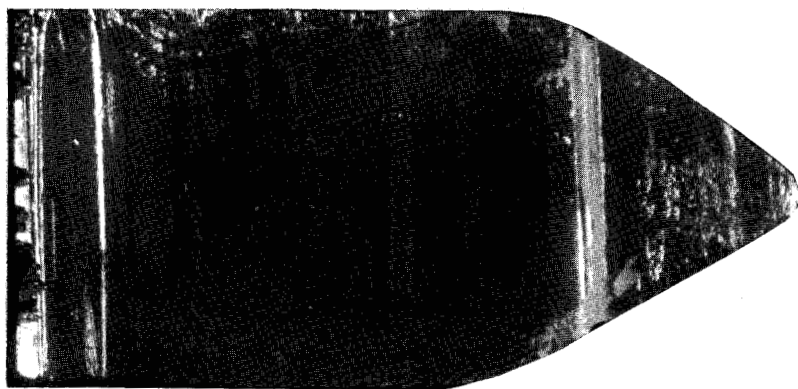


Figure 5 - 7 : Face sciée à la scie continue ( x 5 )



Figure 5 - 8 : Face clivée ( x 5 )



Figure 5 - 9 : Face polie, on voit la trame imprimée par  
la bande ( x 12 )

015  
LILLE

Le fil de la scie chimique et la bande de la polisseuse sont en tergal, matière qui résiste bien aux deux solutions chimiques.

Notons finalement que la scie à mouvement alternatif donne une surface de coupe ondulée tandis que la scie continue donne une surface assez plane et douce. La bande de la polisseuse imprime légèrement sa trame sur la surface à polir. On y remédie partiellement grâce au mouvement de rotation de l'échantillon, et on termine la surface en immergeant complètement l'échantillon dans la solution de polissage, les autres faces étant protégées par une fine couche de vacoplast dissout dans du trichloréthylène. On obtient ainsi des surfaces parfaitement polies (ondulations inférieures à  $1 \mu$ ) et planes (écart à la planéité de l'ordre de  $10 \mu$  pour une surface de  $1 \text{ cm}^2$  - notamment aux bords de l'échantillon).

Enfin, en modifiant la plaquette frontale de la polisseuse, on peut usiner des pièces de divers profils. Nous avons ainsi réalisé quelques éprouvettes de traction ayant des têtes de fixation plus grosses que le corps.

### 5 - 3 RECUIT

L'usinage chimique introduit un minimum de défauts, cependant il peut être nécessaire de le faire suivre d'un recuit. Nous utilisons les conditions de recuit suivantes : température  $370^\circ \text{C}$  ( $0,9 T_F$  environ), durée 70 H sous atmosphère d'hydrogène ou d'argon purifié, retour à la température ambiante en 20 heures. Il semble que le recuit anihile un certain nombre de dislocations et favorise l'apparition de sous-joints [87]. Une étude systématique préciserait sans doute les conditions optima.

VI - OBSERVATION DES DISLOCATIONS PAR  
FIGURES D'ATTAQUE

---

6 - 1 GENERALITES

Il existe un certain nombre d'articles traitant des figures d'attaque sur le tellure [49 , 88 à 93] et préconisant divers bains d'attaque qui sont résumés dans le tableau suivant. Les auteurs font des remarques souvent contradictoires sur les configurations et densités de puits révélés. Cependant aucun d'entre eux ne s'est attaché à vérifier que ces bains révèlent effectivement des dislocations. D'autre part toutes ces observations ont été généralement faites sur des faces clivées sans pouvoir évaluer clairement les dégâts provoqués par le clivage.

- Tableau des bains d'attaque -

Bain	Composition	Température d'utilisation	Références
A	HF à 40 %    3 parts	ambiante	[49] , [81] , [88] , [89]
	HNO <sub>3</sub> conc.    5 parts	5° C	[90]
B	HNO <sub>3</sub> conc.	ambiante	[89]
		150° C	[86]
C	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> conc.	150 à 160° C	[81] , [90] , [91] , [92] , [93]
D	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 49 g	90 à 100°	[89]
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 cm <sup>3</sup>		[81]
	CrO <sub>3</sub> 5 g		
E	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 85 g	150 à 160°	[81] , [89]
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2 cm <sup>3</sup>		
	CrO <sub>3</sub> 4,4 g		
F	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 250 g	150°	[94]
	CrO <sub>3</sub> 5 g		

Notre méthode de taille et de polissage nous a permis de reprendre cette étude et de l'étendre à toutes les faces cristallographiques. Nous avons ainsi mis au point un bain d'attaque qui révèle effectivement toutes les dislocations (bain F du tableau) et nous avons pu également révéler sélectivement les dislocations fraîches à l'aide du bain E. Cette situation nous a permis de préciser un certain nombre de problèmes (mise en évidence des systèmes de glissement, mouvement des dislocations individuelles .....).

Nous étudions dans le paragraphe 6 - 2 les différents bains cités dans le tableau 1. On essaie d'évaluer dans le paragraphe 6 - 3 l'importance des dégâts provoqués par le clivage. Les paragraphes 6 - 4 et 6 - 5 sont respectivement consacrés à l'étude des mouvements des dislocations individuelles et à la mise en évidence des systèmes de glissement. L'ensemble des résultats est discuté dans le paragraphe 6 - 6.

## 6 - 2 COMPARAISON DES DIVERS BAINS D'ATTAQUE

Nous avons étudié l'action des bains sur des cristaux de tellure de diverses origines :

- cristaux **W** fournis par la firme Wacker - Chemie G.M.B.H.
- cristaux **C** fournis par le C.N.E.T.
- cristaux **T** fournis par l' E.N.S.
- cristaux **L** élaborés dans notre laboratoire.

Les deux premiers sont obtenus par la méthode de Czochralski, les deux autres par une méthode de Bridgman modifiée.

### BAIN A

Le bain **A** fréquemment utilisé pour les semi-conducteurs [95 à 97] est parfois appelé  $CP_4$ . Il réagit très fortement avec le tellure à température ambiante et dépolit rapidement la surface de sorte que l'on ne peut affirmer s'il s'agit d'attaques spécifiques ou d'une corrosion générale de la surface. Cette opinion est partagée par BLUM [89] et par BLAKEMORE et als [90]. La figure 6 - 1 illustre l'action de ce bain.

### BAIN B

Le bain **B** produit sensiblement les mêmes effets que le bain **A**, mais laisse en outre un dépôt noir sur la surface qui n'est plus observable. Ces deux bains nous semblent donc inutilisables pour caractériser des dislocations malgré leur température d'utilisation très pratique (température ambiante).

### BAIN C

Le bain **C** révèle effectivement des dislocations, mais uniquement sur les plans prismatiques. En outre, les conditions d'attaque varient énormément d'un échantillon à l'autre. Sa température d'utilisation est assez critique et il est probable que la pureté de l'acide sulfurique joue un rôle important (notamment sa teneur en eau). HERRMANN [92] d'une part et BLAKEMORE, SCHULTZ et NOMURA [90] d'autre part, ont observé des puits de formes symétriques sur des échantillons différents. Ils estiment qu'il s'agit de dextro et de levo tellure mais il ne semble pas que l'on ait jamais observé ces deux formes de puits sur un même échantillon qui présenterait une macule prismatique. La diffé-

renciation entre levo et dextro tellure par la forme des puits d'attaque a récemment été confirmée par des mesures de R.M.N. [93]. Les densités de dislocations observées à l'aide du bain C sont assez variables. Elles peuvent atteindre  $10^7$  d /  $\text{cm}^2$  mais ne sont jamais inférieures à  $10^4$  d /  $\text{cm}^2$ . Les puits ont une forme assez complexe qui a été décrite en détail par BLAKEMORE et als [90] (figure 6 - 2).

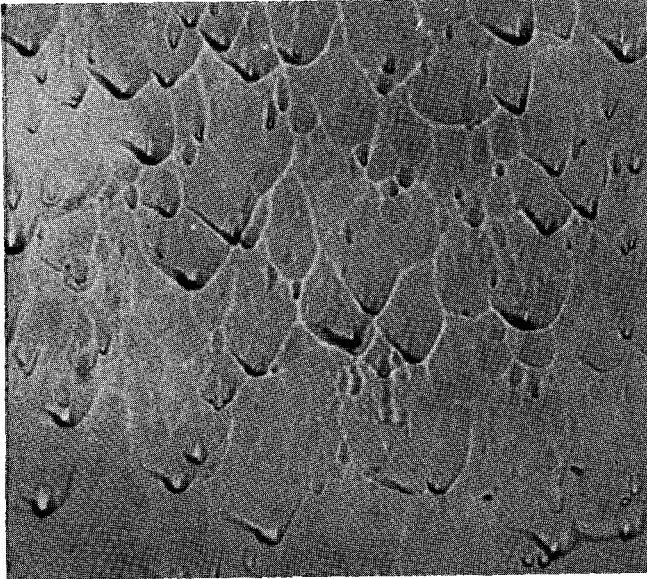


Figure 6 - 1 : Figures d'attaques révélées par le bain A sur un plan  $(10\bar{1}0)$ , température  $20^\circ\text{C}$ , durée d'attaque  $30''$ , échantillon W. ( $\times 1300$ )

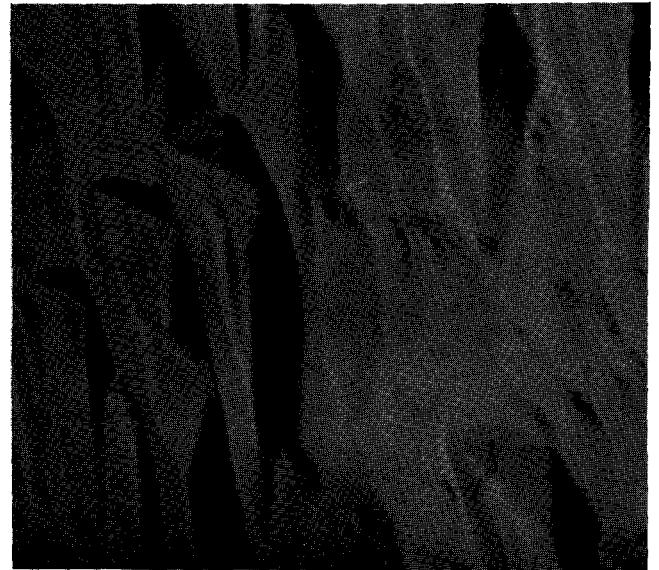


Figure 6 - 2 : Figures d'attaque révélées par le bain C sur un plan  $(10\bar{1}0)$ , température  $160^\circ$ , durée d'attaque  $30''$ , échantillon T, densité de dislocations  $\sim 10^6$  d /  $\text{cm}^2$ . ( $\times 1400$ )

Nos propres observations nous ont confirmé que le bain C révèle effectivement des dislocations fraîches et anciennes. On peut en particulier observer des sous-joints (figure 6 - 3) ainsi que des systèmes de glissement (figure 6 - 4) sur des échantillons légèrement déformés, la densité de dislocation augmentant alors jusqu'à  $10^9$  d /  $\text{cm}^2$ .



Figure 6 - 3 : Figures d'attaque révélées par le bain C sur une face clivée, température  $160^\circ\text{C}$ , durée d'attaque  $40''$ , échantillon L, densité de dislocations  $\sim 10^7$  d /  $\text{cm}^2$ . Noter le sous-joint. ( $\times 200$ )

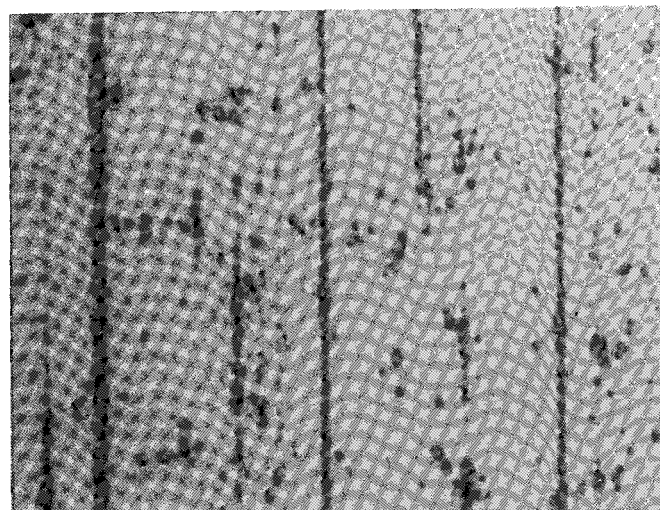


Figure 6 - 4 : Figures d'attaque révélées par le bain C sur un plan  $(10\bar{1}0)$  après une légère déformation, température  $160^\circ$ , durée d'attaque  $5''$ , échantillon T. Densité de dislocations  $\sim 10^9$  d /  $\text{cm}^2$ . ( $\times 2500$ )

Le bain **D** donne des résultats tout à fait semblables à ceux du bain **E**, par contre **D** est instable à froid du fait de la précipitation de l'anhydride chromique. Nous ne l'avons donc pas utilisé par la suite.

### BAIN E

Le bain **E** utilisé dans des conditions légèrement différentes de celles préconisées par **BLUM** [89] donne des résultats bien reproductibles. Nous utilisons les conditions suivantes [81] : attaque de 3 secondes à 110° C environ. Ce bain ne dépolit pas la surface et fait apparaître des puits de formes géométriques simples sur les plans cristallographiques de haute symétrie; hexagones sur (0001) (figure 6 - 5), rectangles sur (10 $\bar{1}$ 0) (figure 6 - 6), losanges sur (11 $\bar{2}$ 0) (figure 6 - 7). Ce bain attaque toutes les faces avec la même vitesse.

De nombreuses manipulations nous ont convaincus que ce bain, utilisé dans les conditions citées, révèle bien des dislocations mais seulement les dislocations fraîches. En effet, la densité de puits observée sur des échantillons manipulés proprement est considérablement plus faible que celle révélée par le bain **C**. En outre cette densité peut être localement élevée autour des rayures de la surface dues à des pincés par exemple (figure 6 - 8). Cette situation est avantageuse pour étudier un certain nombre de phénomènes car les clichés sont bien lisibles. On peut d'ailleurs révéler les dislocations anciennes en augmentant la durée de l'attaque (figure 6 - 9), mais les puits correspondant aux dislocations fraîches sont alors très gros et détruisent le poli de la surface.

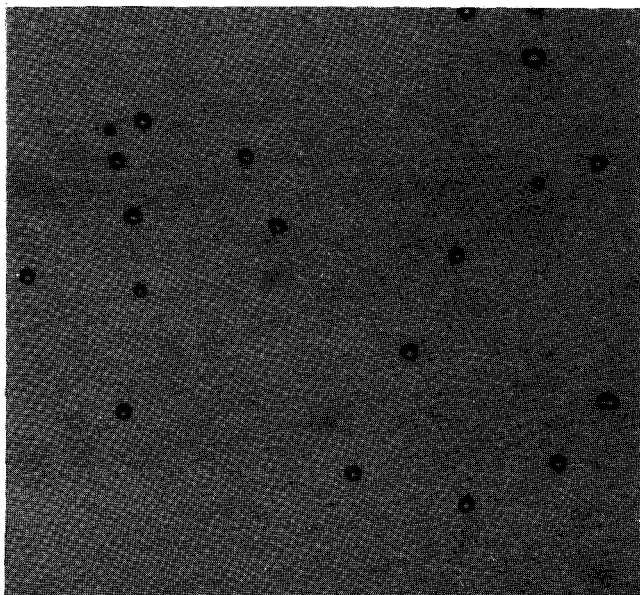


Figure 6 - 5 : Figures d'attaque révélées sur un plan (0001) par le bain **E**, température 100°, durée d'attaque 3'', échantillon **W**, densité de dislocations 10<sup>3</sup> d / cm<sup>2</sup>. ( x 900 )

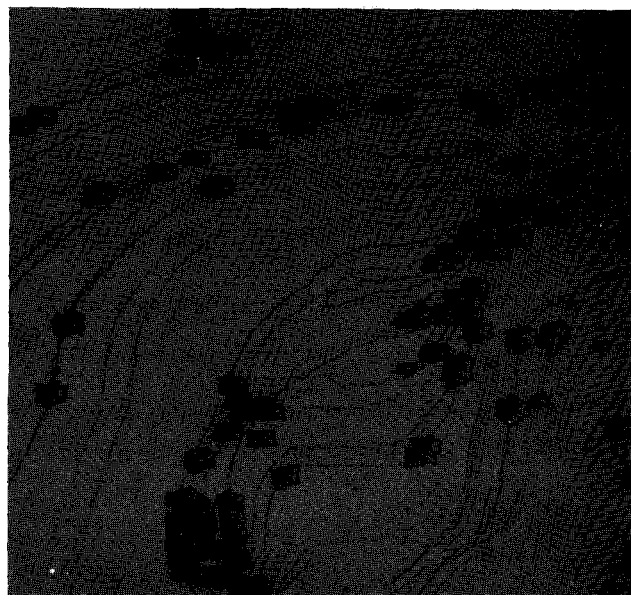


Figure 6 - 6 : Figures d'attaque révélées sur un plan (10 $\bar{1}$ 0) (face clivée) par le bain **E**, température 100°, durée d'attaque 3'', échantillon **T**, densité de dislocations ~ 10<sup>2</sup> d / cm<sup>2</sup>. ( x 100 )

### BAIN F

C'est pour remédier à cette situation que nous avons mis au point le bain **F**. Une étude systématique de l'influence de chaque constituant du bain **E** nous a conduit aux résultats suivants :

- H<sub>2</sub> S O<sub>4</sub> semble ne jouer aucun rôle aux températures inférieures à 150° C.
- H<sub>3</sub> P O<sub>4</sub> joue seulement le rôle de solvant pour Cr O<sub>3</sub> (et il assure l'acidité du milieu).

- La concentration en  $\text{Cr O}_3$  détermine la température et la durée de l'attaque. Plus la concentration est faible, plus la température doit être élevée.
- Une forte concentration en  $\text{Cr O}_3$  à température élevée attaque toute la surface de façon plus ou moins uniforme, mais ne révèle plus de dislocations.

Nous avons finalement adopté la composition du bain  $F$  donnée dans le tableau de la page 29 . La durée de l'attaque varie de 8 à 12 secondes suivant la face étudiée pour une température d'utilisation de  $150^\circ \text{C}$ .

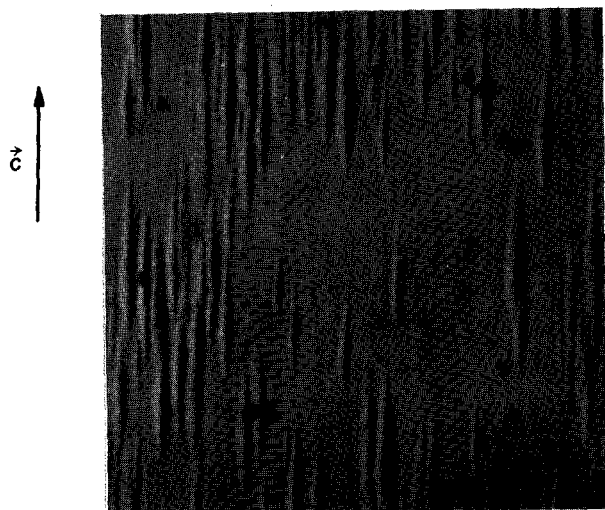


Figure 6 - 7 : Figures d'attaque révélées sur un plan  $(11\bar{2}0)$  par le bain  $E$ , température  $110^\circ$ , durée d'attaque 5'', échantillon  $W$ , légèrement déformé, densité de dislocations  $\sim 10^7 \text{ d / cm}^2$ . (  $\times 2500$  )



Figure 6 - 8 : Surface griffée, le bain  $E$  révèle les dislocations fraîches sur un plan  $(0001)$  échantillon  $W$ , température  $110^\circ$ , attaque 4'', densité de dislocations locale  $10^6 \text{ d / cm}^2$ . (  $\times 200$  )

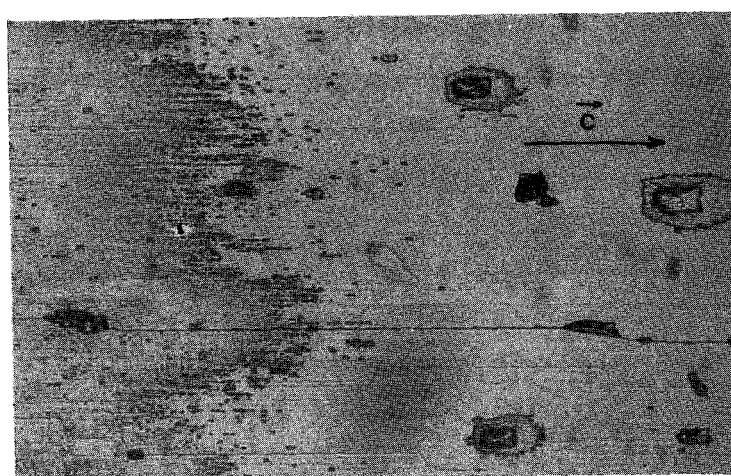


Figure 6 - 9 : Face clivée attaquée au bain  $E$ ; température  $110^\circ$ , durée d'attaque variant de 3 à 120'' de droite à gauche. Les dislocations anciennes apparaissent mais les dislocations fraîches forment de très gros puits. (  $\times 120$  )



La faible concentration en  $\text{Cr O}_3$  de ce bain interdit sa réutilisation après une attaque. D'autre part la solution a tendance à dismuter à chaud, notamment au contact de produits organiques ; la solution vire au vert. Il faut donc nettoyer les récipients et l'échantillon très soigneusement avec de l'eau.

Enfin la surface à observer doit être parfaitement polie car le bain **F** (comme le bain **E**) attaque les aspérités de la surface (figure 6 - 10).

Si l'on tient compte de toutes ces remarques, on obtient de très bons résultats bien reproductibles. Ce bain nous a permis de vérifier que les cristaux **C** qui ont subi un recuit prolongé contiennent peu de dislocations (densité  $\sim 10^4$  d /  $\text{cm}^2$ , figure 6 - 11), mais toute manipulation du cristal avec des pinces fait croître la densité de dislocations de façon considérable (figures 6 - 12 et 6 - 13).

D'autre part, nous avons pu constater également que les cristaux **L** obtenus par la méthode de Bridgman contiennent un très grand nombre de dislocations et présentent des désorientations de quelques degrés bien observables par figures d'attaque (figure 6 - 14).

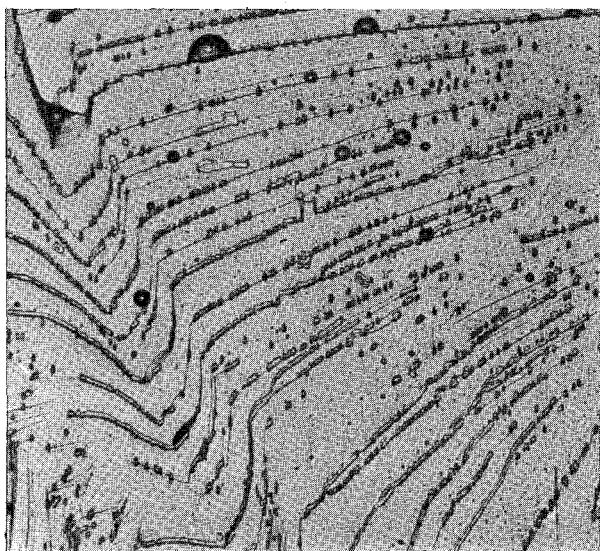


Figure 6 - 10 : Attaque au bain **F** d'une face clivée ;  
le bain révèle bien les dislocations  
(petits puits) mais il attaque aussi les  
marches de clivage (gros puits).  
attaque de 12'' à 150° ; échantillon **W**.  
( x 120 )

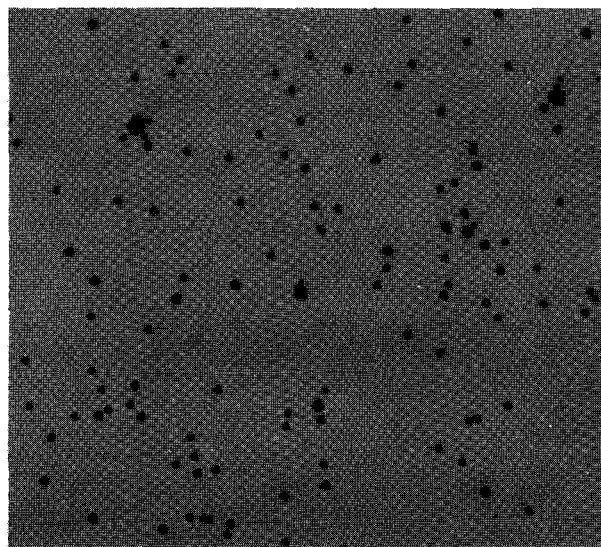


Figure 6 - 11 : Echantillon **C** recuit, plan (0001) ;  
attaque au bain **F** , 8'' à 150° ;  
il s'agit de dislocations anciennes,  
densité  $\sim 10^4$  d /  $\text{cm}^2$ . ( x 160 )

Par contre le bain F, tout comme le bain E, présente l'inconvénient de ne fonctionner qu'à température élevée ( $150^{\circ}\text{C}$ ) sans que l'on puisse dire quelle est l'influence exacte du chauffage puis du refroidissement de l'échantillon.

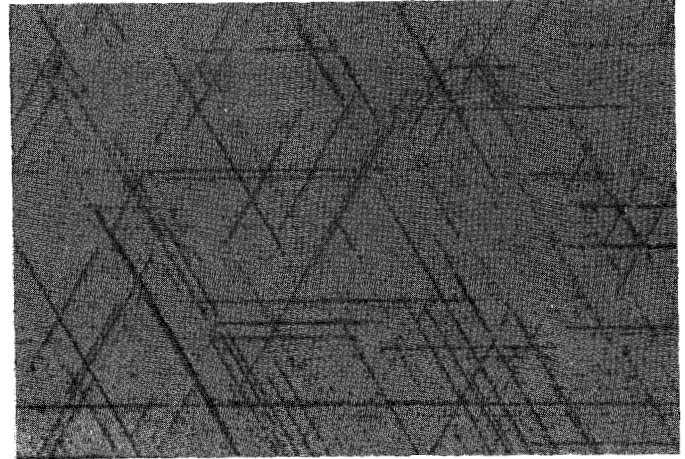
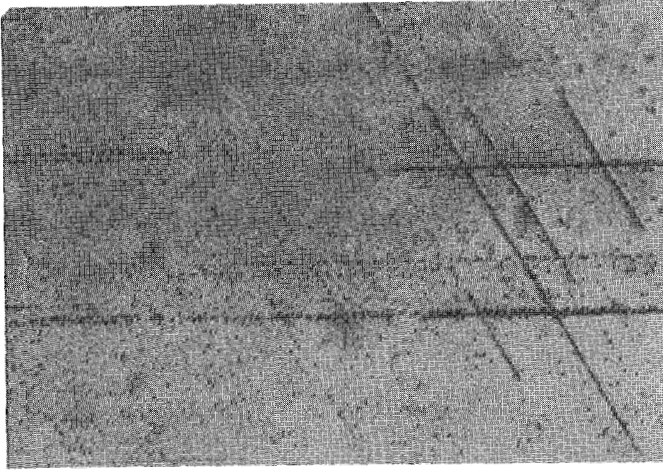


Figure 6 - 12 : Echantillon C recuit ; légèrement serré dans des pinces, attaque au bain F 6'' à  $150^{\circ}\text{C}$ . face (0001). ( x 640 )

Figure 6 - 13 : Echantillon C recuit ; serré dans des pinces. Près du point de contact, la densité de dislocations vaut  $10^8\text{ d / cm}^2$ . Bain F, 6'' à  $150^{\circ}\text{C}$ . face (0001). ( x 500 )



Figure 6 - 14 : Echantillon L obtenu par la méthode de Bridgman ; bien que manipulé avec un très grand soin l'échantillon contient une grande densité de dislocations et des désorientations de quelques degrés ; attaque au bain F, 12'' à  $150^{\circ}\text{C}$  ; face (10 $\bar{1}0$ ). ( x 320 )

### 6 - 3 ETUDE DU CLIVAGE

LOVELL et Als [88] estimaient que le clivage n'introduisait pas de défauts de façon appréciable, tandis que STOKES LI et JOHNSTON [49] trouvent que les dégâts s'étendent sur une profondeur de  $50 \mu$  au moins. Nous avons pour notre part [81] observé des dégâts jusqu'à  $500 \mu$  de profondeur. Il est probable que ces divergences sont dues en partie à la manière dont est fait le clivage mais également aux méthodes d'observation de ces dégâts. Nous avons fait nos observations sur une face perpendiculaire au plan de clivage (un plan de base en l'occurrence). L'attaque au bain E révèle que des dislocations fraîches pénètrent dans le cristal jusqu'à une profondeur pouvant atteindre  $500 \mu$  (figure 6 - 15). Cette méthode est plus pertinente que celle de LOVELL ou de STOKES qui consistait à évaluer la densité de dislocations à diverses profondeurs, alternant attaques et dissolution de fines tranches de cristal. Ces observations nous ont clairement indiqué que le clivage est à prohiber comme moyen d'usinage.

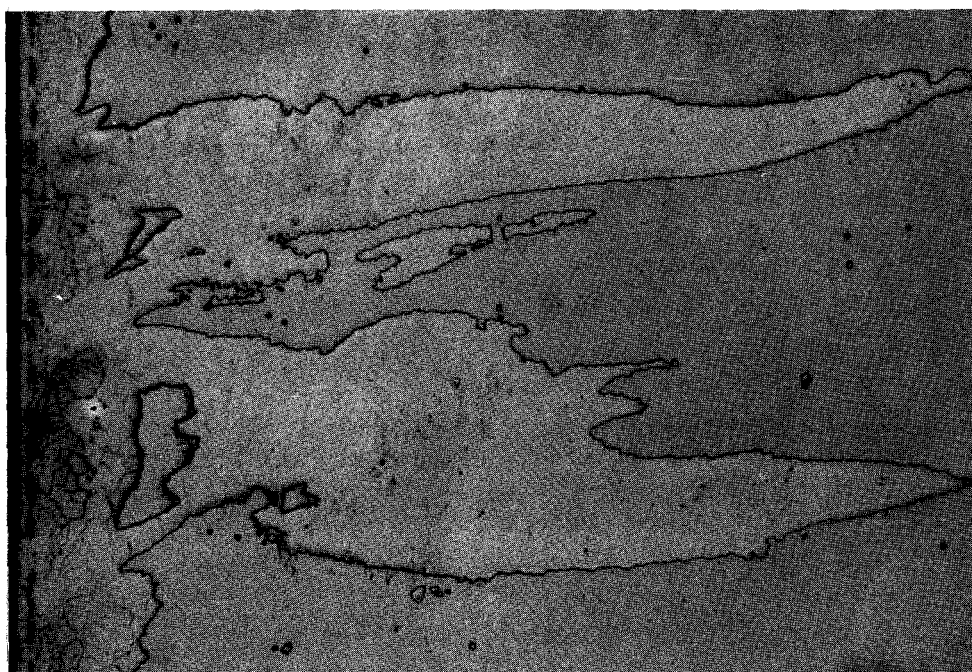


Figure 6 - 15 : Dégâts dus au clivage étudiés sur un plan de base. On remarque sur la partie gauche la trace du plan de clivage.

Les dégâts peuvent affecter une profondeur de  $500 \mu$ .

Echantillon W, Bain E, température  $110^\circ$ , Durée d'attaque 3". ( x 240 )

Nous n'avons pas pu étudier la répartition des dislocations fraîches sur la face clivée elle-même. En effet, on a vu que le bain E attaquait les aspérités de la surface, notamment les marches de clivage, de sorte que l'on ne peut pas non plus étudier facilement les coïncidences de deux faces clivées, comme le montre la figure 6 - 16 : il y a bien coïncidence de puits créés par le bain E, mais ces puits décorent les inégalités de la surface plutôt que des dislocations.

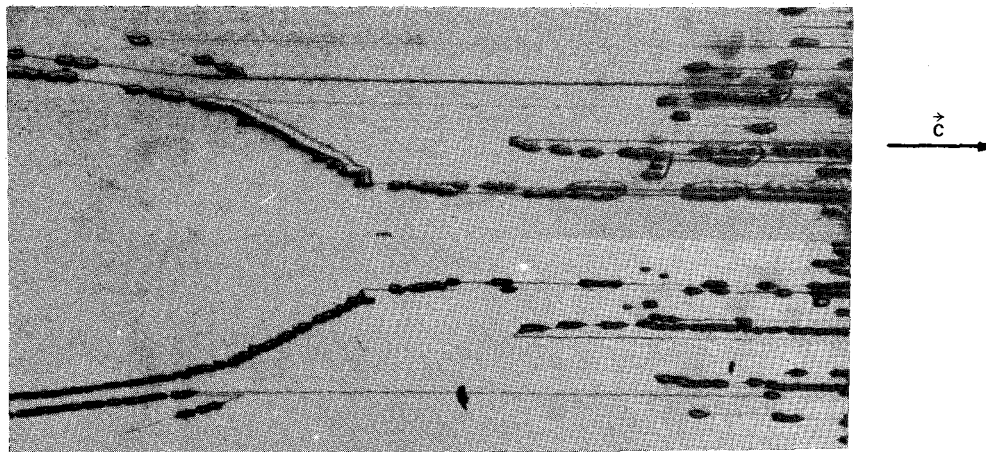


Figure 6 - 16 : Coïncidence des deux faces d'un clivage. Il y a bien correspondance des puits, mais ceux-ci répartis sur les marches de clivage ne correspondent pas à des dislocations. ( x 180 )

#### 6 - 4 MOUVEMENT DES DISLOCATIONS

On peut suivre le mouvement des dislocations en faisant deux attaques successives ; on produit le mouvement en appliquant une contrainte entre les deux attaques. Il suffit de contraintes extrêmement faibles de l'ordre de quelques grammes par millimètre carré. La difficulté de l'opération consiste plutôt à ne pas provoquer trop de perturbations pendant la manipulation. Pour faciliter les observations, on a révélé seulement les dislocations fraîches en utilisant le bain E .

