

THESE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES
ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE SPÉCIALITÉS

par

Jean-Pierre ESTIENNE

*

DIFFUSION PIEZOELECTRIQUE DES PORTEURS LIBRES PAR LES DISLOCATIONS ā-vis DU TELLURE



Soutenu le 03 Juillet 1979 devant la Commission d'examen

Membres du Jury

M. J.C. DOUKHAN	<i>Président</i>
M. J.L. FARVACQUE	<i>Rapporteur</i>
M. B. ESCAIG	<i>Examineur</i>
M. E. GERLACH	<i>Membre invité</i>
M. M. LANNOO	<i>Examineur</i>

T A B L E
d e s
M A T I E R E S

oo

	page
CHAPITRE I – POSITION DU PROBLEME	1
CHAPITRE II – SOUS-STRUCTURES DE DISLOCATIONS \bar{a} - vis	7
I - Introduction	8
II - Propriétés plastiques du tellure	9
III - Essais de torsion autour de l'axe \bar{c}	13
III.1. Préparation des éprouvettes	13
III.2. Dispositif de torsion	14
III.3. Torsion des éprouvettes	16
IV - Sous-structures obtenues	19
IV.1. Echantillons bruts de déformation	19
IV.1.1. observations par la technique de Berg-Barrett	19
IV.1.2. évaluation de la densité de dislocations	21
IV.2. Echantillons déformés recuits	23
V - Conclusion	25
CHAPITRE III – MESURES GALVANOMAGNETIQUES	26
I - Propriétés de transport du tellure	27
II - Résultats expérimentaux	31
II.1. Procédure expérimentale	31
II.2. Mesure des coefficients galvanomagnétiques	33
II.2.1. conductivité	34

A mes parents,

A

Marie Christine

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué dans le laboratoire de «Structure et Propriétés de l'état solide» dirigé par Monsieur B. ESCAIG, sous la direction de Monsieur J.L. FARVACQUE à qui j'exprime ici toute ma gratitude pour l'intérêt dont il a fait preuve et l'aide efficace qu'il a pu m'apporter.

Il s'intègre dans le cadre du groupe «semi-conducteur» où l'esprit d'équipe et l'aide mutuelle désintéressée ne sont pas de vains mots.

J'exprime toute ma gratitude à Monsieur Gerlach qui m'a fait l'honneur de s'intéresser à ce travail.

Je tiens à exprimer mes remerciements à Messieurs Escaig, Doukhan et Lannoo qui ont accepté de faire partie du Jury.

Je remercie les quelques membres du Laboratoire qui ont bien voulu me faire part de leur expérience:

Je ne saurais oublier les membres de l'Equipe du Laboratoire de Monsieur Dubois dont la franche collaboration a permis la réalisation de ce travail,

Mademoiselle Ferré qui m'a initié aux techniques de mesures galvanomagnétiques et apporté une aide très appréciée lors des expériences,

Monsieur Biskupski, qui m'a initié aux techniques de froid.

Monsieur Raffaud s'est assuré de la reproduction des figures.

Madame Nguyen s'est chargée de la tâche bien ingrate de mise en page. Je tiens à mentionner la compétence et le dévouement dont ils ont fait preuve.

**PRINCIPALES VALEURS NUMERIQUES
UTILISEES**

	<i>notation</i>	<i>valeur</i>
paramètres de la maille cristalline	\bar{a}	4,45 Å
	\bar{c}	5,93 Å
densité initiale de dislocations	D_0	$< 10^4 \text{ cm}^{-2}$
densité initiale de porteurs	n_0	$\sim 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$
mobilité initiale du tellure	μ_0	$\sim 2000 \text{ V.s.cm}^{-2}$
densité de dislocations après déformation	D	$\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$
température de fusion	T_F	725 K
constante piézoélectrique	e_{14}	0,17 A.s./m ²
masse effective	m_C^*	0,15 m_0
constante diélectrique relative	ϵ_L	33
largeur de la bande interdite	E_G	0,33 eV
constante diélectrique	ϵ_0	$1/36 \pi \cdot 10^9 \text{ MKSA}$
constante de Boltzmann	K	$1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$
constante de Planck	\hbar	$1,054 \cdot 10^{-34} \text{ J/s}$
masse de l'électron	m_0	$9,1 \cdot 10^{-31} \text{ Kg}$
charge de l'électron	e	$1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$



