

T H È S E

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

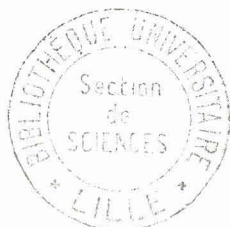
Pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE SPECIALITE

en Physique des Solides

par

Jean-Louis FARVACQUE



ETUDE , PAR LA TECHNIQUE DE BERG - BARRETT , DE L'ÉVOLUTION DE
LA SOUS - STRUCTURE DES DISLOCATIONS DU TELLURE
LORS DE SA DEFORMATION PLASTIQUE

Soutenu le 6 JUIN 1972 devant la Commission d'examen

M. ESCAIG	Président
M. DOUKHAN	Rapporteur
M. GUINIER	Examineur
M. GROSSE	Invité

DOYENS HONORAIRES de l'Ancienne Faculté des Sciences

MM. H. LEFEBVRE, PARREAU

PROFESSEURS HONORAIRES des anciennes Facultés de Droit et
Sciences Economiques, des Sciences et des Lettres

M. ARNOULT, Mme BEAUJEU, MM. BEGHIN, BROCHARD, CAU, CHAPPELON, CHAUDRON, CORDONNIER, DEHEUVELS, DEHORNE, DEHORS, FAUVEL, FLEURY, P. GERMAIN, HEIM DE BALSAC, HOCQUETTE, KAMPE DE FERIET, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG, LIEBAERT, MARTINOT-LAGARDE, MAZET, MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PASCAL, PAUTHENIER, PEREZ, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, ROUELLE, WIEMAN, ZAMANSKY.

PRESIDENT DE L'UNIVERSITE
DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

M. DEFRETIN René

Professeur de Biologie Marine
Directeur de l'Institut de
Biologie Maritime et Régionale de Wim

PROFESSEURS TITULAIRES

M. BACCHUS Pierre	Astronomie
M. BEAUFILS Jean-Pierre	Chimie Générale
M. BECART Maurice	Physique
M. BIAYS Pierre	Géographie
M. BLOCH Vincent	Psychophysiologie
M. BONNEMAN Pierre	Chimie et Physico-Chimie Industrielle
M. BONTE Antoine	Géologie Appliquée
M. BOUGHON Pierre	Mathématiques
M. BOURIQUET Robert	Biologie Végétale
M. CAPET Marcel-Francis	Institut de Préparation aux Affaires
M. CELET Paul	Géologie
M. CONSTANT Eugène	Physique Industrielle-Electronique
M. CORSIN Pierre	Paléobotanique
M. DECUYPER Marcel	Mathématiques Générales
M. DEFRETIN René	Biologie Marine
M. DELATTRE Charles	Géologie Générale
M. DURCHON Maurice	Zoologie Générale et Appliquée
M. FOURET René	Physique
M. GABILLARD Robert	Radio-Electricité-Electronique
M. GEHU Jean-Marie	Institut Agricole
M. GLACET Charles	Chimie Organique
M. GONTIER Gérard	Mécanique
M. GUILLAUME Jean	Biologie Végétale
M. HEUBEL Joseph	Chimie Minérale
M. JOLY Robert	Biologie Animale(Amiens)
Mme LENOBLE Jacqueline	Physique Expérimentale
M. LOMBARD Jacques	Sociologie
M. MONTARIOL Frédéric	Chimie Appliquée
M. MONTREUIL Jean	Chimie Biologique

PROFESSEURS TITULAIRES (suite)

FOUZET Pierre	Informatique
SCHWARTZ Marie-Hélène	Analyse Supérieure
WILLIEU Jacques	Physique Théorique
FRIDOT Gabriel	Chimie
WELLANT Jean	Mathématiques
VIDAL Pierre	Automatique
VIVIER Emile	Biologie Animale
WERTHEIMER Raymond	Physique

PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

BOUISSET Simon	Physiologie Animale
DELHAYE Michel	Chimie
FLATRES Pierre	Géographie
LEBRUN André	Electronique
LINDER Robert	Botanique
LUCQUIN Michel	Chimie Physique
PARREAU Michel	Mathématiques Appliquées
PRUDHOMME Rémy	Droit et Sciences Economiques
SCHILTZ René	Physique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

BELLET Jean	Physique
BILLARD Jean	Physique
BODARD Marcel	Botanique
BOILLET Pierre	Physique
BERCOURT Jean-Michel	Géologie
BEVRAINNE Pierre	Chimie Minérale
BOUDMAND Pierre	Chimie Physique
BOUSON Laurent	Mathématiques
CUILBAULT Pierre	Biologie
LACOSTE Louis	Biologie
BANDAIS Jean	Chimie
BEHMANN Daniel	Mathématiques
BOUCHEUX Claude	Chimie
MAES Serge	Physique
MARQUET Simone	Mathématiques
MONTEL Marc	Physique
PANET Marius	I.E.E.A.
PROUVOST Jean	Minéralogie

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions)

ADAM Michel	Economie Politique
ANDRE Charles	Sciences Economiques
ANGRAND Jean-Pierre	Géographie
ANTOINE Philippe	Mathématiques
AUBIN Thierry	Mathématiques
BART André	Biologie
BEGUIN Paul	Mécanique des Fluides
BEKUCHE Rudolphe	Mathématiques
BOILLY Vénoni	Biologie
BONNEMAIN Jean-Louis	Biologie Végétale
BONNOT Ernest	Biologie Végétale
BRUYELLE Pierre	Géographie et Aménagement Spatial
CAPURON Alfred	Biologie Animale
CARREZ Christian	I.E.E.A.
CORDONNIER Vincent	Informatique
CORTOIS Jean	Physique
COULON Jean	I.E.E.A.
DEBRABANT Pierre	Sciences Appliquées
DOUKHAN Jean-Claude	Physique
DRIEUX Baudouin	I.E.E.A.

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions)(suite)

DYMENT Arthur	Mathématiques
ESCAIG Bertrand	Physique
FONTAINE Jacques	Génie Electrique
FROELICH Daniel	Sciences Appliquées
GAMBLIN André	Géographie
GOBLOT Rémi	Mathématiques
GOSSELIN Gabriel	Sociologie
GRANELLE Jean-Jacques	Sciences Economiques
HERMAN Maurice	Physique
HUARD de la MARRE Pierre	I.E.E.A.
JOURNEL Gérard	Sciences Appliquées
KOSMANN Yvette	Mathématiques
KREMBEL Jean	Chimie
LABLACHE COMBIER Alain	Chimie
LAURENT François	Automatique
LAVAGNE Pierre	Sciences Economiques et Sociales
LEGRAND Denise	Mathématiques
LEGRAND Solange	Mathématiques (Calais)
LEHMANN Josiane	Mathématiques
LENTACKER Firmin	Géographie et Aménagement Spatial
LEROY Jean-Marie	Chimie
LEROY Yves	Electronique
LHENAFF René	Géographie
LOCQUENEUX Robert	Physique
LOUAGE Francis	Sciences Appliquées
MAILLET Monique	Sciences Economiques
MAIZIERES Christian	I.E.E.A.
MALAUSSENA Jean-Louis	Sciences Economiques et Sociales
MANBRINI Jean	Biologie
MERIAUX Emile	Sciences de la Terre
MESSELYN Jean	Physique
MIGEON Michel	Chimie (Sciences Appliquées)
MUSSCHE Guy	Sciences Economiques
NICOLE Jacques	Chimie Analytique
OLIVEREAU Jean-Michel	Biologie
OUZIAUX Roger	Technologie des Machines
PAQUET Jacques	Sciences Appliquées
PARSY Fernand	Mathématiques
PERROT Pierre	Chimie
PONSOLLE Louis	Chimie (Valencienne)
POVY Jean-Claude	Sciences Appliquées
RACZY Ladislas	Physique
RENVERSEZ Françoise	Sciences Economiques et Sociales
ROUSSEAU Jean-Paul	Physiologie Animale
SALMER Georges	Radio Electricité Electronique
SEGUIER Guy	Electronique
SIMON Michel	Psychologie
SLIWA Henri	Chimie
SMET Pierre	Physique
SOMME Jean	Géographie
SPIK Geneviève	Chimie Biologique
TOULOTTE Jean-Marc	Sciences Appliquées
TREANTON Jean-René	Sciences Economiques et Sociales
VANDORPE Bernard	Chimie Physique
VILETTE Michel	Génie Mécanique
WATERLOT Michel	Géologie

A mon Père

R E M E R C I E M E N T S

Ce travail a été effectué à l'Université des Sciences et Techniques de Lille, dans le laboratoire de « Défauts dans les cristaux » sous la direction de Monsieur le Professeur ESCAIG et Monsieur le Professeur DOUKHAN à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude.

Je remercie Monsieur le Professeur GUINIER qui m'a fait l'honneur de bien vouloir être membre du Jury.

Mes vifs remerciements vont également à Monsieur le Professeur GROSSE qui m'a fait l'honneur de se joindre au Jury pour juger ce travail.

Je remercie tous les membres du Laboratoire dont l'amitié m'a aidée à mener à bien ce travail et tout particulièrement Monsieur DI PERSIO qui m'a initié aux techniques des Rayons X et Monsieur CRAMPON avec qui il a été possible de travailler en équipe dans la plus grande amitié.

Je ne saurais oublier l'équipe de mécanique qui a exécuté avec compétence la platine goniométrique du dispositif de BERG - BARRETT ainsi que Madame NAVREZ qui s'est chargée de la tâche bien ingrate de la frappe du manuscrit.

S O M M A I R E



INTRODUCTION

I – LA TECHNIQUE DE BERG - BARRETT

- 1 – Formation de l'image et pouvoir de résolution
- 2 – Distorsion de l'image
- 3 – Origines des contrastes
 - 1 - Contraste d'extinction
 - 2 - Contrastes d'orientation

II – APPLICATION DE LA TECHNIQUE DE BERG - BARRETT AUX MONOCRISTAUX DE TELLURE

- 1 – Elimination du bruit de fond
- 2 – Choix du plan réflecteur pour une surface à topographier donnée.
- 3 – Profondeur de pénétration
- 4 – Préparation de la surface des échantillons
- 5 – Construction du dispositif de Berg - Barrett et performances atteintes.

III – EVOLUTION DE LA SOUS - STRUCTURE DES DISLOCATIONS DU TELLURE LORS DE SA DEFORMATION PLASTIQUE

- 1 – Déformation plastique
 - 1 - Généralités
 - 2 - Conditions expérimentales de la déformation
- 2 – Résultats expérimentaux
 - 1 - Glissement « \vec{a} »
 - 2 - Glissement « \vec{c} »
- 3 – Discussion
 - 1 - Nature des parois observées
 - 2 - Essai de corrélation des résultats avec les figures d'attaque
 - 3 - Corrélation avec la microscopie électronique
 - 4 - Remarques

CONCLUSION

ANNEXE 1 : {
- Cristallographie du tellure
- Facteurs de structure

ANNEXE 2 : - Construction sur la projection stéréographique du lieu des points sollicitant une réflexion donnée.

ANNEXE 3 : - Utilisation de la formule de Franck

BIBLIOGRAPHIE

FIGURES

I – LA TECHNIQUE DE BERG - BARRETT

La méthode de Berg - Barrett est une méthode de topographie par réflexion des rayons X . Elle conduit à des observations à l'échelle de l'échantillon (grossissement 20 à 100 fois) et ne nécessite pas la préparation de lames minces comme l'exigent les différentes méthodes d'observation par transmission (méthode de LANG [7] , microscopie électronique [8]).

I – 1 – FORMATION DE L'IMAGE ET POUVOIR DE RESOLUTION

La figure 1 explicite le principe de la formation de l'image. Sur ce schéma, le faisceau incident provient d'une source étendue a b c d. Les rayons issus d'un point Q de la source sont diffractés s'ils atteignent un ensemble de points dont le lieu est l'intersection du plan réflecteur avec un cône de demi-angle au sommet $\pi/2 - \theta_{hkl}$.

Inversement, chaque point P du plan réflecteur diffracte tous les rayons venant de l'intersection d'un cône avec la source étendue.

L'image de ce point P est aussi l'intersection d'une portion de cône avec la plaque photographique.

La dimension latérale $\Delta x'$ de cette image est approximativement donnée par :

$$\Delta x' \simeq \frac{D'}{D} \Delta x \quad (1)$$

où Δx représente la largeur de la source étendue , D' la distance moyenne entre l'échantillon et la plaque photographique , D la distance entre la source et l'échantillon.

La dimension longitudinale $\Delta y'$ de l'image du point P est directement reliée à la largeur $\Delta \theta$ du domaine de réflexion. Elle est donnée par :

$$\Delta y' \simeq \Delta \theta D' \quad (2)$$

Les formules (1) et (2) montrent que pour obtenir une topographie où l'image d'un point est une tache très petite, il faut utiliser un foyer linéaire (Δx très petit), placé dans le plan d'incidence, puis positionner la plaque photographique très près de l'échantillon (D' petit).

I - 2 - DISTORSION DE L'IMAGE

La topographie obtenue sur la plaque photographique est une projection de la surface observée. La distorsion résultant de cette projection dépend de la position de la plaque photographique par rapport au faisceau incident ainsi que du plan réflecteur utilisé.

Si l'on effectue une « réflexion oblique » pour laquelle la normale de la surface topographiée n'appartient pas au plan d'incidence, l'image obtenue est distordue latéralement et longitudinalement. La géométrie en est très complexe mais exploitable [9] (figure 2a).

Si l'on effectue une « réflexion d'ordre zéro » pour laquelle la normale de la surface topographiée est dans le plan d'incidence, la distorsion se réduit à un grandissement γ longitudinal inférieur à 1 (figure 2 b).

Le grandissement se calcule aisément dans les deux cas particuliers suivants :

- 1) Les rayons diffractés pénètrent perpendiculairement la gélatine (figure 3 a). Ceci permet l'emploi de plaques photographiques à grande épaisseur de gélatine (temps de pose court), mais la distance D' , généralement grande, conduit à une mauvaise résolution.

Le grandissement est dans ce cas donné par :

$$\gamma = \sin (2\theta - \varphi) \quad (3)$$

où θ est l'angle de Bragg de la réflexion choisie et φ l'angle du faisceau incident avec le plan topographié.

– 2) La plaque photographique est parallèle au faisceau incident (figure 3 b). Les rayons diffractés traversent obliquement la gélatine. Il est donc nécessaire d'utiliser une plaque photographique à faible épaisseur de gélatine (temps de pose longs) . Par contre la distance D' est minimum et la résolution correspondante est plus grande que dans le cas précédent. Le grandissement γ est, ici, donné par :

$$\gamma = \frac{\sin (2\theta - \varphi)}{\sin 2\theta} \quad (4)$$

I – 3 – ORIGINES DU CONTRASTE

Le cristal étant placé en position de Bragg, le contraste des topographies est dû à la variation du pouvoir réflecteur en fonction de la répartition des défauts. Les causes principales conduisant à deux types de contrastes importants sont :

- 1) les contraintes inhomogènes du réseau ;
- 2) l'orientation des différents défauts de structure par rapport au faisceau incident.

I – 3 – 1) Contraintes inhomogènes dans le réseau.

Ces contraintes inhomogènes réduisent l'extinction primaire [2] [10] .

La présence d'un défaut, perturbant localement la périodicité du réseau, diminue l'effet destructif des interférences entre les différentes ondes qui traversent le cristal. Cet effet conduit à une diminution de l'extinction primaire : le faisceau incident pénètre, localement, plus profondément dans le cristal et le faisceau diffracté est localement plus intense.

La présence du défaut apparaît donc sur la plaque photographique comme une zone plus sombre sur le fond continu dû à la diffraction normale du cristal parfait.

Ce type de contraste, appelé contraste d'extinction, est très important car il permet l'observation des dislocations individuelles.

I - 3 - 2) Rotations locales du réseau cristallin {3}

La présence d'un défaut de structure dans un cristal peut créer une rotation locale du réseau. C'est le cas du sous-joint par exemple. L'orientation de l'axe de rotation par rapport au faisceau incident conduit à des types de contrastes particuliers appelés contrastes d'orientation.

Pour analyser l'action d'un axe de rotation sur le contraste, il est utile de décomposer cet axe de rotation $\vec{\Omega}$ de la façon suivante (figure 4) .

- $\vec{\Omega}_1$ normal au plan réflecteur
- $\vec{\Omega}_2$ à l'intersection du plan réflecteur et du plan d'incidence
- $\vec{\Omega}_3$ normal au plan d'incidence.

Une rotation quelconque s'écrit donc :

$$\vec{\Omega} = \alpha \vec{\Omega}_1 + \beta \vec{\Omega}_2 + \gamma \vec{\Omega}_3 \quad (5)$$

- Une rotation α , autour de $\vec{\Omega}_1$, transforme le plan réflecteur en lui-même donc ne peut être la cause d'aucun contraste.
- Une rotation β , autour de $\vec{\Omega}_2$ change très faiblement l'angle d'incidence de la valeur (pour $\theta_B \sim 45^\circ$)

$$\delta\theta \simeq \frac{\beta^2}{2} \quad (6)$$

Tant que $\delta\theta$ reste inférieur à la largeur angulaire du domaine de réflexion $\Delta\theta$, il y a toujours diffraction du faisceau incident. La largeur angulaire du domaine de réflexion peut au plus atteindre $1'$; on voit, en prenant cette valeur pour $\delta\theta$ que β peut atteindre plus d'un degré avant que le phénomène de diffraction disparaisse.

Par contre, bien que non éteint, le faisceau diffracté est dévié, dans une direction normale au plan d'incidence, de l'angle $\delta\psi$ donné par :

$$\delta\psi \simeq 2 \beta \sin \theta_B \quad (7)$$

Ceci donne lieu, sur la topographie, à un contraste appelé « contraste de déplacement » .

– Une rotation γ , autour de $\vec{\Omega}_3$, change directement l'angle d'incidence. Dès que γ est plus grand que $\Delta\theta$, la zone correspondante du cristal ne diffracte plus. Ceci donne lieu à un contraste noir - blanc appelé « contraste de rotation ».

Dans le cas d'une flexion pure autour de $\vec{\Omega}_3$, la ligne de contraste est parallèle à l'axe de rotation, tandis que dans le cas d'une torsion la ligne de contraste est normale à l'axe de rotation. Ceci constitue un critère permettant la distinction entre flexion et torsion.

Repérer un axe de rotation $\vec{\Omega}$ dans un échantillon consiste donc à amener successivement trois axes choisis sur le cristal en position $\vec{\Omega}_3$. Seul cet axe (perpendiculaire au plan d'incidence) est « actif » dans la formation d'un contraste de rotation (zone éteinte sur la micrographie).

II – APPLICATION DE LA TECHNIQUE DE BERG - BARRETT AUX MONOCRISTAUX DE TELLURE

La première difficulté dans l'application de la technique de Berg - Barrett tient à l'existence d'un « bruit de fond ». Il faut entendre par bruit de fond l'ensemble des radiations atteignant la plaque photographique, autres que la diffraction sélective recherchée.

La seconde difficulté, liée à la faible profondeur de pénétration du faisceau incident et à la grande plasticité du tellure apparaît lors de la préparation des surfaces à observer.

II – 1 – ELIMINATION DU BRUIT DE FOND

Les radiations constituant le bruit de fond sont dues à la fluorescence de l'échantillon, à la diffusion incohérente et à la superposition de taches de diffraction sélective non désirées.

– L'utilisation d'une anticathode de cuivre permet d'éliminer la fluorescence k du tellure lorsque les tensions accélératrices sont inférieures à 31 KV [11]. Mais la raie $Cu\ ka$ est particulièrement absorbée par le tellure (son coefficient d'absorption linéaire est de $1370\ cm^{-1}$ alors qu'il n'est que de $112\ cm^{-1}$ pour la raie $Ag\ k\alpha$ [12]. Afin de réduire les temps de pose, il a fallu utiliser dans la plupart des cas des tensions accélératrices de l'ordre de 40 KV. La fluorescence et la diffusion incohérente correspondant à ces conditions d'utilisation ont pu être éliminées de façon satisfaisante en interposant un filtre de nickel de $50\ \mu m$ d'épaisseur entre l'échantillon et la plaque photographique [13].

Les contrastes obtenus sur les topographies sont néanmoins très faibles et différentes techniques photographiques appropriées permettent de les augmenter artificiellement aux dépens de la sensibilité [14].

Dans ces conditions, les temps de pose varient entre 5 et 20 heures suivant les réflexions choisies et les émulsions photographiques.