La figure 6 - 17 représente une plage sur laquelle les dislocations n'ont pas bougé ; les nouveaux puits plus petits sont superposés aux anciens. Sur la figure 6 - 18 les dislocations se sont déplacées de  $10 \mu$  environ. Cette distance est considérablement plus petite que celles que l'on peut observer par méthode de Lang où l'on voit certaines dislocations qui ont parcouru  $700 \mu$  environ [87 , 98]. Ceci est dû au fait que les cristaux étudiés en Lang contiennent peu de dislocations ( $10^4$  d /  $\text{cm}^2$  environ) alors que les échantillons étudiés par figures d'attaque ont des densités plus élevées de l'ordre de  $10^6$  d /  $\text{cm}^2$  .

Enfin, la figure 6 - 19 représente les mouvements d'un groupe de dislocations sous l'action de deux contraintes de compression perpendiculaires appliquées successivement. Ces contraintes ne sollicitent que les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{a}$ . La dislocation 1 qui ne bouge pas est donc vraisemblablement une dislocation  $\vec{c}$ . Le mouvement des autres dislocations est de  $10 \mu$  environ.

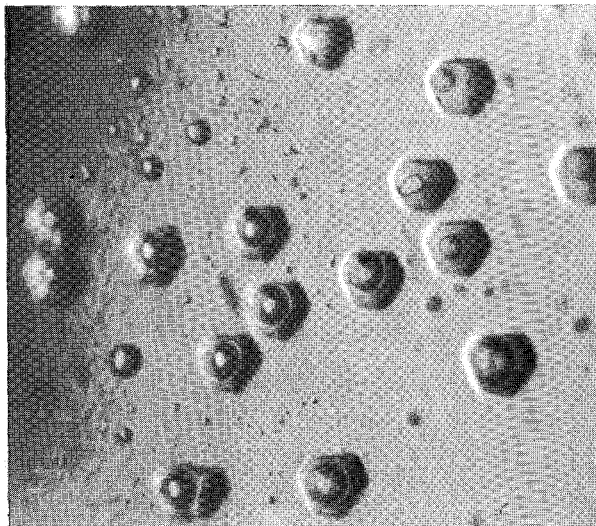


Figure 6 - 17 : Double attaque avec le bain E. Les dislocations n'ont pas bougé ; plan (0001), échantillon W, température  $100^\circ$ , durée d'attaque 3'' et 3'' . ( x 1000 )

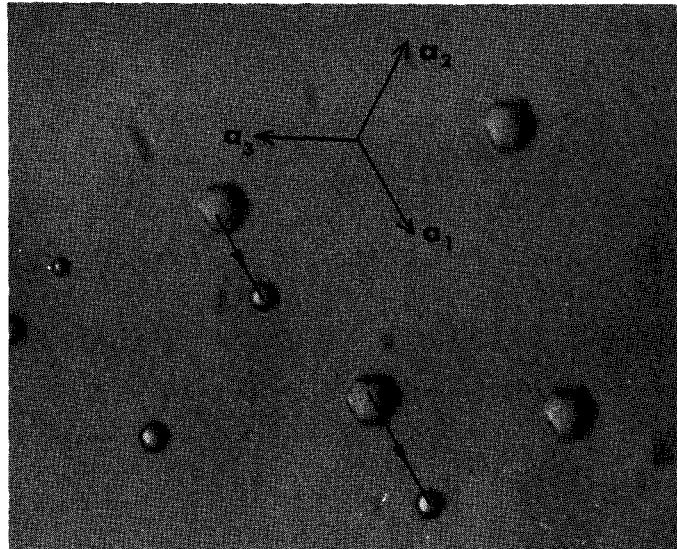
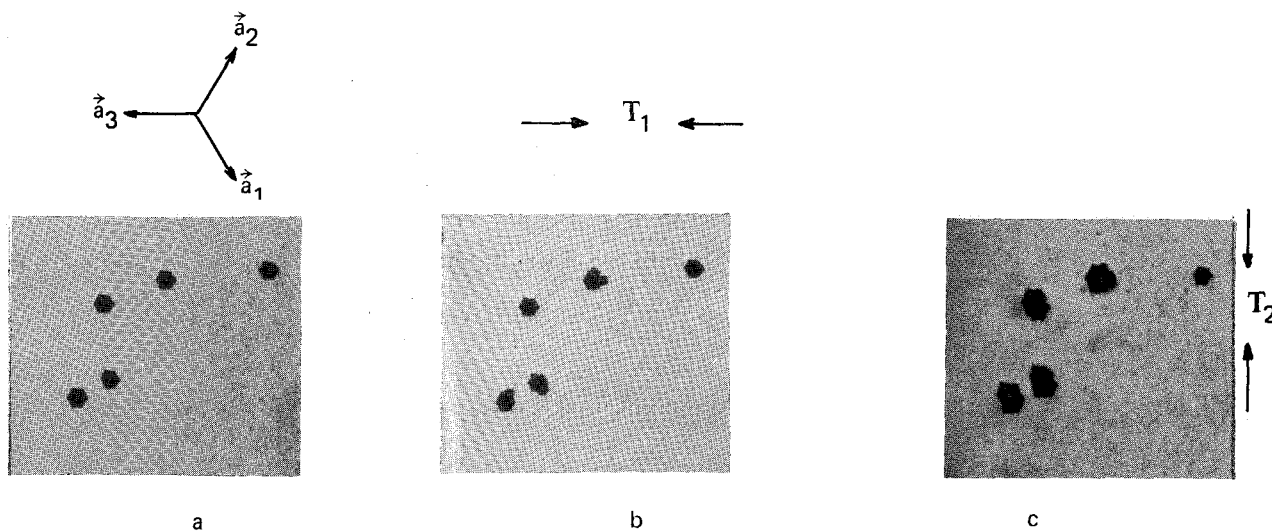


Figure 6 - 18 : Double attaque avec le bain E. Les dislocations ont bougé sous l'action d'une contrainte légère appliquée pendant 10'', plan (0001), échantillon W. Température  $105^\circ$ , Durée d'attaque 3'' et 3'' . ( x 1300 )



- Figure 6 - 19 :

- a). première attaque
- b). deuxième attaque après application d'une contrainte  $T_1 // [11\bar{2}0]$
- c). troisième attaque après application d'une contrainte  $T_2 // [1\bar{1}00]$

Echantillon W, plan de base, attaques 2'' à  $110^\circ$  C.

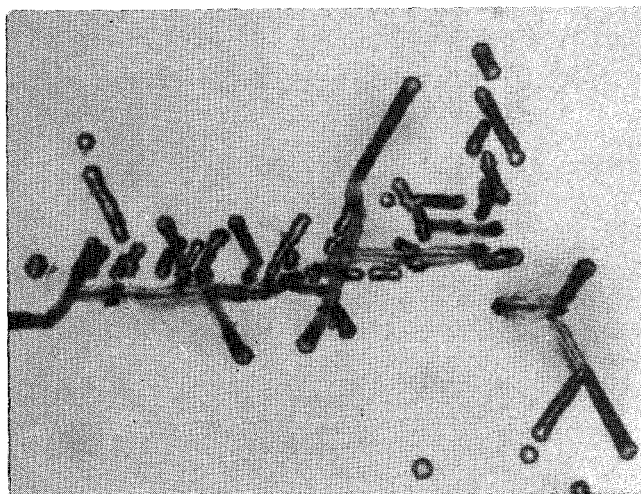
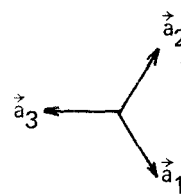
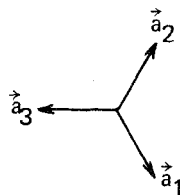
On remarque que la dislocation 1 ne bouge jamais ; les dislocations 2, 4 et 5 sont mobiles sous l'action de  $T_1$ , tandis que la dislocation 3 ne bouge que sous l'action de  $T_2$ . ( x 250 )



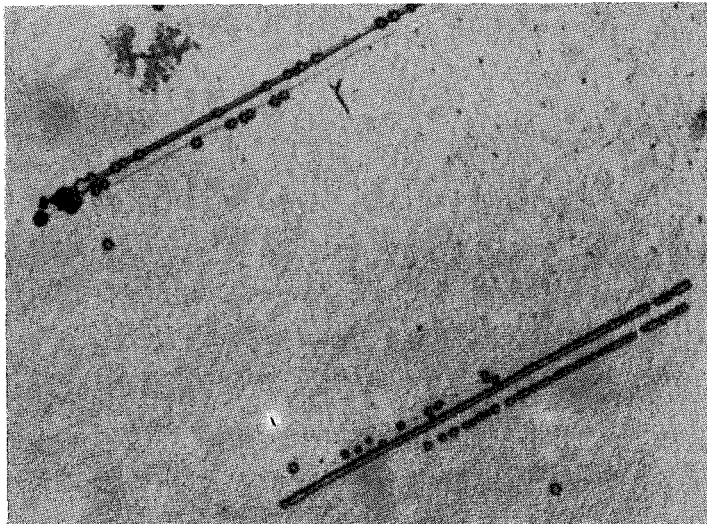
## 6 - 5 DETERMINATION DES SYSTEMES DE GLISSEMENT

On les détermine en observant des figures de rosettes. On obtient essentiellement des glissements dans les plans prismatiques de première espèce  $\{10\bar{1}0\}$  et exceptionnellement de seconde espèce  $\{11\bar{2}0\}$ . Du point de vue expérimental on a utilisé la méthode de GILMAN et JOHNSTON [99] qui consiste à faire rouler une bille d'acier bien polie sur la surface étudiée. La figure 6 - 20 met en évidence les glissements dans  $\{10\bar{1}0\}$  tandis que la figure 6 - 21 montre du glissement dans  $\{11\bar{2}0\}$ . Dans ce dernier cas les quelques lignes de glissement très fines prouvent que ce sont des dislocations  $\vec{c}$  qui ont glissé. On a d'ailleurs pu activer une source de dislocations  $\vec{c}$  dans  $\{11\bar{2}0\}$  (figure 6 - 22).

Ces résultats sont confirmés par l'étude d'un échantillon déformé de façon homogène. Les lignes de glissement et les figures d'attaque sur les plans  $\{10\bar{1}0\}$  montrent que le glissement s'effectue toujours sur des plans prismatiques. Les topographies de Lang indiquent également que les plans de glissement sont  $\{10\bar{1}0\}$  et exceptionnellement  $\{11\bar{2}0\}$  [87, 98]. Nous n'avons jamais observé de glissement dévié, tout au moins à température ambiante.



**Figure 6 - 20 :** Dislocations fraîches et systèmes de glissement activés par une bille d'acier roulant sur la surface. Echantillon W, bain E, attaque 3'', à 110° C. face (0001). ( x 900 )



**Figure 6 - 21 :** Système de glissement  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ,  $\{11\bar{2}0\}$  révélé par figures d'attaque après le passage d'une bille. Echantillon W, bain E, attaque 3'' à 110° C, face (0001). ( x 250 )

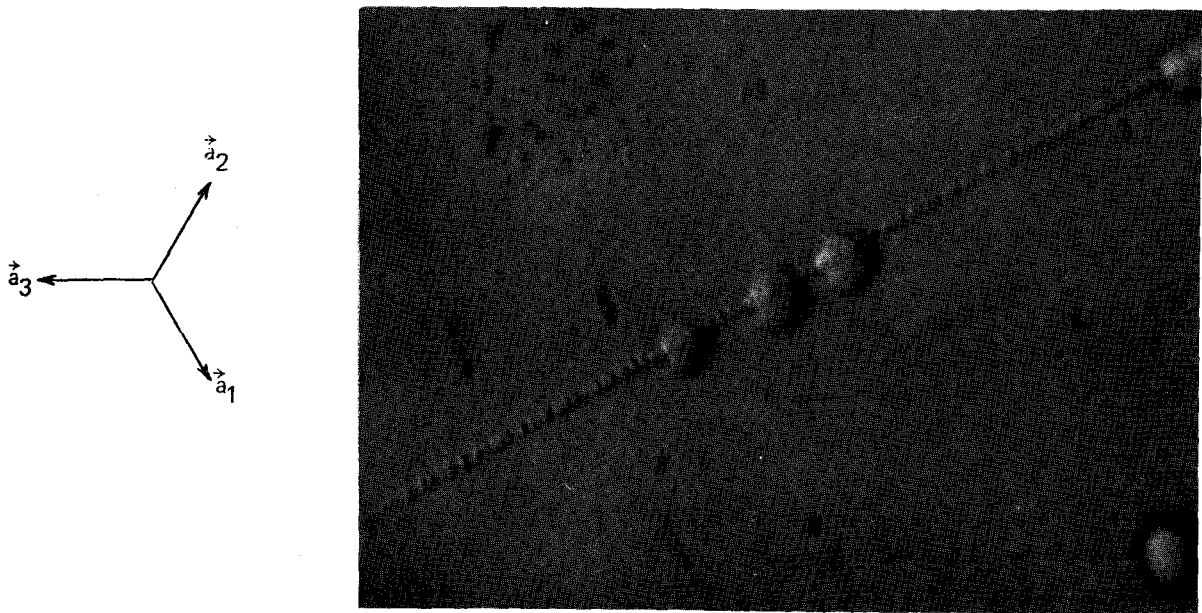


Figure 6 - 22 : Double attaque au bain E révélant une source qui a fonctionné dans un plan  $(11\bar{2}0)$ . Echantillon W, attaque  $110^\circ \text{C}$ , 3'' et 2'' , face (0001). ( x 2400 )

## 6 - 6 CONCLUSION

Nous disposons maintenant d'une bonne technique de figures d'attaque reproductible et révélant aussi bien les dislocations fraîches que les dislocations anciennes sur n'importe quel plan cristallographique. Cette technique nous a permis d'établir sans ambiguïté les résultats suivants :

- Le clivage à la température ambiante introduit des dégâts importants sur une profondeur de 100 à  $500 \mu$ .
- Les bons monocristaux ont une densité de dislocations de l'ordre de  $10^6 \text{ d / cm}^2$ . Par recuit on peut la faire décroître jusqu'à  $10^4 \text{ d / cm}^2$ .
- Les plans de glissement sont les plans prismatiques de première espèce  $\{10\bar{1}0\}$  ou plus rarement de seconde espèce  $\{11\bar{2}0\}$ . Dans ce dernier cas ce sont les dislocations  $\vec{c}$  qui sont glissiles. Ces résultats confirment parfaitement la description du tellure basée sur deux types de liaisons différentes. Ils sont également en accord avec les calculs d'énergie effectués au chapitre IV.
- On n'observe jamais de glissement dévié.

Par contre la méthode souffre de ne pouvoir être employée qu'à chaud ( $150^\circ \text{C}$ ) sans que l'on puisse savoir quelle est l'influence exacte du chauffage et du refroidissement de l'échantillon.

## VII - MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

### 7 - 1 GENERALITES

Les publications récentes [100 à 102] relatives à l'observation du tellure en microscopie électronique n'ont pas apporté d'informations sur une méthode de préparation des lames minces, ni d'observations de portée générale.

C'est ainsi que le travail de HORL et WEISS [100] porte sur des échantillons préparés par épitaxie. Ils observent sur des lames prismatiques des alignements de points noirs qu'ils interprètent comme des dislocations vues de bout de vecteur de Burgers  $\frac{1}{3} [1210]$  et de direction  $[10\bar{1}0]$ .

SCHUZ [101] étudie également des lames  $\{10\bar{1}0\}$  d'une centaine d'Angströms d'épaisseur obtenues par vaporisation sous vide. Il s'est intéressé uniquement aux problèmes de double diffraction qui ont également été observés en rayons X [103].

KLEIN et KLEINHENZ [102] enfin ont obtenu des lames minces  $\{10\bar{1}0\}$  par corrosion électrolytique dans une solution binormale de potasse. Leurs échantillons étaient toutefois assez épais et ne permettaient d'observations que par transmission anormale avec le vecteur de diffraction  $\vec{g} = [0003]^*$ . Leurs observations étaient d'autre part compliquées par une forte contamination.

Nous avons repris entièrement le problème et détaillons dans le paragraphe 7 - 2 la technique de préparation des échantillons. Le paragraphe 7 - 3 est consacré aux conditions d'observations assez particulières dans le tellure tandis que l'on étudie dans le paragraphe 7 - 4 le contraste des dislocations, notamment le contraste double des dislocations lorsque  $\vec{g} = [0003]^*$ . Ce contraste est comparé aux profils évalués par la théorie dynamique développée dans l'annexe 5. Le paragraphe 7 - 5 résume les observations effectuées : identification des dislocations à vis, grande stabilité des dislocations parallèles à  $[0001]$ , grande lisibilité des micrographies. On conclut enfin au paragraphe 7 - 6.

### 7 - 2 PREPARATION DES ECHANTILLONS

Nous avons pu réaliser des lames minces de toutes les orientations et d'épaisseur inférieure à 3000 Å par amincissement chimique dans la solution de polissage n° 1 [104, 105]. La formation d'une couche visqueuse ralentit suffisamment l'attaque pour pouvoir contrôler à peu près l'épaisseur des échantillons. On peut en outre les trier de façon assez précise en observant leur vitesse de chute dans un liquide de faible viscosité comme l'acétone par exemple.

Les lames minces sont ensuite collées sur des grilles de cuivre à l'aide de collodion dilué à 1 / 1000 dans de l'acétate d'amyle, ce qui permet une meilleure évacuation de la chaleur provoquée par le faisceau électro-



nique sans nuire à la transparence. Le tellure est en effet mauvais conducteur de la chaleur tandis que sa température de fusion est 452° C. Du fait de sa tension de vapeur élevée, il a tendance à se sublimer sous l'action du faisceau.

### 7 - 3 CONDITIONS D'OBSERVATION

L'intensité diffractée est proportionnelle au carré du facteur de structure  $F_{\vec{g}}$

$$F_{\vec{g}} = f(\theta) \sum_n e^{2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}_n} \quad (1)$$

$f(\theta)$  étant le facteur de diffusion atomique pour les électrons que l'on calcule par la méthode de Thomas - Fermi [106] et la somme est étendue aux trois atomes de la maille cristalline.

Le tableau suivant donne les valeurs de  $|F_{\vec{g}}|^2$  ainsi que celles de la distance d'extinction  $\xi_{\vec{g}}$  pour diverses valeurs de  $\vec{g}$ . On a [107] :

$$\xi_{\vec{g}} = \frac{\pi V \cos \theta}{\lambda |F_{\vec{g}}|} \quad (2)$$

$V$  est le volume de la maille cristalline ( $V = a^2 c \sqrt{3/4}$ ,  $\theta$  l'angle de Bragg et  $\lambda$  la longueur d'onde du rayonnement électronique.

Pour une tension accélératrice de 100 kV, il faut tenir compte de la correction relativiste sur  $m$  la masse de l'électron (qui intervient dans  $f(\theta)$ ) en multipliant les valeurs de  $|F_{\vec{g}}|^2$  du tableau par 1,44 et en divisant celles de  $\xi_{\vec{g}}$  par 1,2.

Les valeurs nominales du tableau ne sont pas très précises ; un calcul d'erreur montre que l'incertitude sur  $\rho$ , le rayon de la chaîne hélicoïdale, entraîne des incertitudes pouvant atteindre 100 % sur  $|F_{\vec{g}}|$  et sur  $\xi_{\vec{g}}$  lorsque le facteur géométrique  $\sum_n e^{2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}_n}$  est petit.

On peut vérifier aisément que ce facteur géométrique est invariant par rapport à une permutation paire des trois premiers indices de  $\vec{g}$  ( $\vec{g} = [hkl]^*$ ) ou à l'inversion ( $\vec{g}$  devenant  $-\vec{g}$ ). Ceci montre que les 24 permutations et changements de signes possibles d'un jeu de 4 indices  $\langle hkil \rangle^*$  conduisent à deux valeurs distinctes au plus pour  $|F_{\vec{g}}|^2$  et  $\xi_{\vec{g}}$ . Si deux des trois premiers indices sont égaux ou si le quatrième est un multiple de 3, on a une valeur unique pour  $|F_{\vec{g}}|^2$  et  $\xi_{\vec{g}}$ .

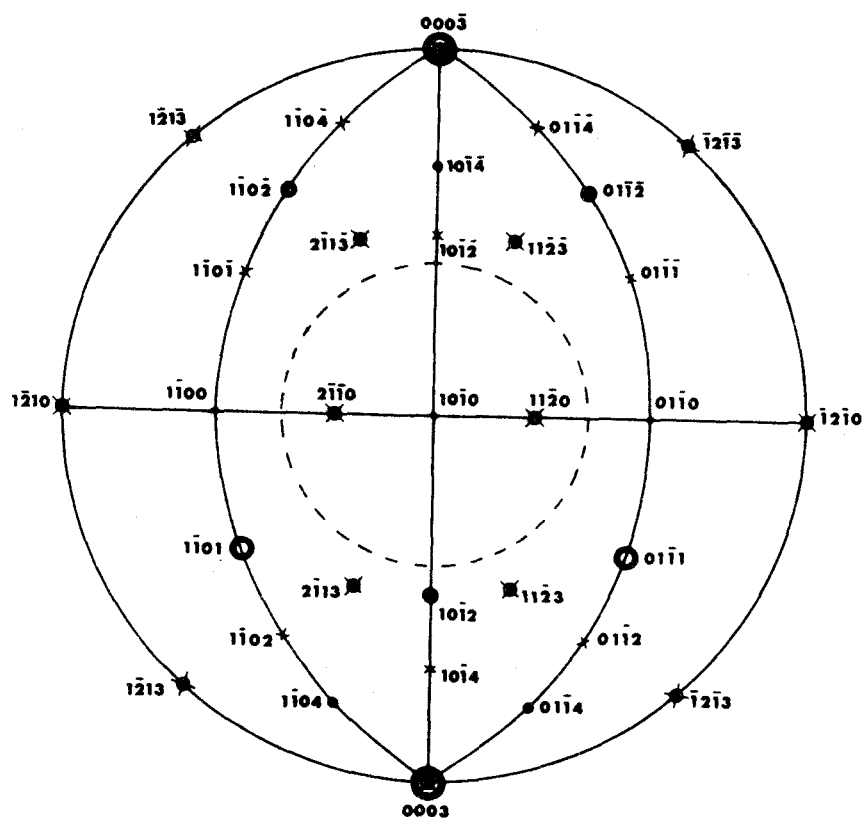
FACTEURS DE STRUCTURE  $|F_g|^2$  ( $\text{\AA}^2$ ) ET DISTANCES D'EXTINCTION  $\xi_g$  ( $\text{\AA}$ )  $\star$ 

$\vec{g} = [hkl]^*$	$ F_g ^2$	$\xi_g$	$\vec{g} = [hkl]^*$	$ F_g ^2$	$\xi_g$	$\vec{g} = [hkl]^*$	$ F_g ^2$	$\xi_g$
{0001}	0		{3031}	10	1400	{2131}	45	640
{0002}	0			50	610		20	1000
{0003}	220	300	{3032}	50	610	{2132}	20	1000
{0004}	0			10	1400		40	680
{0005}	0		{3033}	20	1000	{2133}	30	800
{0006}	45	640	{3034}	$\epsilon$	>2000	{2134}	20	1000
{1010}	40	680		30	800		10	1400
{1011}	420	210	{3035}	20	1000	{2135}	5	2000
	20	1000		$\epsilon$	>2000		15	1100
{1012}	10	1400	{3036}	5	2000	{2136}	10	1400
	260	270					15	1100
{1013}	10	1400	{4040}	40	680	{2240}	15	1100
{1014}	100	430					25	860
	$\epsilon$	>2000	{4041}	$\epsilon$	>2000	{2241}	20	1000
{1015}	$\epsilon$	>2000		$\epsilon$	>2000		20	1000
	60	550	{4042}	$\epsilon$	>2000	{2243}	10	1400
{1016}	$\epsilon$	>2000		$\epsilon$	>2000		15	1100
			{4043}	30	800	{2244}	15	1100
{2020}	20	1000					10	1400
			{4044}	$\epsilon$	>2000	{2245}	10	1400
{2021}	50	610		$\epsilon$	>2000		$\epsilon$	>2000
	120	400	{4045}	$\epsilon$	>2000	{2246}	$\epsilon$	>2000
{2022}	90	450		$\epsilon$	>2000		10	1400
	40	680	{1120}	200	300	{3140}	10	1400
{2023}	10	1400					40	680
			{1121}	40	680		10	1400
{2024}	20	1000					30	800
	45	640	{1122}	30	800	{3143}	5	2000
{2025}	30	800					20	1000
	15	1100	{1123}	80	480	{3144}	5	2000
{2026}	$\epsilon$	>2000					$\epsilon$	>2000
			{1124}	10	1400	{3145}	20	1000
{3030}	30	800					$\epsilon$	>2000
			{1125}	10	1400		20	1000
			{1126}	20	1000	{3146}	$\epsilon$	>2000
			{2130}	45	640			

 $\star$  On n'a pas tenu compte des corrections relativistes sur m.

Enfin, on passe du dextro tellure au levo tellure en changeant le signe du dernier indice, mais on ne peut reconnaître la variété étudiée par l'analyse du seul diagramme de diffraction d'un cristal parfait à cause de l'impossibilité de reconnaître physiquement le plan de base choisi comme origine. Par contre, on peut théoriquement distinguer la variété étudiée à l'aide des dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{c} + \vec{a}$  qui ne sont stables que pour certaines orientations. Cette distinction exige cependant que l'on puisse caractériser complètement les dislocations observées.

On a représenté figure 7 - 1 les diverses conditions de diffraction accessibles pour une lame  $(10\bar{1}0)$  ; le cercle intérieur en pointillés limite la zone accessible par rotation avec une bonne platine porte objet goniométrique. L'intensité diffractée est proportionnelle à la dimension des cercles entourant les spots, compte tenu de l'absorption anormale qui renforce particulièrement 0003.



**Figure 7 - 1** : Conditions de diffraction accessibles pour une lame  $(10\bar{1}0)$ . Le symbole  $\otimes$  représente les vecteurs de Burgers possibles, les intensités diffractées sont proportionnelles à la dimension des cercles entourant le spot considéré.  
(Noter la grande asymétrie entre des spots tels que  $1\bar{1}01$  et  $1\bar{1}0\bar{1}$  par exemple).

Cette figure montre que même en faisant abstraction de l'anisotropie élastique, il serait très difficile de caractériser les vecteurs de Burgers par les conditions habituelles :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$
$$\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{u}) = 0 \quad (3)$$

$\vec{u}$  étant un vecteur unitaire porté par la ligne de dislocation.

En outre, ces conditions ne sont pas toujours suffisantes [108 à 111] même en opérant en champ noir [112]. Il faut en effet que le vecteur de diffraction  $\vec{g}$  soit petit, ce qui n'est pas toujours compatible avec une forte intensité dans le cas du tellure. Enfin, l'anisotropie élastique n'est pas négligeable dans la plupart des cas.

#### 7 - 4 CONTRASTE

Les dislocations présentent dans certains cas, notamment pour  $\vec{g} = [0003]^*$ , des profils dédoublés très larges (figure 7 - 2) et très sensibles à  $\vec{s}$ , l'écart aux conditions de Bragg (figure 7 - 3). Cette particularité jointe au fait que l'on ne peut pas caractériser les dislocations à l'aide des conditions (3) (on n'observe pas d'extinctions) nous ont incités à développer des calculs de contraste pour pouvoir d'une part caractériser les dislocations et d'autre part vérifier si les profils dédoublés sont attribuables à des dislocations parfaites ou plutôt à des dissociations telles que celles qui sont proposées dans le chapitre III.

On peut calculer le contraste produit par une dislocation en résolvant les équations de HOWIE et WHELAN [113, 114] modifiées par GEVERS et als [115] dans le cas des cristaux non centrosymétriques. On utilise pour cela la méthode de HEAD [116, 117] qui fournit les ondes transmises et diffractée dans le cadre de l'approximation

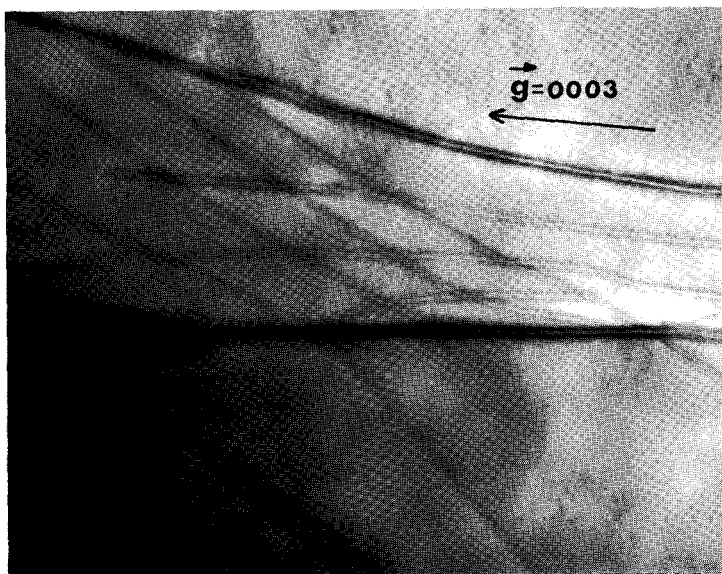


Figure 7 - 2 : Contraste double de dislocations d'orientation quelconque ;  $\vec{g} = 0003$ ,  $\vec{s} \approx 0$ , lame (10 $\bar{1}$ 0). ( x 26 000 )

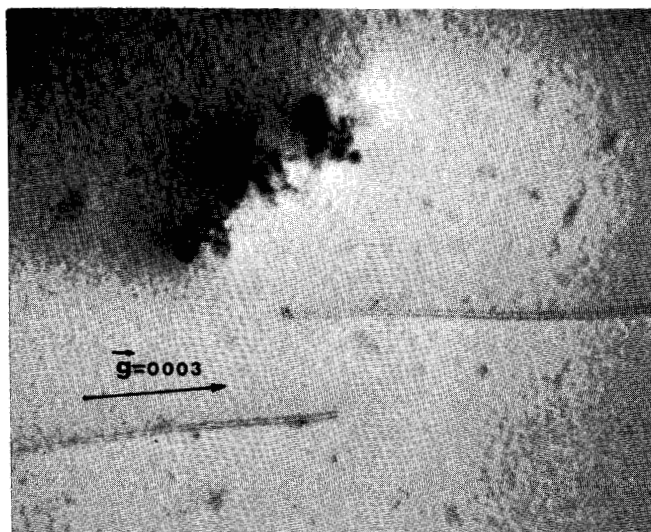


Figure 7 - 3 a : Dislocations parallèles à [0001]

$$\vec{g} = 0003, \vec{s} \approx 0.$$

( x 13 000 )

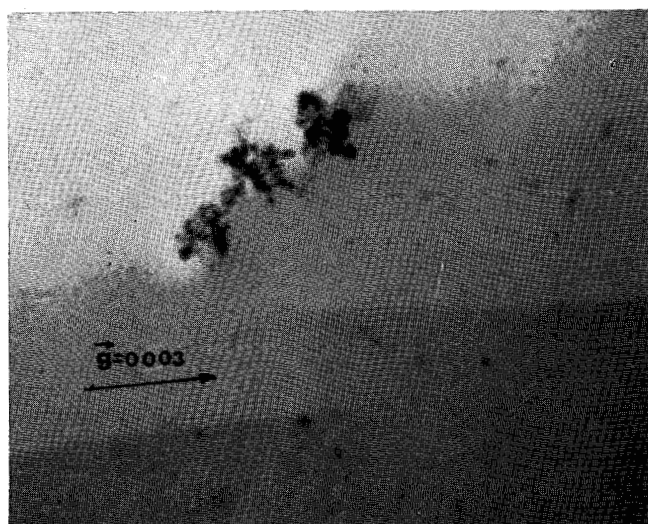


Figure 7 - 3 b : Même page ,  $\vec{g} = 0003$ ,

$\vec{s}$  positif , grand .

( x 13 000 )

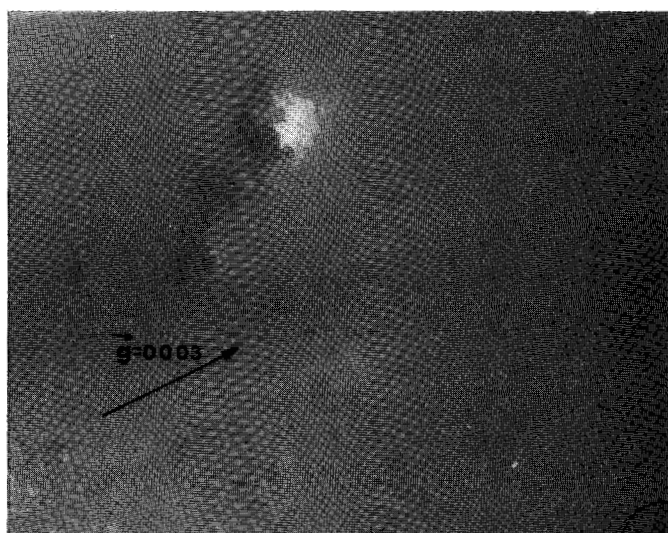


Figure 7 - 3 c : Même page ,  $\vec{s}$  négatif .