REFERENCES

- [1] G.L. Pearson, W.T. Read et F.J. Morin, Phys. Rev. 93, 666 (1954)
- [2] W.T. Read, Phil. Mag. 45 n° 367, 775 (1954)
- [3] W.T. Read, Phil. Mag. 45 n° 367, 1119 (1954)
- [4] E. Gerlach, Phys. Stat. Sol. (b) 62 K 43 (1974)
- [5] J.L. Farvacque, J.C. Doukhan, U. von Alpen, E. Gmelin Phys. Stat. Sol (b) 79,
763, (1977)
- [6] P. Haasen et W. Schröter in "Fondamental aspects of dislocation theorie",
p. 1231, éd. J.A. Simmons, R. de Wit and R. Bullough, N.B.S.
Spec. Publ. (1970)
- [7] D.L. Dexter, Phys. Rev. 86, 936 (1952)
- [8] D.L. Dexter et F. Seitz, Phys. Rev. 86, n° 2, 964 (1952)
- [9] J.C. Doukhan, R. Drope, J.L. Farvacque, E. Gerlach, P. Grosse, Phys. Stat.
Sol. (b) 64, 237 (1974)
- [10] J.L. Farvacque, P. Lenglart, Phys. Stat. Sol. (b) 77, 651 (1976)
- [11] J.L. Farvacque, P. Lenglart, Phys. Stat. Sol. (b) 80, n° 1 (1977)
- [12] L. Merten, Phys. Kondens. Materie 2, 53 (1964)
- [13] L. Merten, Z. Naturf. 21 à 793 (1966)
- [14] G. Saada, Phys. Stat. Sol. (b) 44, 717 (1971)
- [15] G. Faivre et G. Saada, Phys. Stat. Sol. (b) 52, 127 (1972)
- [16] J.C. Doukhan, Thèse d'état, Lille (1971)
- [17] J.L. Farvacque, Thèse de 3ème Cycle , Lille (1972)
- [18] J.P. Estienne, J.L. Farvacque, Phys. Stat. Sol (a) 49 K 109 (1978)
- [19] Voir par exemple S. Timoshenko, R.D.M. p. 276 Tome 1, édition Dunod (1968)

- [20] T. Okada, Mem. Fac. Su. Kyusyu Univ. B n° 1, 157 (1955)
- [21] J. Bardeen et W. Schokley, Phys. Rev. 80 n° 1 (1950)
- [22] G.L. Bir et G.E. Pikus, "Symmetry and strain-induced effects in semi-conductors"
édité par John Wiley et sons, New-York - Toronto (1974)
- [23] Bonch-Bruevich, Soviet. Phys. Sol. State 3 n° 1 (1961)
- [24] J.L. Farvacque, E. Gerlach, Phys. Stat. Sol. (b) 77, 651 (1976)
- [25] W.G. Cady, Piezoelectricity Mc Graw-Hill N.Y. (1946)
- [26] N.F. Mott, Proc. Cambridge Phil. Soc. 32, 281 (1936)
- [27] M.G. Calkin, P.J. Nicholson, Rev. of Mod. Phys. Vol. 39 n°2, p. 361 (1967)
- [28] E. Gerlach, Phys. Stat. Sol. (b) 61, K 97 (1974)

**I : POSITION DU
PROBLEME**

Il est bien connu que les dislocations affectent fortement les propriétés galvanomagnétiques des semi-conducteurs. Les premiers travaux concernant l'influence des dislocations sur les phénomènes de transport ont été effectués dès 1954 par *Read, Morin* et *Pearson* [1]. Ces auteurs montrent que non seulement les dislocations agissent comme des centres diffuseurs, mais que, de plus, elles peuvent modifier la densité de porteurs libres dans le domaine de conductivité extrinsèque.

Ce dernier phénomène se comprend aisément dans le cas des structures covalentes pour les dislocations mixtes de type "60°" (lignes et vecteurs de Burgers parallèles aux directions $\langle 110 \rangle$). En effet les atomes de coeur de ces dislocations sont décorés d'orbitales pendantes. En première approximation, ces états hybrides ($s p_3$) non couplés restent des solutions de l'hamiltonien cristallin, et leur valeurs propres se situent entre les états liants et antiliants du cristal parfait.

Lorsque les dislocations sont neutres, ces niveaux extrinsèques sont à demi peuplés : ils peuvent donc aussi bien jouer le rôle de niveau donneur que de niveau accepteur, modifiant ainsi la densité de porteurs libres.

L'existence de tels niveaux n'est pas systématique. Elle dépend du matériau, de sa structure de bande et du type de dislocations considéré.