– Le tellure possède pour la radiation Cu ka un très grand nombre de réflexions intenses. Etant donné la proximité de la plaque photographique et la largeur de cristal irradié, les diverses réflexions excitées simultanément chevauchent la réflexion choisie et viennent ainsi contribuer à une autre sorte de bruit de fond.

Pour éviter cette superposition, il convient de rechercher sur la projection stéréographique les directions incidentes ne favorisant qu'une seule réflexion [15].

L'ensemble de toutes les directions d'incidence sollicitant une réflexion donnée décrit un cône dont l'intersection avec la projection stéréographique est un cercle. (La construction de ce cercle est explicitée en annexe 2).

Après avoir tracé les cercles relatifs à chaque réflexion, trouver « une fenêtre » consiste à choisir, pour une réflexion donnée, un point ne se trouvant pas à l'intersection de plusieurs cercles. Ceci limite fortement le choix des incidences utilisables.

Nous avons tracé (figure 5) pour la face à topographier $\{10\bar{1}0\}$ les cercles correspondant à un très grand nombre de réflexions. On constate sur cette figure la difficulté de choisir une direction incidente sans solliciter de réflexions parasites.

Les figures 6 et 7 sont obtenues en supprimant systématiquement toutes les réflexions dont le facteur de structure est inférieur au dixième de celui correspondant à la réflexion la plus intense. (voir l'annexe 1 pour les valeurs des facteurs de structure).

Pour chaque topographie, la direction incidente, déterminée grossièrement à l'aide de ces constructions simplifiées, est ajustée par des poses rapides de 2 mn (sur émulsion sensible) afin d'éviter les réflexions parasites éventuellement encore trop intenses.

II - 2 - CHOIX DU PLAN REFLECTEUR POUR UNE SURFACE DONNEE

Le choix du plan réflecteur doit conduire à la résolution géométrique optimum. Il faut pour cela réduire la distance D' entre l'échantillon et la plaque photographique. D' est minimum si l'angle d'incidence φ du faisceau primaire par rapport à la face d'entrée est petit.

D'autre part, lorsque l'on choisit un angle de Bragg de l'ordre de 45° , les rayons diffractés pénètrent normalement la gélatine, (ce qui améliore la résolution) et le grandissement γ tend vers 1 (ce qui diminue la distorsion) .

La recherche d'une telle réflexion se fait aisément à l'aide d'une projection stéréographique du cristal centrée sur le pôle représentant la surface observée.

De telles conditions ne se trouvent réunies qu'exceptionnellement et ceci n'arrive pas pour les faces simples du tellure.

Le tableau suivant résume les différentes réflexions utilisées pour l'étude des divers échantillons dont les faces ont été imposées par les conditions de déformation plastique.

Surfaces observées	plan réflecteur utilisé $\langle h k j \ell \rangle$	angle de Bragg $\theta_{h k j \ell}$	φ	Facteur de structure	Profondeur de pénétration	REMARQUES
(31 $\bar{4}$ 0)	$\langle 40\bar{4}0 \rangle$	$53^\circ 12'$	8°	77	$2,9 \mu$	Etude du glissement \vec{a}
(31 $\bar{4}$ 0)	$\langle 04\bar{4}0 \rangle$	$53^\circ 12'$	38°	77	$3,3 \mu$	
(0001)	$\langle 0006 \rangle$	$51^\circ 16'$	51°	83	$3,9 \mu$	
(10 $\bar{1}$ 0)	$\langle 40\bar{4}0 \rangle$	$53^\circ 12'$	53°	77	$3,8 \mu$	Etude du glissement \vec{c} (orient. II)
(44 $\bar{8}$ 5)	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	32°	2°	63,5	$3,5 \mu$	
(11 $\bar{2}$ 0)	$\langle 12\bar{3}1 \rangle$	33°	18°	65	$3,7 \mu$	Etude du glissement \vec{c} (orient. III)
(30 $\bar{3}$ 2)	$\langle 30\bar{3}2 \rangle$	$41^\circ 30'$	41°	69	$5,7 \mu$	
(20 $\bar{2}$ 1)	$\langle 40\bar{4}0 \rangle$	$53^\circ 12'$	33°	77	$3,2 \mu$	Divers
(20 $\bar{2}$ 1)	$\langle 30\bar{3}2 \rangle$	$41^\circ 30'$	35°	69	$5,5 \mu$	

II - 3 - PROFONDEUR DE PENETRATION

Les cristaux observés ont été déformés plastiquement et contiennent une densité de dislocations élevée (de l'ordre de 10^8 cm^{-1} pour les cristaux les plus déformés).

On peut évaluer une borne supérieure de profondeur de pénétration en assimilant ces éprouvettes à des cristaux mosaïques. La profondeur d est dans ce cas donnée par :

$$I(d) / I(o) = e^{-\mu d (\cos \varphi + \cos 2 \theta)} \quad (7)$$

où μ est le coefficient d'absorption linéaire.

Les différentes valeurs de d indiquées dans le tableau précédent représentent la profondeur pour laquelle le rapport $I(d) / I(o)$ est égal à $1/2$. Ce calcul, ne tenant pas compte des effets dynamiques et dépendant du choix arbitraire de la valeur $I(d) / I(o)$ est donc dépourvu de signification quantitative. Il indique cependant un ordre de grandeur maximum et permet de comparer qualitativement les variations de d en fonction des paramètres de la réflexion utilisée φ et θ .

II - 4 - PREPARATION DES SURFACES DES ECHANTILLONS

On remarque sur le tableau précédent que l'épaisseur de la couche topographiée (correspondant à la profondeur de pénétration du faisceau incident) est de l'ordre de quelques microns. Or les cristaux de tellure sont très plastiques et mêmes les manipulations les plus douces risquent d'écrouir la surface de l'échantillon [16]. La figure 8 montre, en exemple, le résultat du frottement d'une bande de tergal avec une pression de quelques grammes /mm².

Ce type de dégât s'étend sur une profondeur de 50 μm environ, profondeur nettement plus grande que la couche observée.

Le contenu réel de l'échantillon peut donc être caché par les dégâts de la surface.

Les différentes surfaces ont été préparées à l'aide d'une technique de polissage par immersion [17] n'introduisant aucun dégât superficiel.

Solution de polissage :

{	$C_r O_3$. 1 part	en poids	vitesse de dissolution $15 \mu / mn.$
	$H_2 O$. 3 parts		
	H F . 1 part		

Ce polissage ne détruit pas la géométrie de l'éprouvette et lui donne un poli parfait (miroir). Ceci assure le contrôle de l'orientation des surfaces.

La fixation de l'échantillon sur le support demande aussi un soin particulier. En effet, le collage d'un échantillon sur toute sa longueur introduit des déformations supplémentaires dues au retrait de la colle. Ces déformations pourraient être, par la suite attribuées à tort à une sous-structure de polygonisation. Le fait de coller un échantillon à l'une de ses extrémités seulement permet de s'affranchir de ce type d'artfact.

II - 5 - CONSTRUCTION DU DISPOSITIF DE BERG - BARRETT ET PERFORMANCES ATTEINTES

II - 5 - 1) Description de l'appareil (figure 9).

- a) Le tube de rayons X, à anticathode de cuivre, supporte une puissance maximum de 1500 W. Son foyer linéaire, horizontal, possède les dimensions apparentes $7. 0,07 \text{ mm}^2$.
- b) Le collimateur permet d'obtenir une divergence minimale de $1,6'$ d'arc.
- c) La platine goniométrique réalisée au laboratoire comporte :

1) Un compteur muni d'un déplacement micrométrique. Le compteur est un photoscintillateur de cristal NaI activé au thallium. La cassette contenant la plaque photographique fait corps avec le compteur et se place perpendiculairement aux rayons diffractés en fin de réglage. L'émulsion photographique se trouve à $2/10^6$ de mm de l'extérieur de la cassette.

2) Un porte échantillon muni d'une rotation micrométrique autour de l'axe $\vec{\Omega}_3$ et de tous les degrés de liberté de la tête goniométrique standard.

II - 5 - 2) Performances atteintes

La distance D entre la source de rayons X et le cristal est de 300 mm. La distance D' dépend des dimensions de l'échantillon étudié ainsi que de la réflexion choisie. Dans la plupart des cas, il est impossible de trouver une réflexion idéale ($\theta_B \sim 45^\circ$, φ petit). En dépit de cela la distance D' n'excède jamais 3mm. Ces données conduisent à une résolution géométrique de $1,3 \mu\text{m}$ environ (calculée avec les formules (1) et (2)).

Cette résolution justifie l'emploi d'émulsions photographiques de haute résolution telles que :

- Les plaques H.R.P. Kodak (résolution $0,5 \mu$) ; elles sont développées dans le révélateur standard « H.R.P. developer » Kodak pendant 5 à 15 mn.
- Les plaques nucléaires de $10 \mu\text{m}$ d'épaisseur de gélatine (Ilford). Elles sont de moins haute résolution ($1 \mu\text{m}$) mais plus sensibles. Les poses sont moins longues que pour les plaques H.R.P. Le développement, plus délicat, se fait avec du révélateur D19 Kodak selon une méthode décrite par Newkirk [2].
- Les réglages préliminaires de chaque pose sont effectués sur des émulsions « Kodirex » très rapides. Les temps de pose n'excèdent pas 2 mn.

Une telle résolution permet de mettre en évidence les dislocations individuelles par contraste d'extinction lorsque la densité de dislocation n'est pas trop élevée. La figure 10 montre en exemple une topographie d'un spinelle de Magnésium contenant 10^3 cm^{-2} dislocations. Mais dès que la densité de dislocations atteint 10^5 à 10^6 cm^{-2} , il n'est plus possible de résoudre les différents contrastes. La réflexion devient homogène et plus intense.

Les cristaux de tellure utilisés dans cette étude ont été obtenus par la méthode de Czochralski et contiennent une densité de dislocations de croissance de l'ordre de 10^5 cm^{-2} . Après déformation plastique, cette densité peut atteindre 10^8 cm^{-2} . Il est donc vain de vouloir observer les dislocations individuelles ainsi que de réaliser une étude corrélatrice avec les figures d'attaque.

Seuls sont accessibles à l'observation, les arrangements hétérogènes de dislocations ainsi que leurs effets de désorientation.

Dans cette étude, on n'a pu observer le contraste de déplacement car les rotations observées de l'ordre de quelques minutes conduisent à des déplacements sur la plaque photographique inférieurs à la résolution géométrique de l'appareil.

L'observation du contraste de rotation a été limitée à $1,6'$ d'arc, divergence minimum du faisceau incident. En dessous de cette valeur, ce type de contraste n'est pas observable.

III – EVOLUTION DE LA SOUS-STRUCTURE DES DISLOCATIONS LORS DE LA DEFORMATION PLASTIQUE DU TELLURE

III – 1 – DEFORMATION PLASTIQUE

III – 1 – 1) Généralités

On décrit généralement la structure du tellure par un empilement de chaînes hélicoïdales d'atomes liés par des liaisons covalentes. Les atomes de chaînes voisines sont liés par des forces de type VAN-DER-WAALS [18] (voir annexe 1).

Il est possible dans une telle structure de créer et faire glisser des dislocations dans les plans prismatiques sans couper de liaison covalente.

On constate effectivement que le tellure se déforme plastiquement par glissement des dislocations \vec{a} ou \vec{c} dans les plans prismatiques de première espèce [19] [20].

Il est maintenant bien établi qu'à basse température, le glissement de ces dislocations est fortement contrôlé par des forces de PEIERLS [21] [22].

Pour le glissement \vec{a} , qui suit la loi de Schmid, ces interactions avec le réseau proviennent probablement d'un effet de cœur. Les dislocations \vec{a} vis tordent les chaînes et correspondent à plus d'énergie que les dislocations coin. Les forces de PEIERLS dans ce cas favorisent l'orientation \vec{a} coin.

Pour le glissement \vec{c} qui ne suit pas la loi de Schmid, l'interaction principale provient d'un effet de dissociation des parties vis sur plusieurs plans prismatiques $\{10\bar{1}0\}$ à la fois.

Les \vec{c} coin ne pouvant se dissocier de façon sessile ont donc une plus grande mobilité. Leur multiplication et leur glissement pendant la déformation microplastique laisse donc dans le cristal un excès de parties vis : C'est le glissement des vis qui détermine la déformation macroscopique. L'activation thermique de la recombinaison des dislocations vis contrôle la limite élastique macroscopique.

Ces frottements de réseau entraînent pour le glissement \vec{a} comme pour le \vec{c} , une déformation activée thermiquement.

Les courbes de déformation présentent à basse température l'aspect caractéristique de cette activation thermique. Le grand stade parabolique ne permet aucune définition précise de la limite élastique.

Afin de contribuer à l'étude de ces forces de PEIERLS, l'étude de la sous-structure a été effectuée sur des échantillons déformés, à la température de l'azote liquide.

III - 1 - 2) Conditions expérimentales de la déformation

Les orientations étudiées sont définies sur le triangle standard représenté figure 11 [20] .

La zone \vec{a} correspond au glissement des dislocations \vec{a} pour lequel nous n'avons étudié que la seule orientation I .

Pour le glissement \vec{c} , correspondant à la zone \vec{c} , nous avons d'abord étudié l'orientation II pour laquelle les facteurs de Schmid du plan de glissement et du plan de dissociation sont égaux. Ceci rend possible à priori un glissement double.

Nous avons aussi étudié le cas de l'orientation III pour laquelle les facteurs de Schmid des trois plans prismatiques présentent la plus grande dissymétrie.

Les courbes « contrainte - déformation » et « volume d'activation - déformation » sont tracées sur les figures 12, 13 et 14. Sur ces courbes sont représentés les différents taux de déformation de chacune des éprouvettes observées.

III - 2 - RESULTATS EXPERIMENTAUX

III - 2 - 1) Le glissement « \vec{z} » (orientation 1, figure 15)

Les topographies font apparaître, outre les plans de glissement, une polygonisation grossière de plus en plus nette lorsque la déformation augmente.

Sur la face A de l'échantillon le plus déformé, on observe (figure 16) un ensemble de lignes dans la direction \vec{c} . L'étude des rotations à faible divergence décèle un axe de rotation autour de l'axe \vec{c} (figures 17a, b, c). Les lignes de contraste étant parallèles à l'axe $\vec{\Omega}_3$, ces rotations de quelques minutes sont donc des flexions.

Sur la face B, seules les traces du plan de glissement apparaissent par contraste d'extinction (figure 17b).

Ces topographies sont cohérentes avec la présence de sous-joints de flexion parallèles au plan de glissement.

A déformation plus faible (échantillon 2), le même type de sous-joints apparaît déjà (figure 18). Par contre la sous-structure de l'échantillon 1 (figure 19), le moins déformé, ne diffère guère de celle d'un échantillon non déformé.

L'évolution de la sous-structure vers la formation de sous-joints de flexion est parallèle à celle des volumes d'activation (figure 12).

III - 2 - 2) Le glissement \vec{c}

Les topographies de l'échantillon de type II (figure 20), le plus déformé, font apparaître (figure 21 et 22) :

- Les traces d'un seul plan de glissement par contraste d'extinction : lignes fines et régulières.
- Des lignes plus épaisses et moins rectilignes suivant les traces du plan de base.

Elles indiquent la présence de sous-joints grossiers de polygonisation.

L'étude des rotations montre clairement la présence de flexions de 2' environ autour de $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ (figure 23 et 24).

Seul le glissement simple est observé. Ceci semble indiquer dans notre cas, des conditions d'instabilité du glissement duplex.

Remarquons que, bien que les plans de glissement soient dans les deux cas les plans prismatique $\{10\bar{1}0\}$, le glissement \vec{a} se distingue facilement du glissement \vec{c} : pour le glissement \vec{c} , on observe deux familles de lignes sécantes ; pour le glissement \vec{a} , une seule famille est obtenue.

A plus faible déformation, on trouve comme précédemment que la sous-structure de polygonisation apparaît déjà dans l'échantillon 2 et plus du tout dans l'échantillon 1 (figures 25 et 26).

De nouveau cette évolution est parallèle à celle du volume d'activation (figure 13).

Les topographies des échantillons de type III conduisent à des observations analogues à celles du glissement \vec{c} de type II. La même sous-structure de polygonisation apparaît mais cette fois à une déformation nettement plus grande (figures 27 et 28). Par exemple, on n'observe pas encore de sous-joints sur l'échantillon n°2 où seules les lignes de glissement sont visibles (figure 29).

III - 3 - DISCUSSION

III - 3 - 1) Nature des parois observées

Une sous-structure de polygonisation se développe pour éliminer les contraintes à longue distance donc évolue vers des sous-joints de désorientation pure. Dans la polygonisation obtenue par glissement, les sous-joints sont évidemment plus grossiers que les sous-joints de recuit puisque dans le premier cas, les dislocations ne peuvent monter. Néanmoins, les deux structures mettent en jeu qualitativement les mêmes familles de dislocations mais disposées plus ou moins régulièrement. Le tableau résumant tous les sous-joints possibles sans contrainte à grande distance a été établi à partir de la formule de Frank [23], [24] et des hypothèses suivantes :

- Les plans de glissement sont les plans $\{10\bar{1}0\}$
- Les vecteurs de Burgers sont \vec{c} , \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3

Les parois de sous-joints sont repérées par leur normale $\vec{\nu}$ et leur axe de rotation $\vec{\Omega}$.

La construction du tableau suivant est explicitée en annexe 3.

1) Cas du glissement \vec{a}

Les sous-joints de polygonisation observés sont contenus dans les plans prismatiques :

$$\vec{\nu} = \frac{\vec{a}_1 \wedge \vec{c}}{|\vec{a}_1 \wedge \vec{c}|} \quad (8)$$

L'axe de flexion est parallèle à \vec{c}

$$\vec{\Omega} = \frac{\vec{c}}{|\vec{c}|} \quad (9)$$

type	\vec{b}	\vec{a}	Familles de dislocations nécessaires	densité	deformation
1 vecteur de Burgers	\vec{a}	\vec{c}	1 famille de \vec{b} coin	$\rho = \theta \cdot a^{-1}$	flexion
1 vecteur de Burgers	\vec{c}	\vec{a}	1 famille de \vec{c} coin dans le plan [1010]	$\rho = \theta \cdot c^{-1}$	flexion
1 vecteur de Burgers	\vec{c}	quelconque dans (0001)	2 familles de \vec{c} coin lignes \vec{a}_1 et \vec{a}_2	$\rho_{c_1} = \frac{2\theta}{\sqrt{3}c} \sin(\vec{e}_2, \vec{\Omega})$ $\rho_{c_2} = \frac{2\theta}{\sqrt{3}c} \sin(\vec{e}_1, \vec{\Omega})$	flexion
2 vecteurs de Burgers lignes parallèles	dans [1010] ni \vec{a}_1 ni \vec{c}	à l'intersection du plan de joint et de (1010)	2 familles de vecteur de Burgers \vec{a} et \vec{c} ayant le même plan de glissement	$\rho_c = \frac{\theta}{c^2} (\vec{b} \cdot \vec{c})$ $\rho_a = \frac{\theta}{a} (\vec{b} \cdot \vec{a})$ $\rho_T = \rho_c + \rho_a$	flexion
2 vecteurs de Burgers lignes parallèles	dans (0001) ni \vec{a}_1 ni \vec{a}_2	\vec{c}	2 familles de vecteur de Burgers \vec{a}_1 et \vec{a}_2 coin	$\rho_{a_1} = \frac{2\theta}{a\sqrt{3}} (\vec{b} \cdot \vec{a}_2)$ $\rho_{a_2} = \frac{2\theta}{a\sqrt{3}} (\vec{b} \cdot \vec{a}_1)$	flexion
2 vecteurs de Burgers lignes non parallèles	\vec{a}'_1	\vec{a}'_1	2 familles de vis \vec{a} et \vec{c}	$\rho_c = \theta \cdot c^{-1}$ $\rho_a = \theta \cdot a^{-1}$	torsion

N. \vec{a}'_1 et \vec{a}'_2 sont des vecteurs contenus dans le plan de base respectivement perpendiculaires à \vec{a}_2 et \vec{a}_1



Un tel sous-joint est trouvé avec le cas n° 5.

Il est donc composé de deux familles de dislocations \vec{a} :

– Un empilement de dislocations de vecteur de Burgers \vec{a}_1 et dont le plan de glissement est le plan du sous-joint . La densité de cette famille est :

$$\rho_1 = \frac{\theta}{a\sqrt{3}} \quad (10)$$

– Une autre famille de \vec{a} coin de vecteur de Burgers \vec{a}_2 avec une densité $\rho_2 = 2 \rho_1$.