( x 13 000 )

5  
1972

à deux ondes. Cette méthode tient compte de l'absorption anormale, mais le calcul est assez long. On en trouvera les éléments dans l'annexe 5. Ce calcul nous a permis d'établir les profils de contraste de dislocations parallèles à  $[0001]$  à diverses profondeurs dans des lames  $(10\bar{1}0)$  et avec  $\vec{g} = [0003]^*$ ,  $\vec{s} = 0$ . Les calculs ont été faits pour diverses distances d'absorption. On a étudié seulement les deux cas simples  $\vec{b} = \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$  et  $\vec{b} = [0001]$ . On obtient ainsi un catalogue de profils assez volumineux (dont une partie est reproduite dans l'annexe 5) à comparer aux images observées.

Malgré la grande variété de profils, on ne peut pas encore caractériser les vecteurs de Burgers avec certitude. A titre d'illustration, on a représenté figures 7 - 4 à 7 - 6 une image de dislocation, son profil évalué au micro-densitomètre et un profil calculé qui en est assez proche.

Les figures 7 - 7 et 7 - 8 représentent pour leur part l'image en champ clair et en champ noir d'une dislocation parallèle à  $\vec{c}$ . Les profils évalués au micro-densitomètre (figures 7 - 9 et 7 - 10) ne correspondent à aucun profil calculé. Il faut remarquer en particulier que l'image en champ noir est au moins quatre fois plus large que n'importe quel profil calculé. Les franges de faible amplitude observées entre les deux maxima suggèrent fortement une légère dissociation de la dislocation. Cette hypothèse pourrait être contrôlée par des observations effectuées dans des conditions particulières donnant en principe des images plus fines  $[118, 119]^*$ .

En tout état de cause, la coïncidence entre profils mesurés et profils calculés n'est jamais parfaite et ne permet pour le moment ni d'identifier avec certitude les dislocations, ni d'affirmer qu'elles sont dissociées. Le calcul ne fait d'ailleurs pas apparaître de façon nette un profil dédoublé (voir annexe 5). Cette méthode d'identification sera sans doute assez longue et délicate à mettre en œuvre car les profils observés sont très sensibles à la valeur de  $\vec{s}$  comme le montrent les figures 7 - 3.

## 7 - 5 OBSERVATIONS

### 7 - 5 - 1 IDENTIFICATION DES DISLOCATIONS $\vec{a}$ VIS

Les dislocations  $\vec{a}$  vis sont les seules dont le déplacement élastique est parallèle au vecteur de Burgers (voir annexe 4) ; on peut donc les caractériser par application du critère habituel  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$   $[104]$  si l'on a soin de prendre pour  $\vec{g}$  des vecteurs du réseau réciproque assez petits.

---

\* Il n'est pas impossible non plus que le champ électrique autour de la dislocation dû à la piézoélectricité [44] modifie le profil de la dislocation.

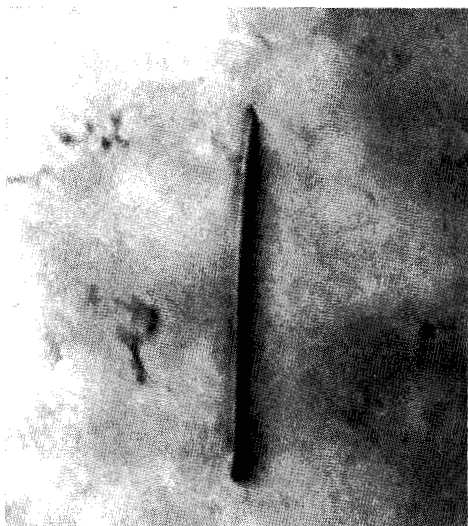


Figure 7 - 4 : dislocation parallèle à  $\vec{c}$ .  
 $\vec{g} = [0003]^*$ ,  $\vec{s} \simeq 0$  ( x 50 000 ).

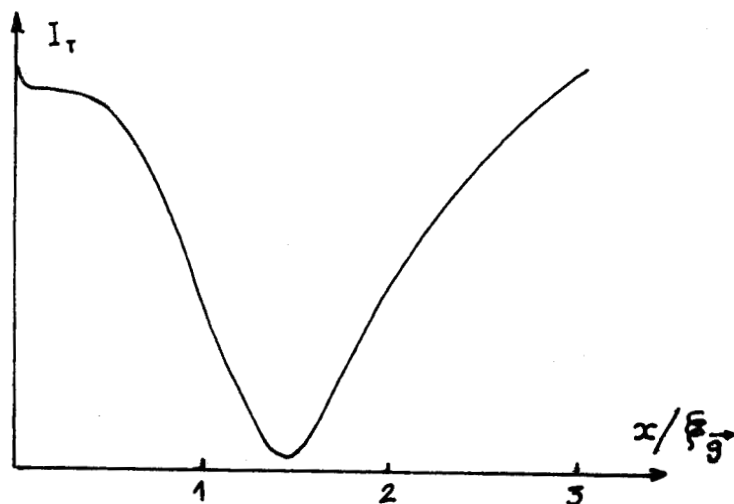


Figure 7 - 5 : Evaluation au microdensitomètre du profil de contraste de la dislocation représentée figure 7 - 4 .

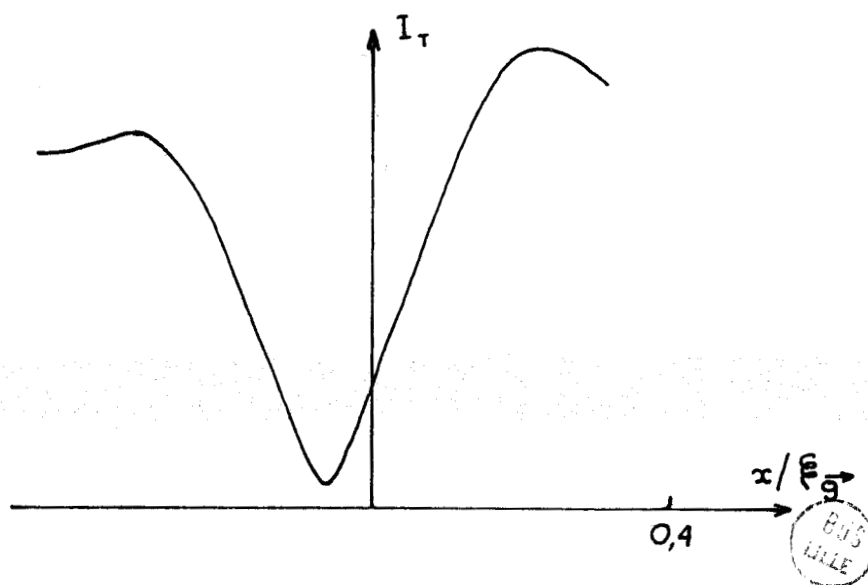


Figure 7 - 6 : Profil calculé dans l'hypothèse  $\vec{b} = \vec{a}$  et les mêmes conditions de diffraction ( $\vec{g} = [0003]^*$ ,  $\vec{s} = 0$ ) que sur la figure 7 - 4. Cette courbe est assez proche de celle obtenue au microdensitomètre, mais l'échelle des abscisses n'est pas la même.

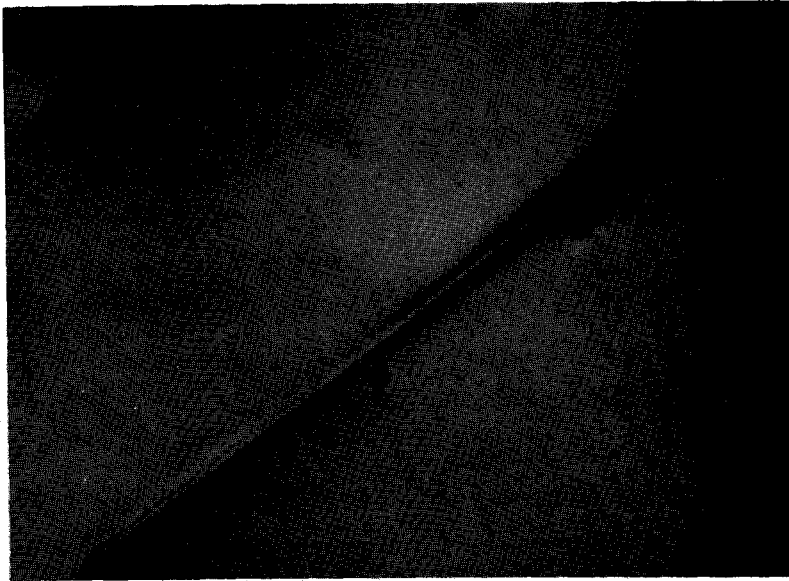


Figure 7 - 7 : dislocation parallèle à  $\vec{c}$ ,  $\vec{g} = [0003]^*$ ,  $\vec{s} = 0$ , champ clair ( $\times 65\,000$ ). Noter l'évolution du contraste le long de la ligne de dislocation.

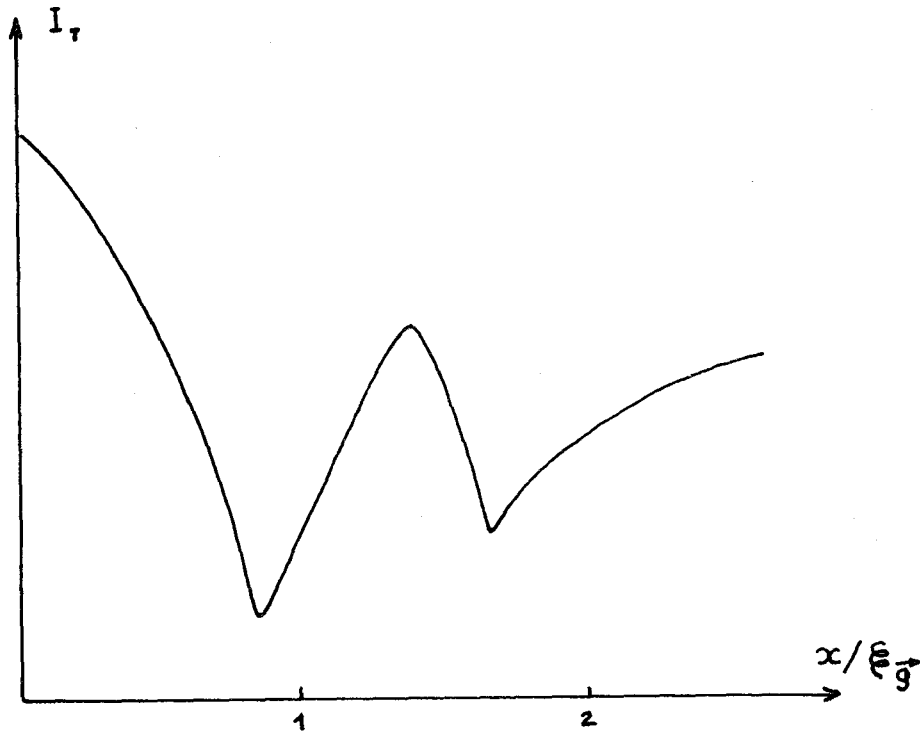


Figure 7 - 9 : profil évalué au microdensitomètre de la dislocation représentée figure 7 - 7 .  
Le profil a été relevé au milieu de la ligne de dislocation.





Figure 7 - 8 : La même dislocation que celle de la figure 7 - 7  
Champ noir  $\vec{g} = [0003]^*$ ,  $\vec{s} = 0$

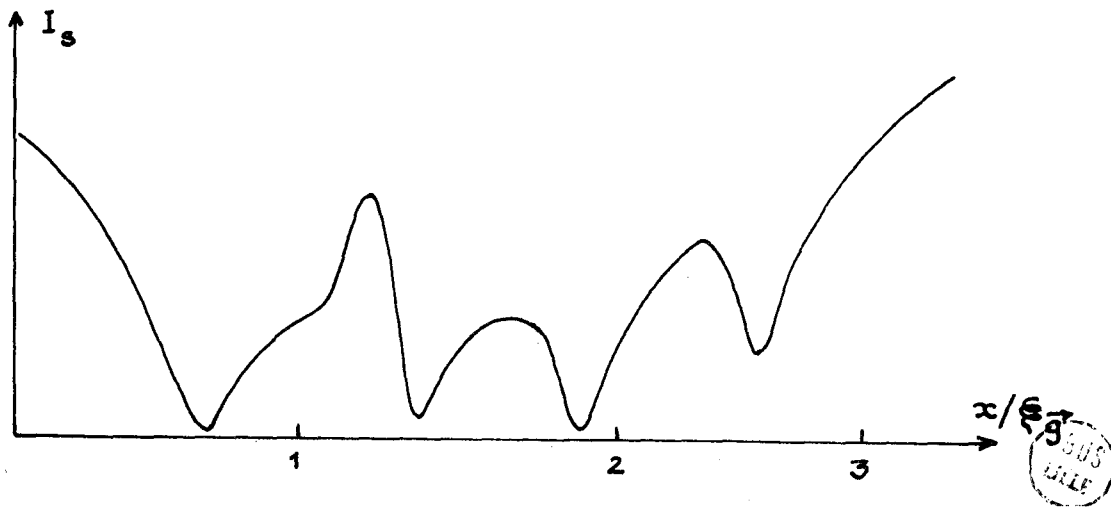


Figure 7 - 10 : Profil évalué au microdensitomètre de la dislocation représentée figure 7 - 8 .

On note l'apparition de franges régulièrement espacées qui pourraient signifier que la dislocation est dissociée. Ce profil a été relevé au milieu de la ligne de dislocation.

La figure 7 - 11 représente un empilement de dislocations  $\vec{a}$  vis situé dans un plan prismatique de première espèce incliné à  $60^\circ$  environ de la lame (on l'a déterminé en plaçant le plan verticalement et en indexant le diagramme de diffraction correspondant).

La projection de l'empilement permet en outre, d'évaluer l'épaisseur de la lame qui est de l'ordre de  $2000 \text{ \AA}$ . On peut également déduire du contraste zig - zag des dislocations inclinées, la distance d'extinction  $\xi_{\vec{g}}$ . La mesure donne  $\xi_{\vec{g}} = 330 \text{ \AA}$ , valeur en assez bon accord avec la valeur théorique  $270 \text{ \AA}$  - voir tableau des distances d'extinction.

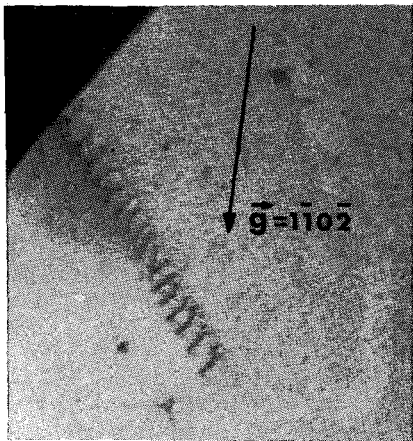


Figure 7 - 11 a

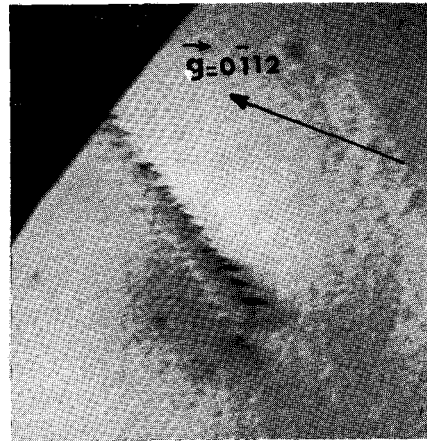


Figure 7 - 11 b

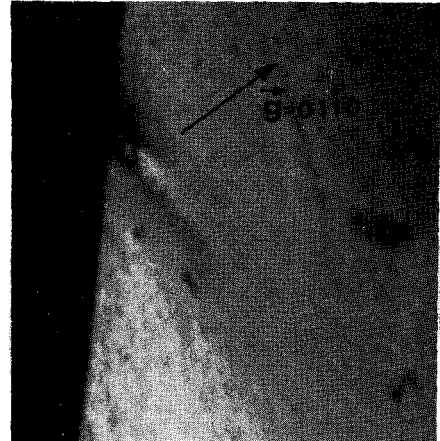


Figure 7 - 11 c

Empilement de dislocations vis  $\vec{a}$  dans un plan prismatique de première espèce ;  
les dislocations sont invisibles , aux effets de bout près , sur les figures b et c .  
Lame  $(10\bar{1}0)$  . (  $\times 27\ 000$  )

### 7 - 5 - 2 AUTRES DISLOCATIONS

On ne peut pas encore caractériser les autres dislocations, cependant les observations permettent d'apporter un certain nombre d'informations sur leurs configurations .

Les dislocations sont presque toujours situées dans des plans prismatiques de première espèce  $\{10\bar{1}0\}$ , ou très rarement de seconde espèce (figure 7 - 12) . Dans ce dernier cas, les dislocations ne sont pas parallèles à la direction  $[0001]$  . Nous n'en avons jamais observé dans le plan de base (figure 7 - 13). Ces résultats sont conformes aux calculs du chapitre III et aux observations faites en méthode de Lang [87 , 99] .



Figure 7 - 12 : Dislocations contenues dans une lame  $(11\bar{2}0)$  (x 37 000 )

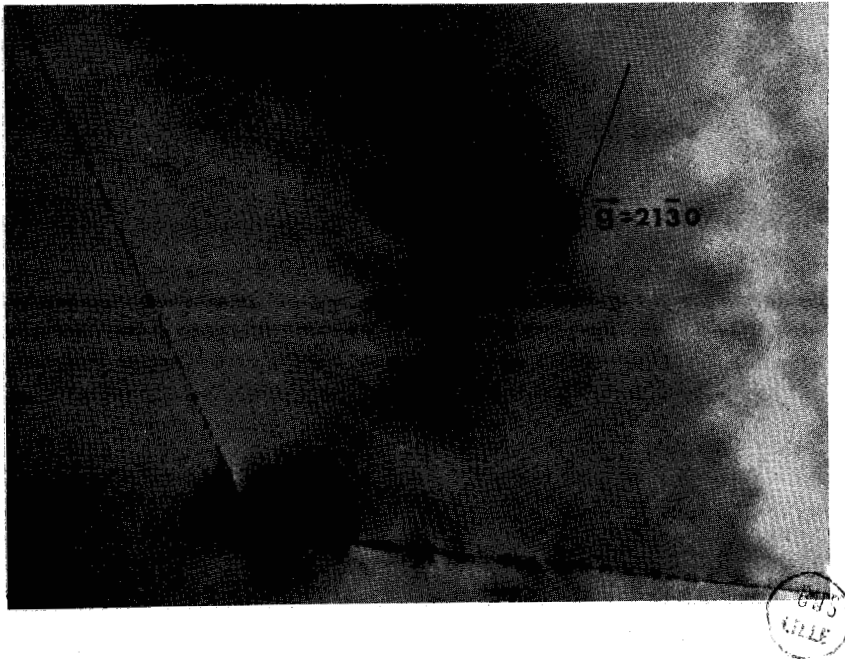


Figure 7 - 13 : Lame  $(0001)$  ; les dislocations sont vues de bout, elles forment des empilements contenus dans les plans prismatiques de première espèce. ( x 23 000 )

Les dislocations ont des orientations quelconques dans les échantillons non écrouis (figure 7 -14) . De plus, la densité de dislocations observée dans ce cas semble plus faible que celle habituellement révélée par figures d'attaque ou méthode de Lang. Il est donc probable qu'un grand nombre de dislocations s'échappent de la lame pendant son amincissement.

De même, l'épaisseur de la lame peut avoir de l'influence sur la stabilité de certains sous-joints (figure 7 - 15).

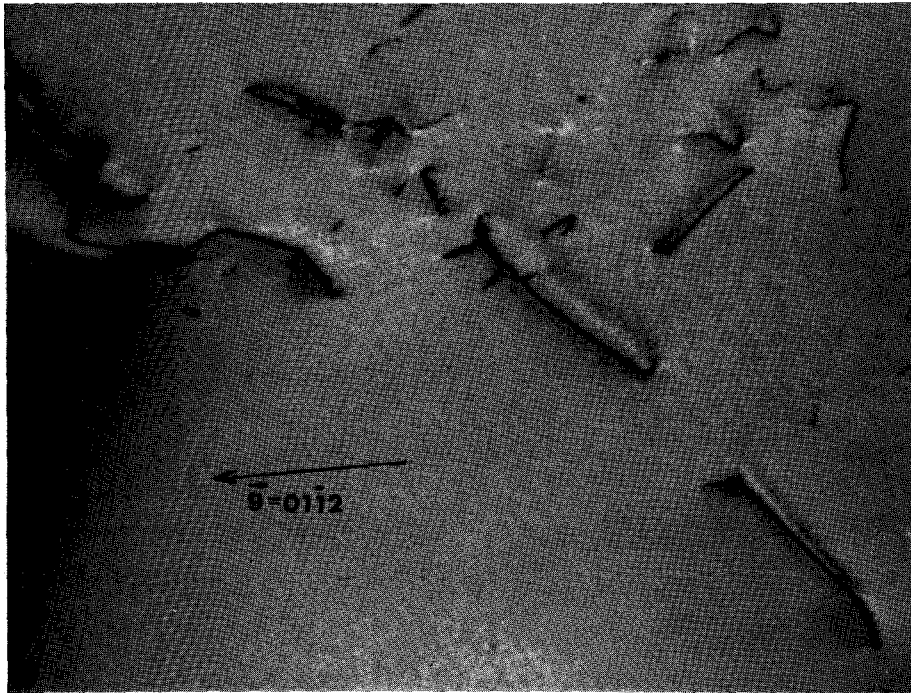


Figure 7 - 14 : Lamelle  $(10\bar{1}0)$  non écrouie, les dislocations ont une orientation quelconque. ( x 43 000 )

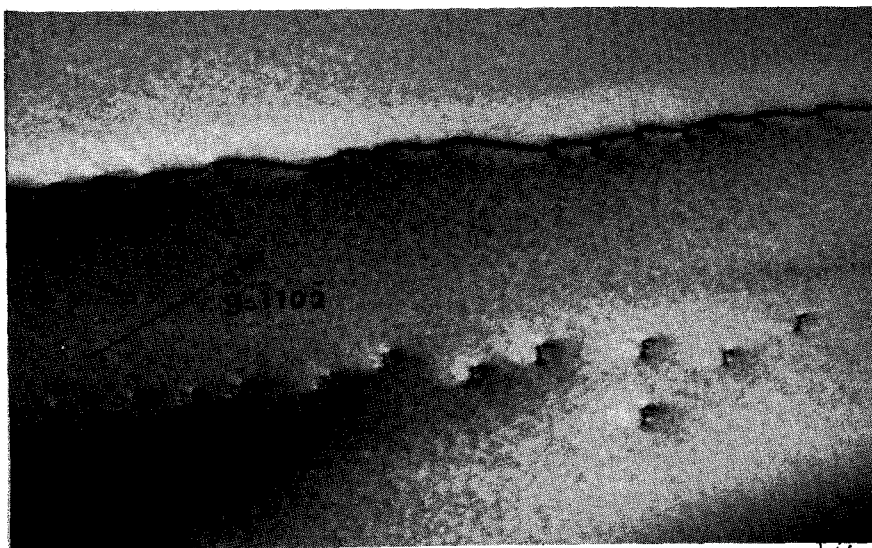


Figure 7 - 15 : Sous joints ; lame  $(1010)$  ( x 37 000 )



### 7 - 5 - 3 PLANS DE GLISSEMENT

On peut chauffer localement l'échantillon observé en focalisant le faisceau électronique en dehors de la plage d'observation. Ceci produit des contraintes (dues à la dilatation thermique locale) qui provoquent le mouvement des dislocations glissant le plus facilement. Dans certaines conditions de diffraction ( $\vec{g}$  grand) leur trace est visible pendant un temps suffisant pour la photographier.

Les mouvements observés sont de deux types :

- mouvement très rapide dans les plans de glissement
- mouvement beaucoup plus lent et non cristallographique exigeant un chauffage beaucoup plus important.

Le premier type de mouvement est illustré par la figure 7 - 16 ; il matérialise les plans de glissement que l'on détermine par inclinaison de la lame. Il s'agit toujours de plans prismatiques de première espèce  $\{10\bar{1}0\}$ . Les dislocations glissiles observées sont des dislocations vis  $\vec{a}$  ; elles coupent la dislocation fixe sans difficulté.

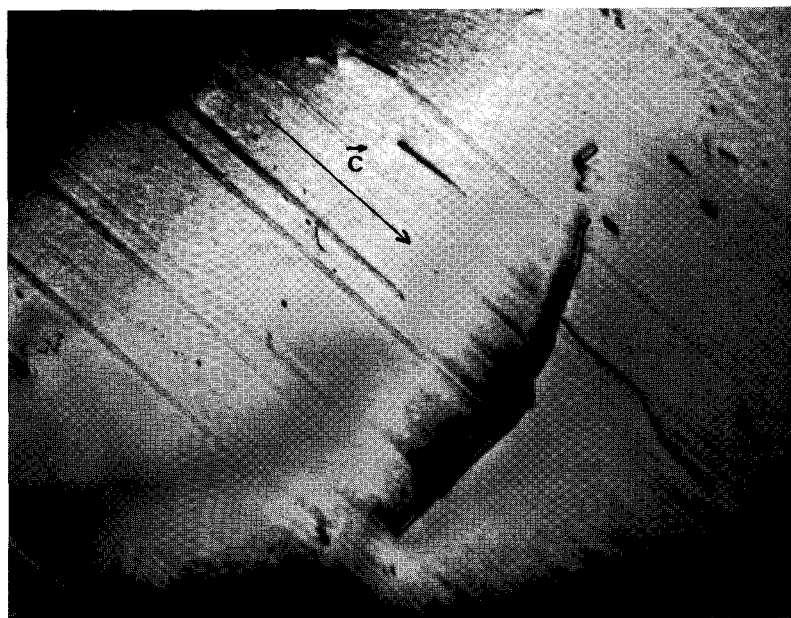


Figure 7 - 16 : Glissement cristallographique des dislocations  $\vec{a}$  vis.  
Elles coupent sans difficulté la dislocation fixe.



La série de clichés de la figure 7 - 17 illustre le second type de mouvement. On a pu réaliser ces clichés à divers moments du glissement de la dislocation (1) car celui-ci est très lent. La dislocation (2) par contre reste immobile. Sous l'action de (1) elle se courbe un peu.

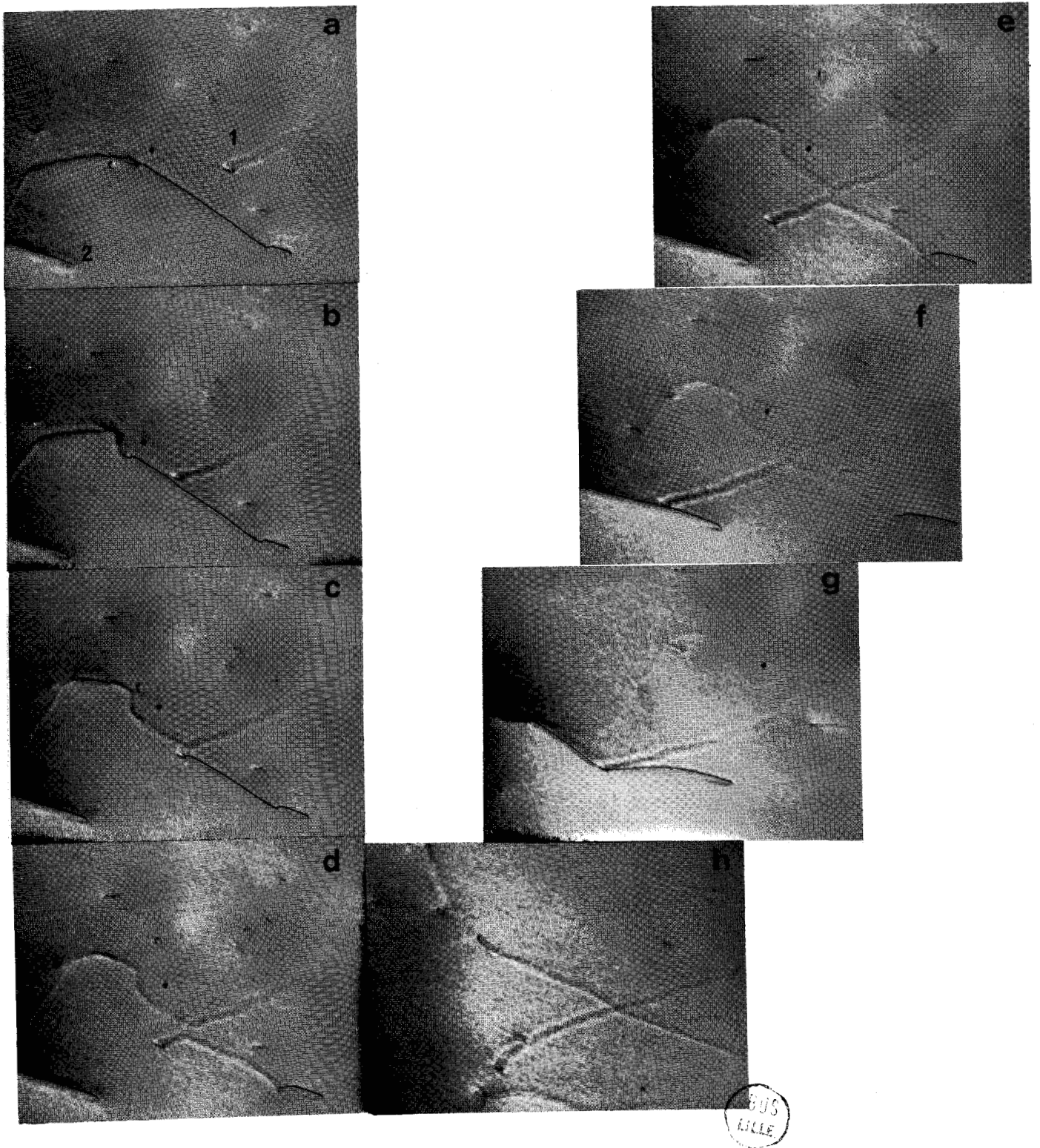


Figure 7 - 17 : Lame  $(10\bar{1}0)$  - Mouvement non cristallographique d'une dislocation (1) sous l'action d'une contrainte thermique. La dislocation (2), parallèle à  $[0001]$ , reste immobile ou se courbe à peine sous l'action de (1).

Nous n'avons pas pu décrire l'interaction élastique entre dislocations fixes et mobiles à cause de l'impossibilité actuelle de caractériser avec certitude les vecteurs de Burgers des dislocations parallèles à  $[0001]$ . Remarquons toutefois que les observations précédentes s'interprètent bien en termes de crans.

Dans le premier cas (figure 7 - 16) la dislocation fixe est vraisemblablement une dislocation coin  $\vec{c}$  car la formation de crans (tant sur les dislocations glissiles  $\vec{a}$  vis que sur la dislocation fixe) n'impose pas de rupture des liaisons covalentes.

Dans le second cas (figure 7 - 17) il s'agit vraisemblablement de deux dislocations  $\vec{a}$  et la séquence de clichés montre que la formation de crans avec rupture de liaisons covalentes est difficile, même à chaud. Cette figure illustre également la grande stabilité de la dislocation (2) parallèlement à  $[0001]$ .

## 7 - 6 CONCLUSION

Nous avons mis au point une technique de fabrication de lames minces de toutes orientations et parfaitement adaptées à l'observation en microscopie électronique. Nos observations nous ont permis d'identifier les dislocations vis  $\vec{a}$ , de confirmer les résultats obtenus à partir de figures d'attaque et de topographie X quant aux plans de glissement, et de mettre en évidence la grande stabilité des dislocations parallèles à  $[0001]$ . Elles suggèrent en outre l'existence de deux types de crans et confirment bien les analyses théoriques faites aux chapitres III et IV.

La comparaison du contraste calculé avec le profil évalué au micro densitomètre ne permet pas d'identifier actuellement les dislocations ; par contre il suggère que certaines dislocations parallèles à  $[0001]$  peuvent être dissociées.

## VIII - DEFORMATION PLASTIQUE

### 8 - 1 GENERALITES

Il y a très peu de travaux sur la déformation plastique du tellure. SCHMID et WASSERMANN [120] qui firent la première étude systématique trouvèrent le tellure fragile pour toutes les orientations. Ils déterminèrent seulement une limite de rupture qui varia selon eux entre 500 et 2500 g / mm<sup>2</sup> à température ambiante.

Plus tard SYRBE [121] vérifi par des essais de traction sur des whiskers d'orientation [0001] qu'il n'y a pas de glissement pyramidal à température ambiante, même pour des contraintes de l'ordre de 30 kg / mm<sup>2</sup> environ  $\mu / 200$ .

STOKES, JOHNSTON et LI [49] mirent ensuite en évidence un système de glissement prismatique  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ,  $\{10\bar{1}0\}$  à basse limite élastique. Le tellure est donc plastique et même très plastique puisque certains échantillons ont atteint un taux de déformation voisin de 50 %.