Ainsi dans les structures covalentes, les dislocations vis ne modifient que les distances interatomiques, mais ne changent pas le nombre de premiers voisins. Il est probable qu'elles n'induisent en fait qu'une modification des bords de bande conduisant, à la limite, à l'existence de niveaux complètement peuplés au-dessus de la bande de valence et de niveaux complètement vides en-dessous de la bande de conduction. De tels niveaux ne possèdent pas le double caractère donneur et accepteur. Ils peuvent dans certaines conditions expérimentales n'induire aucune modification de la densité de porteurs libres.

L'ionisation des niveaux éventuellement liés aux dislocations les transforme en lignes chargées dont le potentiel coulombien constitue une origine possible de diffusion des porteurs libres.

Ce mécanisme de diffusion (effet de cœur) fut proposé par *Read* [2, 3] pour justifier l'incrément de résistivité induit par les dislocations dans les semi-conducteurs covalents.

Ce mécanisme de diffusion n'est pas spécifique aux structures covalentes. Il a pu être mis en évidence dans le cas des dislocations \bar{c} -vis du tellure [4, 5], bien que celles-ci ne coupent pas les liaisons fortes de la structure.

En fait, l'"effet de cœur" ne constitue pas la seule origine de diffusion possible associée aux dislocations. *Schröter et al* [6] ont montré que même à la température correspondant à la neutralité des dislocations "60°" dans les structures covalentes, celles-ci conduisent néanmoins à une diffusion notable des porteurs libres.

Il en est de même pour les dislocations \bar{a} -coin du tellure, qui conduisent à une forte diminution de la mobilité des porteurs libres sans toutefois en affecter leur densité.

Ces effets de diffusion proviennent du champ de déformation des dislocations. Le champ de déformation conduit à deux mécanismes de diffusion liés :

- i) au déplacement des ions (potentiel de déformation)
- ii) à la déformation des ions eux-mêmes (effet piézoélectrique)

i) Potentiel de déformation

Le déplacement des ions perturbe localement la périodicité du réseau. Celui-ci devient "opaque" aux ondes de *Bloch* et conduit à une diffusion des porteurs libres. Ce phénomène fut observé initialement dans des

domaines de température très étroits (voisinage de la température de neutralité des dislocations des structures covalentes [7], ou au voisinage de $T = 0K$ dans les métaux fortement écrouis [8]).

Ces observations ont été interprétés à l'aide du potentiel de déformation introduit par *Bardeen* et *Schockley* :

$$V_d(\vec{r}) = E_1 \text{Tra } \vec{\varepsilon}(\vec{r}) \quad (\text{I} - 1)$$

où $\text{Tra } \vec{\varepsilon}(\vec{r})$ est la dilatation introduite localement dans le cristal.

Ces premiers travaux ne permettent pas de tester la dépendance théorique en température de la résistivité induite. Récemment, les expériences de conductivité effectuées sur des échantillons de tellure contenant des dislocations \bar{a} -coin ont permis l'observation de l'effet du potentiel de déformation dans une large gamme de température [9]. L'utilisation de la formule (I-1) ne permettant pas de retrouver théoriquement le comportement expérimental de $\mu^{-1}(T)$, *Farvacque* et *Lenglart* [10, 11] proposent d'assimiler directement le potentiel de diffusion à la variation locale du potentiel cristallin :

$$V_{d \text{ F.L}}(\vec{r}) = - \sum_j \bar{v} v_{at}^{ps}(\vec{r} - \vec{R}_j) \bar{u}(\vec{R}_j) \quad (\text{I} - 2)$$

où $\bar{u}(\vec{R}_j)$ est le déplacement introduit par le champ de déformation de la dislocation et $v_{at}^{ps}(\vec{r} - \vec{R}_j)$ la représentation du pseudo-potentiel atomique.

Remarquons que la transformée de *Fourier* de ce potentiel non écranté :

$$V_{d \text{ F.L}}(\vec{k}) = - \frac{N}{(2\pi)^3} v_{at}^{ps}(\vec{q}) \{ \text{tra } \vec{\varepsilon}(\vec{q}) + i \vec{q} \sum_{k \neq 0} \bar{u}(\vec{q} + \vec{K}) \} \quad (\text{I} - 3)$$

est également, au premier ordre, proportionnelle à la transformée de *Fourier* de la dilatation locale, dans la mesure où l'on peut négliger la sommation pour $K \neq 0$.

ii) Diffusion piézoélectrique

Le champ de déformation des dislocations peut induire une déformation des ions, les transformant en dipôles électriques. Dans les structures non centrosymétriques, ces dipôles possèdent une résultante non nulle qui conduit au potentiel piézoélectrique.