Ceci montre qu'un empilement de dislocations coins de vecteurs de Burgers \vec{a}_1 peut être relâché par attraction, dans son plan, de deux fois plus de dislocations \vec{a}_2 également coin. Dès que les dislocations de vecteurs \vec{a}_1 sont rassemblées dans leur plan de glissement, elles attirent des dislocations \vec{a}_2 qui glissent pour former le sous-joint observé. La contrainte appliquée n'est d'ailleurs pas nulle dans le plan de glissement des dislocations \vec{a}_2 et favorise également leur glissement.

2) Cas du glissement \vec{c}

La normale des sous-joints observés est l'axe \vec{c} . Le vecteur $\vec{\Omega}$ se trouve dans le plan de base. L'imprécision sur la détermination de l'axe de rotation permet de le situer à l'intersection du plan de glissement avec le plan de base. C'est le type de sous-joint du cas 3 (ou 3bis si $\vec{\Omega}$ n'est pas \vec{a}), qui met en jeu une (ou deux) famille de dislocations \vec{c} coin de densité $\rho = \theta c^{-1}$.

III – 3 – 2) Essai de corrélation des résultats par des méthodes de figures d'attaque.

Nous avons effectué des attaques sur les éprouvettes de type « \vec{c} » II avec les deux solutions suivantes :

$$1) \text{ à chaud } \left\{ \begin{array}{ll} \text{H}_3 \text{ PO}_4 & 250\text{g} \\ \text{Cr O}_3 & 5\text{g} \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} T \sim 150^\circ \text{ C} \\ t \sim 10 \text{ s} \end{array} \quad (17)$$

2)	à froid	}	HF	40 %	3 parts	T ~ 10° c	
			HNO ₃		5 parts		t ~ 25 s
			H ₂ O		6 parts		

Cette dernière solution est dérivée de la formule C P₄ [25] qui dépoli trop rapidement les surfaces pour le tellure.

Les attaques révèlent uniquement les lignes de glissement (figure 30) et un grand nombre de dislocations réparties uniformément ($\rho > 10^7 \text{ cm}^{-2}$). Les parois de dislocations ne sont pas visibles : la technique de figures d'attaque ne permet pas de révéler cette polygonisation. En effet, même pour une faible déformation, la densité de puits est telle que ceux-ci se chevauchent.

III - 3 - 3) Microscopie électronique

On a observé les configurations de dislocations après déformation pour les glissements \vec{a} et \vec{c} . Pour le glissement \vec{a} , déformé de quelques pourcents à 77° K, on n'a pas observé de sous-joints mixtes \vec{a}_1 , \vec{a}_2 . Toutefois, sur des échantillons déformés de 15 % à l'ambiante, ces sous-joints sont systématiquement trouvés (figure 31). Il est possible que dans les conditions moins favorables de faible déformation et à basse température, de tels sous-joints soient moins fréquents et que nous ne les ayons pas trouvés. On doit remarquer que même sur les topographies de Berg - Barrett, (figure 17 a) prises après faible déformation, ces sous-joints de désorientation n'apparaissent qu'en des endroits localisés le long de certaines bandes de glissement.

Ceci montre bien que les deux échelles d'observation : Berg - Barrett, microscopie électronique, peuvent être nécessaires pour étudier l'évolution de la structure de déformation.

Pour le glissement \vec{c} , la microscopie électronique révèle des murs de dislocations \vec{c} coin situés dans les plans de base (figure 32) en accord avec les topographies de

Berg - Barrett. On a évalué à 10^8 cm^{-2} la densité de dislocations dans les parois, dont la moitié environ est constituée de dipôles reconnaissables à leurs contrastes symétriques. Néanmoins, on trouve à peu près autant de dislocations $+\vec{c}$ que $-\vec{c}$ dans le mur. On remarquera qu'un excès de 10 % de l'un des types suffit pour produire une désorientation du réseau de l'ordre de la minute, observée sur les topographies de Berg - Barrett.

La microscopie électronique montre donc le caractère très grossier des « sous-joints » observés aux rayons X. Il s'agit en fait d'amas de dislocations, en feuillets de quelques microns d'épaisseur, dont les excès d'un des types provoquent les faibles désorientations observées. Une telle configuration se décèle évidemment très mal par figures d'attaque.

III - 3 - 4) Remarques

1) Lors du glissement \vec{c} , les dislocations \vec{c} vis, en grand nombre, s'accumulent dans leur plan de glissement. Elles développent des contraintes à grande distance qui ne peuvent être écrantées que par des dislocations \vec{a} vis, formant alors un sous-joint de torsion. Ces sous-joints ne sont jamais observés parce qu'il n'y a que peu de dislocations \vec{a} vis dans le cristal ; les forces de Peierls favorisent en effet l'orientation \vec{a} coin.

Lors du glissement \vec{a} , les dislocations \vec{a} coin s'accumulent aussi en grand nombre dans leur plan de glissement, mais les contraintes à longue distance, créées par ces empilements, peuvent être écrantées par des dislocations \vec{a}_2 secondaires disponibles et en nombre suffisant dans leur immédiat voisinage. Les empilements de dislocations primaires sont sans doute à l'origine des sous-joints mixtes observés.

2) L'apparition de parois de flexion à faible déformation ne nécessite pas une densité moyenne de dislocations élevées. Les topographies indiquent des parois espacées de 15 à 25 μm de désorientation $\theta \sim 10^{-3}$ rd. c'est-à-dire contenant une densité minimum de dislocations de l'ordre de $\theta b^{-1} \sim 10^4 \text{ cm}^{-1}$. Ceci correspond à une densité totale d'au moins 10^7 cm^{-2} . De plus l'apparition de ces parois précède un stade de durcissement linéaire. De même WILKENS a observé une polygonisation semblable au début du stade II dans le cuivre.

— CONCLUSION —

-.-.-.-.-

La technique de Berg - Barrett, méthode rapide d'identification des systèmes de glissement, permet de mettre en évidence la polygonisation grossière qui apparaît dans les cristaux de tellure, dès que la limite élastique est dépassée.

Bien que les trois types d'échantillons étudiés aient tous subi des déformations maximum pratiquement identiques (1,6 à 2 %), les sous-structures de polygonisation observées sont pourtant assez différentes. Pour le glissement \vec{c} par exemple, on observe pour l'orientation II des murs déjà bien constitués qui créent des désorientations nettement visibles à 2 %. Par contre, pour l'orientation III, au même stade de déformation maximum, ces murs commencent seulement à apparaître. Ceci montre que la seule donnée de la déformation ϵ , n'entraîne pas des structures de dislocations comparables et que la définition d'une limite élastique proportionnelle, obtenue pour une valeur convenue de la déformation est dépourvue de sens physique.

Par contre, la polygonisation observée n'apparaît jamais avant que le volume d'activation n'atteigne sa valeur minimum et constante. Il est donc plus justifié de placer la limite élastique lorsque le volume d'activation atteint son palier.

Cette définition est fondamentale pour l'étude des variations de la limite élastique avec la température, la pureté ou l'orientation des échantillons.

Il apparaît que cette polygonisation très précoce dépend fortement du type de glissement excité et même de l'orientation produisant divers types de parois de dislocations coin plus ou moins diffuses dans les cristaux.

L'origine de ces parois de polygonisation n'est pas encore très claire mais correspond sans doute au groupement de dislocations coin en feuillets plus ou moins plans, de quelques microns d'épaisseur. Ce groupement écran au mieux les contraintes développées à grande distance donc produit essentiellement une désorientation de flexion.

Cette technique d'observation, associée à la déformation plastique, donne plus ou moins quantitativement la maîtrise du contenu de dislocations des échantillons.

ANNEXE 1 - CRISTALLOGRAPHIE DU TELLURE [26]

Le tellure appartient à la colonne VI b du tableau périodique. Il cristallise dans le système rhomboédrique. Son groupe spatial est $P 3_1 21$ ou $P 3_2 21$ dans la notation internationale. L'axe vis d'ordre 3 peut être droit ou gauche. En fait les deux variétés dextrotellure et levotellure existent. Elles se déduisent l'une de l'autre par symétrie par rapport à un plan prismatique ou basal.

On décrit généralement cette structure comme un arrangement de chaînes hélicoïdales à trois atomes. Le long d'une chaîne, les atomes sont reliés par des liaisons covalentes fortes et orientées. Les liaisons entre atomes de chaînes voisines sont beaucoup plus faibles (environ 4 fois plus faibles)'

La figure A. 1 représente une coupe selon un plan perpendiculaire à l'axe d'ordre 3. On voit que les atomes sont répartis selon des hexagones réguliers.

La figure A. 2 représente une vue en perspective qui matérialise bien l'arrangement des chaînes.

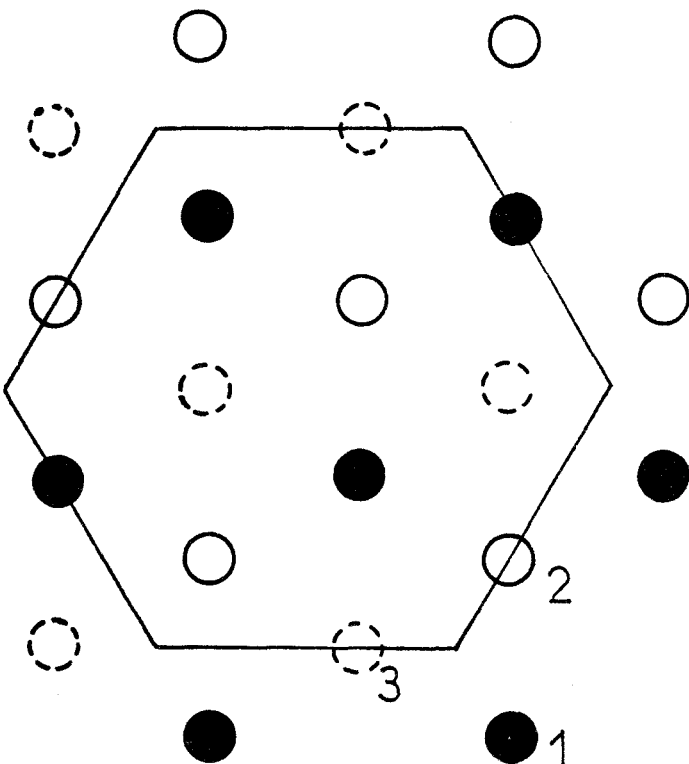


figure A1

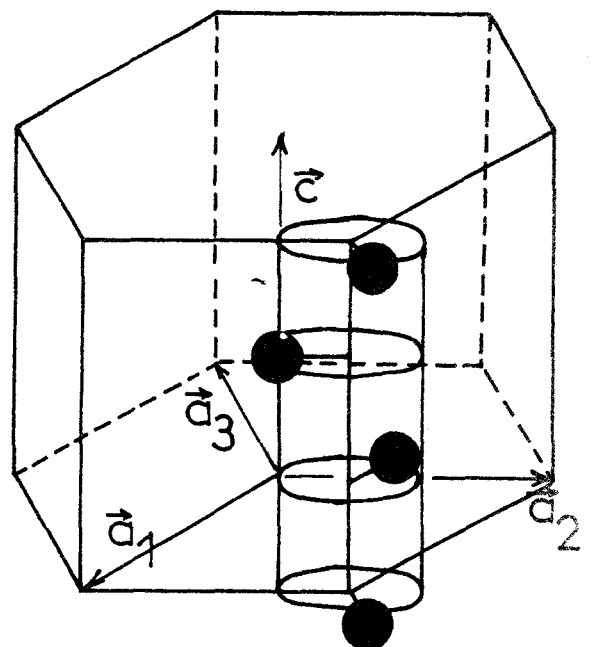


figure A 2

Pour des raisons de commodité on a fait un usage constant de la notation à 4 indices de Miller Bravais avec les vecteurs de base représentés sur la figure A. 2 .

Les paramètres du réseau mesurés à 20° C [27] sont :

$$a = 4,4559 \text{ \AA}$$

$$c = 5,9269 \text{ \AA}$$

Les paramètres de structure sont :

$$\rho = 1,19 \text{ \AA}$$

de sorte que $\theta = 102,6^\circ$.

Le calcul des facteurs de structure géométriques donne pour la variété tellure droit [28] .

$$|S_{hkl}|^2 = 3 + 2 \cos 2\pi \left(-hu + ku + \frac{l}{3} \right) \cos 2\pi \left(hu + 2ku - \frac{l}{3} \right) \\ + \cos 2\pi \left(2hu + ku + \frac{l}{3} \right)$$

avec $u = \frac{\rho}{a} = 0,267$.

Pour le calcul du facteur de structure, nous avons utilisé les facteurs de diffusion atomiques calculés dans [29] .

ANNEXE 2 – CONSTRUCTION, SUR LA PROJECTION STEREOGRAPHIQUE DU LIEU
DES POINTS D'INCIDENCE PRODUISANT UNE REFLEXION (hkl)

L'ensemble des directions incidentes produisant une réflexion sur un plan de pôle P est un cône ayant pour axe la normale au plan et pour demi-angle au sommet $\pi/2 - \theta_{hkl}$.

L'intersection de ce cône avec la sphère de projection est un cercle qui se projette suivant un autre cercle (C) sur le plan de projection.

Le centre du cercle (C) se détermine aisément comme le montre la figure A. 4.

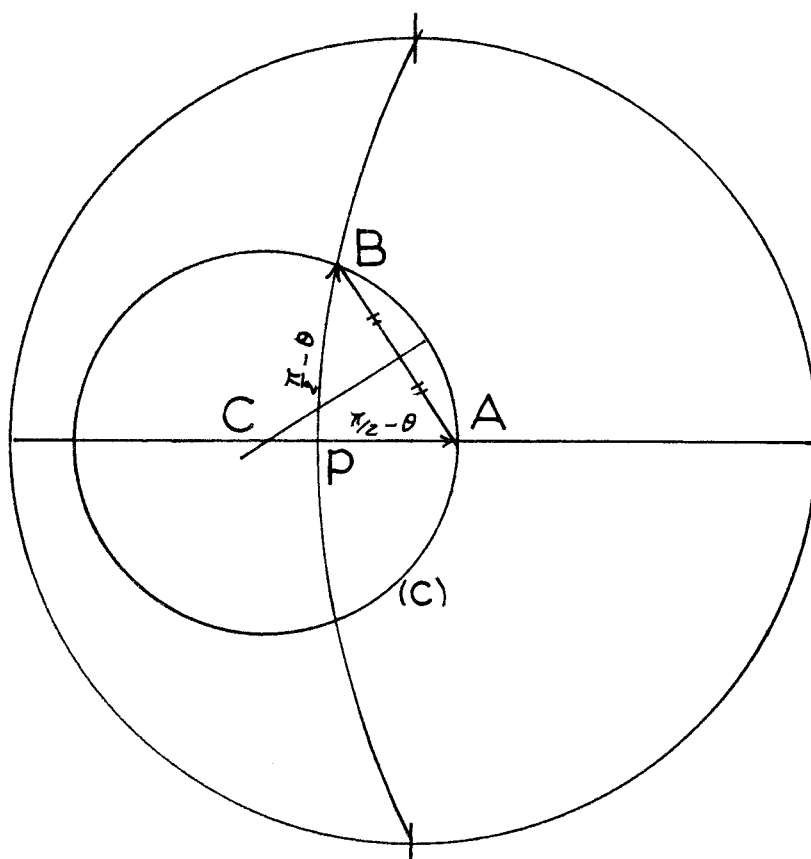


figure A 3

On tourne d'abord la projection jusqu'à ce que le pôle de $(hk\ell)$ se trouve sur l'équateur de l'abaque de Wulff. Le centre du cercle cherché est évidemment sur l'équateur. Le cercle passe par les points particuliers :

- A : à $90^\circ - \theta_{hk\ell}$ de ce pôle, le long de l'équateur
- B : à $90^\circ - \theta_{hk\ell}$ du pôle, le long du grand cercle passant par ce pôle.

Le centre du cercle est à l'intersection de l'équateur et de la médiatrice de AB.

ANNEXE 3 - FORMULE DE FRANK - APPLICATION AU TELLURE

I - DEMONSTRATION DE LA FORMULE DE FRANK

La figure A. 4 montre deux grains I et II, d'un même cristal, désorientés par une rotation θ autour de l'axe $\vec{\Omega}$. Le vecteur \vec{r} est situé dans le plan de joint où se trouvent les dislocations. Les rotations $+\frac{\theta}{2}$ et $-\frac{\theta}{2}$ autour de $\vec{\Omega}$ transforment respectivement \vec{r} en \vec{r}_1 (situé dans I) et \vec{r}_2 (situé dans II)

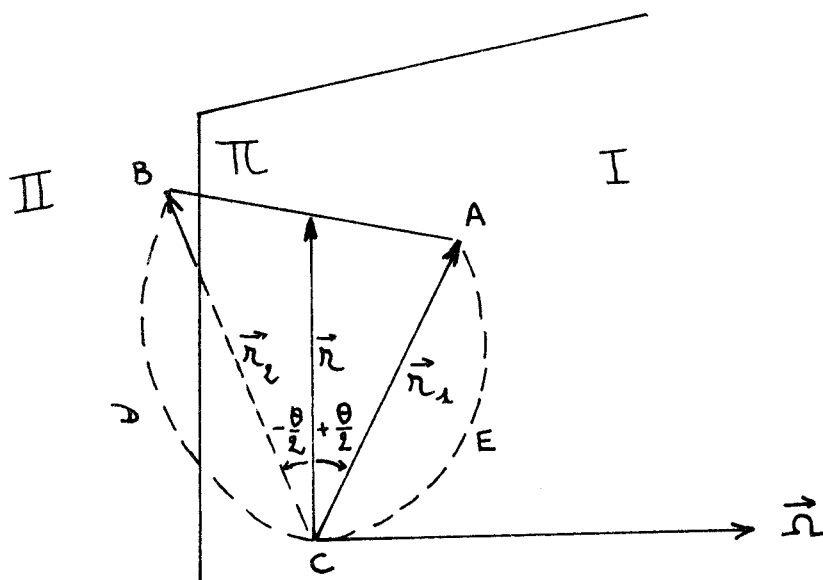


figure A4

Dans un cristal parfait, un circuit tel que AEDCB serait fermé mais ici, la désorientation des deux grains provoque un défaut de fermeture $\vec{AB} = \vec{B}$

\vec{B} est égal à la somme des vecteurs de Burgers des dislocations entourées par ce circuit de Burgers.

De la géométrie de la figure, il est clair que \vec{B} est perpendiculaire à \vec{r} et $\vec{\Omega}$ donc colinéaire à $\vec{r} \wedge \vec{\Omega}$, et a son module égal à $2 |\vec{r}| \sin \frac{\theta}{2}$ ($\sim |\vec{r}| \theta$ pour θ petit). D'où la formule de Frank :

$$\vec{B} = (\vec{r} \wedge \vec{\Omega}) 2 \sin \frac{\theta}{2} \simeq (\vec{r} \wedge \vec{\Omega}) \theta \quad (\text{A. 1})$$

Cette formule exprime la stabilité des sous-joints ne possédant aucune contrainte à longue distance.

On constate immédiatement que :

- la densité d'une famille de dislocations donnée, constituant un sous-joint est directement proportionnelle à θ .
- Les dislocations d'une famille sont rectilignes, équidistantes et parallèles.

II - SOUS-JOINTS CONSTITUES DE 1 OU 2 FAMILLES DE DISLOCATIONS

Il est possible d'établir, à l'aide de cette formule les différents types de sous-joints pouvant être bâtis avec 1 ou 2 familles de dislocations. Le résultat essentiel est que la variété de sous-joints possibles est limitée.

Pour bâtir un sous-joint quelconque ($\vec{\Omega}$, \vec{v} quelconque) il faut au moins utiliser trois familles de dislocations.

1) Sous-joints constitués d'une seule famille de dislocations (vecteurs de Burgers \vec{b})

Dans ce cas, \vec{B} est parallèle à \vec{b} , quel que soit le vecteur \vec{r} choisi. Ceci implique que \vec{B} est normal au joint.

Les dislocations constituant le sous-joint sont donc nécessairement coin et le sous joint conduit à une flexion pure autour de $\vec{\Omega}$.

La formule de Frank donne la densité de la famille :

$$\rho = \frac{\theta}{b} \quad (3)$$

c'est le cas du sous-joint stable, classique .