Nous avons pour notre part [56, 122] étudié la déformation plastique du tellure en compression entre 78 et 300° K. Nous avons mis en évidence deux systèmes de glissement prismatiques : le glissement  $\vec{a} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ,  $\{10\bar{1}0\}$  déjà observé par STOKES et als [49] et le glissement  $\vec{c} \langle 0001 \rangle$ ,  $\{10\bar{1}0\}$ . Ces deux glissements présentent un premier stade de microplasticité analogue à celui des structures cubiques centrées ou du glissement prismatique des hexagonaux compacts. Il n'y a aucune rupture de pente de durcissement comparable à une limite élastique traditionnelle. L'extension de ce premier stade dépend beaucoup de la température et peut atteindre des déformations de 3 % à 78° K. On trouve ensuite un stade linéaire dont le durcissement est assez important.

L'observation des lignes de glissement ne permet pas d'attribuer le stade de microplasticité au glissement dévié des dislocations vis. D'autre part la limite élastique des deux types  $\vec{a}$  et  $\vec{c}$  de glissement augmente beaucoup lorsqu'on abaisse la température (pour le glissement  $\vec{a}$  elle est multipliée par 10 lorsqu'on passe de 300 à 78° K). Les observations faites en microscopie électronique indiquent que les dislocations marquent une tendance extrêmement grande à s'aligner dans la direction [0001] au début de la déformation. Cette tendance est encore visible bien qu'atténuée pour les déformations plus importantes.

La loi de Schmid et Boas est bien vérifiée pour le glissement  $\vec{a}$  mais pas pour le glissement  $\vec{c}$ . Ceci s'explique si les dislocations se dissocient selon les schémas donnés au chapitre III, c'est - à - dire si les dislocations  $\vec{c}$  se dissocient sur plusieurs plans à la fois.

On peut donc supposer que les limites élastiques des glissements prismatiques sont contrôlées à température ambiante par la propagation des dislocations à travers la forêt. A basse température par contre les dislocations apparaissent piégées le long de [0001] et le frottement de réseau est considérable. On peut rattacher à ce frottement l'extension du stade de microplasticité. Le stade de macrodéformation (stade linéaire) est atteint lorsque la contrainte appliquée est suffisante pour provoquer le mouvement des dislocations parallèles à [0001] compte tenu de l'aide thermique disponible.



Le taux de durcissement du stade linéaire peut être attribué aux crans dont l'énergie de formation est élevée dans le cas du tellure.

Nous décrivons dans le paragraphe 8 - 2 le dispositif expérimental de compression. Le paragraphe 8 - 3 est consacré à la vérification de la loi de Schmid et Boas et le paragraphe 8 - 4 à l'étude de la limite élastique des systèmes de glissement.

## 8 - 2 DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Les principales difficultés expérimentales résident dans l'élaboration et la fixation des éprouvettes.

Etant donnée la dimension des cristaux dont nous disposions (cylindres parallèles à l'axe  $\vec{c}$  de 10 cm de long sur 1 cm<sup>2</sup> de section environ) nous n'avons pas pu réaliser d'essais de traction. Nous avons donc fait des essais de compression sur des monocristaux de pureté annoncée 99,999 % fournis par la firme Waker Chemie G.M.B.H. (cristaux W). La scie et la polisseuse déjà décrites (chapitre V) nous ont permis de réaliser des éprouvettes de diverses orientations ayant des faces planes et bien polies se prêtant à l'observation micrographique.

Nos éprouvettes avaient des dimensions approximatives de 8 mm x 3 mm<sup>2</sup> leur donnant un rapport  $\ell^2 / S$  de l'ordre de 20 à 30. Dans ces conditions les effets de bouts deviennent rapidement importants [123] et la courbe de compression perd une grande partie de son sens physique. L'étude du durcissement ne peut donc être qu'approximative. Cependant l'ordre de grandeur de  $\ell^2 / S$  adopté est un bon compromis entre les risques de pliage ou de rupture de l'éprouvette et la forme idéale. Ces éprouvettes n'ont pas été recuites. Elles avaient avant déformation une densité de dislocations de l'ordre de 10<sup>6</sup> d / cm<sup>2</sup> d'après les observations de figures d'attaque.

Nous avons réalisé nos compressions sur une machine INSTRON type TT DM - L que nous avons « inversée » afin de pouvoir immerger l'éprouvette et les plateaux de compression dans un bain réfrigérant (figure 8 - 1). L'inversion diminue évidemment la dureté de la machine à cause des filetages supplémentaires notamment. On peut corriger partiellement ce défaut en tenant compte de la déformation propre de la machine dans le dépouillement des courbes, mais cette correction reste faible dans le cas du tellure qui exige des efforts modérés (inférieurs à 200 kg en général) (figure 8 - 2).

La régulation de température était assurée par un cryostat B R T 11 mis au point par la Société Air-Liquide et nous avons utilisé les liquides cryogéniques indiqués dans le tableau 1 .

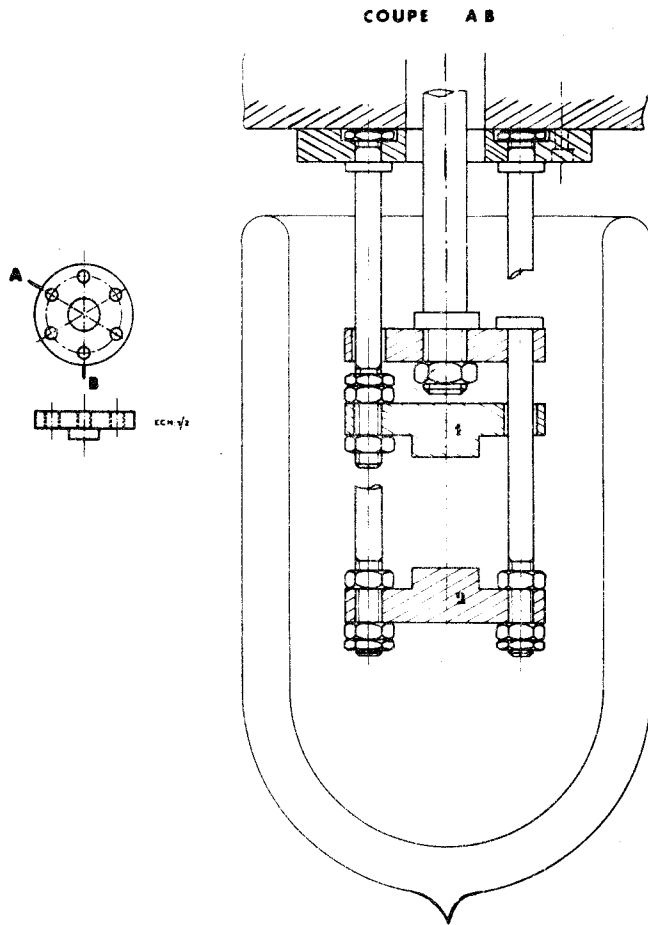


Figure 8 - 1 : Inversion de la machine.

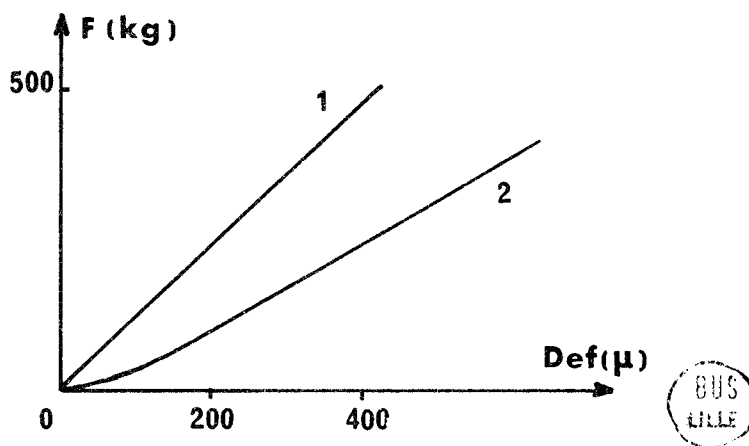


Figure 8 - 2 : Déformation propre de la machine :

- 1) machine normale - la déformation est due essentiellement à la cellule de mesure.
- 2) machine inversée - la déformation est plus importante et elle présente une légère hystérésis aux faibles charges.

T A B L E A U I : L I Q U I D E S C R Y O G E N I Q U E S

Liquide	Gamme de température	Observations
Alcool méthylique	- 80 à + 20° C	Température de solidification $T_F = - 117^\circ \text{C}$ mais la viscosité du liquide augmente beaucoup à basse température (supérieure à 0,1 poise à $- 70^\circ \text{C}$ ).
Alcool éthylique	- 110 à + 20° C	Viscosité plus faible à basse température.
Acétone	- 90 à + 20° C	Le mélange acétone - carboglace en excès fournit un point stable vers $- 83^\circ \text{C}$ .
Ether butylique	- 115 à + 100° C	Température d'ébullition : $T_E = + 142^\circ \text{C}$ ; gamme de température étendue de part et d'autre de la température ambiante.
Isopentane	- 150 à + 10° C	Produit cher ; doit être redistillé après quelques manipulations.
Azote liquide	- 196° C	Température d'ébullition $- 196^\circ \text{C}$ .

### 8 - 3 V E R I F I C A T I O N D E L A L O I D E S C H M I D E T B O A S

La vérification de la loi de Schmid et Boas donne un contrôle direct des hypothèses faites au chapitre III sur les dissociations des dislocations. La dissociation des dislocations dans leur plan de glissement comme les dislocations  $\vec{a}$  ne modifie pas la loi ; par contre si les dislocations  $\vec{c}$  sont dissociées dans plusieurs plans prismatiques, le système de glissement  $\langle 0001 \rangle$ ,  $\{10\bar{1}0\}$  ne vérifie pas la loi de Schmid et Boas .

En effet, la dislocation ne peut glisser dans le plan prismatique le plus sollicité qu'après avoir repincé le ruban de faute contenu dans un autre plan moins sollicité. La contrainte résolue sur ce dernier plan intervient donc

dans le glissement de la dislocation. La figure 8 - 3 schématise ce mécanisme.

Nous verrons que la loi de Schmid et Boas est bien vérifiée pour le glissement  $\vec{a}$  mais pas pour le glissement  $\vec{c}$ , ce qui accrédite beaucoup les modèles de dissociation proposés dans le chapitre III.

Nous examinons d'abord les facteurs de Schmid des divers systèmes de glissement en 8 - 3 - 1 puis nous précisons en 8 - 3 - 2 la méthode et les hypothèses utilisées pour dépouiller les courbes de compression qui sont commentées en 8 - 3 - 3 .

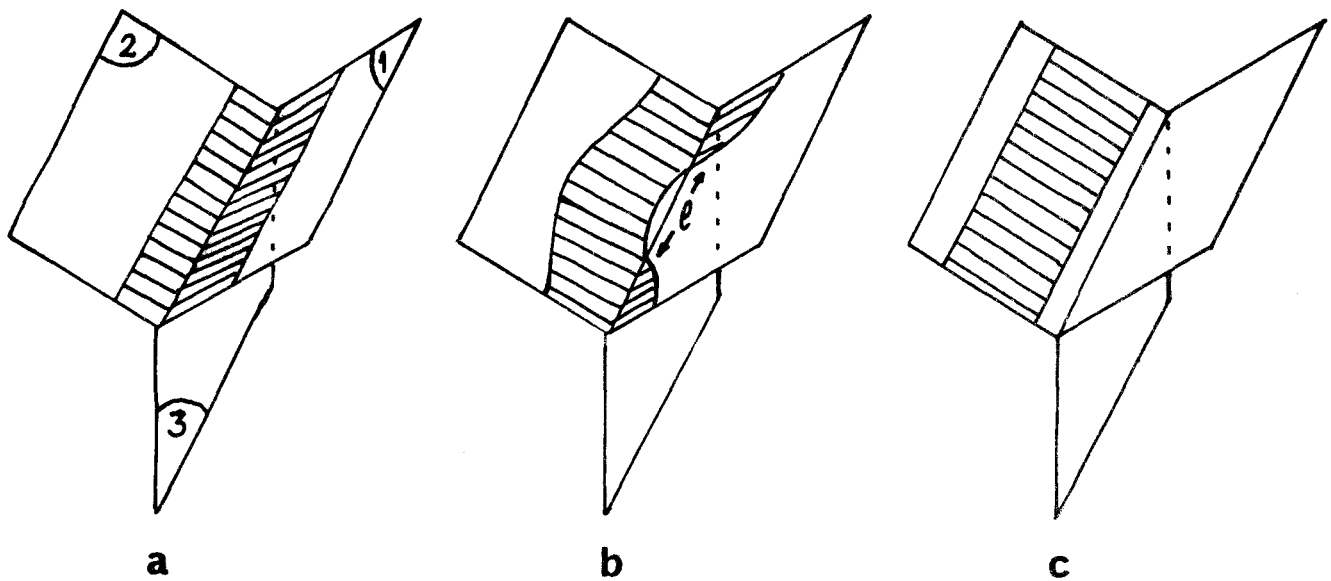


Figure 8 - 3 : Phases successives du glissement d'une dislocation dissociée sur deux plans prismatiques :

- a) dislocation dissociée – pas de contrainte appliquée
- b) Le ruban de faute se repince sur une longueur  $\ell$  dans le plan I sous l'action de  $\sigma_1$  (contrainte résolue dans le plan 1).
- c) La dislocation glisse dans le plan 2 (plan le plus sollicité).

### 8 - 3 - 1 FACTEUR DE SCHMID

Il est commode de repérer la direction de compression  $\vec{d}$  par rapport aux axes cristallographiques. On a utilisé pour cela les angles  $\theta$  et  $\psi$  définis sur la figure 8 - 4. Ce choix permet de faire apparaître les symétries dans les expressions analytiques des facteurs de Schmid  $\Phi$  des divers systèmes de glissement.

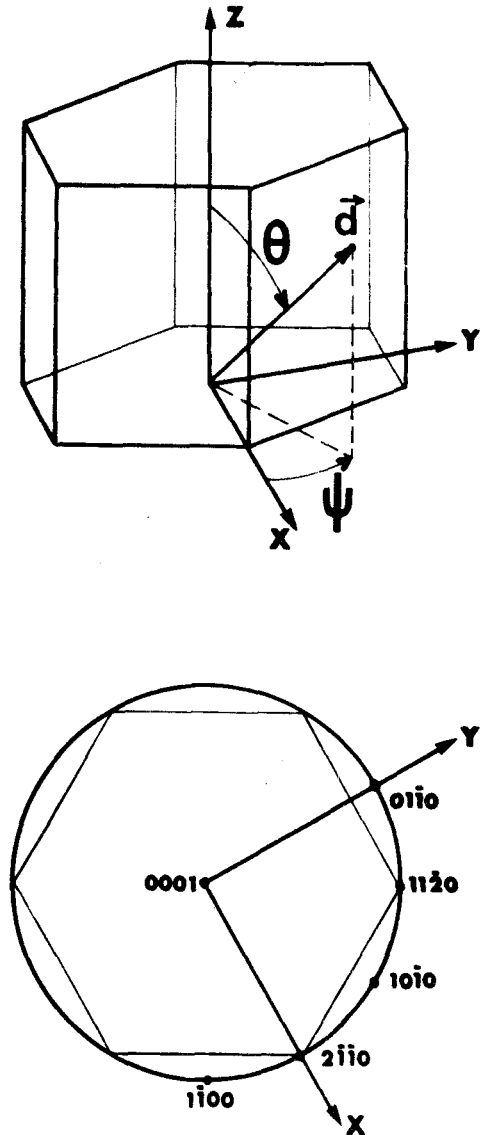


Figure 8 - 4 : Repérage de la direction de compression  $\vec{d}$  par rapport aux axes cristallins.

Le tableau 2 donne les valeurs de  $\Phi$  pour les divers systèmes de glissements possibles du tellure à température inférieure ou égale à la température ambiante.

TABLEAU 2 :

FACTEURS DE SCHMID DES DIVERS SYSTEMES DE GLISSEMENT DU TELLURE

Type	N°	Système de glissement	Expression du facteur de Schmid
$\vec{a}$	1	$(01\bar{1}0), [2\bar{1}\bar{1}0]$	$\Phi_1 = \frac{1}{2} \sin^2 \theta \sin 2\psi$
	2	$(10\bar{1}0), [1\bar{2}10]$	$\Phi_2 = \frac{1}{2} \sin^2 \theta \sin 2\left(\frac{\pi}{6} - \psi\right)$
	3	$(1\bar{1}00), [11\bar{2}0]$	$\Phi_3 = \frac{1}{2} \sin^2 \theta \sin 2\left(\frac{\pi}{6} + \psi\right)$
$\vec{c}$	4	$(1\bar{1}00), [0001]$	$\Phi_4 = \frac{1}{2} \sin 2\theta \sin\left(\frac{\pi}{3} - \psi\right)$
	5	$(10\bar{1}0), [0001]$	$\Phi_5 = \frac{1}{2} \sin 2\theta \sin\left(\frac{\pi}{3} + \psi\right)$
	6	$(01\bar{1}0), [0001]$	$\Phi_6 = \frac{1}{2} \sin 2\theta \sin \psi$
$\vec{a}'$	7	$(1\bar{2}10), [10\bar{1}0]$	$\Phi_7 = \frac{1}{2} \sin^2 \theta \sin 2\left(\frac{\pi}{6} - \psi\right)$
	8	$(11\bar{2}0), [1\bar{1}00]$	$\Phi_8 = \frac{1}{2} \sin^2 \theta \sin 2\left(\frac{\pi}{6} + \psi\right)$
	9	$(2\bar{1}\bar{1}0), [01\bar{1}0]$	$\Phi_9 = \frac{1}{2} \sin^2 \theta \sin 2\psi$
$\vec{c}'$	10	$(1\bar{2}10), [0001]$	$\Phi_{10} = \frac{1}{2} \sin 2\theta \cos\left(\frac{\pi}{3} + \psi\right)$
	11	$(11\bar{2}0), [0001]$	$\Phi_{11} = \frac{1}{2} \sin 2\theta \cos\left(\frac{\pi}{3} - \psi\right)$
	12	$(2\bar{1}\bar{1}0), [0001]$	$\Phi_{12} = \frac{1}{2} \sin 2\theta \cos \psi$
$\vec{c} + \vec{a}$	13	$(10\bar{1}0), [1\bar{2}13]$	$\Phi_{13} = \frac{1}{2\sqrt{1+c^2/a^2}} \left[ \sin^2 \theta \sin 2\left(\frac{\pi}{6} - \psi\right) + \frac{c}{a} \sin 2\theta \sin\left(\frac{\pi}{3} + \psi\right) \right]$
	14	$(01\bar{1}0), [2\bar{1}\bar{1}3]$	$\Phi_{14} = \frac{1}{2\sqrt{1+c^2/a^2}} \left[ \sin^2 \theta \sin 2\psi + \frac{c}{a} \sin 2\theta \sin \psi \right]$
	15	$(1\bar{1}00), [11\bar{2}3]$	$\Phi_{15} = \frac{1}{2\sqrt{1+c^2/a^2}} \left[ \sin^2 \theta \sin 2\left(\frac{\pi}{6} + \psi\right) + \frac{c}{a} \sin 2\theta \sin\left(\frac{\pi}{3} - \psi\right) \right]$

Ce sont les plans prismatiques de première et de seconde espèce et les directions de glissement  $\vec{a}$ ,  $\vec{c}$ ,  $\vec{a}'$  et  $\vec{c} + \vec{a}$ . Nous n'avons retenu ni le glissement  $\vec{c} + \vec{a}'$  ( $\langle 10\bar{1}1 \rangle, \{11\bar{2}0\}$ ) ni les glissements basal  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ,  $\{0001\}$  ou pyramidal ( $\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle, \{10\bar{1}2\}$ ) qui exigent la rupture de liaisons covalentes.

Toutefois lorsque la direction de compression est parallèle à l'axe  $\vec{c}$  ( $\theta = 0$ ) on ne sollicite aucun glissement prismatique. Nous avons réalisé une expérience de fluage à haute température ( $0,9 T_F$  environ) sur un échantillon ayant cette orientation. Le dépouillement des courbes met en évidence un fluage linéaire vérifiant une loi  $\epsilon \sim \tau^n$  avec  $n = 4,2$  qui n'est pas incompatible avec un fluage de type WERTMAN [124, 125] sur les plans pyramidaux. Nous n'avons pas pu évaluer l'énergie d'activation de façon précise. En dessous de  $0,7 T_F$  environ, il n'y a aucun fluage appréciable, même pour des contraintes élevées.

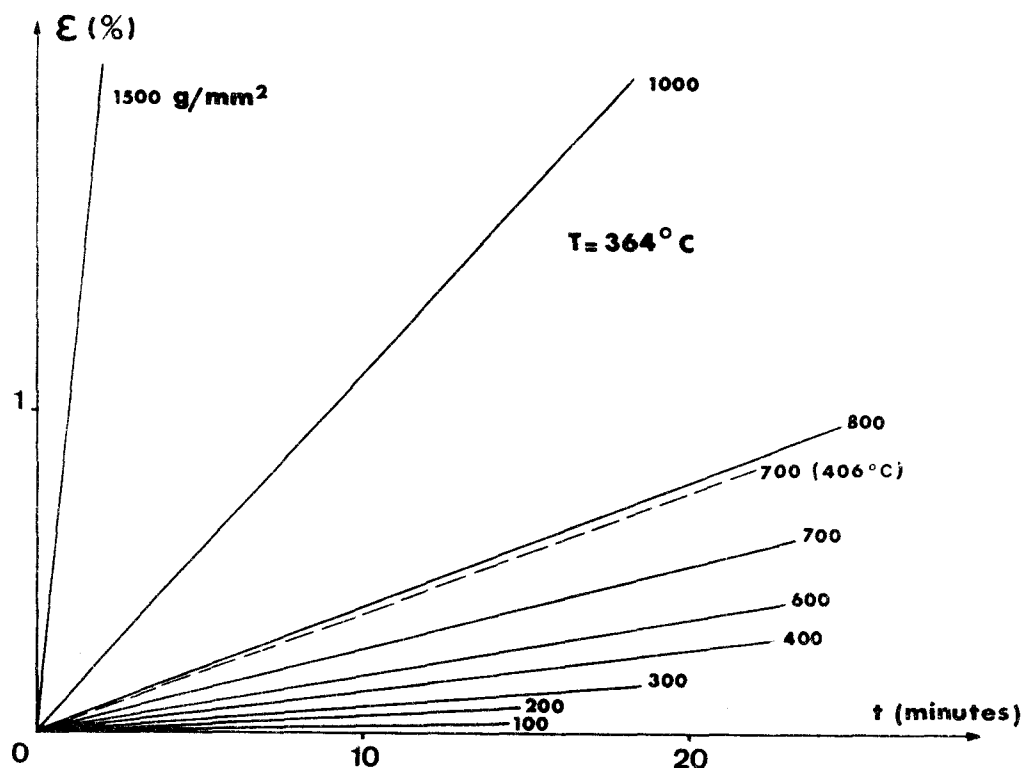


Figure 8 - 5 : Courbes de fluage en compression sur un échantillon d'orientation  $\theta = 0$

Le tableau 2 appelle quelques remarques :

- Les directions  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  étant des axes de symétrie d'ordre 2 on peut se limiter à l'étude d'un triangle standard de la projection stéréographique compris entre les pôles 0001,  $10\bar{1}0$  et  $2\bar{1}\bar{1}0$ .
- On ne peut pas tailler d'éprouvette de compression pour laquelle un système de type  $\vec{a}'$  serait le plus favorisé, les facteurs de Schmid des systèmes de glissement  $\vec{a}$  et  $\vec{a}'$  étant égaux chacun à chacun.

• On a enfin :

$$\Phi_{\vec{c} + \vec{a}} = \frac{1}{\sqrt{1 + c^2 / a^2}} (\Phi_{\vec{a}} + \frac{c}{a} \Phi_{\vec{c}})$$

On ne peut donc solliciter le glissement  $\vec{c} + \vec{a}$  que si sa limite élastique  $\tau_{\vec{c} + \vec{a}}$  est inférieure à  $0,6 \tau_{\vec{a}}$  ou  $0,8 \tau_{\vec{c}}$  selon le système avec lequel il entre en concurrence.

Un régime de contrainte homogène ne peut pas activer les glissements  $\vec{a}'$  et  $\vec{c} + \vec{a}$  au moins au début de la déformation.

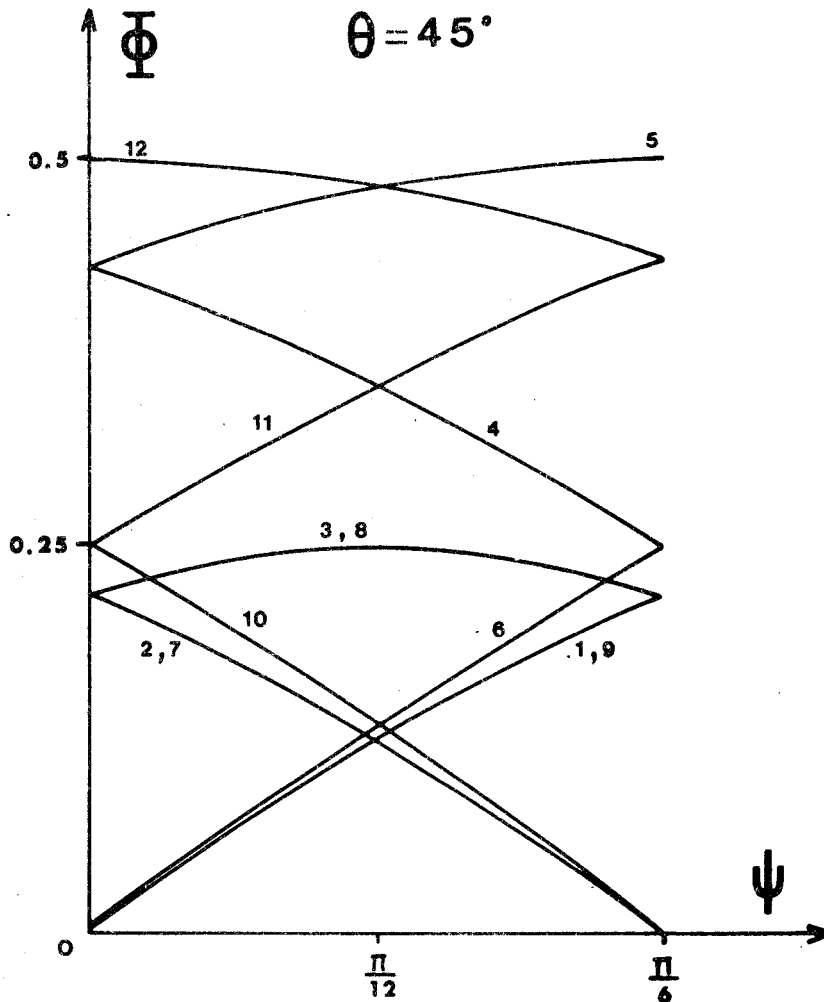


Figure 8 - 6 : Variation des divers facteurs de Schmid avec l'angle  $\psi$ . Les numéros des courbes correspondent à ceux du tableau 2.



### 8 - 3 - 2 DEPOUILLEMENT DES COURBES

Dans l'essai de traction habituel il y a rotation des directions cristallographiques au cours de la déformation ; on en tient compte dans l'évaluation du cisaillement résolu  $\gamma$  et de la contrainte réduite  $\tau$  [126 , 127].

L'essai de compression est moins précis car la rotation cristallographique n'est pas homogène. Nous avons augmenté les degrés de liberté de la machine en permettant à l'un des plateaux de compression de se déplacer un peu parallèlement à l'autre. Ceci limite les risques de rupture de l'éprouvette et diminue la rotation cristallographique, que nous avons négligée.

Nous avons donc dépouillé les courbes à l'aide des formules simplifiées :

$$\tau = \frac{F(t)}{S} \frac{\Phi}{1 + \frac{v}{\ell} t}$$

$$\gamma = \frac{v t}{\ell \Phi} \left( 1 + \frac{v t}{\ell} \right)$$

où  $S$  est la section de l'éprouvette ,  $\ell$  sa longueur ,  $v$  la vitesse de déformation de la machine (elle est constante) ,  $t$  le temps et  $F(t)$  la force enregistrée par la machine.

Il y a un certain nombre de directions de compression ( $[10\bar{1}0]$ ,  $[11\bar{2}0]$  ...) pour lesquelles deux systèmes de glissement d'un même type sont également favorisés. Nous avons admis que lorsque le glissement duplex est stable, le cisaillement est également réparti sur les deux systèmes. On peut en principe contrôler par observation des lignes de glissement et par figures d'attaque s'il y a eu ou non glissement duplex. On constate en fait qu'il y a toujours plusieurs systèmes de glissement activés, au moins aux extrémités de l'éprouvette. En tout cas, cette hypothèse ne modifie pas l'évaluation de la limite élastique, elle n'a d'influence que sur l'évaluation du taux de durcissement.

Nous n'avons jamais observé de glissement dévié. Le glissement se produit toujours sur des plans  $\{10\bar{1}0\}$  comme le montrent les figures 8 - 6 à 8 - 8 .

### 8 - 3 - 3 COURBES DE COMPRESSION

Nous avons déformé à la température ambiante et à celle de l'azote liquide diverses éprouvettes [122] dont les directions de l'axe de compression sont repérées sur la figure 8 - 9. On trouve sans ambiguïté les systèmes de glissement activés dans chaque cas en observant les lignes de glissement ou les configurations de puits révélées par figures d'attaque et en comparant les facteurs de Schmid aux contraintes appliquées. Les résultats sont consignés dans le tableau 3 et sur les figures 8 - 10 et 8 - 11 .

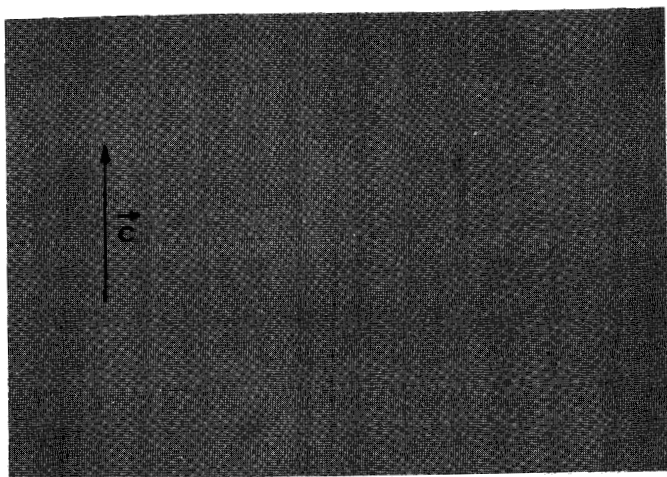


Figure 8 - 6 : Face  $(10\bar{1}0)$  ; lignes de glissement  
 $\gamma = 10\%$  ( x 770 ) .

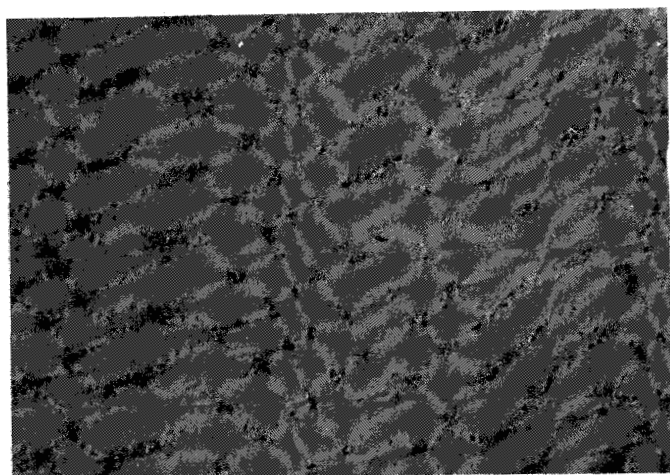


Figure 8 - 7 : Face  $(0001)$  ; un seul système de  
glissement au milieu de l'éprouvette ;  
attaque au bain **F** . ( x 1200 ) .

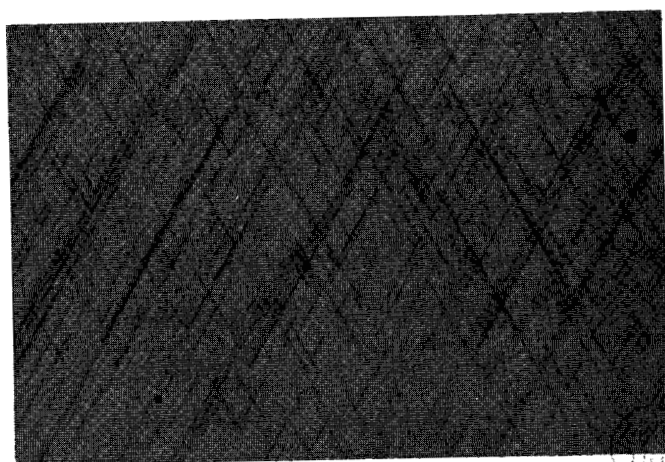


Figure 8 - 8 : Face  $(0001)$  ; deux systèmes de  
glissement au milieu de l'éprouvette ;  
attaque au bain **F** . ( x 160 ) .