Ce mécanisme de diffusion a été proposé pour la première fois par Merten [12, 13] en 1964. Cependant aucune expérience ne put confirmer, du moins de façon convainquante l'existence d'un tel effet de diffusion.

Dans les composés III.V., les effets de coeur conduisent à une forte diffusion des porteurs libres. Ils peuvent cacher les effets liés au champ de déformation. De plus les techniques de déformation utilisées pour introduire sélectivement les dislocations sont fondées sur des expériences de flexion. Ces processus de déformation conduisent généralement à la formation de sous-joints qui minimisent les champs de déformation à longue distance, et par conséquent leurs effets de diffusion.

L'hypothèse d'une diffusion piézoélectrique des porteurs libres reprend de l'intérêt après les travaux théoriques de Faivre et Saada [14, 15] qui prévoient un effet de diffusion piézoélectrique important pour les dislocations du tellure.

Cependant, les premières expériences effectuées sur des sous-structures de dislocation \bar{a} .coin et \bar{c} .vis purent être interprétées soit par l'effet du potentiel de déformation soit par l'effet de coeur.

Les dislocations \bar{a} .vis introduisent des déplacements parallèles aux axes binaires de la structure. Elles constituent en fait le cas le plus adapté à une diffusion de type piézoélectrique.

Nous nous sommes intéressés en un premier temps à la recherche de chemins de déformation aboutissant à des sous-structures de dislocation \bar{a} .vis. Ce travail fait l'objet du second chapitre. Il aboutit à deux types de sous-structures possibles pouvant être schématisés de la façon suivante :

i) dislocations \bar{a} .vis, indépendantes (présence du champ de déformation à longue distance)

ii) dislocations \bar{a} .vis engagées dans des sous-joints de torsion sans champ de déformation à longue distance.

Les mesures de conductivité et d'effet Hall effectuées sur ces deux types d'échantillons sont décrites au chapitre III. La comparaison des résultats montre sans ambiguïté que le phénomène de diffusion associé aux dislocations \bar{a} .vis est bien du type piezoélectrique.

Nous présentons au dernier chapitre des calculs de mobilité confirmant cette conclusion.

II : SOUS-STRUCTURES DE

DISLOCATIONS A-VIS

II.1. INTRODUCTION

Ce chapitre est consacré à l'étude des chemins de déformation pouvant conduire à l'établissement d'une sous-structure résiduelle, majoritairement constituée de dislocations \bar{a} -vis.

Cette recherche s'appuie évidemment sur les propriétés plastiques du tellure, que nous rappelons brièvement au paragraphe suivant. Elle a conduit au choix d'expériences de torsion autour de l'axe \bar{c} , effectuées à température ambiante. Nous décrivons les caractéristiques d'un tel mode de déformation au paragraphe 3.

Le contrôle des sous-structures obtenues, présenté dans la dernière partie de ce chapitre, a été effectué au moyen de deux méthodes d'observation différentes :

1. La méthode de Berg-Barrett (topographie par réflexion des rayons X).

Cette méthode permet de visualiser la répartition des dislocations dès que celles-ci s'organisent sous forme de sous-joints grossiers. L'analyse des contrastes permet d'identifier le caractère des dislocations majoritairement présentes dans le cristal.

2. La microscopie électronique.

Elle permet d'identifier individuellement les dislocations présentes dans la lame mince et donc de confirmer l'analyse des topographies de Berg-Barrett.

Cependant son grossissement trop élevé, ainsi que les perturbations apportées à la sous-structure par la lame mince (force image, polissage préférentiel des lames le long des sous-joints...) rend la plupart du temps impossible l'observation de toute sous-structure, surtout lorsque celle-ci n'est que grossièrement établie. Ces deux moyens sont complémentaires.

II.2. PROPRIETES PLASTIQUES DU TELLURE

Le tellure est le quatrième élément de la colonne VI-b du tableau périodique. Cette position favorise deux liaisons fortes et justifie la présence de chaînes.

Il cristallise sous la forme d'un réseau rhomboédrique (figure 1) que l'on peut décrire sous la forme d'un empilement compact de chaînes hélicoïdales à trois atomes par tour.