2) *Sous-joints constitués de deux familles de dislocations de vecteur de Burgers \vec{b}_1 et \vec{b}_2*

Il faut distinguer le cas où les dislocations de deux familles sont parallèles du cas général où les dislocations sont secantes .

a) Dislocations parallèles

Le défaut de fermeture \vec{B} est cette fois :

$$\vec{B} = n_1 \vec{b}_1 + n_2 \vec{b}_2 = \theta (\vec{r} \wedge \vec{\Omega}) \quad (4)$$

Si l'on choisit un vecteur \vec{r}_0 parallèle aux dislocations, le circuit de Burgers ne possède aucun défaut de fermeture donc $\vec{r}_0 \wedge \vec{\Omega} \equiv 0$. Ceci montre que $\vec{\Omega}$ est nécessairement parallèle aux dislocations. Ce type de sous-joint conduit donc toujours à une flexion pure même si les dislocations ont un caractère mixte.

\vec{r} , perpendiculaire à $\vec{\Omega}$ et à \vec{v} peut s'écrire :

$$\vec{r} = |\vec{r}| \frac{(\vec{v} \wedge \vec{\Omega})}{|\vec{v} \wedge \vec{\Omega}|} \quad \text{d'où}$$

$$\rho_1 \vec{b}_1 + \rho_2 \vec{b}_2 = \theta \cdot \frac{(\vec{v} \wedge \vec{\Omega}) \wedge \vec{\Omega}}{|\vec{v} \wedge \vec{\Omega}|}$$

En projetant cette équation vectorielle suivant \vec{b}_1 et \vec{b}_2 , on obtient les densités :

$$\rho_1 = \theta \frac{[\vec{b}_2 \wedge (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)] \cdot \vec{v}}{|\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|^2} \quad (5. a)$$

$$\rho_2 = \theta \frac{[\vec{b}_1 \wedge (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)] \cdot \vec{v}}{|\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|^2} \quad (5. b)$$

Remarque : Lorsque les dislocations des deux familles sont mixtes, la composante vis du vecteur de Burgers est nulle.

Ceci élimine les types de sous-joints constitués de deux familles de dislocations vis ou encore d'une famille de dislocations coin et d'une famille de dislocations vis.

On peut vérifier que de tels sous-joints exerceraient effectivement des contraintes à grande distance.

b) Dislocations sécantes

$\vec{\Omega}$ n'est plus obligatoirement dans le plan de joint. Les sous-joints peuvent créer cette fois une torsion dans le cristal.

La formule de Frank est satisfaite si :

- les dislocations \vec{b}_1 sont parallèles à $\vec{b}_2 \wedge \vec{v}$
- les dislocations \vec{b}_2 sont parallèles à $\vec{b}_1 \wedge \vec{v}$ (6)

et si les densités sont :

$$\rho_1 = \theta \frac{\vec{v} \cdot (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)}{|\vec{b}_1 \wedge \vec{v}| \cdot |\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|} \quad (7. a)$$

$$\rho_2 = \theta \frac{\vec{v} \cdot (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)}{|\vec{b}_2 \wedge \vec{v}| \cdot |\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|} \quad (7. b)$$

Ces expressions impliquent que $\vec{v} \cdot (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)$ soit différent de 0. Dans le cas où \vec{v} est parallèle à $(\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)$, le sous-joint provoque une torsion pure. Les densités sont alors données par :

$$\rho_1 = \frac{\theta}{b_1} \quad (8. a)$$

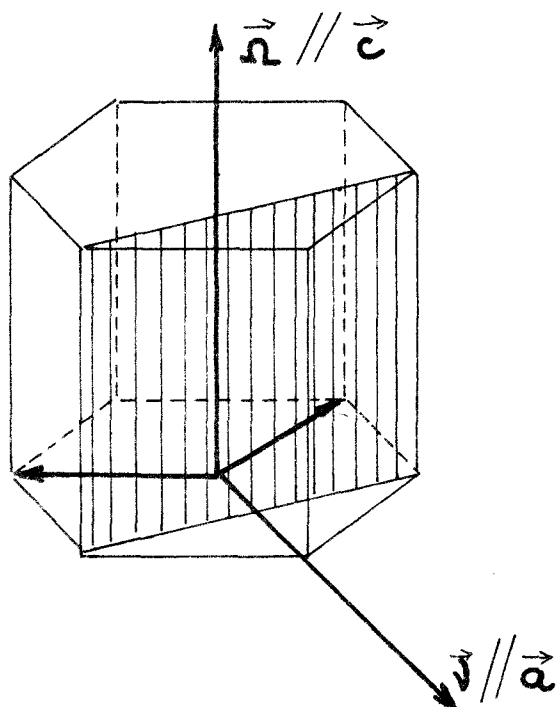
$$\rho_2 = \frac{\theta}{b_2} \quad (8. b)$$

Dans le cas de la torsion pure, les dislocations sont nécessairement orthogonales.

III - APPLICATION AU TELLURE

Nous recherchons les sous-joints obtenus par glissement. Les dislocations pouvant être rencontrées dans les parois observées se réduisent donc aux quatre dislocations de vecteur de Burgers \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 et \vec{c} glissiles dans les plans prismatiques de 1^{ère} espèce $\{10\bar{1}0\}$.

1) Une seule famille de dislocations



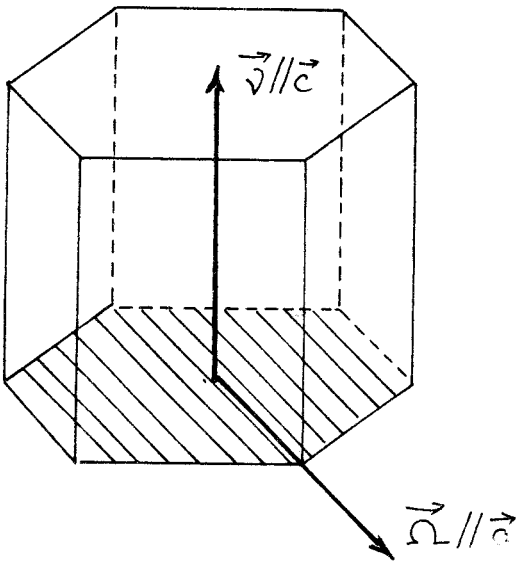
Les sous-joints sont uniquement composés de dislocations coin. On ne peut donc avoir que des parois de \vec{a} coin ou de \vec{c} coin.

— \vec{a} coin

Le vecteur $\vec{\Omega}$ est parallèle à \vec{c} .

La normale \vec{v} est parallèle à \vec{a} .

Le sous-joint se trouve donc dans un plan prismatique de seconde espèce et conduit à une flexion pure.



— \vec{c} coin

Le vecteur $\vec{\Omega}$ est un vecteur \vec{a} .

La normale \vec{v} est parallèle à \vec{c} .

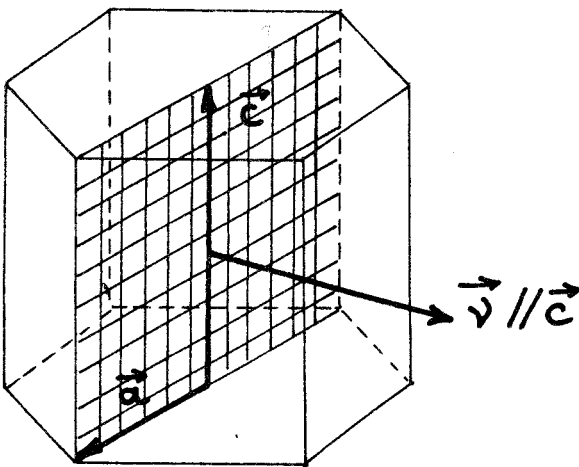
Le sous-joint est donc situé dans le plan de base et conduit à une flexion pure.

2) Deux familles de dislocations :

Les différentes combinaisons possibles sont :

- a) Deux familles de vis secantes
- b) Deux familles de dislocations mixtes
- c) Deux familles de dislocations coin

a) Deux familles de vis secantes



Les dislocations sont nécessairement orthogonales. Le seul cas possible correspond à une famille de \vec{a} vis et une famille de \vec{c} vis.

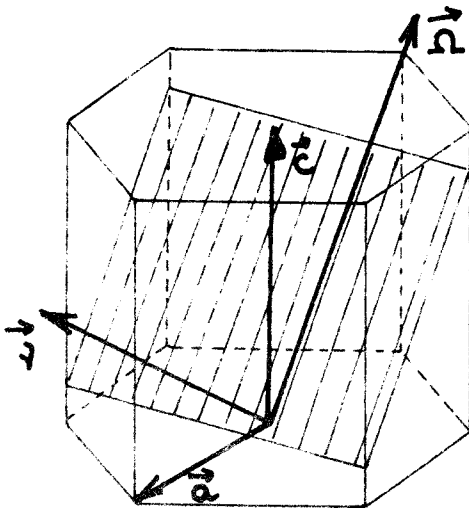
Le plan de joint qui contient les 2 familles de dislocations est un plan prismatique $\{10\bar{1}0\}$. \vec{v} est parallèle à $\vec{a} \wedge \vec{c}$.

L'axe de rotation est parallèle à \vec{v} .

Ce sous-joint conduit à une torsion pure. Les densités sont $\rho_a = \frac{\theta}{a}$, $\rho_c = \frac{\theta}{c}$ (8a et 8b).

b) Deux familles de dislocations mixtes

Pour que le sous-joint soit plan, il faut nécessairement utiliser une famille de \vec{a} et une famille de \vec{c} ayant le même plan de glissement.



Dans ce cas les dislocations des deux familles sont parallèles à l'intersection du plan de joint et du plan de glissement.

Le sous-joint conduit à une flexion pure autour de l'axe $\vec{\Omega}$ parallèle aux dislocations.

La normale au joint se trouve dans le plan défini par \vec{a} et \vec{c} ($\{10\bar{1}0\}$) mais n'est ni \vec{a} ni \vec{c} .

L'application des formules 5 a et 5 b donne :

$$\rho_a = \frac{\theta}{a^2} (\vec{v} \cdot \vec{a})$$

$$\rho_c = \frac{\theta}{c^2} (\vec{v} \cdot \vec{c})$$

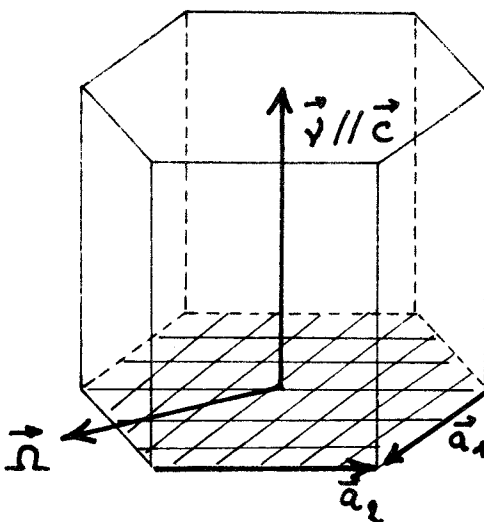
c) Deux familles de dislocations coin

Ceci correspond aux combinaisons \vec{a} coin,

\vec{c} coin ; \vec{c} coin parallèles à \vec{a}_1 , \vec{c} coin parallèles à \vec{a}_2 ; \vec{a}_1 coin, \vec{a}_2 coin.

– Le cas \vec{a} coin, \vec{c} coin, est un cas de dislocations secantes. Il ne peut pas exister car il ne respecte pas les conditions (6)

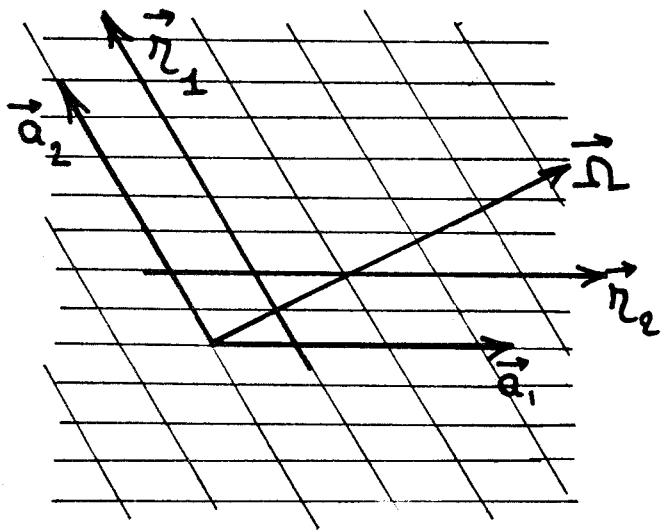
– Cas de deux familles de \vec{c} coin glissiles dans deux plans prismatiques différents.



Les lignes sont secantes et le plan de joint ne peut être que le plan de base.

$$\vec{v} = \vec{c}$$

Le vecteur $\vec{\Omega}$ se trouve dans le plan de base mais n'est ni \vec{a}_1 ni \vec{a}_2 .

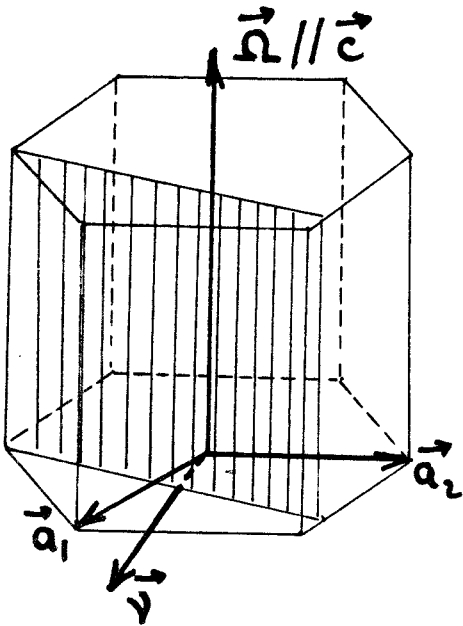


Les densités sont données par

$$\rho_{c_1} = \frac{2 \theta}{\sqrt{3} c} \sin(\widehat{\vec{a}_2, \vec{\Omega}})$$

$$\rho_{c_2} = \frac{2 \theta}{\sqrt{3} c} \sin(\widehat{\vec{a}_1, \vec{\Omega}})$$

- Cas a_1 coin , a_2 coin



Les dislocations sont parallèles.

L'axe de rotation est colinéaire à \vec{c} et la normale \vec{v} se trouve dans le plan de base mais n'est ni \vec{a}_1 ni \vec{a}_2 .

Ceci englobe le cas du sous-joint prismatique de

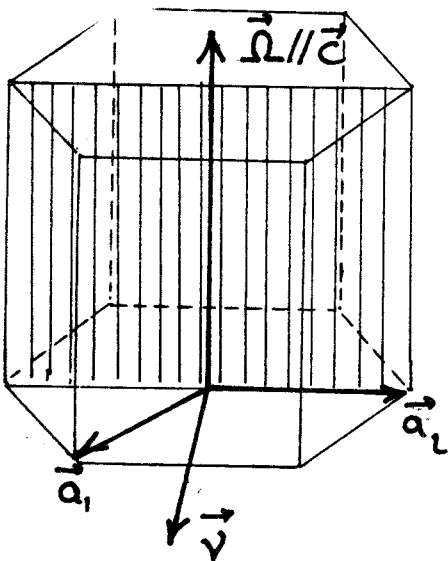
$$\text{normale } \vec{v} = \frac{\vec{a}_1 \wedge \vec{c}}{|\vec{a}_1 \wedge \vec{c}|} = \vec{a}_2$$

que nous observons expérimentalement lors du glissement \vec{a} .

Les densités sont données par les formules 5 a et b :