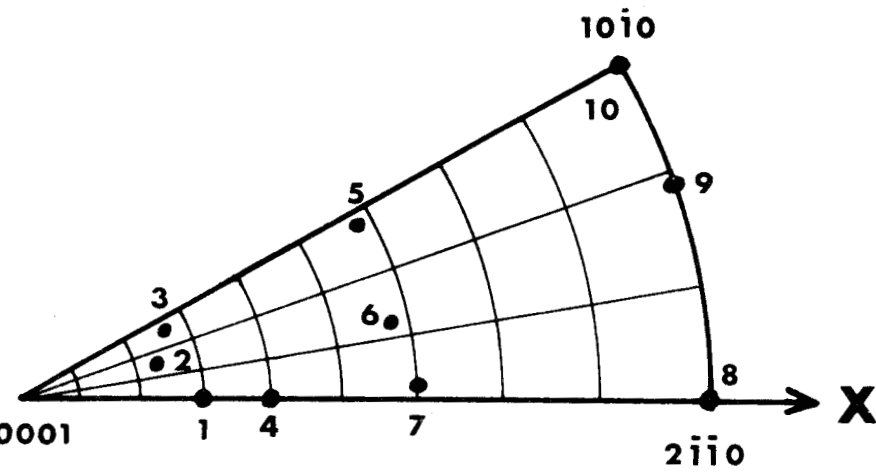


Figure 8 - 9 : Direction de l'axe de compression des diverses éprouvettes.

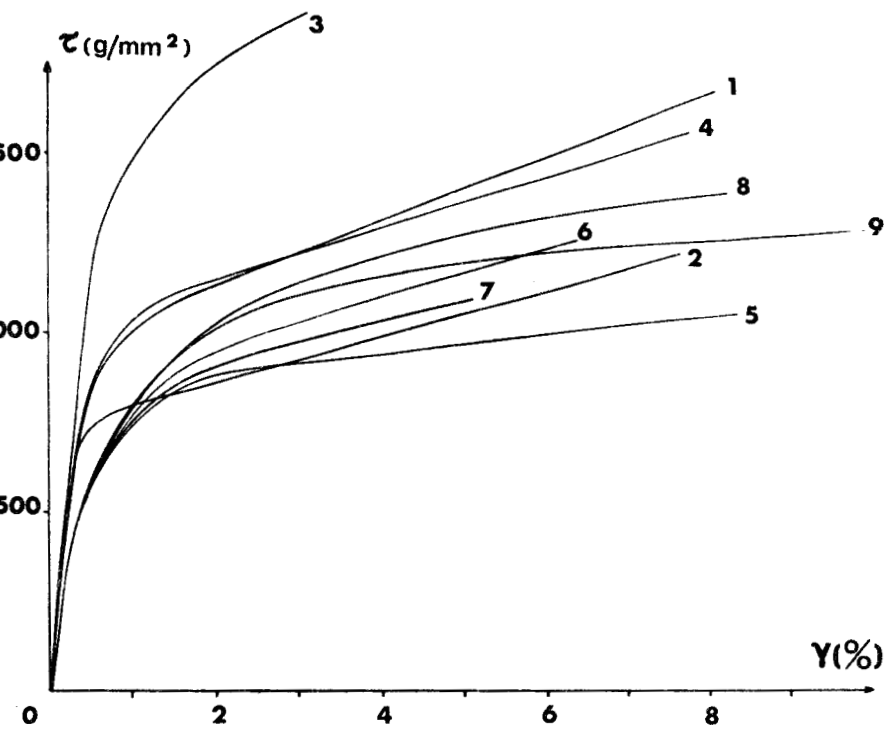


Figure 8 - 10 : Courbes de déformation à 78° K .

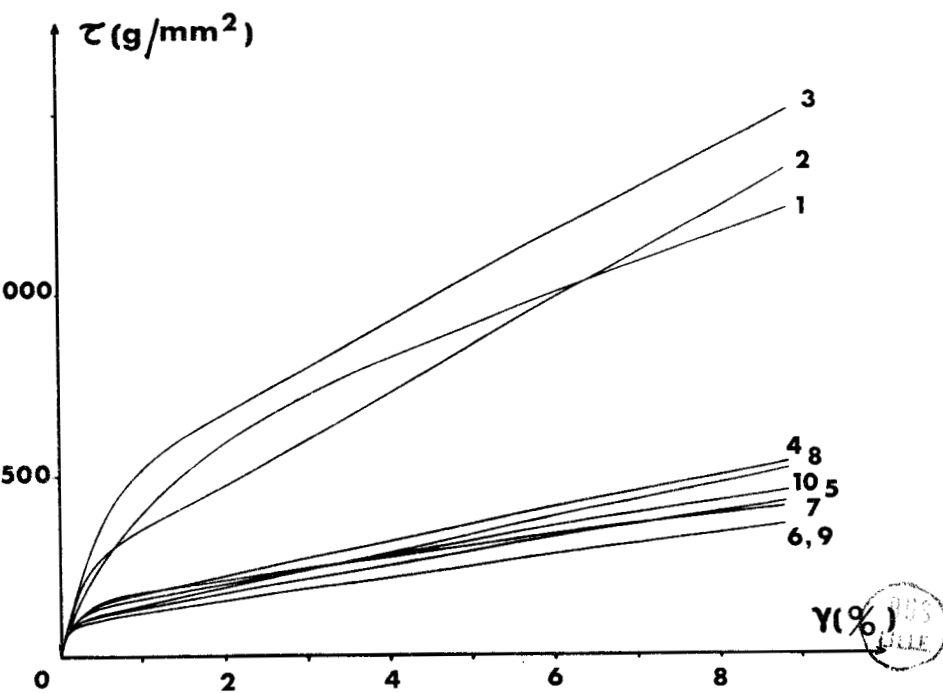


Figure 8 - 11 : Courbes de déformation à 293° K .

Les courbes de compression présentent toutes un premier stade de micro plasticité où le durcissement varie de façon parabolique de  $\mu / 10$  à  $\mu / 1000$  environ. Ce stade est plus étendu à basse température. Il est suivi d'un stade linéaire dont le durcissement est de l'ordre de  $\mu / 1000$  (valeur imprécise à cause du mode de déformation) .

Le glissement  $\vec{a}$  vérifie bien la loi de Schmid et Boas. Ce n'est pas le cas du glissement  $\vec{c}$  . On note en effet que la courbe n° 3 s'écarte assez considérablement des autres courbes représentatives de ce glissement ( n° 1 et 2 et n° 4 à 78° K seulement) .

L'hypothèse de la dissociation des dislocations  $\vec{c}$  sur plusieurs plans prismatiques interprète bien ce dernier résultat. En effet, sur l'éprouvette n° 3 , les facteurs de Schmid des trois plans prismatiques présentent un écart important (ils valent respectivement 0,43 , 0,27 et 0,23 ) tandis que sur les éprouvettes 1 , 2 et 4 , deux des trois plans prismatiques ont sensiblement le même facteur de Schmid, le troisième n'étant pas ou peu sollicité (voir figure 8 - 6 et tableau 2) .

Le glissement ne commence que lorsque la contrainte résolue sur le plan secondaire est suffisante pour repincer le ruban de faute, ce qui se traduit par une contrainte plus grande sur le plan de glissement principal dans le cas de l'éprouvette n° 3 . On vérifie d'ailleurs sur les figures 8 - 6 et 8 - 10 qu'à la limite micro élastique, les contraintes sur les plans secondaires sont les mêmes sur les quatre éprouvettes.

Ce phénomène marque également le volume d'activation qui doit être plus petit sur l'éprouvette n° 3 puisque la contrainte résolue sur le plan de glissement principal est plus grande.

Notons finalement que le glissement  $\vec{a}$  se produit pour des orientations telles que  $\theta > 35^\circ$  à température ambiante et  $\theta > 45^\circ$  à la température de l'azote liquide , l'angle  $\psi$  n'intervenant pratiquement pas (pour le glissement  $\vec{a}$ ) comme le montre la figure 8 - 6 . Dans l'intervalle  $35^\circ < \theta < 45^\circ$  , on a du glissement  $\vec{a}$  à la température ambiante et du glissement  $\vec{c}$  à 78° K . C'est le cas de l'éprouvette n° 4 (voir courbes 8 - 10 et 8 - 11) .

#### 8 - 3 - 4 STADE DE MICRO DEFORMATION . LIMITE ELASTIQUE

L'existence du stade de microplasticité complique la définition et l'évaluation d'une limite élastique. Nous avons mesuré les trois grandeurs suivantes (figure 8 - 12) .

- $\tau_p$  contrainte résolue pour laquelle la courbe s'écarte de la droite élastique.
- $\tau_\gamma$  contrainte résolue pour laquelle le taux de cisaillement vaut 0,2 %
- $\tau_M$  l'ordonnée de l'intersection de la droite élastique avec la droite de durcissement linéaire.

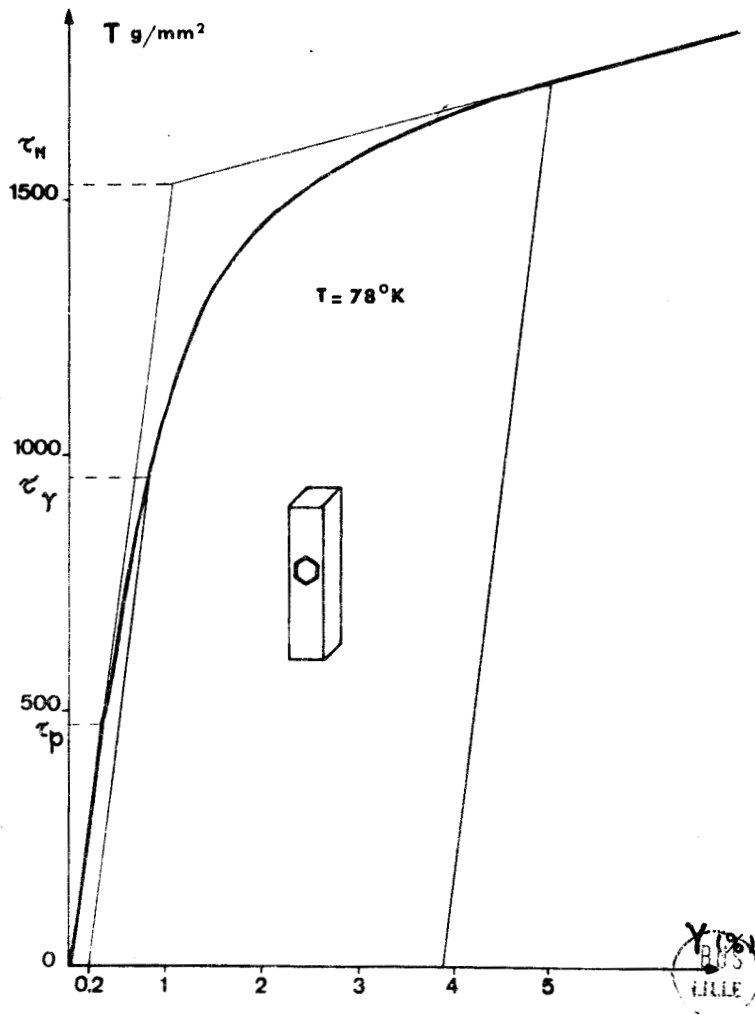


Figure 8 - 12 : Définitions des diverses limites élastiques

$$\tau_p, \tau_\gamma, \tau_M$$

(glissement  $\vec{a}$  à 78° K).

L'évaluation de  $\tau_M$  et  $\tau_\gamma$  ne pose aucun problème, celle de  $\tau_p$  par contre dépend de la précision avec laquelle on évalue l'écart à la droite élastique. En matérialisant cette droite à l'aide d'une règle on peut relever la valeur de  $\tau_p$  en évaluant un écart de 1/2 à 1/4 mm. Ceci introduit une incertitude sur  $\tau_p$  pouvant atteindre 10 à 20 % dans certains cas.

$\tau_p$  correspond approximativement à une valeur de la contrainte résolue pour laquelle les dislocations les plus mobiles commencent à se déplacer de façon irréversible (limite microélastique). La faible sensibilité de détection de la machine surestime sans doute la valeur d'un tel seuil de contrainte.

$\tau_\gamma$  est la limite élastique conventionnelle [128, 129]. Cette grandeur perd tout sens physique dans notre cas à cause du stade de microdéformation prononcé.

$\tau_M$  est la valeur de la contrainte pour laquelle toutes les dislocations sont mobiles. C'est le début du stade de microdéformation à taux de durcissement constant.

On a consigné dans le tableau 3 les valeurs de ces trois quantités pour les diverses éprouvettes. On y a porté également la valeur approximative du taux de durcissement du stade linéaire.

A la température ambiante, la limite élastique du glissement  $\vec{a}$  ou  $\vec{c}$  semble ne dépendre que du rapport  $\mu b / \ell$  où  $\ell$  est le pas du réseau de Frank (environ  $10^{-3}$  cm au début de la déformation), ce qui suggère fortement une limite élastique contrôlée par la propagation des dislocations à travers la forêt \* [130]. Par exemple le rapport  $\tau_{\vec{c}} / \tau_{\vec{a}} = \mu_{\vec{c}} |\vec{c}| / \mu_{\vec{a}} |\vec{a}|$  devrait être dans cette hypothèse égal à 2,7. On trouve expérimentalement que ce rapport est compris entre 2 et 3 quelle que soit la définition de la limite élastique choisie \*\*. Du reste les valeurs mesurées pour la grandeur  $\tau_p$  sont de l'ordre du rapport  $\mu b / \ell$  pour une densité de dislocation de  $10^6$  d / cm<sup>2</sup>.

---

\* Il n'y a pas contradiction entre cette conclusion et l'observation en microscopie électronique de la stabilité des dislocations parallèles à l'axe  $\vec{c}$ . Elle indique seulement qu'à température ambiante la force de réseau est inférieure à la contrainte nécessaire pour que la dislocation coupe la forêt.

\*\* On exclut naturellement de cette comparaison l'éprouvette n° 3 pour laquelle on a vu que la contrainte réduite sur le plan primaire ne suffit pas à définir la limite élastique.

TABLEAU 3

## RESULTATS DES MESURES DE COMPRESSION

Les 3 nombres donnés pour les limites élastiques correspondent respectivement à  $\tau_p$ ,  $\tau_\gamma$  et  $\tau_M$

N°	$\Phi_a$	$\Phi_c$	Limite élastique résolue en g/mm <sup>2</sup>		durcissement linéaire en g/mm <sup>0</sup> %		type de glissement
			78° K	293° K	78° K	293° K	
1	0,108	0,375	750 950 1050	180 240 250	90	90	$\vec{c}$
2	0,077	0,355	750 850 890	210 270 280	100	140	$\vec{c}$
3	0,096	0,433	1000 1400 1800	300 520 500	100 <sup>+</sup>	120	$\vec{c}$
4	0,184	0,490	720 900 1100	60 120 150	70	48	$\vec{c}$ à 78° K $\vec{a}$ à 293° K
5	0,323	0,450	390 470 770	70 140 165	21	25	$\vec{a}$
6	0,358	0,425	380 750 900	70 100 105	100	30	$\vec{a}$
7	0,338	0,382	420 720 870	85 170 210	15	25	$\vec{a}$
8	0,433	0	500 850 1200	50 100 110	34	60	$\vec{a}$
9	0,490	0	400 700 1070	85 100 115	20	30	$\vec{a}$
10	0,433	0	400 750 1000	50 100 140	32	30	$\vec{a}$

+ linéarité médiocre du stade II à 78° K

A basse température par contre, la forte croissance de la limite élastique élimine un mécanisme de forêt. La figure 8 - 13 représente la variation de  $\tau_p$  avec la température pour les glissements  $\vec{a}$  et  $\vec{c}$ . On voit que  $\tau_{p_{\vec{a}}}$  est multiplié par un facteur 10 entre l'ambiante et 78° K. Les limites  $\tau_\gamma$  et  $\tau_M$  varient de façon sensiblement identique (voir tableau 3).

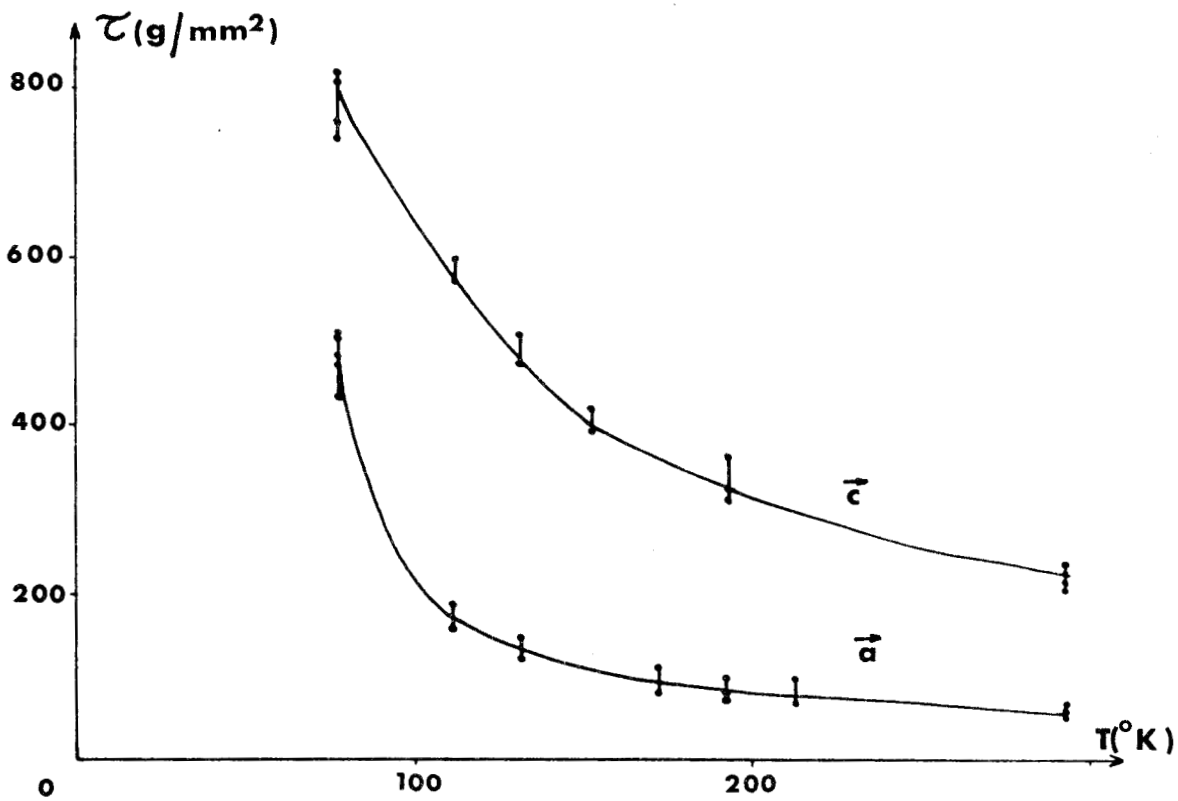


Figure 8 - 13 : Variation de  $\tau_{p_{\vec{a}}}$  et  $\tau_{p_{\vec{c}}}$  en fonction de T .

$\tau_{p_{\vec{c}}}$  est évalué sur une éprouvette d'orientation n° 1 .



Un effet de nuage d'impuretés semble également exclu. La figure 8 - 14 montre ce que l'on obtient pour une même éprouvette qui a été déformée successivement de :

- I 2 % à température ambiante
- II 1 % à 78° K
- III 1 % à température ambiante.

On constate la même augmentation de limite élastique à basse température (78° K ) pour les dislocations fraîches créées au cours de la première déformation. L'absence de crochet de traction confirme également qu'il n'y a pas de nuage de Cottrell autour des dislocations.

L'augmentation de limite élastique observée à basse température semble donc être due à l'interaction des dislocations avec le réseau cristallin. Cette interaction stabilise fortement les lignes de dislocations dans les directions [0001] après une légère déformation. Pour les dislocations  $\vec{c}$  on comprend aisément la raison de cette stabilisation qui est due à la dissociation sur plusieurs plans sécants le long de [0001].

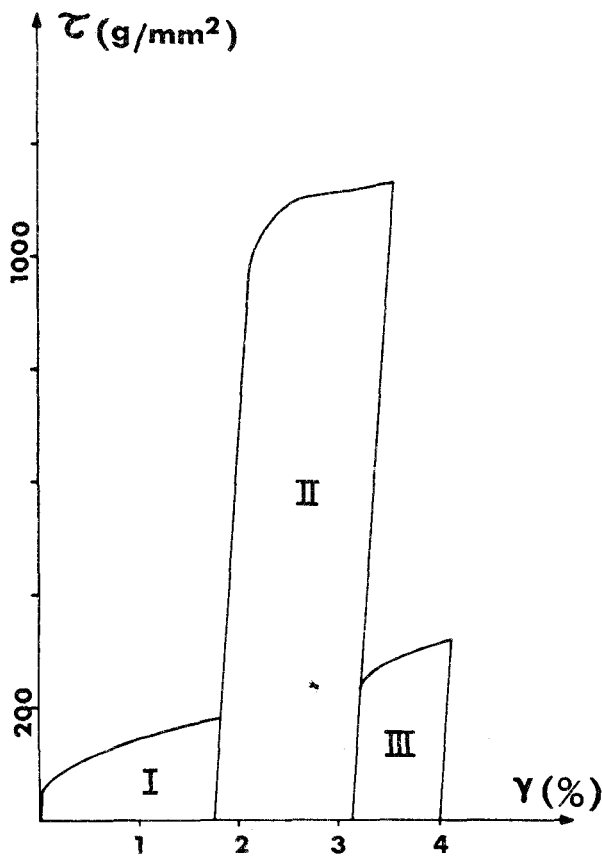


Figure 8 - 14 : Série d'expériences à température variable sur une même éprouvette ; glissement  $\vec{a}$

- I déformation de 2 % à 293° K
- II déformation de 1 % à 78° K
- III déformation de 1 % à 293° K

Le phénomène n'existe pas que pour les dislocations  $\vec{c}$  mais aussi pour les  $\vec{a}$ . Ce dernier point ressort clairement de l'observation en microscopie électronique. Après quelques % de déformation par glissement  $\vec{a}$ , ( le facteur de Schmid du glissement  $\vec{c}$  étant nul ) on voit des dislocations longues d'une centaine de microns, vraisemblablement des coins  $\vec{a}$ , alignées le long de  $[0001]$  (figure 8 - 15). Cet alignement s'observe même pour des déformations à température ambiante.



Figure 8 - 15 : Lamelle  $(10\bar{1}0)$ , échantillon déformé de 3 %. Les dislocations sont toutes alignées selon  $[0001]$ . (  $\times 3\ 800$  )

L'effet reste présent, bien qu'atténué après des déformations plus importantes (figure 8 - 16).

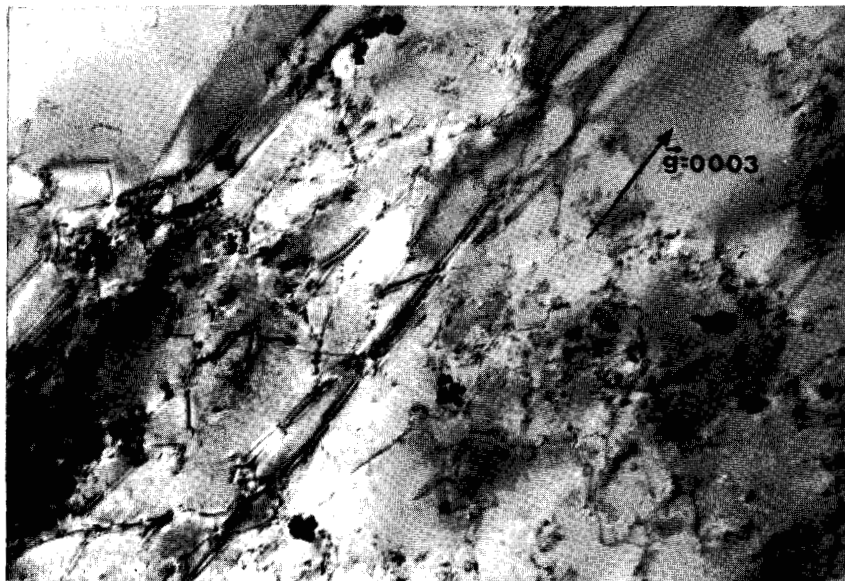


Figure 8 - 16 : Lamelle  $(10\bar{1}0)$  ; échantillon très déformé. (  $\times 16\ 500$  )

L'application de contraintes thermiques courbe à peine ces dislocations parallèles à  $[0001]$  alors qu'elles suffisent à faire sortir les dislocations  $\vec{a}$  vis de l'échantillon (figure 8 - 17)

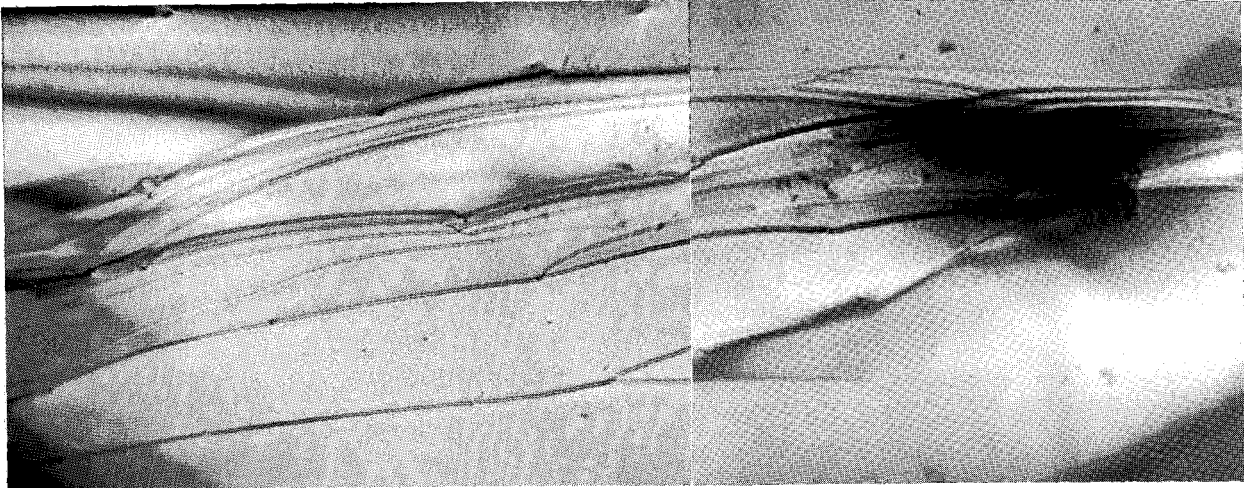


Figure 8 - 17 : Lamelle  $(10\bar{1}0)$  échantillon peu déformé ; action d'une contrainte thermique sur des dislocations //  $[0001]$ .  
( x 16 000 )

La tendance à l'alignement selon  $[0001]$  s'explique pour les dislocations  $\vec{a}$  par un effet de cœur. Il est plus facile de distordre et de perturber les liaisons de Van der Waals entre chaînes que les liaisons covalentes le long d'une chaîne. Il s'agit là d'un effet particulier au tellure. La dissociation proposée au chapitre III pour les dislocations  $\vec{a}$  coin peut diminuer leur énergie mais d'une part, c'est simplement une description plus précise du cœur si la dissociation est faible et d'autre part cette hypothèse de dissociation n'est réaliste que pour des dislocations  $\vec{a}$  purement coin.

En résumé les dislocations  $\vec{a}$  aussi bien que les  $\vec{c}$  tendent à s'aligner parallèlement à  $[0001]$ . Ce phénomène est responsable de la forte augmentation de la limite élastique lorsqu'on abaisse la température et de l'existence d'un premier stade de microplasticité. On retrouve ainsi une situation physiquement semblable à celles que l'on rencontre dans les cubiques centrés ou dans le glissement prismatique des hexagonaux compacts [48] où l'on observe également une tendance à l'alignement des dislocations dans les vallées de Peierls à cause de dissociations sur plusieurs plans.

Le tellure jouit seulement d'une situation assez particulière pour le glissement  $\vec{a}$  où ce sont des dislocations coins qui marquent cette tendance à l'alignement selon une direction privilégiée.

## IX - CONCLUSION

Nous avons mis au point un certain nombre de techniques.

a) Découpe et polissage du tellure à l'aide d'une scie et d'une polisseuse chimiques. Les techniques utilisées antérieurement consistaient, à une exception près ( STOKES , JOHNSTON et LI [49] ) en clivages suivis ou non de polissages. Nous avons abondamment montré que clivage ou polissage mécanique modifient considérablement la densité de dislocations jusqu'à une distance de la surface pouvant atteindre 0,5 mm.

La technique mise au point, ou n'importe quelle technique dérivée de celle-ci, est donc indispensable à qui voudrait étudier proprement l'effet des dislocations sur les propriétés électriques et optiques du tellure. Cette technique permet d'autre part de tailler sans risque de rupture des monocristaux d'orientation quelconque.

b) Observation des dislocations par une technique de figures d'attaque. Les observations antérieures à nos travaux étaient incomplètes et contradictoires. D'une part, elles ne portaient que sur des plans prismatiques et exceptionnellement sur le plan de base, d'autre part, les conditions d'emploi des réactifs étaient mal précisées. Il est clair enfin que, parmi les puits observés, une partie au moins décorait des accidents superficiels (marches, décrochements ..... ) et non des dislocations.

c) Observation des dislocations par microscopie électronique. La technique mise au point a permis, pour la première fois, l'observation et l'identification de dislocations individuelles.

Ces techniques ont ensuite été utilisées pour étudier et décrire le comportement mécanique du tellure déformé en compression et les propriétés individuelles des dislocations. C'est ainsi que nous avons mis en lumière les points suivants :

1) Systèmes de glissement. Pour des températures inférieures à 300° K, le glissement se produit uniquement sur les plans prismatiques de première espèce pour une déformation homogène, de première et de seconde espèce pour une déformation localisée.

Les directions de glissement peuvent être  $\vec{c}$  ou  $\vec{a}$ . Il n'a pas été possible de mettre en évidence ni d'exclure complètement d'autres directions de glissement telles que  $\vec{c} + \vec{a}$ ,  $\vec{a}'$ ,  $\vec{c} + \vec{a}'$ . Toutefois les calculs faits indiquent que ces derniers glissements ne peuvent être qu'exceptionnels.

Le tellure monocristallin ne présente donc que quatre systèmes de glissement indépendants, ce qui explique sa fragilité pour certaines sollicitations et les difficultés que l'on a eues jusqu'ici pour le tailler selon une orientation arbitraire.

2) Loi de Schmid et Boas. Elle est vérifiée pour le glissement  $\vec{a}$  mais pas pour le glissement  $\vec{c}$  à cause de la dissociation des dislocations vis  $\vec{c}$  sur plusieurs plans prismatiques.

3) Limite élastique et durcissement. Les limites élastiques des divers systèmes de glissement du tellure varient très rapidement avec la température entre 78 et 300° K . On observe un premier stade de microplasticité pouvant atteindre 3 % à basse température. Il est suivi d'un stade linéaire à taux de durcissement assez élevé de l'ordre de  $10^{-3} \mu$ .

4) L'observation en microscopie électronique montre qu'une faible déformation a pour effet d'aligner les dislocations parallèlement à [0001] même à température ambiante. Cet effet n'est pas dû à l'anisotropie élastique du tellure. Pour les dislocations  $\vec{c}$ , c'est un effet de dissociation. Pour les dislocations  $\vec{a}$  c'est un effet de cœur.

L'ensemble de ces résultats confirme que dans ses grandes lignes la description du tellure comme un ensemble de chaînes où les liaisons entre atomes le long d'une même chaîne sont beaucoup plus fortes que les liaisons entre atomes de chaînes différentes est correcte.

Le présent travail a ouvert un certain nombre de possibilités. Pour poursuivre l'étude des propriétés des dislocations dans le tellure et leur influence sur les propriétés électriques et optiques, il faudrait approfondir plusieurs domaines :

a) Il nous semble nécessaire de disposer à plus ou moins longue échéance d'une méthode permettant de fabriquer de bons monocristaux de tellure dopés ou non. Il faut souligner ici que les essais réalisés au laboratoire pour mettre au point une méthode plus simple et plus économique que celle de Czochralski se sont soldés par un échec.

b) L'étude systématique de l'influence du recuit sur la densité et le réarrangement des dislocations est également très importante. L'influence du recuit pourra être contrôlée par topographie X , (Berg - Barrett , Lang) ou par figures d'attaque si l'on peut mettre au point un bain agissant à température ambiante.

c) L'étude de la plasticité du tellure à très basse température apporterait sans doute des renseignements très utiles sur les mécanismes de durcissement.

d) La compression n'est pas un « bon » mode de déformation. Des essais de traction sont en cours actuellement qui donneront des résultats plus précis, au moins pour les grandes déformations.

e) L'étude du fluage qui a été juste ébauchée dans notre travail apportera certainement des résultats importants, elle permettra notamment de mesurer l'énergie d'activation qui est inaccessible en traction ou en compression à cause des risques de rupture. Elle permettra également d'étudier le glissement pyramidal.

f) Le dépouillement des clichés de microscopie électronique, l'interprétation du contraste et la caractérisation des vecteurs de Burgers en sont encore à leurs débuts. De même, il n'est pas impossible que des méthodes d'observation plus fines ou à grossissement plus important puissent révéler les dissociations proposées dans les chapitres III et VIII .

Signalons finalement que cette étude serait vraisemblablement applicable dans ces grandes lignes au selenium qui est également un semi conducteur et dont la structure est isomorphe de celle du tellure.