$$\rho_1 = \frac{2 \theta}{a\sqrt{3}} (\vec{v} \cdot \vec{a}'_2)$$

$$\rho_1 = \frac{2 \theta}{a\sqrt{3}} (\vec{v} \cdot \vec{a}'_1)$$



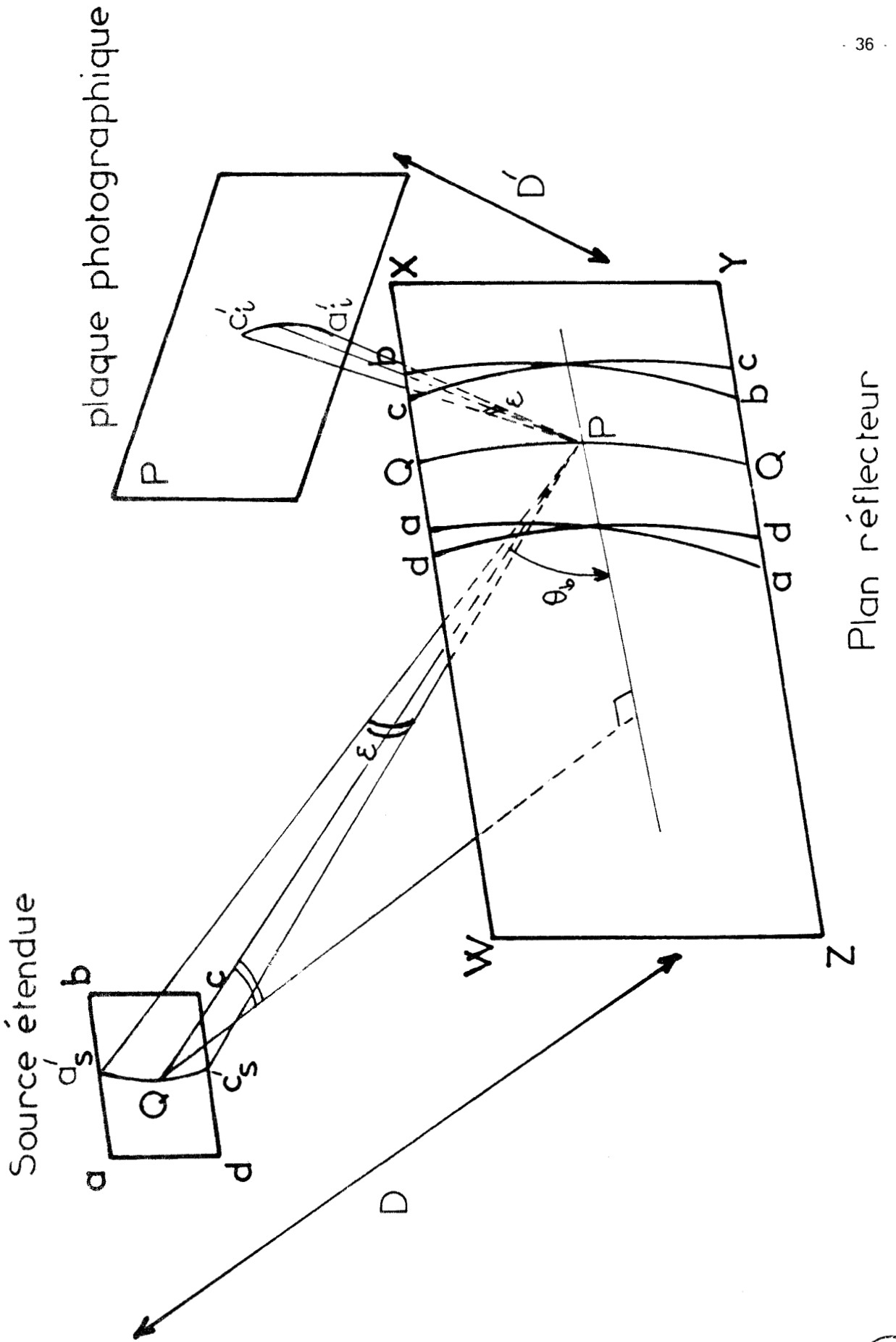


Figure - 1 - Diagramme de réflexion des rayons X provenant d'une source étendue



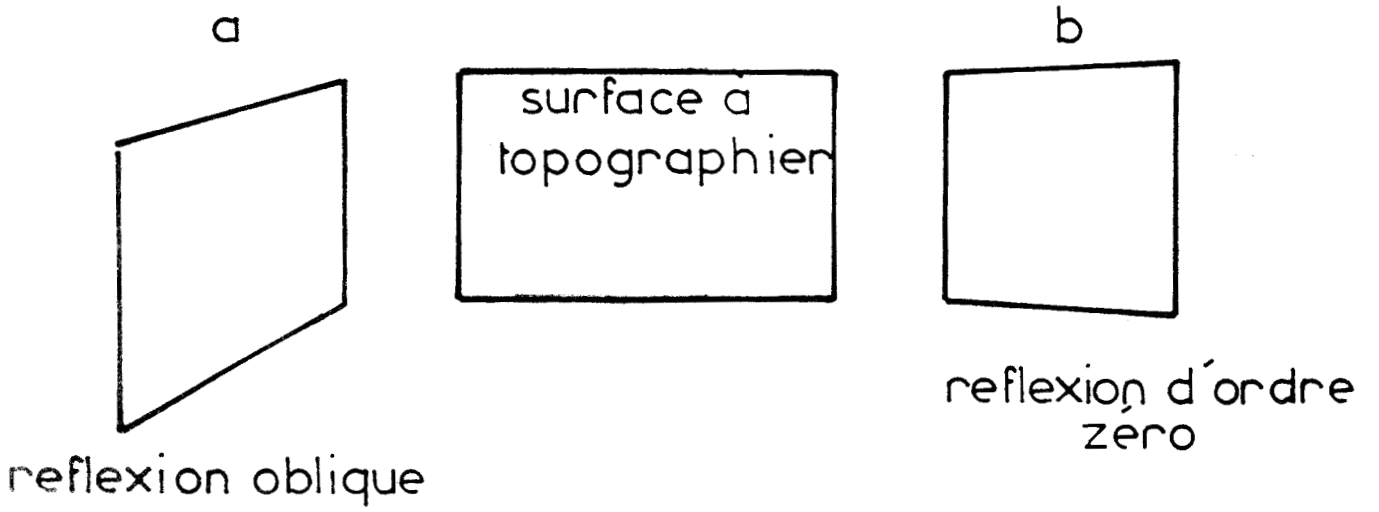


figure 2

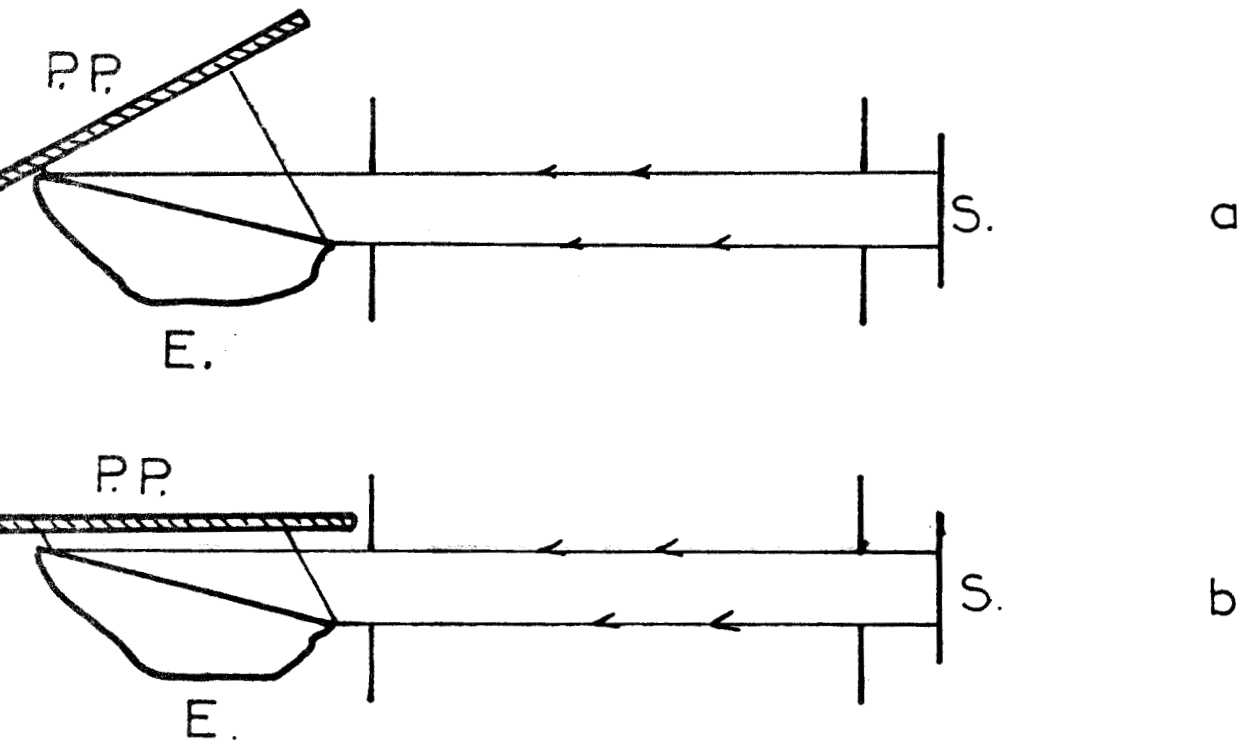


figure 3 a & b



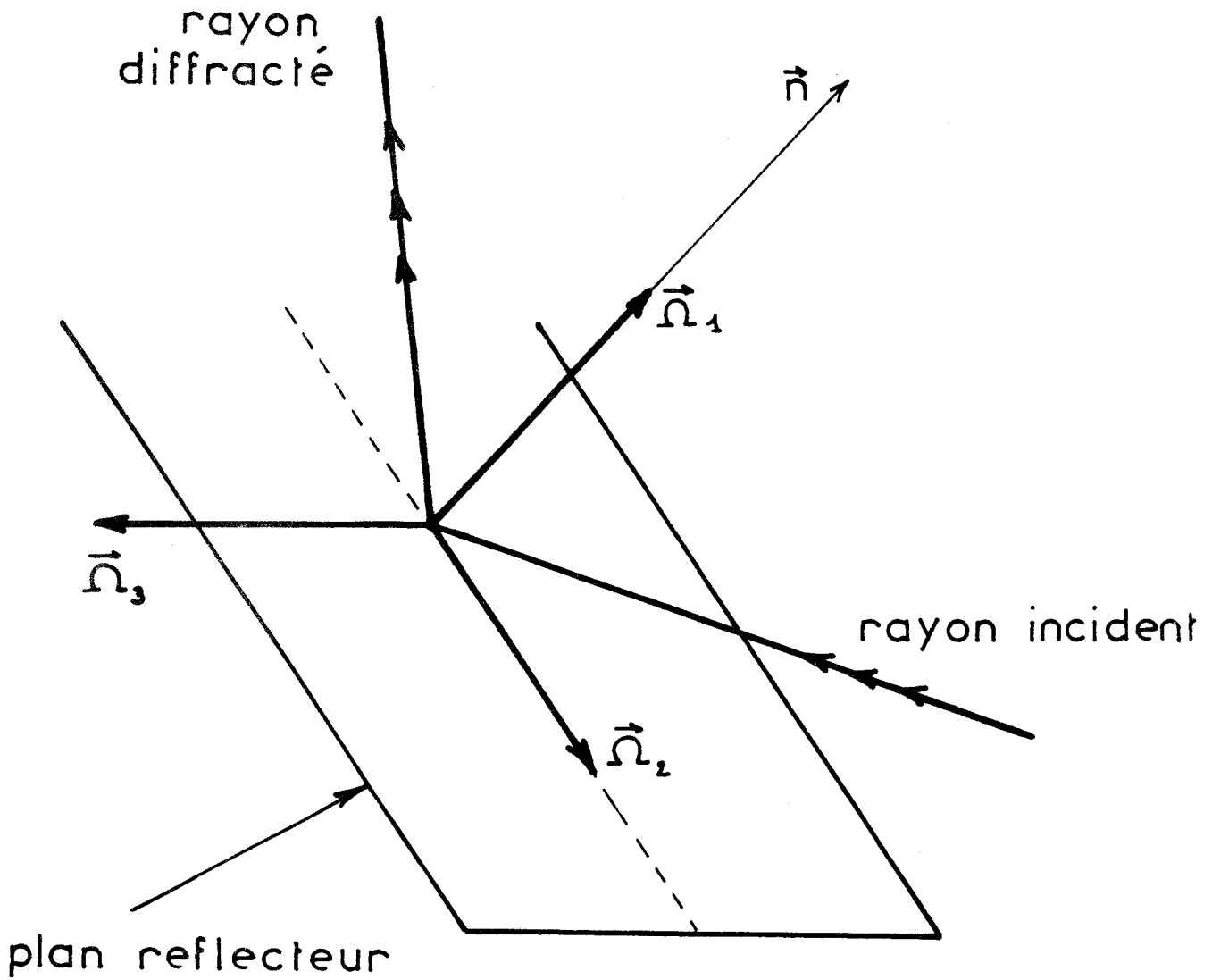


figure 4

Décomposition d'un axe de rotation quelconque suivant trois axes orthogonaux. Ces axes conduisent à différents contrastes d'orientation.



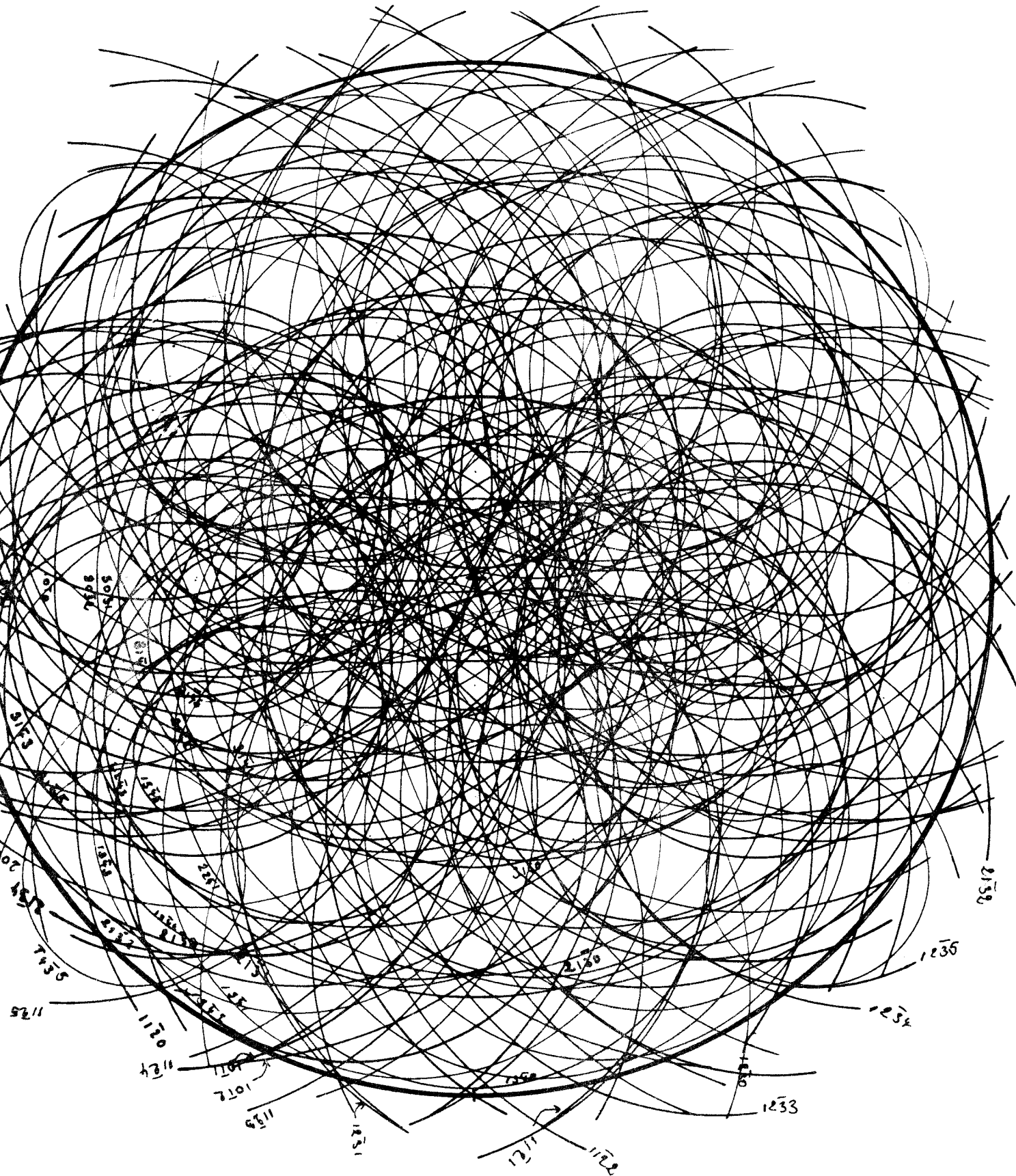


Figure - 5 - Construction non simplifiée, centrée sur le pôle $\langle 1010 \rangle$ du lieu des directions incidentes produisant différentes réflexions pour la radiation $\text{Cu } k_\alpha$



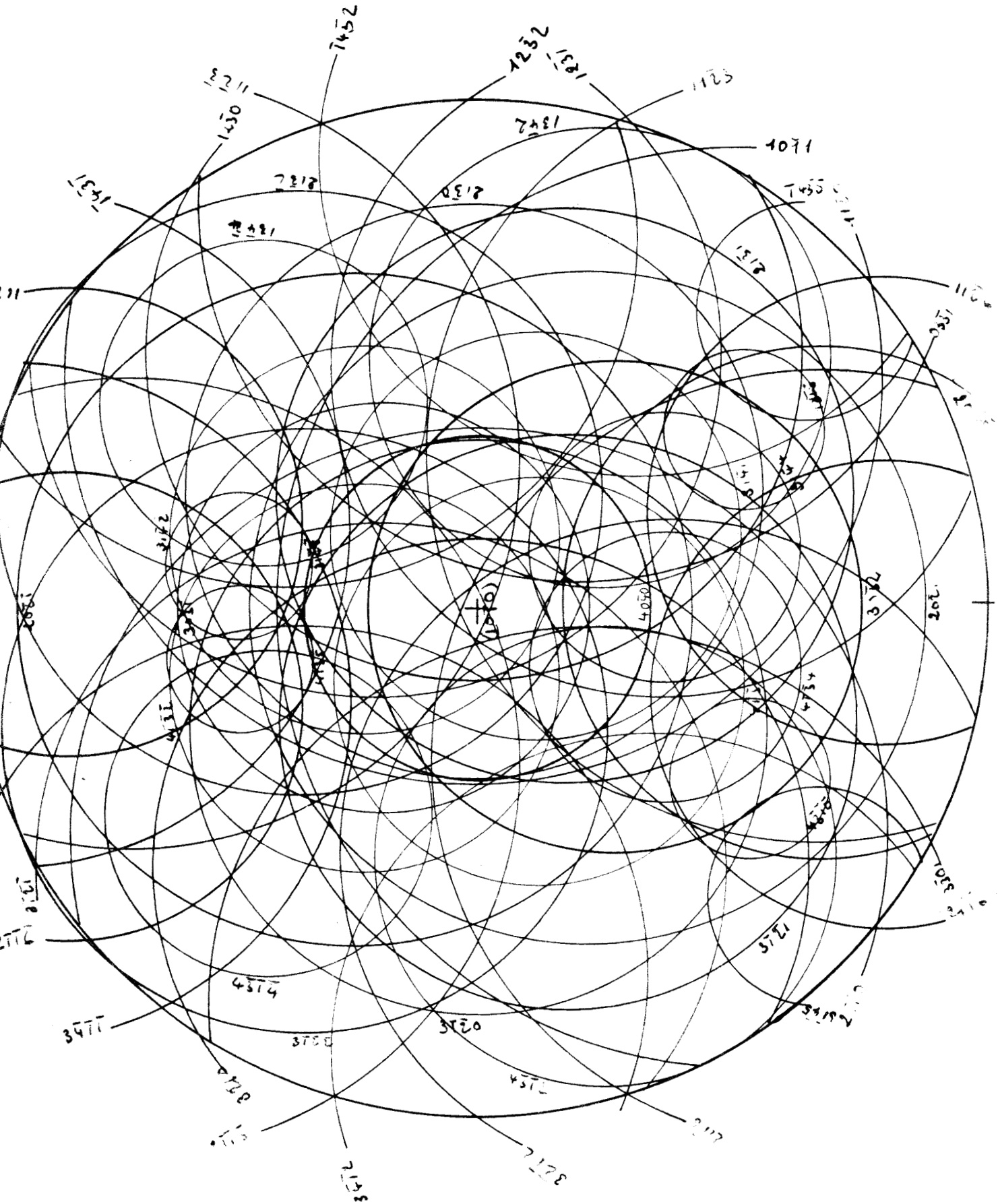


Figure - 6 - Construction simplifiée, centrée sur le pôle $\langle 1010 \rangle$ du lieu des directions incidentes produisant les réflexions les plus intenses pour la radiation $\text{Cu } k_\alpha$



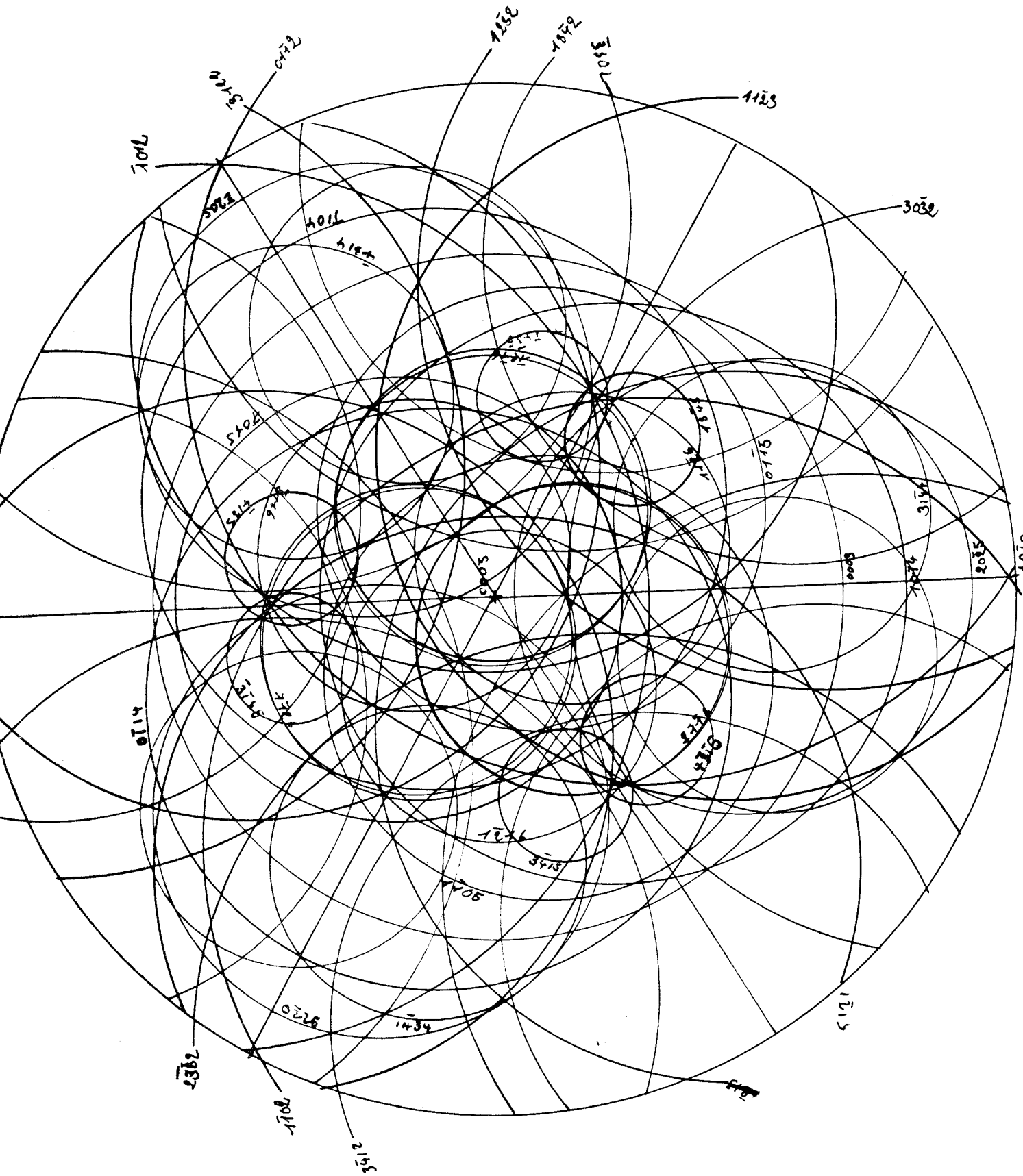
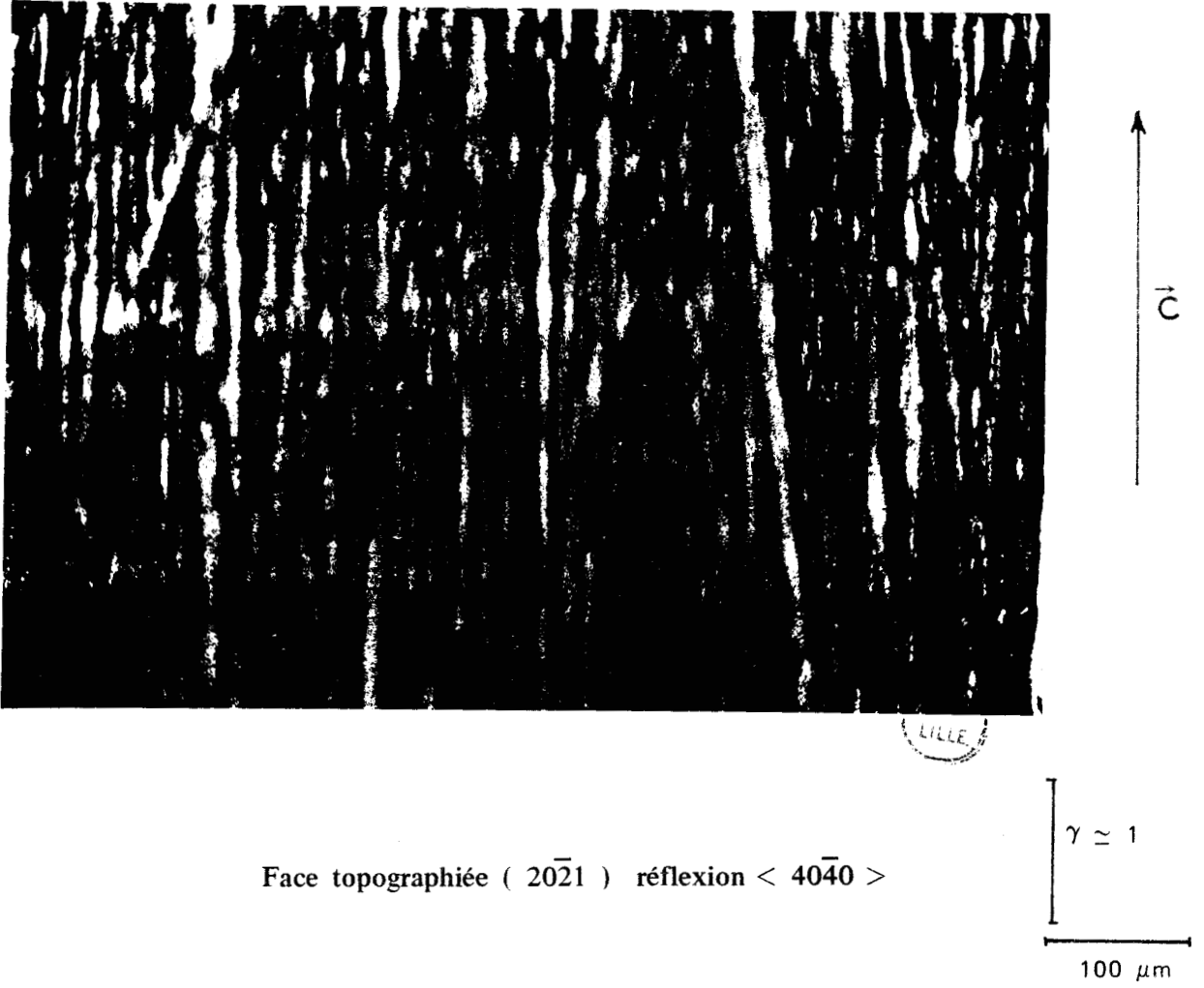


Figure - 7 - Construction simplifiée, centrée sur le pôle $\langle 0001 \rangle$ du lieu des directions incidentes produisant les réflexions les plus intenses pour la radiation $\text{Cu } k_{\alpha}$.





Face topographiée ($2\bar{0}\bar{2}1$) réflexion $\langle 4\bar{0}\bar{4}0 \rangle$

Figure - 8 - Effet du frottement d'une bande de tergal sur le tellure

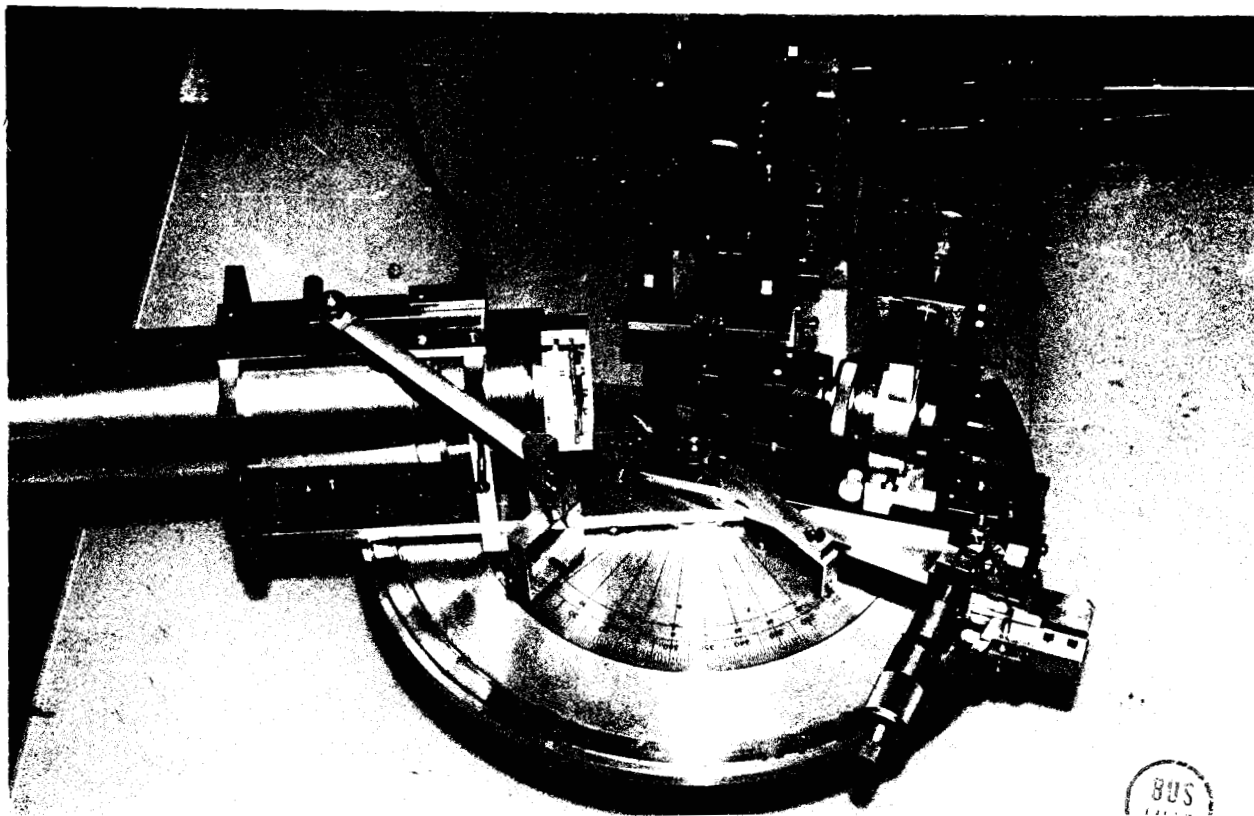


Figure - 9 - Photographie du dispositif de Berg - Barrett .

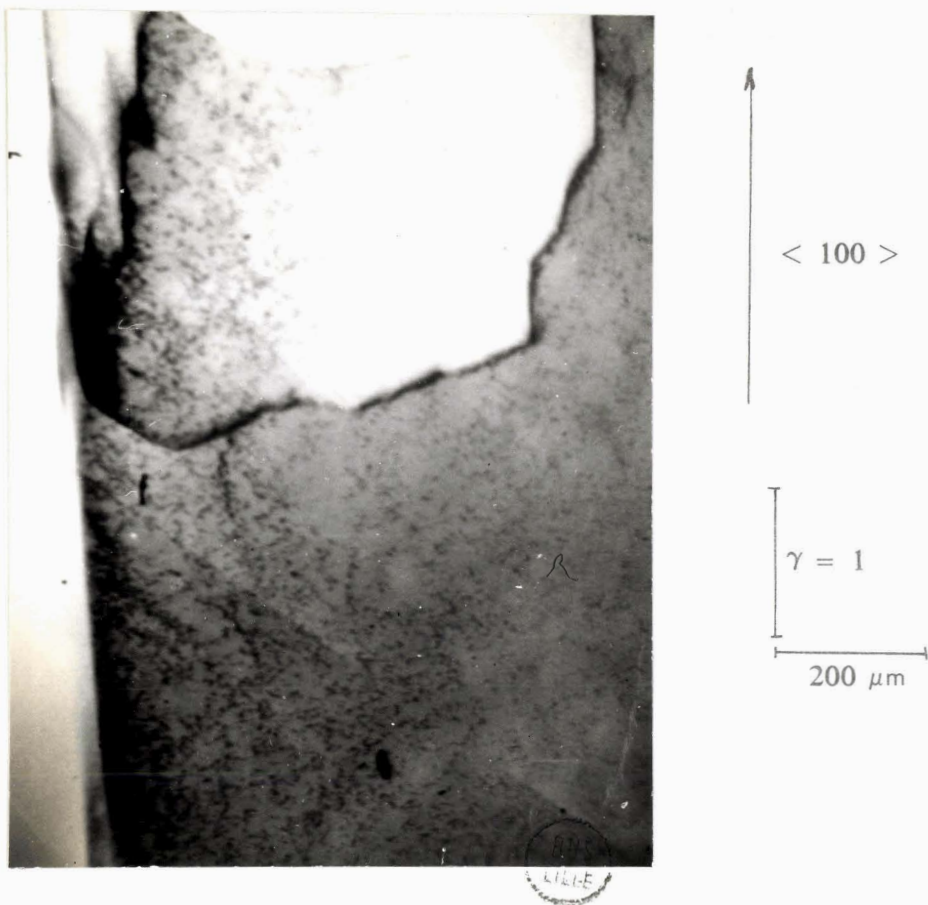


Figure - 10 - Topographie d'un spinelle de magnésium contenant une densité de dislocations de l'ordre de 10^3 cm^{-2} .
face (110) $\vec{g} = \langle 800 \rangle$

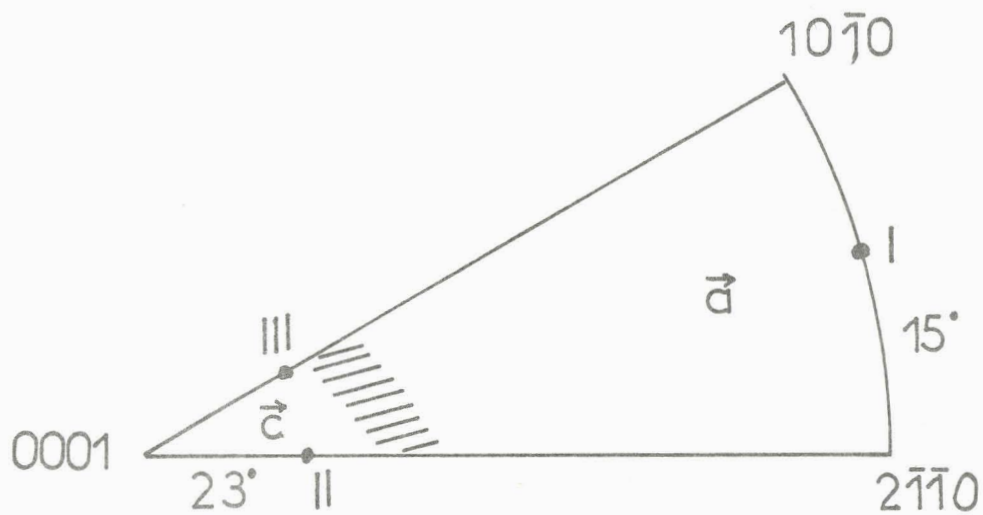


Figure - 11 - Triangle standard (centre sur 0001), sur lequel sont reportées les directions de compression étudiées.

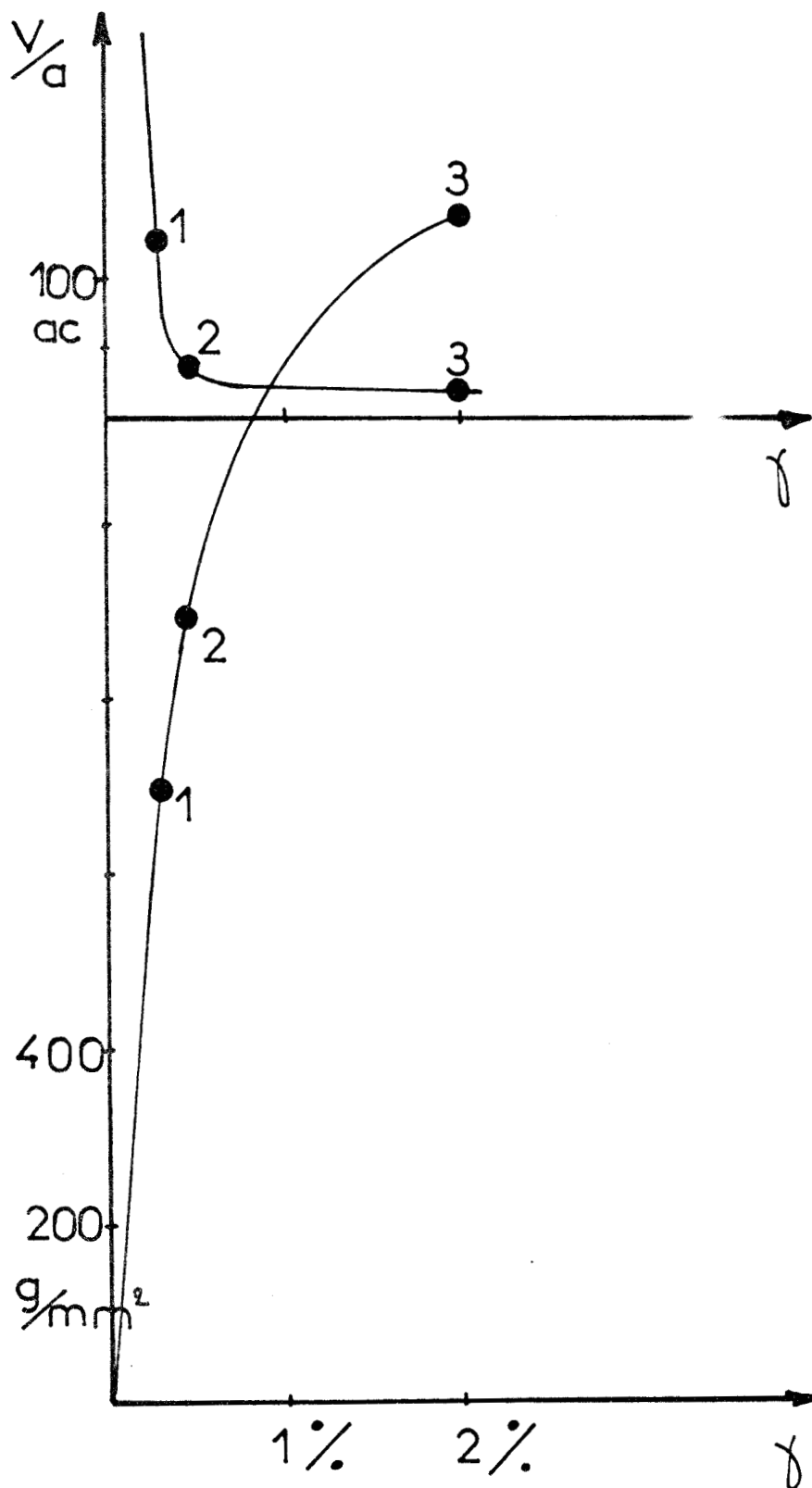


Figure - 12 - Courbes « contrainte - déformation » et « aire activée-déformation » obtenues pour le glissement « \tilde{a} » à 770 K (orientation I).

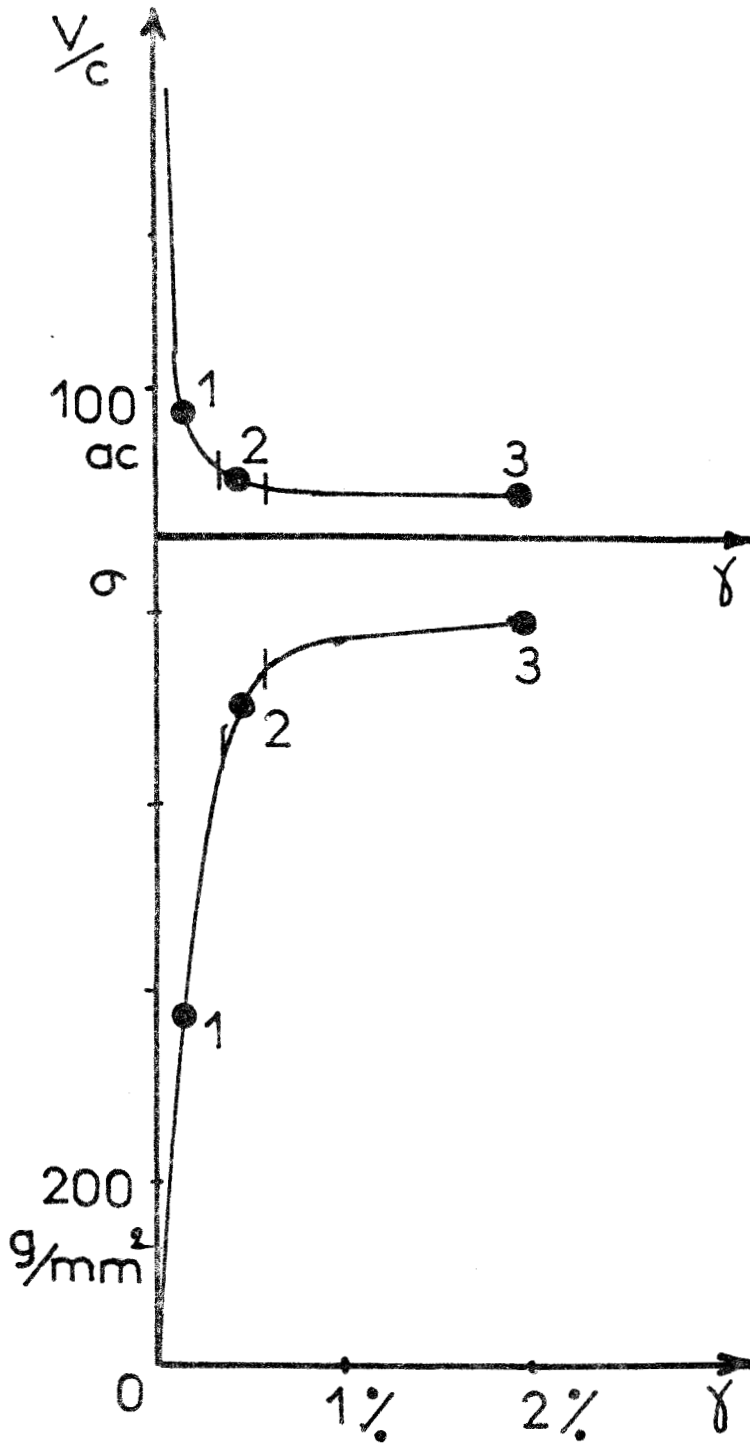


Figure - 13 - Courbes « contrainte déformation » et « aire activée - déformation » obtenues pour le glissement « $\tilde{\epsilon}$ » à 77° K (orientation II) .