ANNEXE 1  
NOTATION A 4 INDICES DE MILLER - BRAVAIS  
ET RESEAU RECIPROQUE

La figure A - 1 représente les divers systèmes d'axes permettant d'indexer une structure hexagonale.

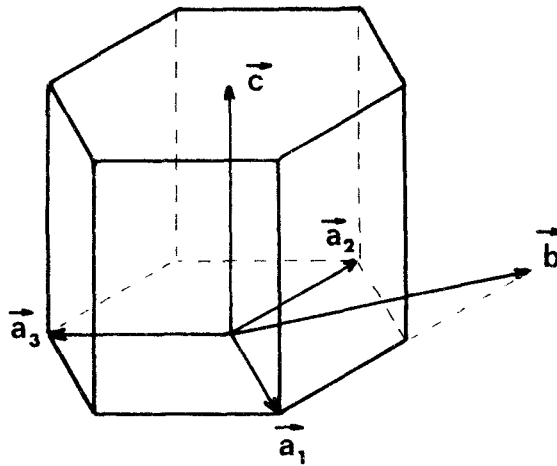


Figure A - 1 : Les divers systèmes d'axes pour l'hexagonal.

1) Le système hexagonal à 3 axes a pour base  $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{c}$  de sorte qu'une direction se décompose selon :

$$\vec{OD} = U \vec{a}_1 + V \vec{a}_2 + W \vec{c} \quad (1)$$

$U, V$  et  $W$  sont les indices de Miller de la direction  $\vec{OD}$  que l'on note  $[U, V, W]$ .

Dans ce système d'axes, des directions cristallographiquement équivalentes comme les directions denses  $\vec{a}_1, \vec{a}_2$  et  $\vec{a}_3$  n'ont pas la même expression analytique. On a en effet :

$$\vec{a}_1 = [100] \quad ; \quad \vec{a}_2 = [010] \quad ; \quad \vec{a}_3 = [\bar{1}\bar{1}0]$$

il n'y a donc pas de forme générique possible.

D'autre part, la base réciproque se définit de la façon habituelle par :

$$\vec{a}_1^* = \frac{\vec{a}_2 \wedge \vec{c}}{(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{c})} ; \quad \vec{a}_2^* = \frac{\vec{c} \wedge \vec{a}_1}{(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{c})} ; \quad \vec{c}^* = \frac{\vec{a}_1 \wedge \vec{a}_2}{(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{c})} \quad (2)$$

On peut noter que  $\vec{a}_1^*$  et  $\vec{a}_2^*$  font un angle de  $60^\circ$  alors que  $(\vec{a}_1, \vec{a}_2) = 120^\circ$  (figure A - 2).

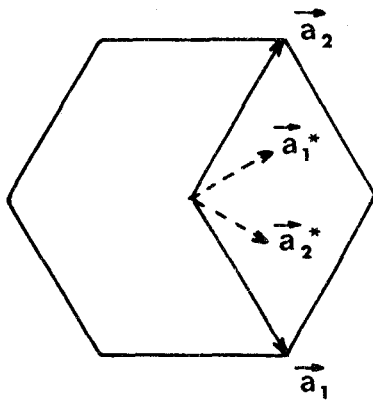


Figure A - 2 : Système hexagonal à 3 axes.

La propriété fondamentale du réseau réciproque permet cependant de définir les indices de Miller d'un plan du réseau ( U V W ) par les indices de sa normale évalués dans les axes réciproques [ U V W ]\* . Cette méthode d'indexation n'est pas simple et on utilise plutôt, pour les calculs analytiques au moins, l'un ou l'autre des autres systèmes.

2) Le système orthohexagonal a pour base  $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$  ( $\vec{a} = \vec{a}_1$  ,  $\vec{b} = \vec{a}_1 + 2\vec{a}_2$  ,  $\vec{c} = \vec{c}$ ) ; ce système est orthogonal et la base de son réseau réciproque  $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$  également, mais aucune des deux bases n'est normée. La direction  $\vec{OD}$  s'écrit maintenant :

$$\vec{OD} = p\vec{a} + q\vec{b} + r\vec{c}$$

[p q r] sont les indices de Miller de  $\vec{OD}$  dans la nouvelle base et on repère un plan de la façon habituelle; cependant le plan (p q r) n'est pas perpendiculaire à la direction [p q r] et les directions cristallographiquement équivalentes comme  $\vec{a}_1, \vec{a}_2$  et  $\vec{a}_3$  n'ont toujours pas la même forme analytique.

3) Le système hexagonal à 4 axes a pour base  $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$  et  $\vec{c}$  (figure A - 1) et on décompose la direction  $\vec{OD}$  selon :

$$\vec{OD} = u \vec{a}_1 + v \vec{a}_2 + t \vec{a}_3 + w \vec{c} \quad (4)$$

en s'imposant la condition restrictive :

$$u + v + t = 0 \quad (5)$$

de façon que la décomposition soit unique .  $[u \ v \ t \ w]$  sont les indices de Miller - Bravais de la direction  $\vec{OD}$  . Les directions cristallographiquement équivalentes ont maintenant une seule forme analytique. Ainsi  $\vec{a}_1, \vec{a}_2$  et  $\vec{a}_3$  s'écrivent respectivement  $[2\bar{1}\bar{1}0]$  ,  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  et  $[\bar{1}\bar{1}20]$  ou encore de façon générique  $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$  ; on a en outre les relations suivantes permettant de passer d'un système d'axes à un autre :

$$\begin{aligned} U &= 2u + v = p + q & 3u &= 2U - V = 2p \\ V &= u + 2v = 2q & \text{ou} & & 3v &= 2V - U = q - p & (6) \\ W &= w = r & w &= W = r \end{aligned}$$

On définit de même les indices de Miller - Bravais d'un plan qui coupe les 4 axes en  $A_1, A_2, A_3$  et  $C$  par  $(u \ v \ t \ w)$  tels que :

$$\vec{OA}_1 = \frac{\vec{a}_1}{u} ; \quad \vec{OA}_2 = \frac{\vec{a}_2}{v} ; \quad \vec{OA}_3 = \frac{\vec{a}_3}{t} ; \quad \vec{OC} = \frac{\vec{c}}{w} \quad (7)$$

et on peut noter que la relation (5) est toujours vérifiée.

Les avantages de la notation de Miller - Bravais sont évidents pour le réseau direct, par contre la définition du réseau réciproque est plus délicate.

Si l'on fait abstraction d'un des axes du plan de base ( $\vec{a}_3$  par exemple) on peut bâtir une base réciproque, mais on perd la symétrie introduite par cet axe supplémentaire. On peut évidemment définir les nœuds du réseau réciproque directement (ils sont situés sur la normale à une famille de plans cristallographiques, à des distances  $n/d$  de l'origine) puis chercher un système de 4 axes dans lesquels ces nœuds ont pour indices ceux des plans du réseau direct qui les ont engendrés . Ceci conduit au choix proposé dans le chapitre II .



La base réciproque est  $\vec{b}_1^*$ ,  $\vec{b}_2^*$ ,  $\vec{b}_3^*$ ,  $\vec{c}^*$  telle que :

$$\begin{aligned} \vec{b}_1^* // \vec{a}_1 & \quad |\vec{b}_1^*| = \frac{2}{3a} \\ \vec{c}^* // \vec{c} & \quad |\vec{c}^*| = \frac{1}{c} \end{aligned} \quad (8)$$

Dans ces conditions, la direction  $[u \ v \ t \ w]^*$  du réseau réciproque est perpendiculaire au plan  $(u \ v \ t \ w)$  du réseau direct mais  $(u \ v \ t \ w)$  n'est pas en général perpendiculaire à la direction  $[u \ v \ t \ w]$  du réseau direct.

On peut cependant introduire le réseau réciproque de façon beaucoup moins arbitraire en revenant aux raisons qui militent en faveur du système à 4 axes.

Remarquons avec FRANK [131] que l'on a intérêt à utiliser un espace tridimensionnel pour décrire une symétrie plane d'ordre 3 ou 6 ; de même on a intérêt à utiliser un espace quadridimensionnel pour décrire une structure hexagonale. L'introduction d'une métrique dans cet espace permet de traduire analytiquement les opérations courantes en cristallographie. Enfin le réseau réciproque est introduit de façon beaucoup moins arbitraire lorsque les quatre indices de Miller - Bravais sont assimilés à une indexation dans un espace à quatre dimensions.

On a résumé dans le tableau suivant les principales formules utiles en cristallographie tant dans le réseau direct que dans le réseau réciproque [132]. Ces formules se rapportent évidemment aux axes cristallographiques directs  $(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3, \vec{c})$  ou réciproques  $(\vec{b}_1^*, \vec{b}_2^*, \vec{b}_3^*, \vec{c}^*)$ . Les tenseurs métriques fondamentaux s'écrivent respectivement :

$$(g_{ij}) = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \lambda^2 \end{pmatrix} \frac{3}{2} a^2$$

et :

$$(g_{ij}^*) = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1/\lambda^2 \end{pmatrix} \frac{2}{3} a^2$$

avec

$$\lambda = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{c}{a}$$

RESEAU DIRECT

Opération	Formule
- direction $\vec{d}$	$[u v t w]$
- Plan P	$(h k i \ell)$
- Normale à P	$\left[ h k i \frac{\ell}{\lambda^2} \right]$
- Plan normal à $\vec{d}$	$(u v t \lambda^2 w)$
- Distance de P à l'origine	$\sqrt{\frac{3}{2}} a (h^2 + k^2 + i^2 + \frac{\ell^2}{\lambda^2})^{1/2}$
$ \vec{d} $	$\sqrt{\frac{3}{2}} a (u^2 + v^2 + t^2 + \lambda^2 w^2)^{1/2}$
- angle entre P et P'	$\cos \theta = \frac{hh' + kk' + ii' + \ell\ell' / \lambda^2}{[h^2 + k^2 + i^2 + \ell^2 / \lambda^2]^{1/2} [h'^2 + k'^2 + i'^2 + \ell'^2 / \lambda^2]^{1/2}}$
- angle entre $\vec{d}$ et $\vec{d}'$	$\cos \theta = \frac{uu' + vv' + tt' + \lambda^2 ww'}{[u^2 + v^2 + t^2 + \lambda^2 w^2]^{1/2} [u'^2 + v'^2 + t'^2 + \lambda^2 w'^2]^{1/2}}$
- direction $\vec{r} = [h k i \ell]^*$ du R.R. exprimé dans le R.D.	$\left[ h k i \frac{\ell}{\lambda^2} \right]$
- Plan $\Pi = (u v t w)^*$ du R.R. exprimé dans le R.D.	$(u v t \lambda^2 w)$
- direction commune à P <sub>1</sub> et P <sub>2</sub>	$\left[ \ell_1 (k_2 - i_2) - \ell_2 (k_1 - i_1), \ell_1 (i_2 - h_2) - \ell_2 (i_1 - h_1), \right.$ $\left. \ell_1 (h_2 - k_2) - \ell_2 (h_1 - k_1), -3 (h_1 k_2 - h_2 k_1) \right]$
- Plan contenant $\vec{d}_1$ et $\vec{d}_2$	$(w_1 (v_2 - t_2) - w_2 (v_1 - t_1), w_1 (t_2 - v_2) - w_2 (t_1 - v_1),$ $w_1 (u_2 - v_2) - w_2 (u_1 - v_1), -3 (u_1 v_2 - u_2 v_1))$
- direction perpendiculaire à $\vec{d}$ et contenue dans P	$\left[ \ell (v - t) - \lambda^2 w (k - i), \ell (t - u) - \lambda^2 w (i - h), \right.$ $\left. \ell (u - v) - \lambda^2 w (h - k), -3 (hv - ku) \right]$

RESEAU RECIPROQUE

Opération	Formule
- Direction $\vec{r}$	$[h k i \ell]^*$
- Plan $\Pi$	$(u v t w)^*$
- Normale à $\Pi$	$[u v t \lambda^2 w]^*$
- Plan normal à $\vec{r}$	$(h k i \frac{\ell}{\lambda^2})^*$
- Distance de $\Pi$ à l'origine	$\sqrt{\frac{2}{3}} \frac{1}{a} (u^2 + v^2 + t^2 + \lambda^2 w^2)^{1/2}$
$ \vec{r} $	$\sqrt{\frac{2}{3}} \frac{1}{a} (h^2 + k^2 + i^2 + \frac{\ell^2}{\lambda^2})^{1/2}$
- Direction $\vec{d} = [u v t w]$ du R.D. exprimée dans le R.R.	$[u v t \lambda^2 w]$
- Plan $P = (h k i \ell)$ du R.D. exprimé dans le R.R.	$(h k i \frac{\ell}{\lambda^2})$

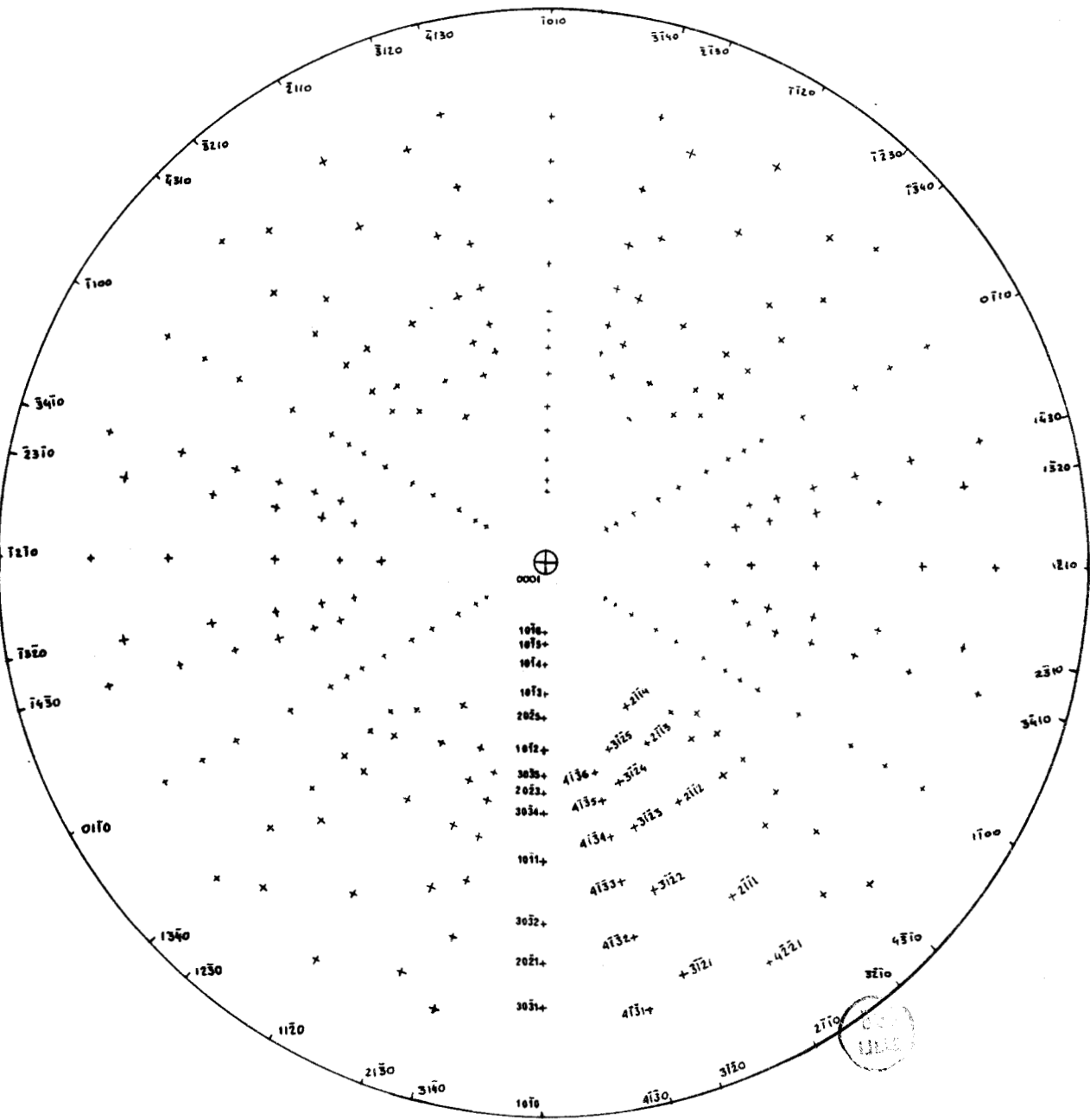


Figure A - 3 : Projection stéréographique du tellure , pôle 0001 .

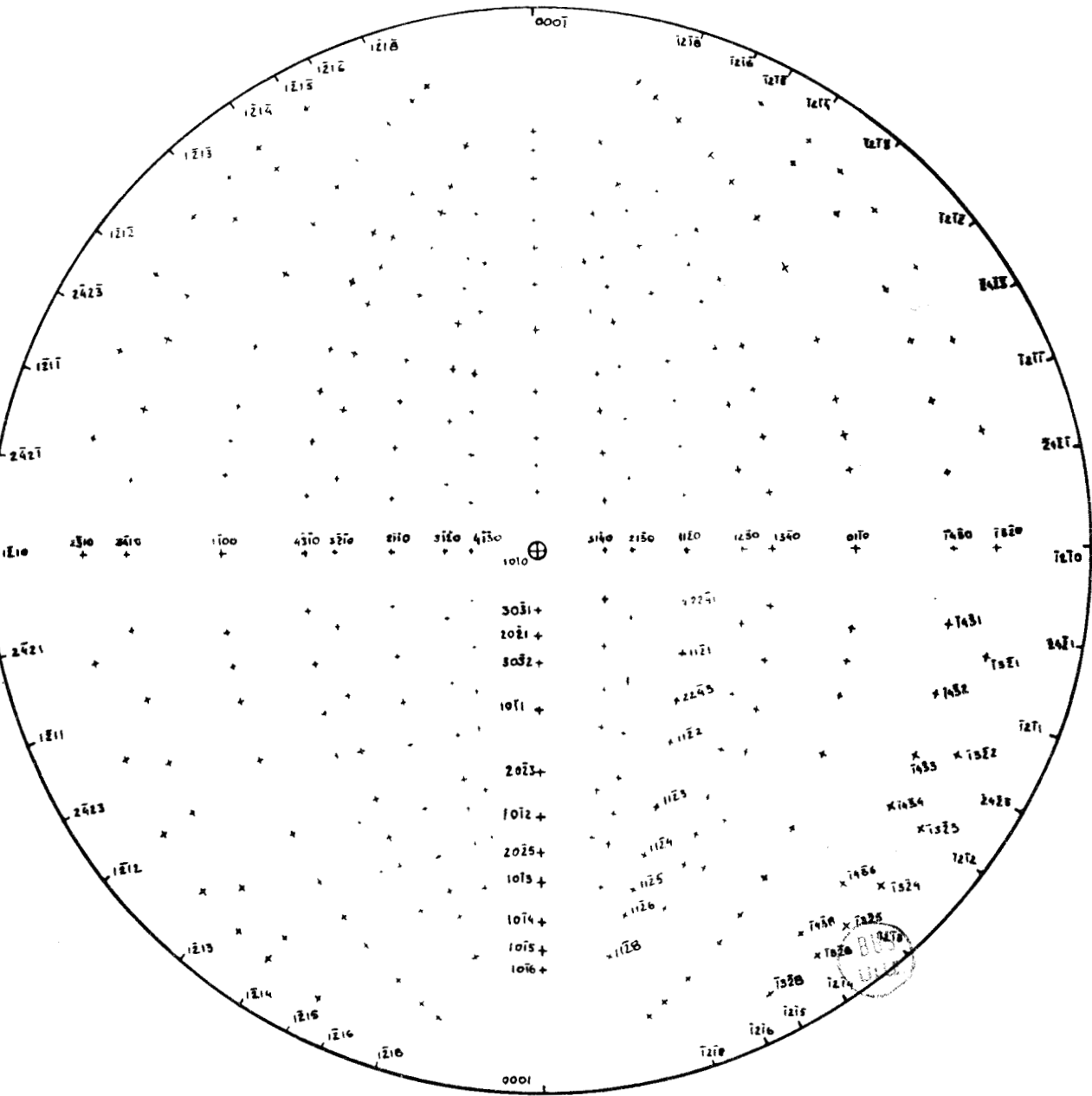


Figure A - 4 : Projection stéréographique du tellure , pôle 1010

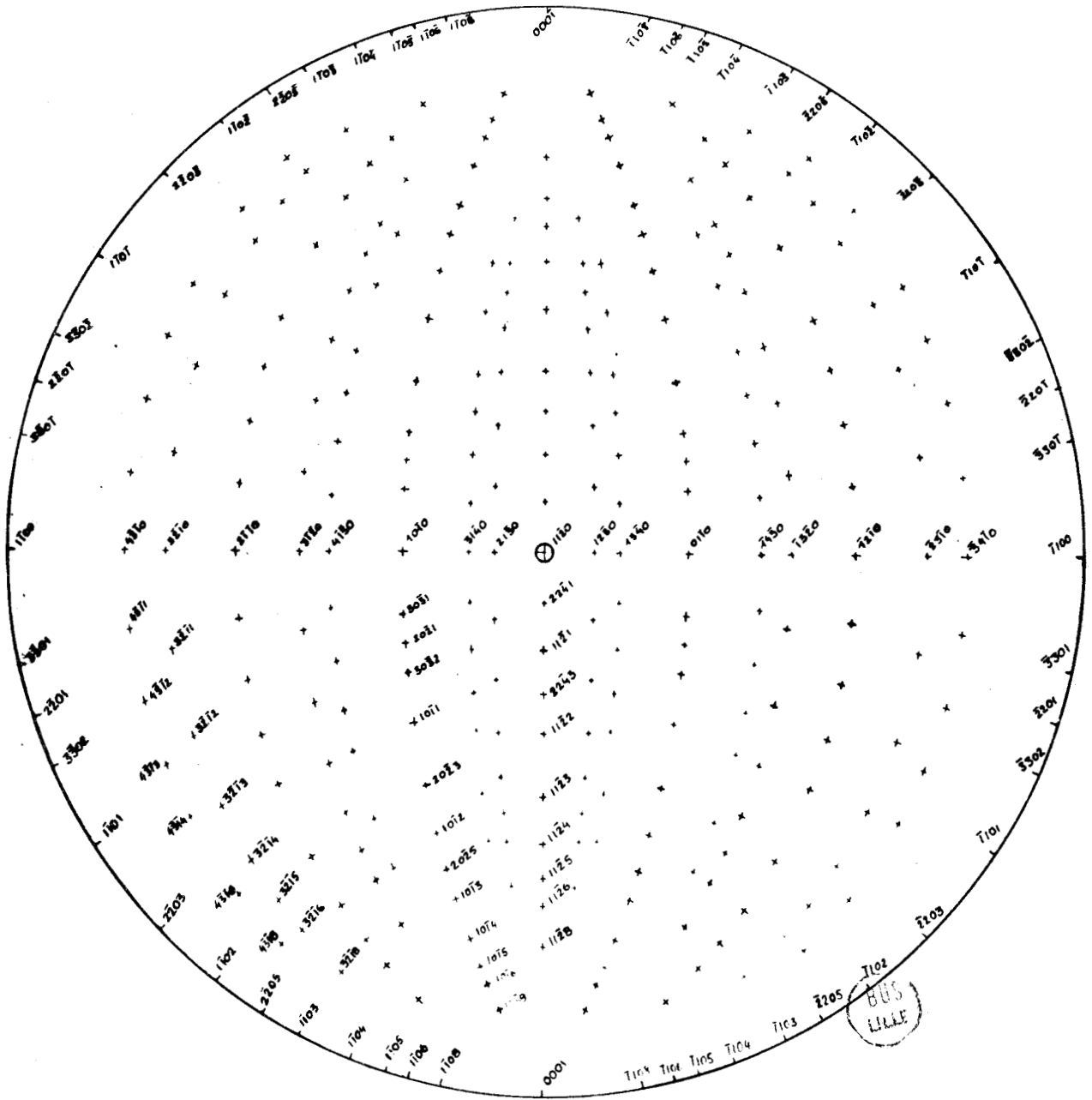


Figure A - 5 : Projection stéréographique du tellure , pôle 1120 .

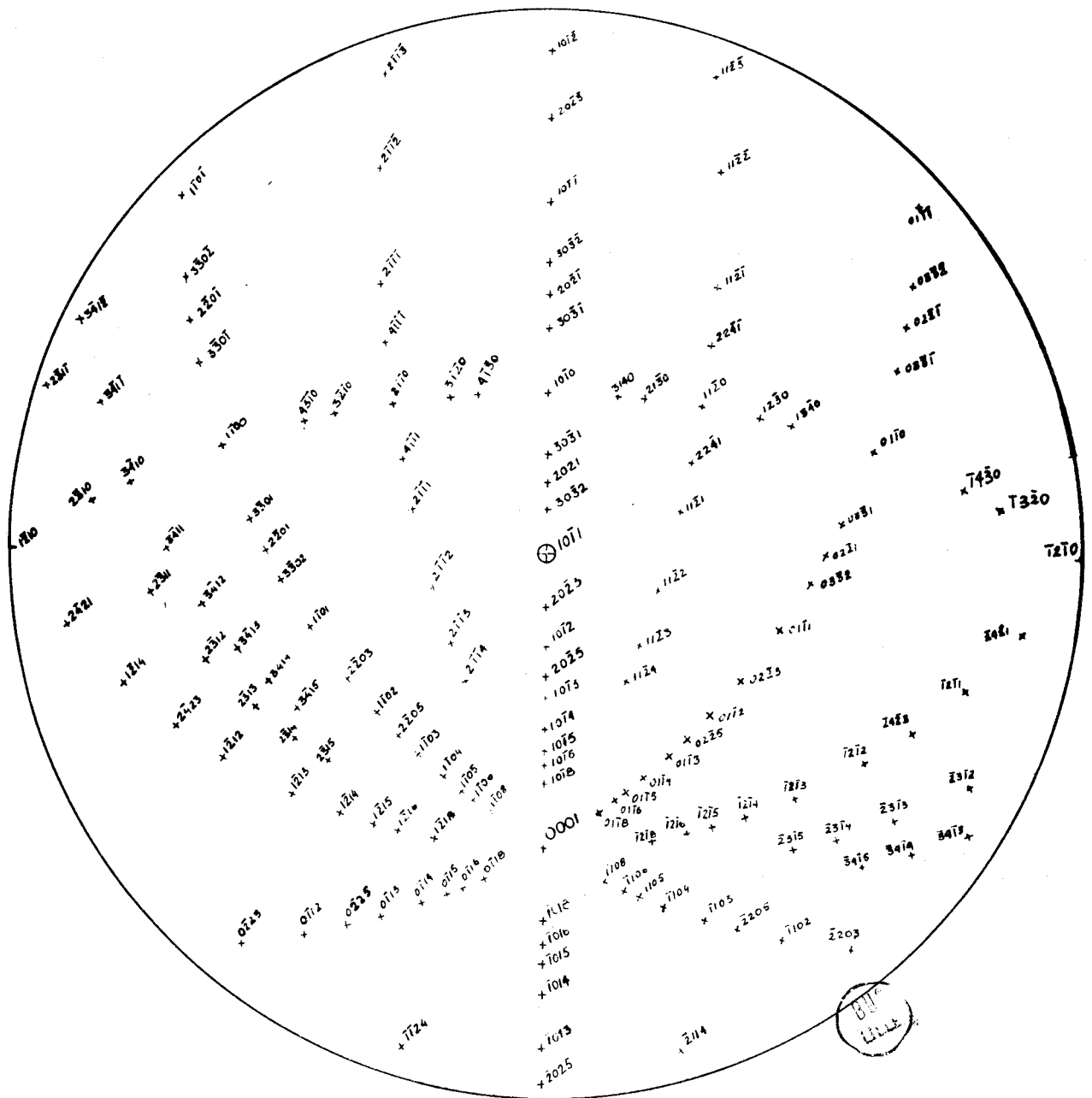
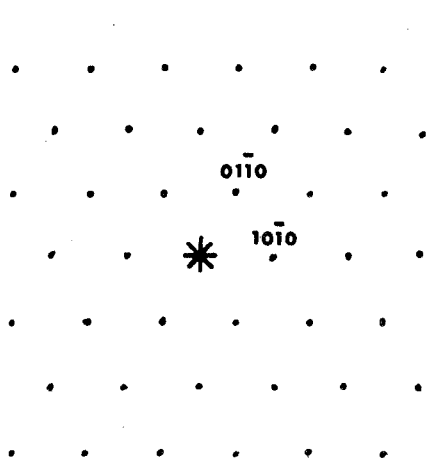
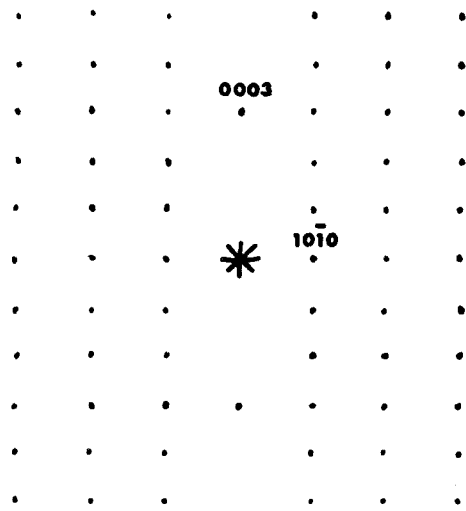


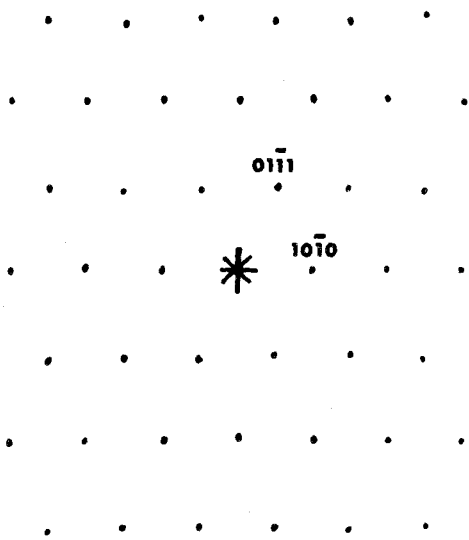
Figure A - 6 : Projection stéréographique du tellure , pôle 1011 .



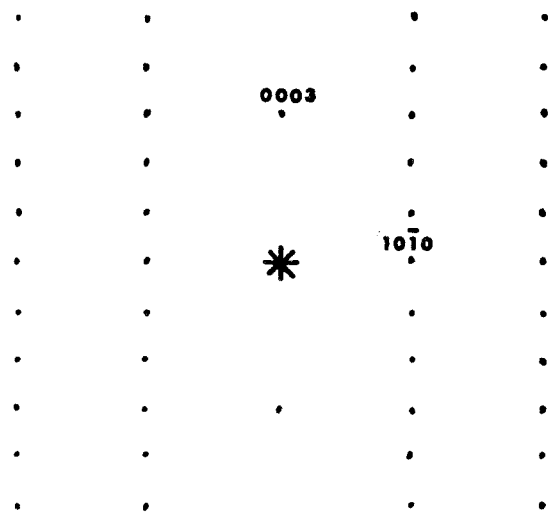
coupe (0001)



coupe ( $\bar{1}2\bar{1}0$ )



coupe à  $36^\circ$  de (0001)  
entre ( $\bar{1}2\bar{1}3$ ) et ( $\bar{1}2\bar{1}4$ )



coupe ( $1\bar{1}00$ )

Figure A - 7 : Diverses coupes du réseau réciproque .



ANNEXE 2

Dans le cas du tellure, on a :

$$\frac{c}{a} = 1,330$$

et :

$$\lambda = 1,085$$

On peut donc calculer les angles entre les plans et entre les directions cristallographiques importants [133].

TABLEAU I : Angles entre les plans (h k l) et le plan de base dans le tellure.

h k l	$\varphi$ en degrés	h k l	$\varphi$ en degrés
10 $\bar{1}$ 1	57°	11 $\bar{2}$ 1	69° 30
10 $\bar{1}$ 2	37° 30	11 $\bar{2}$ 2	53°
10 $\bar{1}$ 3	27°	11 $\bar{2}$ 3	41° 30
10 $\bar{1}$ 4	21°	11 $\bar{2}$ 4	33° 30
10 $\bar{1}$ 5	17°	11 $\bar{2}$ 6	24°
10 $\bar{1}$ 6	14° 30	11 $\bar{2}$ 8	18° 30
10 $\bar{1}$ 7	12° 30	21 $\bar{3}$ 1	76°
20 $\bar{2}$ 1	72°	21 $\bar{3}$ 2	64°
20 $\bar{2}$ 3	45° 30	21 $\bar{3}$ 3	53° 30
20 $\bar{2}$ 5	31° 30	21 $\bar{3}$ 4	45° 30
30 $\bar{3}$ 1	77° 30	21 $\bar{3}$ 5	39°
30 $\bar{3}$ 2	66° 30	31 $\bar{4}$ 1	80°
		31 $\bar{4}$ 2	70°
		31 $\bar{4}$ 3	61° 30

On peut également calculer les distances interréticulaires (tableau II).