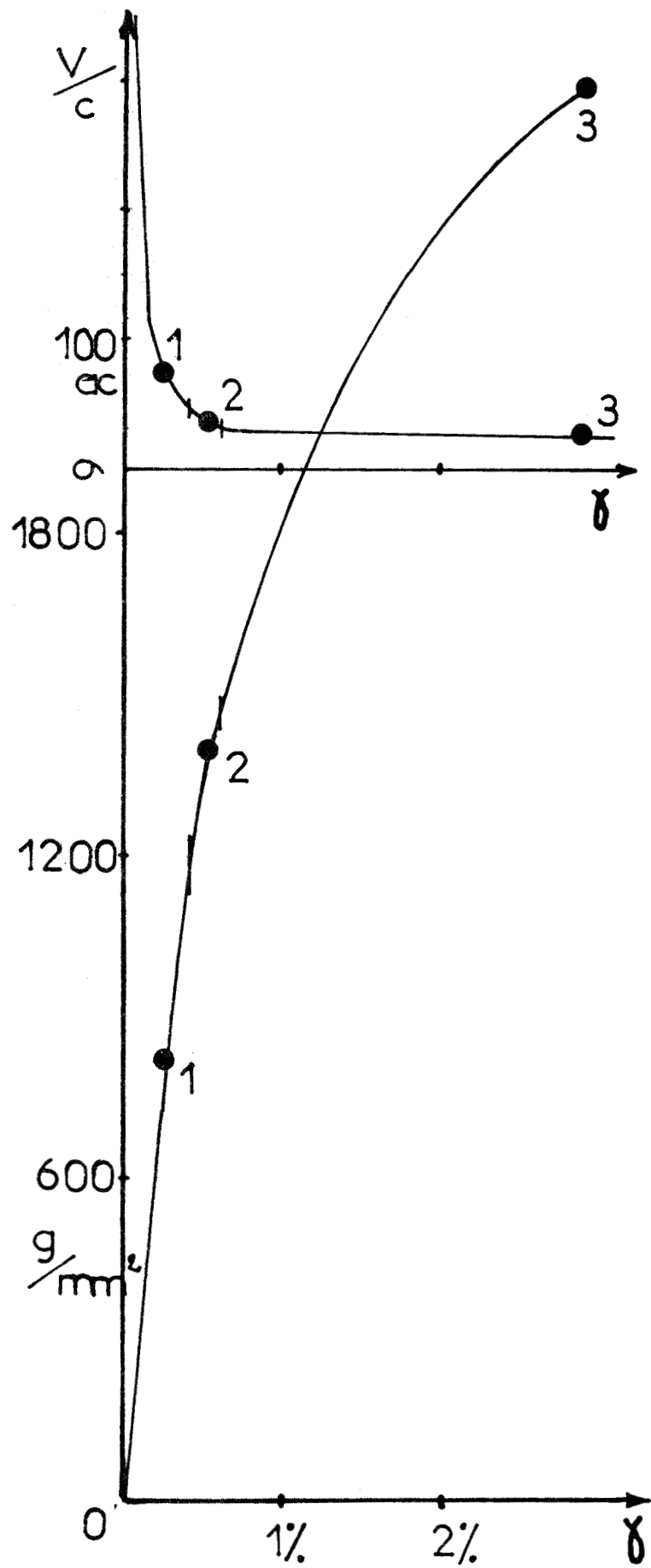


Figure - 14 - Courbes « contrainte - déformation » et « aire activée - déformation » obtenues pour le glissement « ζ » à 77°K (orientation III)

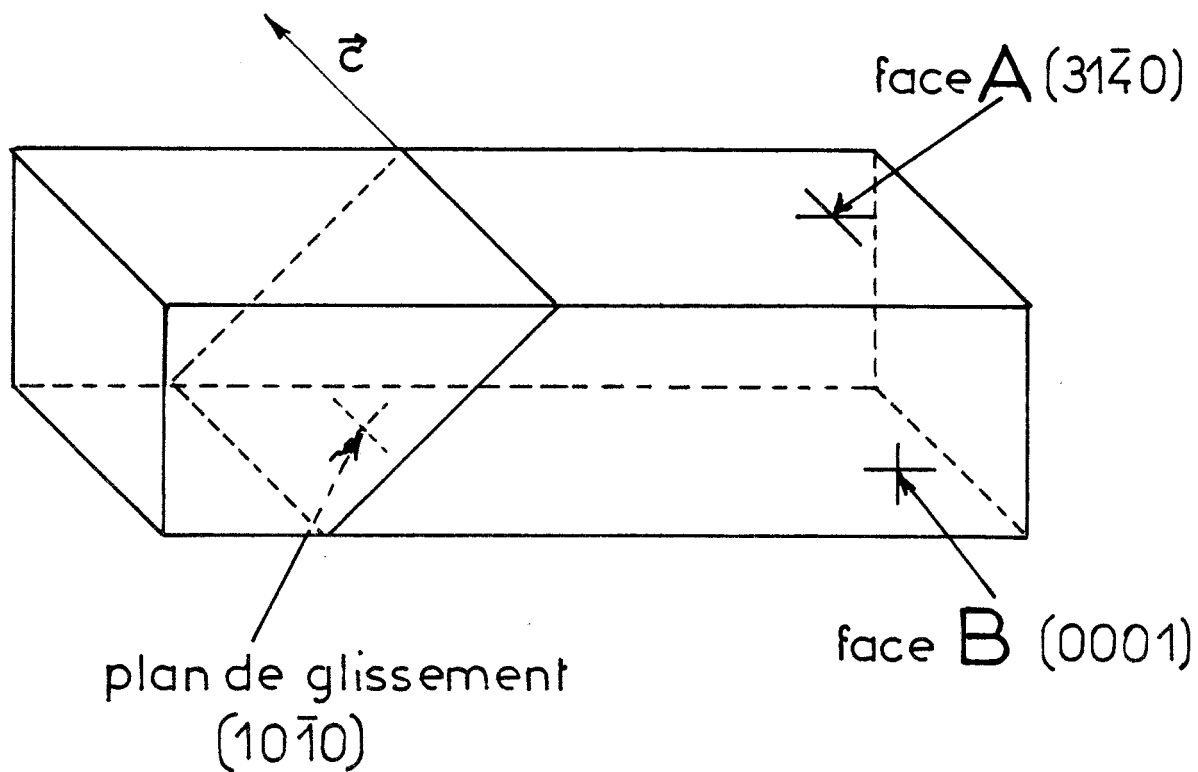


Figure - 15 - Schéma de l'éprouvette favorisant le glissement \vec{a} .

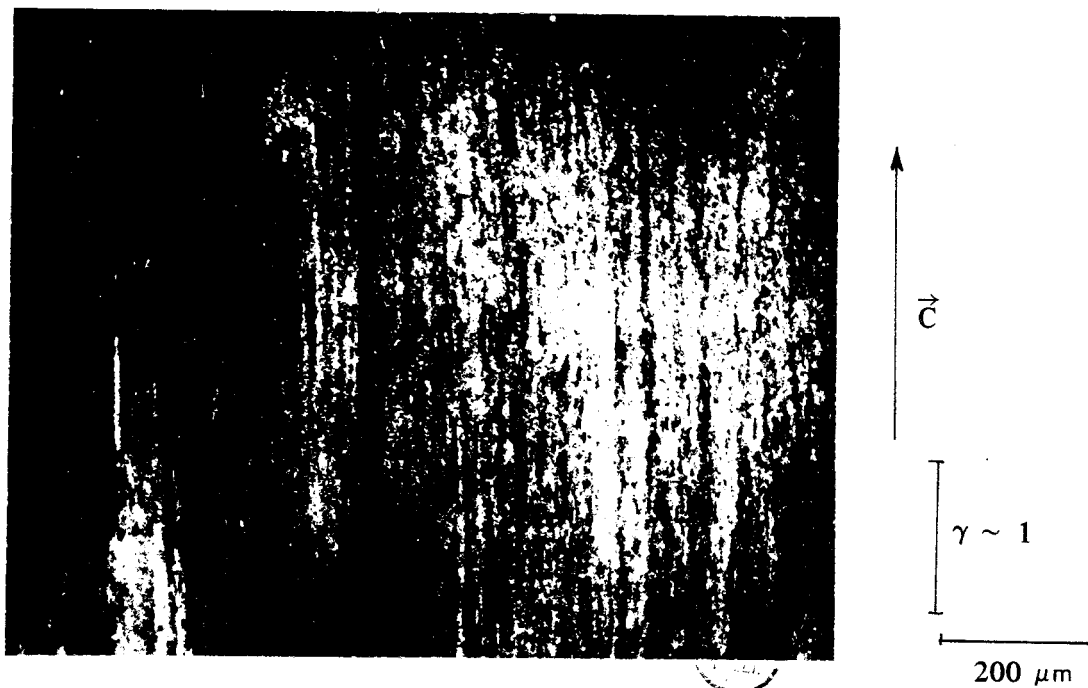


Figure - 16 - Face A ($31\bar{4}0$) . Réflexion $\langle 40\bar{4}0 \rangle$

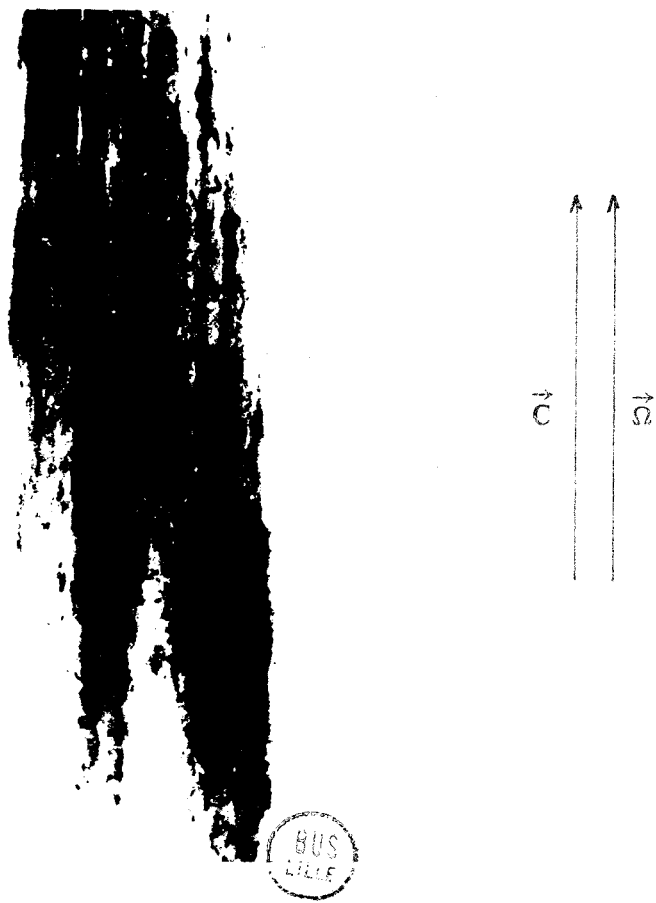


Figure - 17 a -

Etude à faible divergence
(1,6°)

~ 200 μm

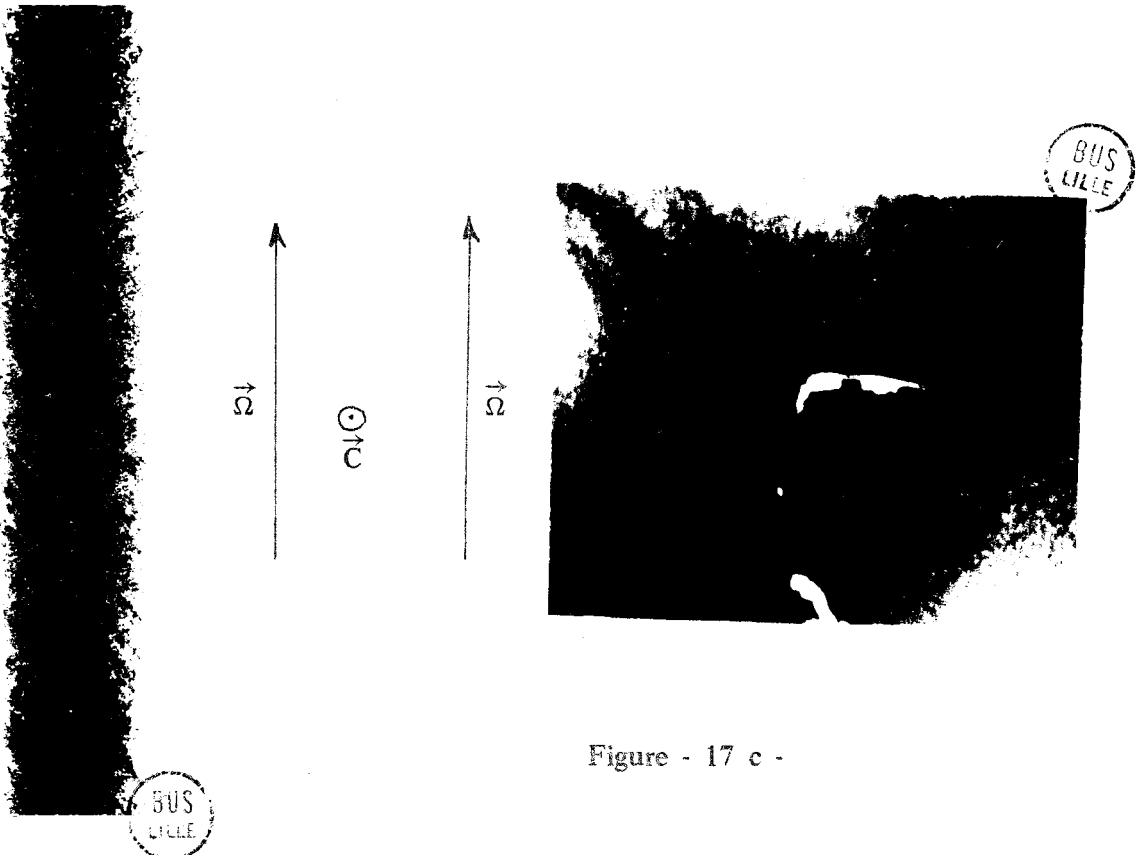


Figure - 17 c -

Figure - 17 b -



Figure - 18 - Face A . Echantillon de déformation intermédiaire (2)
Réflexion $\langle 4040 \rangle$

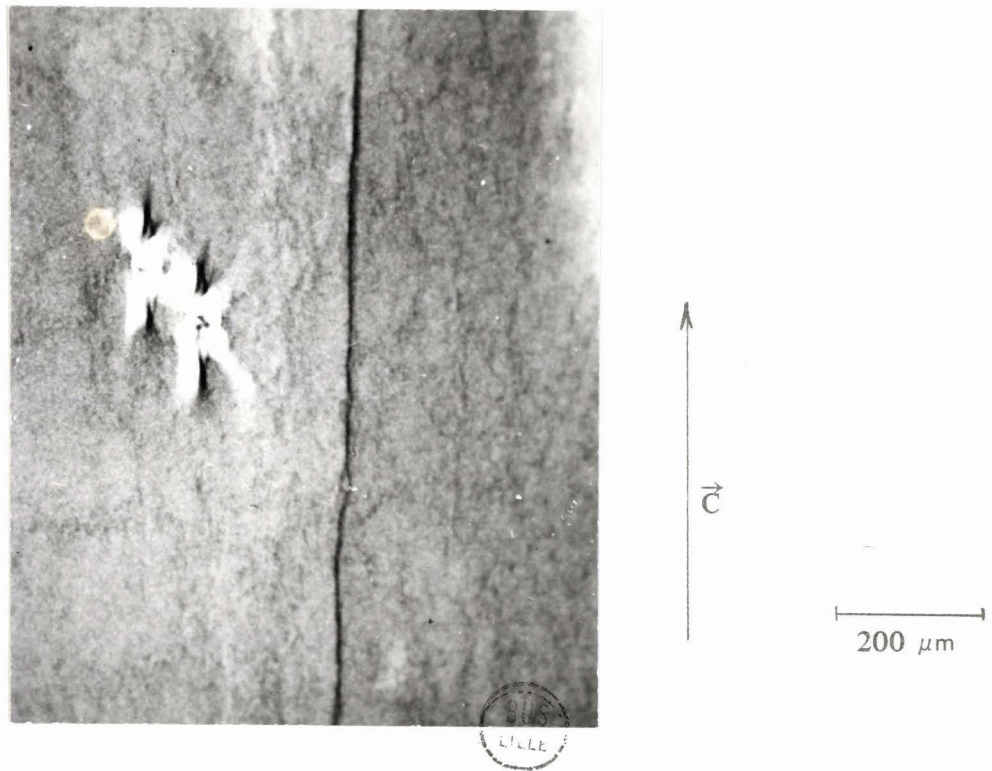


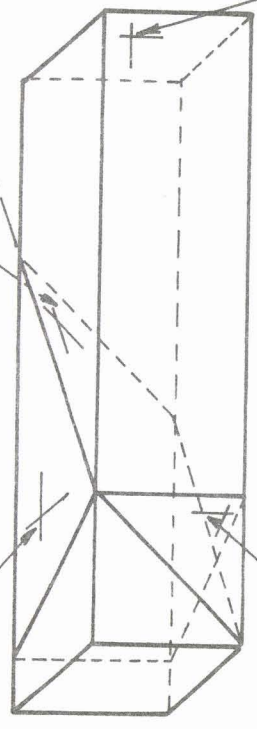
Figure - 19 - Face A . Echantillon de faible déformation (1)
Réflexion $\langle 4040 \rangle$

200 μ reflexion $\langle 40\bar{4}0 \rangle$

face A

plan de glissement $(10\bar{1}0)$

Figure - 20



(0001)