TABEAU II : Quelques distances interréticulaires entre les plans (h k i l) dans le tellure.

h k i l	$1/d_{hki\bar{l}} (\text{\AA}^{-1})$	h k i l	$1/d_{hki\bar{l}} (\text{\AA}^{-1})$
0001	0,1690		
0002	0,3381	20 $\bar{2}$ 4	0,8526
0003	0,5071		
0004	0,6762	20 $\bar{2}$ 5	0,9921
0006	1,0144	20 $\bar{2}$ 6	1,1396
0007	1,1834	21 $\bar{3}$ 0	0,6870
11 $\bar{2}$ 0	0,4497	21 $\bar{3}$ 1	0,7075
11 $\bar{2}$ 1	0,4805	21 $\bar{3}$ 2	0,7657
11 $\bar{2}$ 2	0,5627	21 $\bar{3}$ 3	0,8539
11 $\bar{2}$ 3	0,6779	21 $\bar{3}$ 4	0,9640
11 $\bar{2}$ 4	0,8121	21 $\bar{3}$ 5	1,0893
11 $\bar{2}$ 5	0,9575	30 $\bar{3}$ 0	0,7790
11 $\bar{2}$ 6	1,1096	30 $\bar{3}$ 1	0,7971
10 $\bar{1}$ 0	0,2597	30 $\bar{3}$ 2	0,8492
10 $\bar{1}$ 1	0,3098	30 $\bar{3}$ 3	0,9295
10 $\bar{1}$ 2	0,4263	30 $\bar{3}$ 4	1,0315
10 $\bar{1}$ 3	0,5698	22 $\bar{4}$ 0	0,8995
10 $\bar{1}$ 4	0,7243	22 $\bar{4}$ 1	0,9152
10 $\bar{1}$ 5	0,8843	22 $\bar{4}$ 2	0,9609
10 $\bar{1}$ 6	1,0471	22 $\bar{4}$ 3	1,0326
10 $\bar{1}$ 7	1,2116	31 $\bar{4}$ 0	0,9362
20 $\bar{2}$ 0	0,5193	31 $\bar{4}$ 1	0,9513
20 $\bar{2}$ 1	0,5461	40 $\bar{4}$ 0	1,0386
20 $\bar{2}$ 2	0,6197		
20 $\bar{2}$ 3	0,7259		



ANNEXE 3VALEURS NUMERIQUES DES PRINCIPALES PROPRIETES PHYSIQUES DU TELLURE.

Propriété	Symbole	Unité	// $\bar{c}$	⊥ $\bar{c}$
- Masse atomique	A		127,61	
- Numéro atomique	Z		52	
- Densité	$\delta$		6,24	
- Coeff. dilat. thermique	$\alpha$	$^{\circ}\text{K}^{-1}$	$-1,6 \cdot 10^{-6}$	$2,72 \cdot 10^{-5}$
- Coeff. compress. linéaire	K	$\text{cm}^2 \text{ dyne}^{-1}$	$-4,1 \cdot 10^{-13}$	$2,8 \cdot 10^{-12}$
- module d'Young	E	$\text{dyne cm}^{-2}$	$4 \cdot 10^{11}$	?
- Température fusion	$T_F$	$^{\circ}\text{K}$	725	
- Température ébullition	$T_E$	$^{\circ}\text{K}$	1663	
- Température de Debye	$T_D$	$^{\circ}\text{K}$	100	
- Conduct. thermique	$\kappa$	$\text{cal cm}^{-1} \text{ sec}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{K}^{-1}$	0,015	
- susceptib. magnétique	$\chi$		$-3,1 \cdot 10^{-7}$	
- Indice opt. ( $\lambda = 8 \mu$ )	n		6,25	4,80
- Pouvoir rot ( $\lambda = 4 \mu$ )	$\theta/d$	$\text{degré mm}^{-1}$	100	0
- Chaleur spécifique	$C_p$	$\text{cal mole}^{-1}$	0,048	

ANNEXE 4

ELASTICITE ANISOTROPE

L'équation de Navier s'écrit :

$$\sum_{\alpha\beta k} c_{i\alpha k\beta} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_\alpha \partial x_\beta} = 0 \quad (i = 1 \text{ à } 3) \quad (1)$$

il faut la résoudre en tenant compte de deux types de conditions :

- conditions de Burgers

$$\oint_{\Gamma} \sum_{\alpha} \frac{\partial u_k}{\partial x_\alpha} dx_\alpha = b_k \quad (k = 1 \text{ à } 3) \quad (2)$$

- nullité de la densité de forces extérieures

$$\oint_C \sum_{k\alpha} c_{i2k\alpha} \frac{\partial u_k}{\partial x_\alpha} dx_1 = 0 \quad (k = 1 \text{ à } 3) \quad (3)$$

le contour  $C$  étant un rectangle aplati parallèle à  $ox_1$  (figure A - 8) .

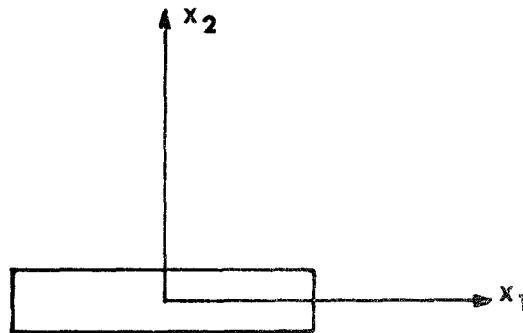


Figure A - 8 : Contour  $C$

Résolution de l'équation en  $\vec{u}$

On cherche  $u_k(x_1, x_2)$  mais on a intérêt à faire le changement de variables :

$$\eta = x_1 + s x_2 \quad (4)$$

Les solutions de l'équation de Navier (1) s'écrivent :

$$u_k = A_k f(\eta) \quad (5)$$

$f(\eta)$  étant a priori une fonction arbitraire. En reportant (5) dans (1) on voit que  $f(\eta)$  s'élimine et on ne peut obtenir de valeurs des  $A_k$  non toutes nulles que si le déterminant du système d'équations homogènes linéaires :

$$\sum_k \{c_{i1k1} + (c_{i2k1} + c_{i1k2}) s + c_{i2k2} s^2\} A_k = \sum_k \alpha_{ik} A_k = 0 \quad (6)$$

est nul, c'est-à-dire si

$$\det \{ \alpha_{ik} \} = 0 \quad (7)$$

c'est une équation du sixième degré en  $s$  qui n'admet que des racines imaginaires [80]. Soient donc :

$$\begin{aligned} s_1 &= -q_1 + i p_1 = s_4^* \\ s_2 &= -q_2 + i p_2 = s_5^* \\ s_3 &= -q_3 + i p_3 = s_6^* \end{aligned} \quad p_1, p_2, p_3 > 0 \quad (8)$$

les six racines complexes de cette équation.

Les solutions physiquement acceptables pour le champ de déplacement  $u_k$  doivent être réelles ; on prendra donc des combinaisons linéaires des solutions (5) puisque l'équation de Navier est linéaire. On remarque en outre que :

$$A_{k4} f(\eta_4) = \left[ A_{k1} f(\eta_1) \right]^* \quad (9)$$

de sorte que la solution physique de (1) s'écrira

$$u_k = \sum_{n=1}^3 \Re A_{kn} f(\eta_n) \quad (10)$$

De  $\vec{u}$  on tire par dérivation  $\vec{\sigma}$  et  $\vec{\epsilon}$  dont toutes les composantes sont continues dérivables en tout point — sauf le long de  $ox_3$  — ;  $f'(\eta)$  doit donc être continu et analytique : sa forme la plus générale sera donnée par une double série de Laurent qui par intégration conduit à :

$$f(\eta) = -\frac{D}{2\pi i} \log \eta + \sum_{n=-\infty}^{+\infty} a_n \eta^n \quad (11)$$

$D$  étant une constante. Les termes en  $\eta^n$  ( $n > 0$ ) ne sont pas acceptables physiquement dans un milieu infini car  $f'$  doit tendre vers zéro quand  $\eta$  tend vers l'infini. Ces termes sont donc des termes image pour un milieu fini. Nous n'en tiendrons pas compte. De même les termes en  $\eta^n$  ( $n < 0$ ) sont des termes de cœur car  $\vec{\sigma}$  et  $\vec{\epsilon}$  doivent varier comme  $1/r$ . On adoptera donc la forme simplifiée

$$f(\eta) = -\frac{D}{2\pi i} \log \eta \quad (12)$$

dans un milieu infini en excluant le cœur de la dislocation.

On a maintenant :

$$\begin{aligned} u_k &= \frac{b_0}{2\pi} \sum_{n=1}^3 \varphi \frac{i A_{kn} D_n}{b_0} \log \eta_n \\ &= \frac{b_0}{2\pi} \sum_{n=1}^3 \alpha_{kn} B_{kn} \log \eta_n \end{aligned} \quad (13)$$

$b_0$  étant la longueur du vecteur de Burgers.

En reportant (13) dans (1) on trouve que les  $B_{kn}$  sont solution (comme les  $A_{kn}$ ) du système d'équations

$$\sum_k \alpha_{ik}(n) B_{kn} = 0 \quad (14)$$

### Conduite des calculs

Comme  $\text{Det} \{\alpha_{ik}\} = 0$ , on peut expliciter  $B_{2n}$  et  $B_{3n}$  en fonction de  $B_{1n}$

$$\begin{aligned} B_{2n} &= (\omega_n + i \nu_n) B_{1n} \\ B_{3n} &= (f_n + i d_n) B_{1n} \end{aligned} \quad (15)$$

d'autre part les  $B_{kn}$  étant complexes, on pose :

$$B_{kn} = \lambda_{kn} + i \epsilon_{kn} \quad (16)$$

de sorte que l'on a

$$\begin{aligned} \lambda_{2n} &= \omega_n \lambda_{1n} - \nu_n \epsilon_{1n} \\ \lambda_{3n} &= f_n \lambda_{1n} - d_n \epsilon_{1n} \\ \epsilon_{2n} &= \nu_n \lambda_{1n} + \omega_n \epsilon_{1n} \\ \epsilon_{3n} &= d_n \lambda_{1n} + f_n \epsilon_{1n} \end{aligned} \quad (17)$$

et on détermine les six quantités  $\lambda_{1n}$  et  $\epsilon_{1n}$  ( $n = 1$  à  $3$ ) à l'aide des conditions (2) et (3). La condition de Burgers donne :

$$\sum_n \epsilon_{1n} = -\frac{b_1}{b_0}$$

$$\sum_n (\nu_n \lambda_{1n} + \omega_n \epsilon_{1n}) = -\frac{b_2}{b_0} \quad (18)$$

$$\sum_n (d_n \lambda_{1n} + f_n \epsilon_{1n}) = -\frac{b_3}{b_0}$$

en effet posons :

$$\eta = x e^{iy} \quad (19)$$

on a donc :

$$d(\log \eta) = i dy + \frac{dx}{x} \quad (19')$$

la partie imaginaire de  $\eta$  étant positive, une rotation dans le sens direct autour de la dislocation correspond à une rotation dans le sens direct dans le plan complexe  $\eta$  et :

$$\oint d(\log \eta) = 2\pi i \quad (20)$$

La condition de Burgers se ramène donc simplement à :

$$\Re \sum_{n=1}^3 i B_{kn} = \frac{b_k}{b_0} \quad (21)$$

ce qui donne bien les relations (18).

D'autre part, la condition de nullité de la densité volumique de force extérieure donne, compte tenu de (20) :

$$\sum_{n=1}^3 (T_{in} \lambda_{1n} + S_{in} \epsilon_{1n}) = 0 \quad (i = 1 \text{ à } 3) \quad (22)$$

avec

$$T_{in} = p_n (c_{i212} + \omega_n c_{i222} + f_n c_{i232}) + \nu_n (c_{i221} - q_n c_{i222}) + d_n (c_{i231} - q_n c_{i232}) \quad (23)$$

et

$$S_{in} = (c_{i211} - q_n c_{i212}) + \omega_n (c_{i221} - q_n c_{i222}) + f_n (c_{i231} - q_n c_{i232}) - p_n (\nu_n c_{i222} + d_n c_{i232}) \quad (24)$$

On a donc finalement un système de 6 équations linéaires à 6 inconnues  $\lambda_{1n}$  et  $\epsilon_{1n}$  ( $n = 1 \text{ à } 3$ ) dont les coefficients sont des fonctions connues des coefficients élastiques  $c_{ijkl}$  et des coefficients  $\omega_n, \nu_n, d_n$  et  $f_n$  qui se calculent à partir des racines  $s_n = -q_n + i p_n$  de l'équation du sixième degré  $\det \{\alpha_{ik}\} = 0$ . On peut calculer les  $\lambda_{kn}$  et  $\epsilon_{kn}$ , donc les  $B_{kn}$ , donc  $u_k$ .

Posons enfin :

$$\begin{aligned} \rho_n &= \sqrt{(x_1 - q_n x_2)^2 + p_n^2 x_2^2} \\ \theta_n &= \text{Arc tg } \frac{p_n x_2}{x_1 - q_n x_2} \end{aligned} \quad (25)$$

la solution  $u_k$  s'écrit

$$u_k(x_1, x_2) = \frac{b_0}{2\pi} \sum_{n=1}^3 (\lambda_{kn} \log \rho_n - \epsilon_{kn} \theta_{kn}) \quad (26)$$

on peut en déduire  $\vec{\sigma}$ ,  $\vec{\epsilon}$  et l'énergie de la dislocation.

### Calcul de l'énergie

Le calcul direct serait très long, on préfère le travail fourni sur la surface de coupe par unité de longueur de dislocation en négligeant les relaxations. On suppose que la dislocation est contenue dans un cylindre de rayon  $R$  et on prend  $x_1 \text{ à } x_3$  comme surface de coupe.



$$\frac{W}{L} = \frac{1}{2} \int_{r_0}^R \sum_i \sigma_{i2} b_i dx_1 = \frac{K b_0^2}{4 \pi} \log \frac{R}{r_0} \quad (27)$$

$r_0$  est le rayon du cœur et  $K$  est donné par l'expression

$$K = \frac{1}{2} \sum_{i, k, n} (c_{i2k1} + s_n c_{i2k2}) \frac{b_i}{b_0} B_{kn} \quad (28)$$

Dislocations contenues dans les plans  $\{10\bar{1}0\}$

Soit  $(F_{mnop})$  le tenseur des rigidités élastiques rapporté aux axes cristallographiques OXYZ.

Pour trouver  $c_{ijkl}$  il faut faire une rotation d'axes caractérisée par la matrice  $T$  (figure A - 9)

$$(T_{ij}) = \begin{pmatrix} \cos \alpha & 0 & -\sin \alpha \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \alpha & 0 & \cos \alpha \end{pmatrix} \quad (29)$$

On a donc :

$$c_{ijkl} = \sum_{m, n, o, p} T_{im} T_{jn} T_{ko} T_{lp} F_{mnop} \quad (30)$$

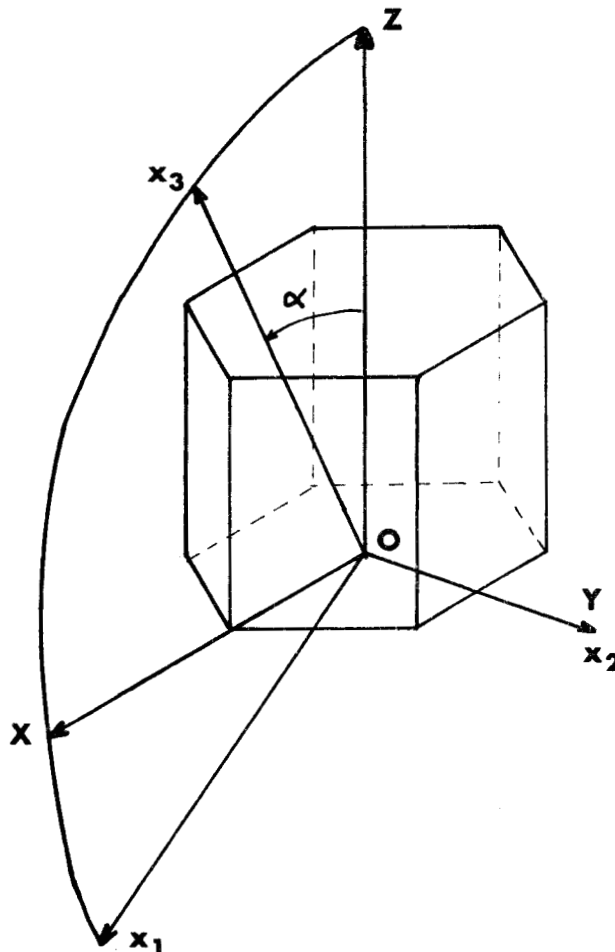


Figure A - 9 : Rotation d'axes

D'autre part,  $F_{mnop}$  a la forme suivante dans la représentation réduite à 2 indices.

$$\begin{pmatrix} F_{11} & F_{12} & F_{13} & F_{14} & 0 & 0 \\ F_{12} & F_{11} & F_{13} & -F_{14} & 0 & 0 \\ F_{13} & F_{13} & F_{33} & 0 & 0 & 0 \\ F_{14} & -F_{14} & 0 & F_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & F_{44} & F_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & F_{14} & F_{66} = \frac{F_{11} - F_{12}}{2} \end{pmatrix} = (F_{mnop}) \quad (31)$$

dont les valeurs numériques sont [3]:

$$F_{11} = (3,76 - 1,65 \cdot 10^{-3}T) \cdot 10^{11} \text{ C G S}$$

$$F_{12} = (0,924 - 0,23 \cdot 10^{-3}T) \cdot 10^{11} \text{ C G S}$$

$$F_{13} = (2,88 - 1,29 \cdot 10^{-3}T) \cdot 10^{11} \text{ C G S}$$

$$|F_{14}| = (1,43 - 0,645 \cdot 10^{-3}T) \cdot 10^{11} \text{ C G S}$$

$$F_{33} = (7,85 - 2,10 \cdot 10^{-3}T) \cdot 10^{11} \text{ C G S}$$

$$F_{44} = (3,55 - 2,10 \cdot 10^{-3}T) \cdot 10^{11} \text{ C G S}$$

$$F_{66} = (1,42 - 0,71 \cdot 10^{-3}T) \cdot 10^{11} \text{ C G S}$$

ce qui donne les valeurs suivantes (en  $10^{11}$  C G S) à diverses températures.

F	0° K	78° K	300° K	700° K*
$F_{11}$	3,76	3,63	3,26	2,61
$F_{12}$	0,924	0,906	0,854	0,762
$F_{13}$	2,88	2,78	2,49	1,97
$ F_{14} $	1,43	1,38	1,25	0,98
$F_{33}$	7,85	7,71	7,22	6,38
$F_{44}$	3,55	3,38	2,92	2,08
$F_{66}$	1,418	1,36	1,30	1,19

\* 700° K représente une température très proche de la température de fusion ( $\approx 0,97 T_F$ )

$F_{14}$  est positif dans le dextrotellure et négatif dans le levotellure [134]. C'est ce coefficient qui différencie le tellure d'un cristal à symétrie hexagonale — au point de vue élastique —, l'existence d'un axe d'ordre 6 entraînant la nullité de  $F_{14}$  [135].

Après rotation des axes on obtient les  $c_{ijkl}$

$$\begin{aligned}
 c_{11} &= \cos^4 \alpha F_{11} + \sin^4 \alpha F_{33} + \sin^2 2\alpha \left[ F_{44} + \frac{1}{2} F_{13} \right] ; & c_{22} &= F_{11} ; \\
 c_{33} &= \sin^4 \alpha F_{11} + \cos^4 \alpha F_{33} + \sin^2 2\alpha \left[ F_{44} + \frac{1}{2} F_{13} \right] ; \\
 c_{44} &= \sin^2 \alpha F_{66} + \cos^2 \alpha F_{44} ; & c_{66} &= \cos^2 \alpha F_{66} + \sin^2 \alpha F_{44} ; \\
 c_{55} &= \cos^2 2\alpha F_{44} + \sin^2 2\alpha \left[ \frac{F_{11} + F_{33} - 2 F_{13}}{4} \right] ; \\
 c_{12} &= \cos^2 \alpha F_{12} + \sin^2 \alpha F_{13} ; & c_{14} &= \cos \alpha (\cos^2 \alpha - 2 \sin^2 \alpha) F_{14} ; \\
 c_{13} &= F_{13} + \sin^2 2\alpha \frac{F_{11} + F_{33} - 2 F_{13} - 4 F_{44}}{4} ; \\
 c_{15} &= \frac{\sin 2\alpha}{2} \{ \cos^2 \alpha F_{11} - \cos 2\alpha F_{13} - \sin^2 \alpha F_{33} - 2 \cos 2\alpha F_{44} \} ; \\
 c_{23} &= \sin^2 \alpha F_{12} + \cos^2 \alpha F_{13} ; & c_{24} &= -\cos \alpha F_{14} ; & c_{26} &= \sin \alpha F_{14} ; \\
 c_{25} &= \frac{\sin 2\alpha}{2} [F_{12} - F_{13}] ; & c_{34} &= \frac{3}{2} \sin \alpha \sin 2\alpha F_{14} ; \\
 c_{35} &= \frac{\sin 2\alpha}{2} \left[ \sin^2 \alpha F_{11} + \cos 2\alpha F_{13} + 2 \cos 2\alpha F_{44} - \cos^2 \alpha F_{33} \right] ; \\
 c_{36} &= \sin \alpha (2 \cos^2 \alpha - \sin^2 \alpha) F_{14} ; & c_{45} &= \sin \alpha (2 \cos^2 \alpha - \sin^2 \alpha) F_{14} ; \\
 c_{46} &= \frac{\sin 2\alpha}{2} (F_{66} - F_{44}) ; & c_{56} &= \cos \alpha (\cos^2 \alpha - 2 \sin^2 \alpha) F_{14} ;
 \end{aligned} \tag{33}$$

Appelons enfin  $\varphi$  l'angle dont il faut faire tourner  $ox_3$  (dans  $x_1 ox_3$ ) pour l'amener sur le vecteur de Burgers de la dislocation, on a

$$\frac{b_1}{b_0} = \sin \varphi$$

$$\frac{b_2}{b_0} = 0 \tag{34}$$

$$\frac{b_3}{b_0} = -\cos \varphi$$

On peut donc poser :

$$\epsilon_{kn} = \delta_{kn} \sin \varphi + H_{kn} \cos \varphi \quad (35)$$

$$\lambda_{kn} = \beta_{kn} \sin \varphi + G_{kn} \cos \varphi$$

de sorte que le champ de déplacement prend la forme

$$u_k = \frac{b_0}{2\pi} \left\{ \sin \varphi \sum_n (\beta_{kn} \log \rho_n - \delta_{kn} \theta_n) + \cos \varphi \sum_n (G_{kn} \log \rho_n - H_{kn} \theta_n) \right\} \quad (36)$$

et la constante d'énergie K

$$K = K_1 \sin \varphi + K_3 \cos \varphi \quad (37)$$

avec

$$K_1 = \mathcal{R} \sum_{k,n} (c_{12k1} + s_n c_{12k2}) (\lambda_{kn} + i \epsilon_{kn}) \quad (38)$$

$$K_3 = \mathcal{R} \sum_{k,n} (c_{32k1} + s_n c_{32k2}) (\lambda_{kn} + i \epsilon_{kn})$$

Si on pose enfin :

$$L_k = \sum_n \beta_{kn} \quad ; \quad J_k = \sum_n G_{kn} \quad ; \quad (39)$$

$$M_k = \sum_n (q_n \beta_{kn} + p_n \delta_{kn}) \quad ; \quad P_k = \sum_n (q_n G_{kn} + p_n H_{kn})$$

on obtient :

$$K = K'_1 \sin^2 \varphi + K''_3 \cos^2 \varphi + (K''_1 + K'_3) \sin \varphi \cos \varphi \quad (40)$$

avec :

$$\begin{aligned} K'_1 &= c_{16} L_1 + c_{66} L_2 + c_{56} L_3 - c_{66} M_1 - c_{26} M_2 - c_{46} M_3 \\ K''_1 &= c_{14} L_1 + c_{46} L_2 + c_{45} L_3 - c_{46} M_1 - c_{24} M_2 - c_{44} M_3 \\ K_3 &= c_{16} J_1 + c_{66} J_2 + c_{56} J_3 - c_{66} P_1 - c_{26} P_2 - c_{46} P_3 \\ K''_3 &= c_{14} J_1 + c_{46} J_2 + c_{45} J_3 - c_{46} P_1 - c_{24} P_2 - c_{44} P_3 \end{aligned} \quad (41)$$

Cas particulier de la dislocation  $\vec{a}$  vis

On peut dans ce cas résoudre directement l'équation de Navier sans passer par le calcul machine. On a en effet  $\alpha = \frac{\pi}{2}$  et l'équation en  $s$  du sixième degré s'écrit :

$$\det \{\alpha_{ik}\} = (F_{44} - 2F_{14}s + F_{66}s^2) \left[ (F_{33} + F_{44}s^2) (F_{44} + 2F_{14}s^2 + F_{11}s^2) - \{(F_{13} + F_{44})s + F_{14}s^2\}^2 \right] = 0 \quad (42)$$

on trouve donc une première racine  $s_1 = -q_1 + ip_1$  (et sa complexe conjuguée  $s_4 = s_1^*$ ) en résolvant l'équation du second degré

$$F_{44} - 2F_{14}s + F_{66}s^2 = 0 \quad (43)$$

soit

$$\begin{cases} -q_1 = F_{14}/F_{66} \\ +p_1 = \frac{\sqrt{F_{44}F_{66} - F_{14}^2}}{F_{66}} \end{cases} \quad (44)$$

les autres solutions de (42) n'interviennent pas dans l'évaluation du champ de déplacement car les  $B_{kn}$  correspondants sont nuls. On trouve aisément :

$$\begin{aligned} u_1 &= 0 \\ u_2 &= 0 \end{aligned}$$

$$u_3(x_1, x_2) = \frac{b}{2\pi} \text{Arc tg} \frac{\sqrt{F_{44}F_{66} - F_{14}^2} x_2}{F_{66}x_1 + F_{14}x_2} \quad (45)$$

Si le tellure avait la symétrie hexagonale ( $F_{14} = 0$   $F_{44} = F_{66}$ ) on trouverait la formule classique du champ de déplacement en milieu isotrope  $b\theta/2\pi$  car les cristaux à symétrie hexagonale présentent l'isotropie du plan de base. On voit que ce n'est pas exactement le cas du tellure.

D'autre part, une dislocation vis dans du tellure droit n'a pas le même champ de déplacement que dans du levotellure mais il suffit de changer le trièdre droit en trièdre gauche ( $x_2$  devient  $-x_2$ ) pour retrouver la même formule. Les énergies sont donc bien les mêmes dans les deux variétés .

En tout cas, le champ de déplacement de la dislocation vis  $\vec{a}$  est parallèle au vecteur de Burgers de sorte que ces dislocations sont identifiables en microscopie électronique [104] ou en méthode de Lang à l'aide des critères d'extinction habituels.

Dislocations contenues dans les plans  $\{11\bar{2}0\}$

La matrice s'écrit maintenant :

$$(T_{ij}) = \begin{vmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \alpha & \sin \alpha \\ 0 & -\sin \alpha & \cos \alpha \end{vmatrix} \quad (46)$$

de sorte que le tenseur  $c_{ijkl}$  s'écrit dans les nouveaux axes  $ox_1 x_2 x_3$  (figure A - 10) ,

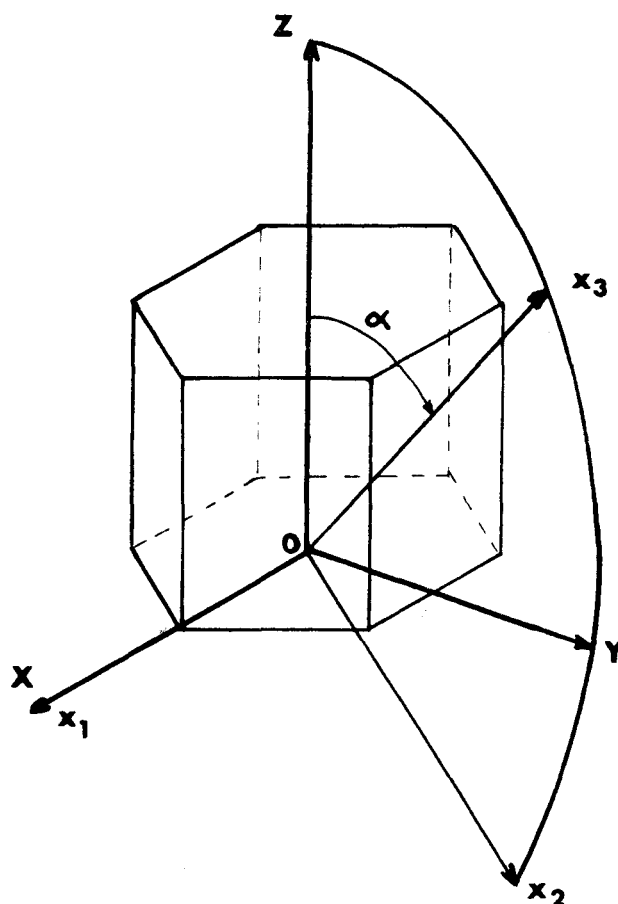


Figure A - 10 : Rotation des axes.



$$\begin{aligned}
 c_{11} &= F_{11} \quad ; \quad c_{22} = F_{11} \cos^4 \alpha + F_{33} \sin^4 \alpha + \sin 2\alpha \left( \frac{F_{13} \sin 2\alpha}{2} + F_{44} \sin 2\alpha - 2F_{14} \cos^2 \alpha \right) ; \\
 c_{33} &= \sin^4 \alpha F_{11} + \cos^4 \alpha F_{33} + 2 \sin^2 \alpha \cos^2 \alpha (F_{13} + 2F_{44}) + 4 \cos \alpha \sin^3 \alpha F_{14} \quad ; \\
 c_{44} &= F_{44} \cos^2 2\alpha + \frac{\sin^2 2\alpha}{4} (F_{11} - 2F_{13} + F_{33}) + \frac{\sin 4\alpha}{2} F_{14} \quad ; \\
 c_{55} &= \sin^2 \alpha F_{66} - \sin 2\alpha F_{14} + \cos^2 \alpha F_{44} \quad ; \quad c_{15} = 0 \quad ; \\
 c_{66} &= F_{66} \cos^2 \alpha + F_{14} \sin 2\alpha + F_{44} \sin^2 \alpha \quad ; \quad c_{16} = 0 \quad ; \\
 c_{12} &= F_{12} \cos^2 \alpha + F_{14} \sin 2\alpha + F_{13} \sin^2 \alpha \quad ; \quad c_{25} = 0 \quad ; \\
 c_{13} &= F_{12} \sin^2 \alpha - F_{14} \sin 2\alpha + F_{13} \cos^2 \alpha \quad ; \quad c_{26} = 0 \quad ; \quad (47) \\
 c_{14} &= -F_{12} \frac{\sin 2\alpha}{2} + F_{14} \cos 2\alpha + F_{13} \frac{\sin 2\alpha}{2} \quad ; \quad c_{35} = 0 \quad ; \\
 c_{23} &= F_{13} (\cos^4 \alpha + \sin^4 \alpha) + \frac{\sin^2 2\alpha}{4} (F_{11} + F_{33} - 4F_{44}) + F_{14} \frac{\sin 4\alpha}{2} \quad ; \\
 c_{24} &= \frac{\sin 2\alpha}{2} (-F_{11} \cos^2 \alpha + F_{33} \sin^2 \alpha + F_{13} \cos 2\alpha + 2F_{44} \cos 2\alpha + \frac{3F_{14}}{2} \sin 2\alpha) - F_{14} \cos^4 \alpha \quad ; \\
 c_{34} &= \frac{\sin 2\alpha}{2} (-F_{11} \sin^2 \alpha + F_{33} \cos^2 \alpha - F_{13} \cos 2\alpha - 2F_{44} \cos 2\alpha) \\
 &\quad + F_{14} \sin^2 \alpha (\sin^2 \alpha - 3\cos^2 \alpha) \quad ; \\
 c_{56} &= \frac{\sin 2\alpha}{2} (F_{44} - F_{66}) + \cos 2\alpha F_{14} \quad ; \quad c_{36} = 0 \quad ; \\
 c_{45} &= 0 \quad ; \quad c_{46} = 0 \quad ;
 \end{aligned}$$

Le calcul est tout à fait semblable à celui fait pour les plans  $\{10\bar{1}0\}$ . On envisage les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{a}' = [10\bar{1}0]$  et  $\vec{c} = [0001]$ .

• Dislocations  $\vec{a}$

On a intérêt à poser :

$$\begin{aligned}\lambda_{kn} &= \beta'_{kn} \cos \alpha + G'_{kn} \sin \alpha \\ \epsilon_{kn} &= \delta'_{kn} \cos \alpha + H'_{kn} \sin \alpha\end{aligned}\tag{48}$$

qui sont les relations analogues à (35) et on obtient la constante d'énergie  $K$  sous la forme :

$$K_{\vec{a}}^{(2)} = K'_2 \cos^2 \alpha + K''_4 \sin^2 \alpha + (K''_2 + K'_4) \sin \alpha \cos \alpha \tag{49}$$

avec

$$\begin{aligned}K'_2 &= c_{12} L'_1 - c_{22} M'_2 - c_{24} M'_3 \\ K''_2 &= c_{12} J'_1 - c_{22} P'_2 - c_{24} P'_3 \\ K'_4 &= -c_{14} L'_1 + c_{24} M'_2 + c_{44} M'_3 \\ K''_4 &= -c_{14} J'_1 + c_{24} P'_2 + c_{44} P'_3\end{aligned}\tag{50}$$

dans lesquels on a posé

$$\begin{aligned}L'_k &= \sum_n \beta'_{kn} & J'_k &= \sum_n G'_{kn} \\ M'_k &= \sum_n (q_n \beta'_{kn} + p_n \delta'_{kn}) & P'_k &= \sum_n (q_n G'_{kn} + p_n H'_{kn})\end{aligned}\tag{51}$$

• Dislocations  $\vec{c}$

On a cette fois au lieu de (48) et (49)

$$\begin{aligned}\lambda_{kn} &= -G'_{kn} \cos \alpha + \beta'_{kn} \sin \alpha \\ \epsilon_{kn} &= -H'_{kn} \cos \alpha + \delta'_{kn} \sin \alpha\end{aligned}\tag{52}$$

et

$$K_{\vec{c}}^{(2)} = K'_2 \sin^2 \alpha + K''_4 \cos^2 \alpha - (K''_2 + K'_4) \sin \alpha \cos \alpha \tag{53}$$



## ANNEXE 5

### CONTRASTE DES DISLOCATIONS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

HOWIE et WHELAN [113, 114] ont établi les équations dynamiques de la diffraction des électrons par les cristaux parfaits ou imparfaits dans le cadre de la théorie à deux ondes.

Ils tiennent compte de l'absorption anormale en introduisant de façon phénoménologique un terme imaginaire dans le potentiel cristallin en posant :

$$V_c = V(\vec{r}) + i W(\vec{r}) \quad (V \text{ et } W \text{ réels})$$

Dans la théorie à deux ondes l'amplitude transmise  $\Psi_o$  et l'amplitude diffractée  $\Psi_g$  satisfont les équations de Howie et Whelan :

$$\frac{d \Psi_o}{dz} = i \pi \frac{v_{-g} + i w_{-g}}{k_o \cos \theta_o} \Psi_g - \pi \frac{w_o}{k_o \cos \theta_o} \Psi_o$$

$$\frac{d \Psi_g}{dz} = 2 \pi i s \Psi_g + i \pi \frac{v_g + i w_g}{k_g \cos \theta_g} \Psi_o - \pi \frac{w_o}{k_g \cos \theta_g} \Psi_g$$

avec les significations suivantes des divers coefficients

$s$  = écart aux conditions de Bragg

$v_g$  et  $w_g$  coefficients de Fourier du potentiel

$\theta_o$  et  $\theta_g$  angles d'incidence et de réflexion

$k_o$  vecteur d'onde incident corrigé pour tenir compte de la réfraction

$k_g$  vecteur d'onde diffracté

on peut alors faire les approximations suivantes :

- $\theta_o \simeq \theta_g \simeq \theta_{\text{Bragg}}$  très petit
- $|\vec{k}_o| = k_o \simeq |\vec{k}_g| = k_g$
- $k_o \cos \theta_o \simeq k_o \quad k_g \cos \theta_g \simeq k_o$

En outre, HOWIE et WHELAN ont résolu leurs équations dans le cas d'un cristal centro symétrique pour lequel

$$v_g = v_{-g} \quad w_g = w_{-g}$$

de sorte qu'ils posent

- $\frac{|v_{-g}|}{k_o} = \frac{|v_g|}{k_g} = \frac{1}{t_g}$
- $\frac{w_g}{k_g} = \frac{w_{-g}}{k_o} = \frac{1}{\tau_g}$

$t_g$  est la distance d'extinction et  $\tau_g$  la longueur d'absorption du cristal pour la réflexion considérée.

La résolution des équations montre alors que la loi de Friedel est satisfaite pour un cristal parfait, c'est-à-dire que l'on a, en tenant compte de l'absorption :

$$I_{T,g} = \Psi_{o,g} \Psi_{o,g}^* = I_{T,-g} = \Psi_{o,-g} \Psi_{o,-g}^*$$

$$I_{S,g} = \Psi_g \Psi_g^* = I_{S,-g} = \Psi_{-g} \Psi_{-g}^*$$

GEVERS et als [115] ont étendu la résolution des équations de Howie et Whelan au cas des cristaux non centro-symétriques. En effet, l'absence de théorie précise sur l'origine de la partie imaginaire du potentiel cristallin permet d'étendre la description phénoménologique de l'absorption au cas des cristaux non centro-symétriques. On pose alors :

$$v_g = |v_g| e^{i \theta_g} \quad v_{-g} = |v_g| e^{-i \theta_g}$$

$$w_g = |w_g| e^{i \varphi_g} \quad w_{-g} = |w_g| e^{-i \varphi_g}$$

de sorte que

$$\frac{v_g + i w_g}{k_g} = \frac{1}{t_g} e^{i \theta_g} + \frac{i}{\tau_g} e^{i \varphi_g} = \frac{1}{a_g} e^{i \theta_g}$$

avec

$$\frac{1}{a_g} = \frac{1}{t_g} + \frac{i}{\tau_g} e^{i \alpha_g} \quad (\alpha_g = \varphi_g - \theta_g)$$

et les équations de Howie - Whelan s'écrivent :

$$\left[ \begin{array}{l} \frac{d \Psi_0}{dz} = \frac{i \pi}{q_{-g}} e^{-i \theta_g} \Psi_g - \frac{\pi}{\tau_0} \Psi_0 \\ \frac{d \Psi_g}{dz} = \frac{i \pi}{q_g} e^{i \theta_g} \Psi_0 + 2\pi i s \Psi_g - \frac{\pi}{\tau_0} \Psi_g \end{array} \right.$$

On a alors intérêt à passer aux variables S et T définies par :

$$\Psi_0 = T e^{-\pi \frac{z}{\tau_0}} e^{i \pi s z}$$

$$\Psi_g = S e^{-\pi \frac{z}{\tau_0}} e^{i \theta_g} e^{i \pi s z}$$

le système d'équations devient :

$$\left[ \begin{array}{l} \frac{dT}{dz} = \frac{i \pi}{q_{-g}} S - i \pi s T \\ \frac{dS}{dz} = \frac{i \pi}{q_g} T + i \pi s S \end{array} \right.$$

ces équations sont équivalentes à celles de Darwin [136].

L'absorption normale est contenue dans le facteur  $e^{-\pi z / \tau_0}$ . Ce facteur étant commun à S et à T, on n'en tiendra pas compte dans l'évaluation ultérieure de l'intensité. D'autre part, le facteur de phase  $e^{i \theta_g}$  dû au fait que la maille n'est plus centro-symétrique introduit une différence de phase entre les amplitudes transmise et diffractée.

Ceci n'a pas d'influence sur le cristal parfait mais intervient s'il y a une interface telle qu'une macle P par exemple.

La résolution de ce système d'équations montre que la loi de Friedel n'est plus satisfaite. On trouve en effet pour le cristal parfait non centro-symétrique

$$I_{T, g} = I_{T, -g}$$

$$I_{S, g} \neq I_{S, -g}$$

Ceci est une conséquence de l'absorption anormale car si  $\tau_g \rightarrow \infty$  ou si  $W(\vec{r}) = 0$  la loi de Friedel est de nouveau satisfaite.

CRISTAL IMPARFAIT

Lorsque le cristal est imparfait les équations dynamiques deviennent :

$$\frac{dT}{dz} = \frac{i\pi}{q_g} S - i\pi s T$$

$$\frac{dS}{dz} = \frac{i\pi}{q_g} T + 2\pi i \left( \frac{s}{2} + \vec{g} \cdot \frac{\partial \vec{u}}{\partial z} \right) S$$

$\vec{u}$  est le déplacement des atomes dû à la présence de la dislocation dont on veut calculer le contraste. On a trouvé l'expression de  $\vec{u}$  dans l'annexe précédente.

Enfin, on a les conditions aux limites :

$$\left. \begin{array}{l} T(0) = 1 \\ S(0) = 0 \end{array} \right\} \text{ sur la face d'entrée}$$

on peut donc calculer par la méthode de HEAD [137, 138] le contraste des dislocations.

Les figures suivantes représentent quelques profils obtenus pour  $s = 0$ ,  $\vec{g} = [0003]^*$ ,  $\vec{b} = [0001]$ , la dislocation étant alignée selon l'axe  $\vec{c}$  dans une lame  $(10\bar{1}0)$  d'épaisseur  $8 t_g$  ; les champs clair ( $T^2$ ) et noir ( $S^2$ ) sont tracés pour diverses profondeurs de la dislocation repérées par la grandeur  $t = n t_g$  ( $n = 0,25$  à  $2,50$ ).

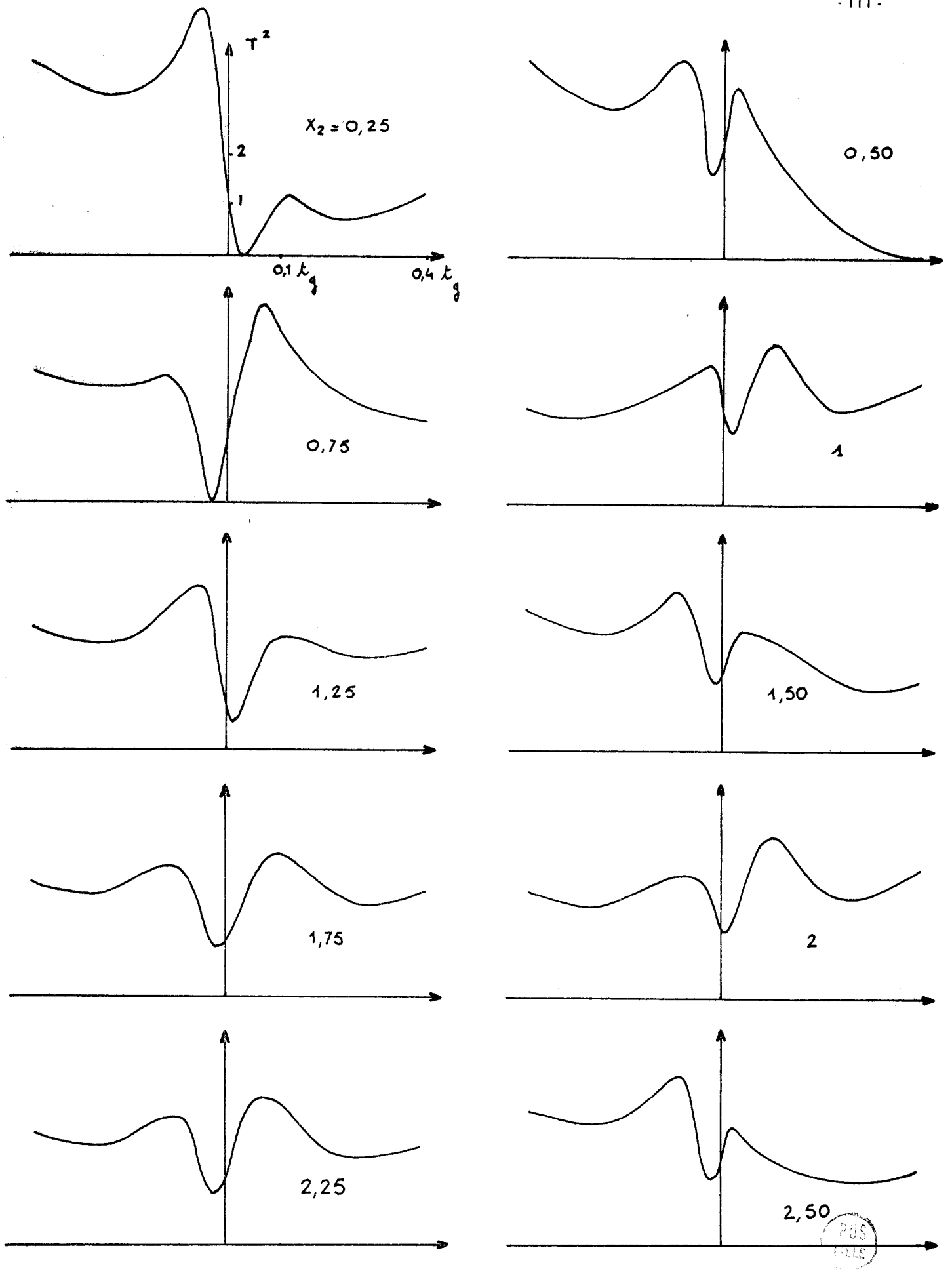


Figure A - 11 : Profils de dislocations calculés pour diverses profondeurs - champ clair.

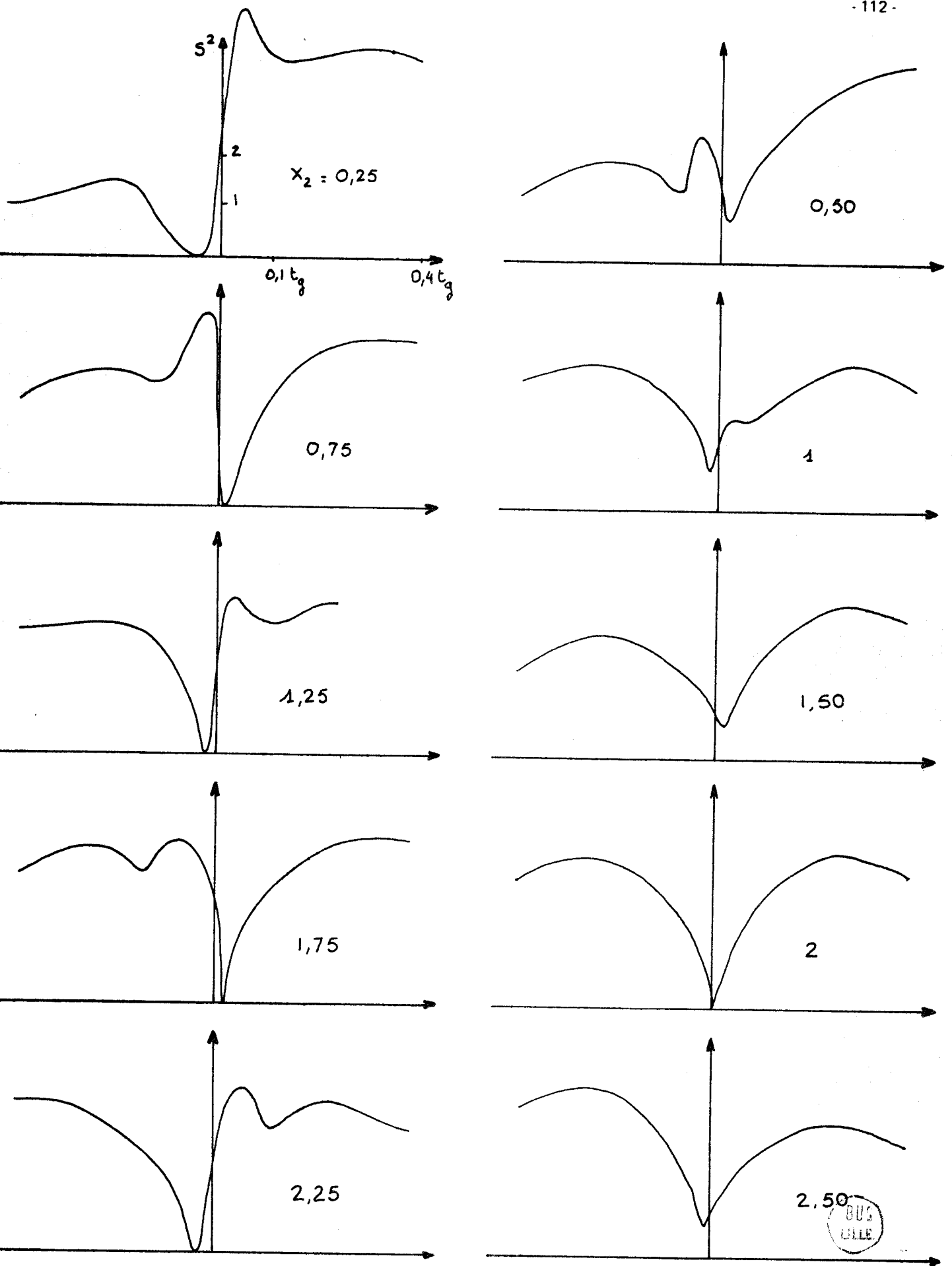


Figure A - 12 : Profils de dislocations calculés pour diverses profondeurs - champ noir.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J.S. BLAKEMORE , H. LONG , K.C. NOMURA , A. NUSSBAUM ; Prog. semi-cond. (1962), 6 , 37.
- [2] R.H. ASENDORF ; J. Chem. Phys. (1957), 27 , 11.
- [3] J.L. MALGRANGE , G. QUENTIN , J.M. THUILLIER ; Phys. Stat. Sol. (1964), 4 , 139.
- [4] W. DESORBO ; J. Chem. Phys. (1953), 21 , 764.
- [5] W. DESORBO ; J. Chem. Phys. (1953), 21 , 1144.
- [6] F.J. MULLER VON RICHENSTEIN ; Phys. Arb. Freunde. Wien (1783), 1 , 1.
- [7] F.J. MULLER VON RICHENSTEIN ; Phys. Arb. Freunde. Wien (1785), 3 , 48.
- [8] B. KLAPROTH ; Mem. Acad. Sci. Berlin (1798), 50 , 17
- [9] A.J. BRADLEY ; Phil. Mag. (1924), 48 , 477.
- [10] M.K. SLATERY ; Phys. Rev. (1923), 21 , 378.
- [11] M.K. SLATERY ; Phys. Rev. (1925), 25 , 333.
- [12] K.C. NOMURA ; Phys. Rev. Letters (1960), 5 , 500.
- [13] M. STRAUMANIS ; Z. Kristall. (1940), 102 , 432.
- [14] International tables of crystallography, Vol. III (1952).
- [15] E. BONNIER , P. HICTER , S. ALEONARD ; C.R.A.S. (1964), 258 , 166.
- [16] V.T. DESHPANDE , R. PAWAK ; Physica (1965), 31 , 871.
- [17] R. FOURET , G. LUSSIEZ , M. MORE ; C.R.A.S. (1967), 265 , 553.
- [18] J.U. ARNOLD , P. GROSSE ; Phys. Stat. Sol. (1968), 28 , K 93.
- [19] P. UNGER , P. CHERIN ; dans « The Physics of Se and Te » édité par W.C. COOPER P. P. (1969).
- [20] Yu. L. RABOTNIKOV ; Soviet Phys. (Sol. State) (1961), 2 , 1879.
- [21] K. SCHWARTZKOPFF ; Scripta Met. (1968), 2 , 227.
- [22] H.M. OTTE , A.G. CROCKER ; Phys. Stat. Sol. (1965), 9 , 441.
- [23] J.F. NICHOLAS ; Phys. Stat. Sol. (a) (1970), 1 , 563.
- [24] H.W. HENKELS ; J. Appl. Phys. (1950), 21 , 750.
- [25] A.S. EPSTEIN , H. FRITSCHÉ , K. LARK - HOROWITZ ; Phys. Rev. (1957), 107 , 412.
- [26] A.E. IOFFE , A.R. REGEL ; Prog. in Semi - cond. (1950), 4 , 237.

- [27] M. CUTTLER, C.E. MALLON ; J. Chem. Phys. (1962), 37, 2677.
- [28] J.N. HODGSON ; Phil. Mag. (1963), 8, 735.
- [29] J.R. REITZ ; Phys. Rev. (1957), 105, 1233.
- [30] A. NUSSBAUM ; Sol. State Phys. (1966), 18, 165.
- [31] A. NUSSBAUM, J. HAGER ; Phys. Rev. (1961), 123, 1958.
- [32] H. KRONMULLER, J. JAULMAN, K. SEILER ; Z. Naturforsch (1956), 11 a, 243.
- [33] H. ROTH ; J. Phys. Chem. Sol. (1959), 8, 525.
- [34] S.S. SHALIT, Y.N. OBRAZTSOV ; J. Tech. Phys. Moscou (1957), 27, 189.
- [35] T. FUKUROIT, S. TANUMA, S. TABISAWA ; Sci. Res. Rep. Tohoku Univ. (1949), A 1, 373.
- [36] V.E. BOTTOM ; Science (1952), 115, 570.
- [37] A. NUSSBAUM ; Phys. Rev. (1954), 94, 337.
- [38] W.C. COOPER ; « The Physics of Se and Te » Pergamon Press (1969).
- [39] P.W. BRIDGMAN ; P.A.A.S. (1952), 81, 165.
- [40] G.C. KENNEDY, P.H. LAMORI ; J. Geophys. Res. (1962), 67, 851.
- [41] G. QUENTIN, J.M. THUILLIER ; Sol. State Comm. (1964), 2, 115.
- [42] K.H. HERRMANN, M. OCHEL, J. PUHLMANN ; Phys. Stat. Sol. (1969), 36, 665.
- [43] L. MERTEN ; Phys. Kondens. Materie (1964), 2, 53.
- [44] G. SAADA ; à paraître.
- [45] T. FUKUROIT, S. TAMASAWA, S. TABISAWA ; Sci. Res. Rep. Tohoku Univ. (1952), A 4, 283.
- [46] J. DI PERSIO, J.C. DOUKHAN, G. SAADA ; J. Phys. (1967), 28, 661.
- [47] F. KROUPA ; dans « Déformation plastique des métaux et alliages »,  
édité par G. SAADA et G. CHAMPIER - Masson Paris (1969).
- [48] B. ESCAIG ; Thèse Paris (1967).
- [49] R.J. STOKES, C.H. LI, T.L. JOHNSTON ; Acta Met. (1961), 9, 716.
- [50] R. VON MISES ; Z. Ang. Math. Mech. (1928), 8, 161.
- [51] F.C. FRANK ; Bristol Conf. Phys. Soc. London (1956).
- [52] P.B. HIRSH ; Aachen Coll. (1958).
- [53] G. SAADA ; Acta Met. (1960), 8, 841.



- [54] E.H. EDWARDS , J. WASHBURN ; Trans. A.I.M.E. (1954), 200 , 1239.
- [55] G. SAADA ; dans « Theory of Crystals defects » édité par F. KROUPA Academia Prague (1966).
- [56] J. DI PERSIO , J.C. DOUKHAN , G. SAADA ; Plasticité II Phys. Stat. Sol. à paraître.
- [57] J.D. ESHELBY ; Phil. Mag. (1949), 7 , 40 , 903.
- [58] J.D. ESHELBY , W.T. READ , W. SHOCKLEY ; Acta Met. (1953), 1 , 251.
- [59] A.J.E. FOREMAN ; Acta Met. (1955), 3 , 322.
- [60] A.N. STROH ; Phil. Mag. (1958), 3 , 625.
- [61] K. MALEN ; Phys. Stat. Sol. (1970), 38 , 259.
- [62] L.J. TEUTONICO ; Phys. Rev. (1961), 124 , 1039.
- [63] L.J. TEUTONICO ; Phys. Rev. (1962), 127 , 413.
- [64] A.K. HEAD ; Phys. Stat. Sol. (1967), 19 , 185.
- [65] P.W. BRIDGMAN ; P.A.A.A.S. (1925), 60 , 205.
- [66] J.L. MALGRANGE , G. QUENTIN , J.M. THUILLIER ; C.R.A.S. (1963), 257 , 2030.
- [67] A.I. VALIER , yu. I. KOPTEV , S.P. NIKANOROV , A.V. STEPANOV ;  
Soviet Phys. (Sol. State) (1969), 11 , 90.
- [68] J. STUKE ; dans « The Physics of Se and Te » . Edité par W.C. COOPER P.P. (1969).
- [69] T.J. DAVIES ; J. Appl. Phys. (1957), 28 , 1217.
- [70] J. WIEDEL ; Z. Naturforsch (1954), 9 a , 697.
- [71] A.I. SHILKIN , A.A. KULIEV ; Instrum. Exper. Tech. (1961), 5 , 991.
- [72] R.V. KUJAWA ; Phys. Stat. Sol. (1961), 1 , (2) , K 34.
- [73] R. LINK ; Z. Physik Chem. Leipzig (1962), 221 , 274.
- [74] R. LINK ; Phys. Stat. Sol. (1963), 3 , 1098.
- [75] R.C. KEESER ; Sci. Tech. Aerospace Rept. (1964), 2 (6) , 749.
- [76] M. CERCLET ; J. Phys. Appl. (1969), 4 , 63.
- [77] E.D. KOLB , R.A. LAUDISE ; dans « The Physics of Se and Te »  
édité par W.C. COOPER P.P. (1969) p. 213.
- [78] N.F. SHVARTZENAU ; Fiz Tverdogo Tela (1960), 2 , 870.
- [79] B.D. WEDLOCK ; J. electrochem. Soc. (1962), 4 , 318.

- [80] R.V. KUJAWA ; Phys. Stat. Sol. (1963), 3 , 1089.
- [81] J. DI PERSIO , J.C. DOUKHAN , G. SAADA ; Mat. Sci. Eng. (1969), 4 , 123.
- [82] P. REGNIER ; Thèse Paris (1969).
- [83] C. JUND ; Rapport D.G.R.S.T. N° 6200127 (1966).
- [84] G. DEPREZ , H. FONTAINE ; Bull. Soc. Fr. Min. Crist. (1965), 88 , 523.
- [85] R. FOURET , G. LUSSIEZ ; communication privée.
- [86] G.B. BAGDUEV , V.I. CHERNOBAI ; Issled po Fiz. Populprovodn. i po Geofiz. (1968), 29 , 43.
- [87] J. DI PERSIO ; Thèse de 3<sup>e</sup> cycle Lille (1970).
- [88] L.C. LOVELL , J.H. WERNICK , K.E. BENSON ; Acta Met. (1958), 6 , 716.
- [89] A.I. BLUM ; Fiz Tverdogo Tela (1960), 2 , 1666.
- [90] J.S. BLAKEMORE , J.W. SCHULTZ , K.C. NOMURA ; J. Appl. Phys. (1960), 31 , 2226.
- [91] J.S. BLAKEMORE , K.C. NOMURA ; J. Appl. Phys. (1961), 32 , 745.
- [92] K. HERRMANN ; Phys. Stat. Sol. (1961), 1 , 254.
- [93] A. KOMA , E. TAKIMOTO , S. TANAKA ; Phys. Stat. Sol. (1970), 40 , 239.
- [94] J.C. DOUKHAN , J.L. FARVACQUE ; à paraître Phys. Stat. Sol. (a) Janvier (1971).
- [95] J.H. WERNICK , J.N. HOBSTETTER , L.C. LOVELL , D. DORSI ; J.A.P. (1958) , 29 , 7 , 1013.
- [96] F.L. VOGEL , W.G. PFANN , H.E. COREY , E.E. THOMAS ; Physical Review (1953), 90 , 489.
- [97] W.C. DASH ; J.A.P. (1956), 27 , 1193.
- [98] J. DI PERSIO , J.C. DOUKHAN , G. SAADA ; Phys. Stat. Sol. a (1970), 1 , K 87.
- [99] J.J. GILMAN , W.G. JOHNSTON ; Sol. State Phys. (1962), 13 , 148.
- [100] E.M. HÖRL , J. WEISS ; J. Appl. Phys. (1967), 38 , 5132.
- [101] W. SCHUZ ; Phys. Stat. Sol. (1968), 25 , 253.
- [102] P. KLEIN , K. KLEINHENZ ; Z. Naturforsch. (1968), 23 , 530.
- [103] R. FOURET , G. LUSSIEZ , V. WARIN ; C.R.A.S. (1967), 264 , 1408.
- [104] J.C. DOUKHAN , N. DOUKHAN , G. SAADA , B. THOMAS ; Phys. Stat. Sol. (1969), 35 , 835.
- [105] J.C. DOUKHAN , G. SAADA ; Microscopie électronique 1970 (Grenoble) Vol. II p. 291.
- [106] J.A. IBERS , B.K. VAINSTEIN ; International crystallographic tables  
Vol. III, tables 3.3.3 A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub> . Kynoch press Birmingham (1962).

- [107] P.B. HIRSH , A. HOWIE , R.B. NICHOLSON , D.N. PASHLEY , M.J. WHELAN ;  
electron microscopy of thin crystals, Butterworth London (1965) p. 100.
- [108] L.K. FRANCE , M.H. LORETTO ; IV<sup>th</sup> european conf. electron microscopy,  
édité par D.S. Boccierelli, vol. 1, Rome (1968), p. 409.
- [109] A.K. HEAD , M.H. LORETTO , P. HUMBLE ; Phys. Stat. Sol. (1967), 20 , 505.
- [110] A.K. HEAD , M.H. LORETTO , P. HUMBLE ; Phys. Stat. Sol. (1967), 20 , 521.
- [111] P. HUMBLE ; Phys. Stat. Sol. (1967), 21 , 733.
- [112] D.J. DINGLEY ; Phys. Stat. Sol. (1970), 38 , 345.
- [113] A. HOWIE , M.J. WHELAN ; Proc. Roy. Soc. (1961), A 263 , 217.
- [114] A. HOWIE , M.J. WHELAN ; Proc. Roy. Soc. (1962), A 267 , 206.
- [115] R. GEVERS , H. BLANK , S. AMELINCKX ; Phys. Stat. Sol. (1966), 13 , 449.
- [116] A.K. HEAD ; Aust. J. Phys. (1967), 20 , 557.
- [117] P. HUMBLE ; Aust. J. Phys. (1968), 21 , 325.
- [118] D.J.H. COCKAYNE , I.L.F. RAY , M.J. WHELAN ; Phil. Mag. (1969), 20 , 1265.
- [119] J.L.F. RAY , D.J.H. COCKAYNE ; Phil. Mag. (1970), 22 , 853.
- [120] E. SCHMID , G. WASSERMANN ; Z. Phys. (1927), 46 , 653.
- [121] G. SYRBE ; Ann. Phys. Leipzig (1959), 4 , 132.
- [122] J. DI PERSIO , J.C. DOUKHAN , G. SAADA ; Plasticité I Phys. Stat. Sol. à paraître.
- [123] J. CRAMPON ; Rapport de D.E.A. Lille 1970.
- [124] J. WEERTMAN ; J. Appl. Phys. (1957), 28 , 1510.
- [125] Y. ADDA , J. PHILIBERT , J.P. POIRIER ; dans « Déformation plastique des Métaux et Alliages »  
édité par G. SAADA et G. CHAMPIER - Masson Paris (1969).
- [126] E. SCHMID , N. BOAS ; « Plasticity of crystals » Chapman and Hall (1950), p. 55.
- [127] A. KELLY ; Instron Publications Application series (1964).
- [128] B. JAOUL ; « Etude de la plasticité, application aux Métaux » Dunod (1958).
- [129] G. CHAMPIER ; dans « Déformation plastique des Métaux et Alliages »  
édité par G. SAADA et G. CHAMPIER - Masson Paris (1969).
- [130] P. GUYOT , J.E. DORN ; Canad. J. Phys. (1967), 45 , 983.

- [131] F.C. FRANK ; Acta Cryst. (1965), 18, 862.
- [132] J.F. NICHOLAS ; Acta Cryst. (1966), 21, 880.
- [133] N. DOUKHAN ; Rapport de D.E.A. Lille (1967).
- [134] M. HULIN ; Thèse Paris (1963).
- [135] J.F. NYE ; « Propriétés Physiques des Cristaux » Dunod Paris (1958).
- [136] P.B. HIRSH , A. HOWIE , R.B. NICHOLSON , D.N. PASHLEY , M.J. WHELAN ;  
electron microscopy of thin crystals, Butterworth London (1965) p. 198.
- [137] A.K. HEAD ; Aust. J. Phys. (1967), 20, 557.
- [138] P. HUMBLE ; Aust. J. Phys. (1968), 21, 325.

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué à la Faculté des Sciences de Lille dans le laboratoire de défauts dans les cristaux sous la direction de Monsieur le Professeur SAADA à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude pour m'avoir permis de mener à terme mon travail de thèse.

Je remercie également Monsieur le Professeur FRIEDEL qui m'a fait l'honneur de bien vouloir être membre de mon jury ainsi que Monsieur le Professeur FOURET qui a accepté d'en être le président.

Le laboratoire de défauts dans les cristaux ayant été créé à l'époque où j'ai commencé cette étude, j'ai dû m'initier à de nombreuses techniques dans d'autres laboratoires où j'ai pu également poursuivre mon travail sur des appareils qui n'existaient pas à Lille.

Je remercie les très nombreuses personnes qui m'ont toujours reçu avec bienveillance et ont mis à ma disposition leur matériel et leur grande compétence, en particulier :

MM. les Professeurs BEAUFILS et PONSOLLE de la Faculté des Sciences de Lille,  
M. le Professeur AUTHIER et C. WILLAIME de la Faculté des Sciences de Paris,  
MM. J.M. et J.C. THUILLIER du laboratoire de physique des solides de l'E.N.S. Paris,  
B. THOMAS de l'IRSID qui m'a aidé à débrouiller les problèmes de microscopie électronique sur le tellure avec une gentillesse reconnue par tous,

C. BUCHALET et P. CHENEAU du C.E.A. - Bruyères qui ont programmé et fait exécuter les calculs numériques,

enfin l'équipe de métallurgie du C.E.A. - Saclay et plus particulièrement J.P. POIRIER et P. REGNIER à qui je dois beaucoup.

Je remercie enfin chaleureusement toute l'équipe du laboratoire de défauts dans les cristaux de Lille et Monsieur le Professeur ESCAIG qui en a pris récemment la direction : Ils ont toujours su maintenir une atmosphère de confiance et de sympathie.

Madame NAVREZ s'est chargée avec compétence de la tâche bien ingrate de la frappe du manuscrit. Qu'elle trouve ici l'expression de mes remerciements sincères, ainsi que les nombreux techniciens qui ont assuré l'impression de ma thèse.