$(\bar{8}44\bar{5})$

face B

200 μ reflexion $\langle 11\bar{2}3 \rangle$

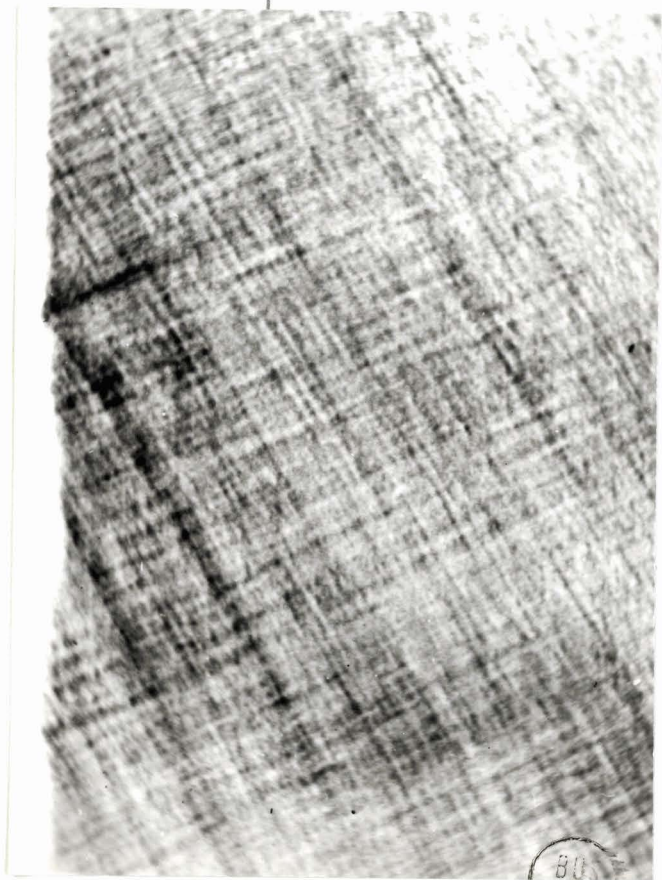
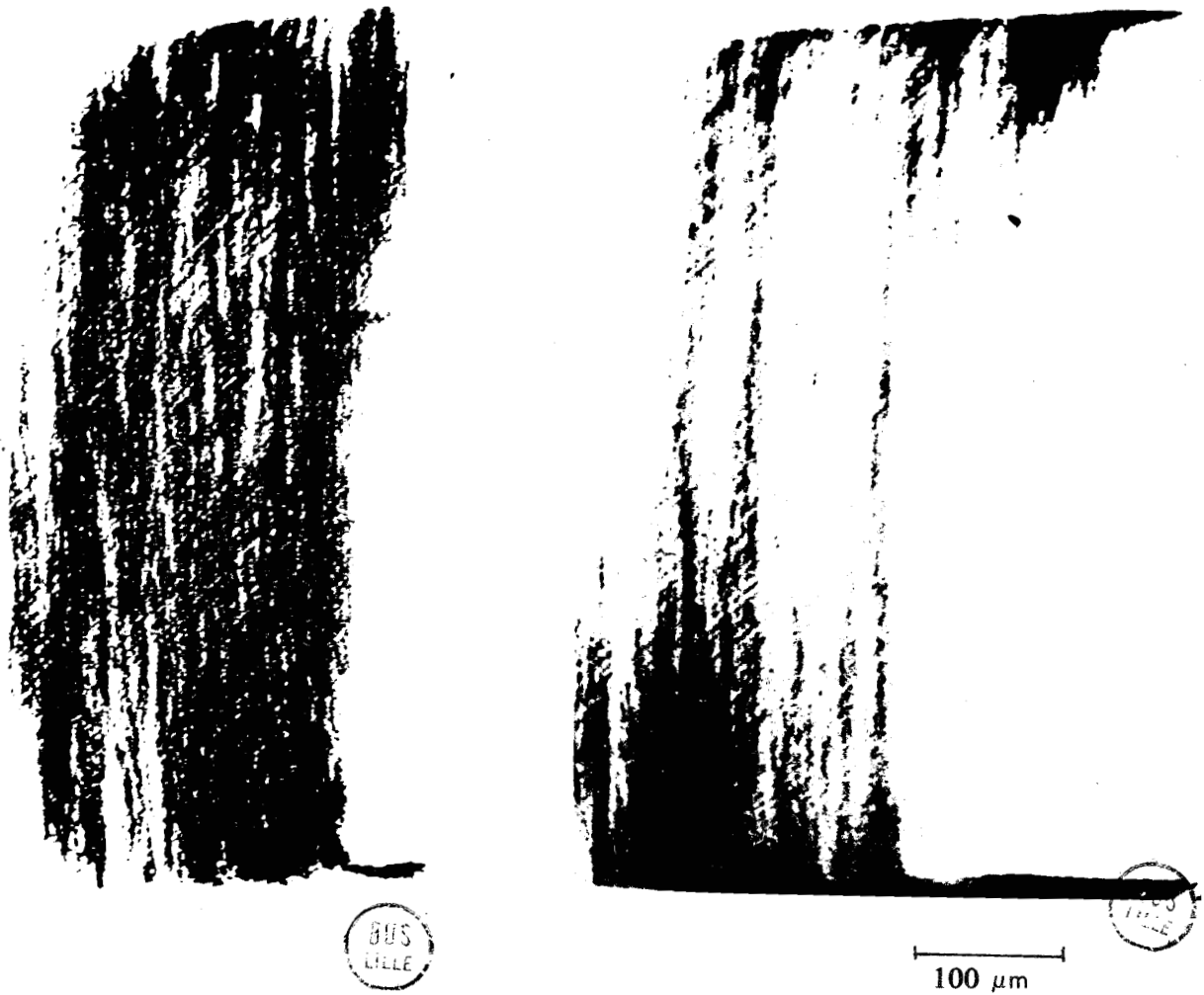
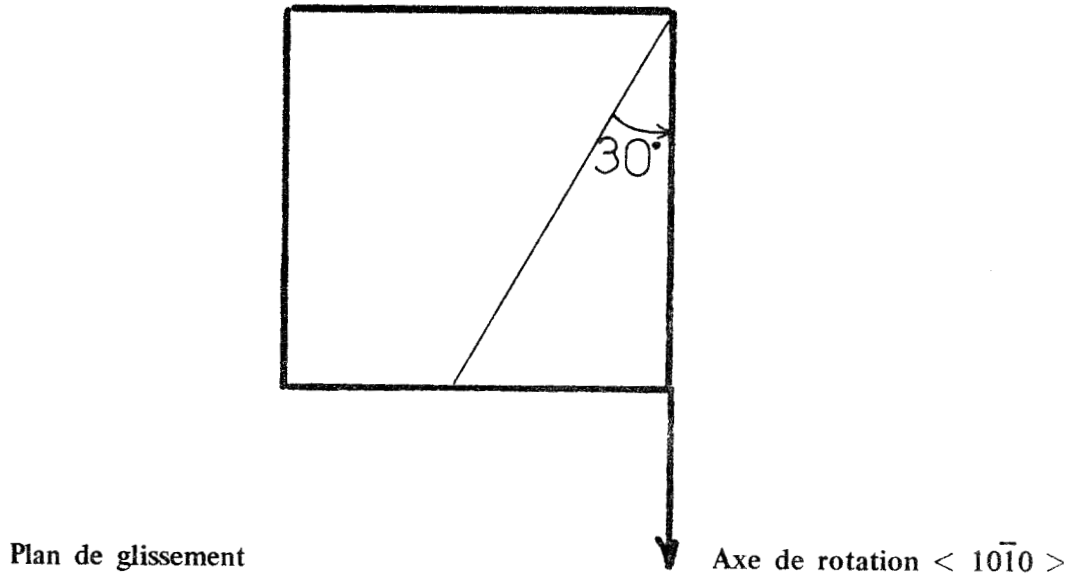


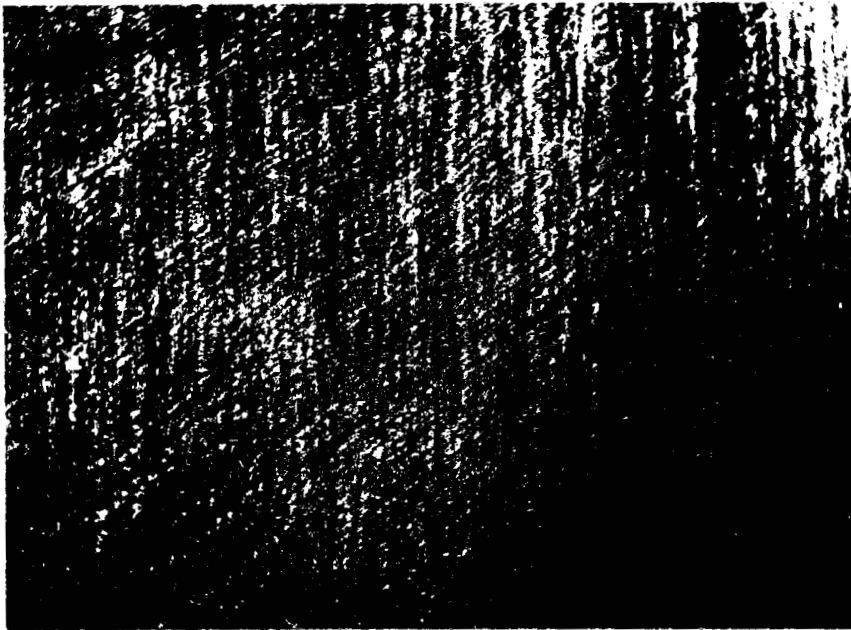
Figure - 21 -



Figure - 22 -



Figures - 23 et 24 - Eprouvette d'orientation II . Face B . Réflexion $\langle 11\bar{2}3 \rangle$
déformation maximum
Les deux topographies diffèrent d'un tilt de 2' autour de $\langle 10\bar{1}0 \rangle$.



<Figure - 25 - Eprouvette d'orientation II . Face B . Réflexion $\langle 11\bar{2}3 \rangle$
Déformation intermédiaire (2) .



Figure - 26 - Eprouvette d'orientation II
Face B - Réflexion $\langle 11\bar{2}3 \rangle$
Faible déformation (1) .



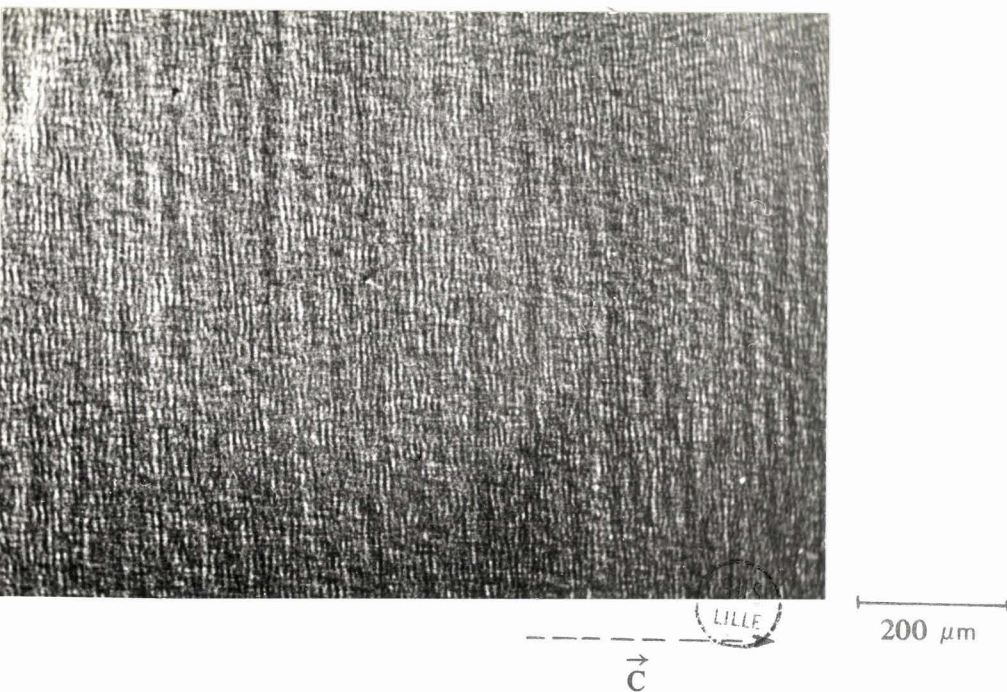


Figure - 27 -

Eprouvette d'orientation III
Face ($30\bar{3}2$)
Réflexion symétrique $\langle 30\bar{3}2 \rangle$
Déformation maximum (3) .

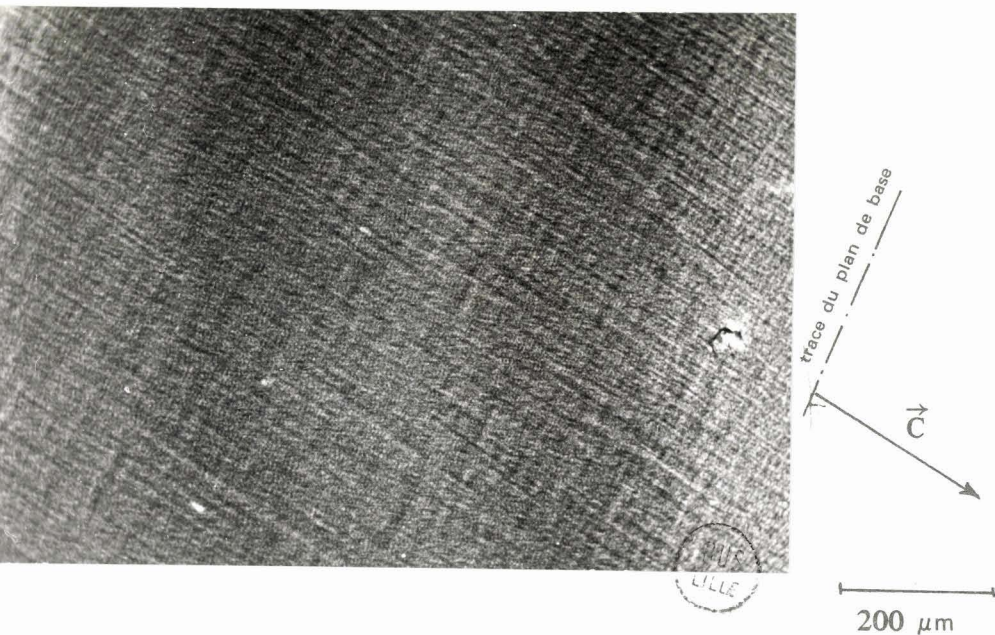


Figure - 28 -

Eprouvette d'orientation III
Face ($11\bar{2}0$)
Réflexion $\langle 12\bar{3}1 \rangle$ $\gamma = 0,7$.
Déformation maximum (3) .



Figure - 29 -

Eprouvette d'orientation III
Face ($11\bar{2}0$)
Réflexion $\langle 12\bar{3}1 \rangle$ $\gamma = 0,7$
Déformation intermédiaire (2) .

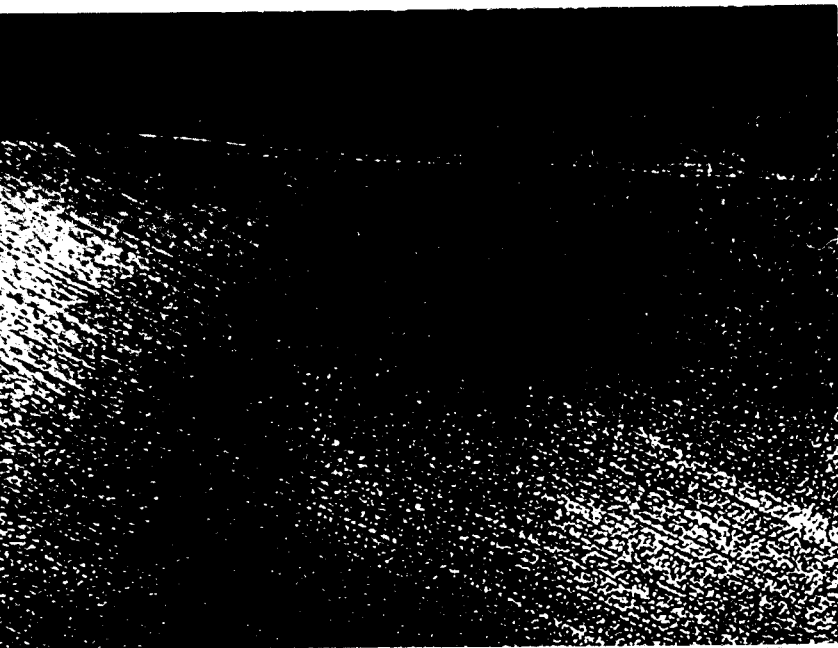


Figure - 30 -

Traces des plans de glissement révélées par figures d'attaque .

Bain 2 . Eprouvette de glissement \vec{C}
Orientation II .

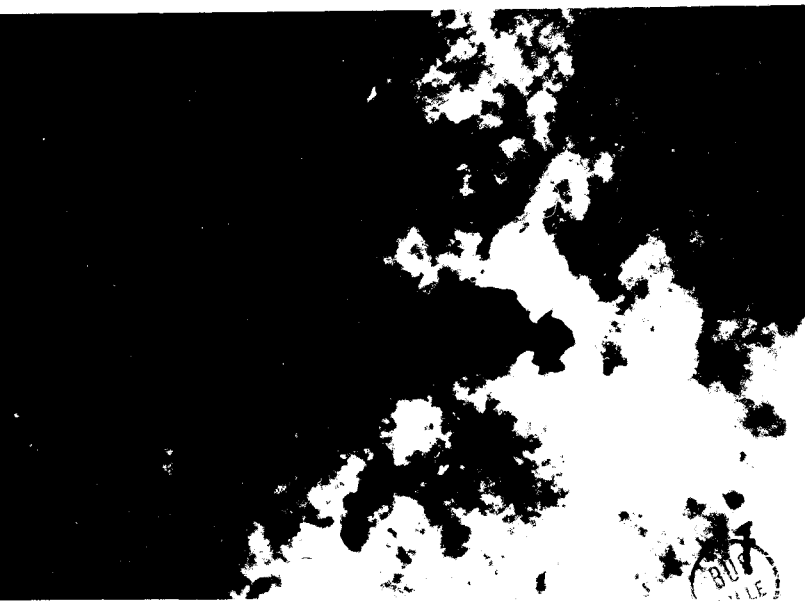


Figure - 31 -

Lame $(10\bar{1}0)$ observée au microscope électronique . Glissement \vec{a}

Déformation de l'ordre de 15 % à 20° C .

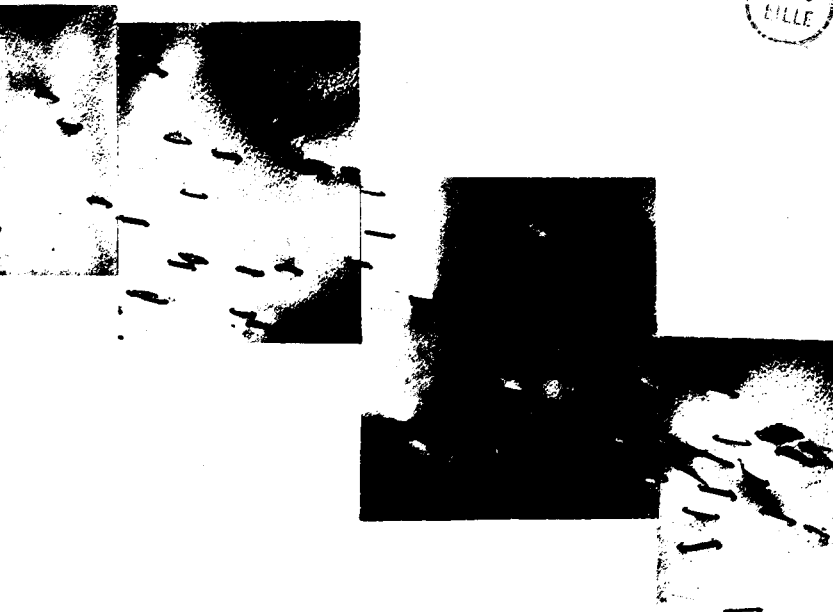
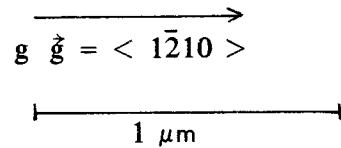
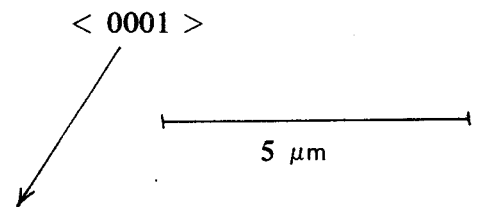


Figure - 32 -

Lame $(11\bar{2}0)$ observée au microscope électronique . Glissement \vec{c}

Mur de dislocations \vec{c} coin .



BIBLIOGRAPHIE

-.-.-.-.-

- [1] J.B. NEWKIRK - Trans of AINE Vol 215 june 59 483
- [2] STANLEY B. AUSTERMAN & J.B. NEWKIRK
Advances in X. Ray Analysis Vol 10 p 134
- [3] M. WILKENS Canadian Journal of Physics - Vol 45 1967 p 567
- [4] H. AUER, B. OBST, M. WILKENS Mater. Sci. Eng. 3 1968/69 - 33 - 40
- [5] B. OBST, H. AUER & M. WILKENS - Mater. Sci. Eng. 3 1968/69 - 41 - 55
- [6] D. STROHLE, B. SESTAK , M. WILKENS Z. Metallkde Bd 61 (1970) H 9 .
- [7] J. DI PERSIO, J.C. DOUKHAN & G. SAADA
Phys. Stat. Sol. (a) 1 - K 87 (1970)
- [8] N. DOUKHAN, J.C. DOUKHAN, G. SAADA, B. THOMAS
Phys. Stat. Sol. (1969) 35 - 835 .
- [9] E.M. JULEFF, A.G. LAPIERRE III & R.G. WOLFSEN
Advances in X Ray Analysis Vol 10 - p. 173
- [10] R.W. JAMES . The Optical Principles of the diffraction of X Ray
(1950) Chap. IV. G. Bell & Sons Ltd , London
- [11] HILL, CHURCH & MIHELICH Rev. of Scientific Instruments
1952 / 23 / 10 / 523
- [12] Tables Internationales de Cristallographie Vol III (1962)
- [13] A. GUINIER - Théorie et Technique de la cristallographie 1964 Dunod Paris
- [14] E.S. MEIERAN & K.E. LEMONS
Advances in X Rays Analysis Vol 8 - p. 48
- [15] A.P.L. TURNER, T. VREELAND, Jr, and D.P. POPE
Acta Cryst. (1968) A24, 452
- [16] J. DI PERSIO, J.C. DOUKHAN, G. SAADA
Mater. Sci. Eng. 4 (1969) 123
- [17] J.C. DOUKHAN & J.L. FARVACQUE
Phys. Stat. Sol. (a) 4 - K1 (1971)
- [18] P. GROSSE - Springer Tracts in Modern Physics vol 48 Chapitre I
Springer - Verlag Berlin Heidelberg - New-York 1969
- [19] J. DI PERSIO, J.C. DOUKHAN & G. SAADA
Journal de Physique 28 - 661 (1967)
- [20] J.C. DOUKHAN - Thèse d'Etat Lille (1971)
- [21] J.C. DOUKHAN & B. ESCAIG - Phys. stat. sol (a) - 7, 441 (1971)

- [22] J. CRAMPON - à paraître
- [23] F.C. FRANCK , Rept Symposium on the plastic déformation of cristalline solids
p. 150 Carnegie Inst. Technol - Pittsburg 1950
- [24] S. AMELINCKX & W. DEKEYSER - Solid State Physics vol 8 - p 325
- [25] L.C. LOVELL, J.M. WERNICK & K.E. BENSON
Acta Met. 6 (1958) 716, 720
- [26] A. NUSSBAUM - Solid State Physics (1966) 18 - 226
- [27] R. FOURET, G. LUSSIEZ & M. LORE
C. R. Acad. Sc. Paris t. 265 - 553
- [28] J. DI PERSIO - Thèse 3^e Cycle - Lille (1970)
- [29] H.P. HANSON, F. HERMAN, J.D. LEA & S. SKILLMAN
Acta - Cryst. (1964) - 17, 1040 .