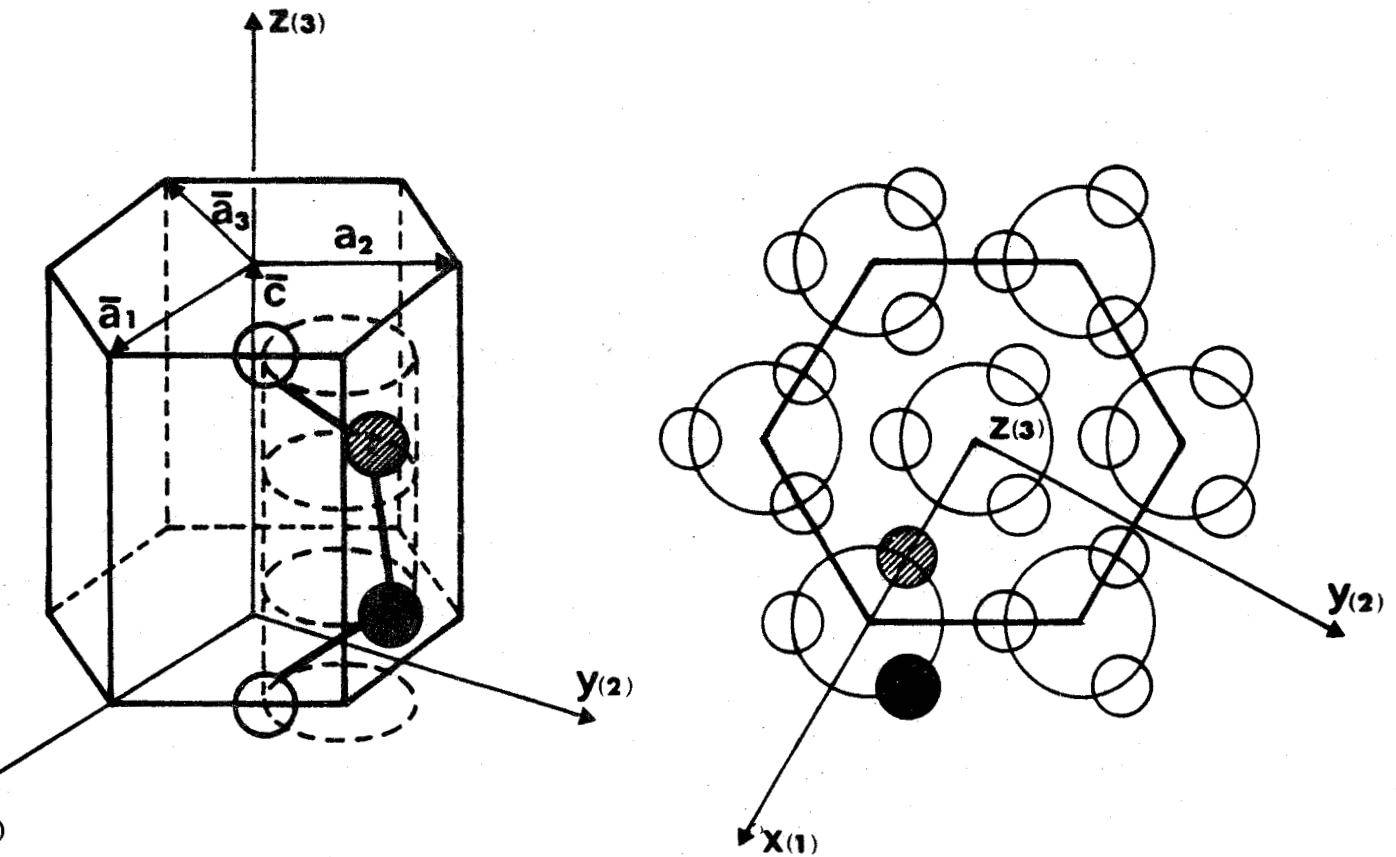


FIGURE 1 STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE
DU TELLURE

$$\left. \begin{array}{l} \bar{a} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle, \quad |\bar{a}| = 4,456 \text{ \AA} \\ \bar{c} = \langle 0001 \rangle, \quad |\bar{c}| = 5,927 \text{ \AA} \end{array} \right\} \text{ \AA } T = 300 \text{ K}$$

Les liaisons entre atomes d'une même chaîne (de type covalent) sont fortes (0,68 eV) alors que les liaisons entre atomes voisins de chaînes différentes (de type Van der Waals) sont faibles (0,22 eV).

Cette forte anisotropie détermine le comportement des dislocations qui évitent de couper (à basse température : < 400 K) les liaisons fortement liantes du cristal. Ce fait limite les plans de glissement possibles aux plans en zone avec l'axe ternaire.

L'expérience montre effectivement qu'il n'existe à basse température que deux classes de systèmes de glissement possible [16]. Ils correspondent aux plus petites translations du réseau dans les plans prismatiques de première espèce.

- glissement \bar{a} : $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$, $\{10\bar{1}0\}$
- glissement \bar{c} : $\langle 0001 \rangle$, $\{10\bar{1}0\}$

Dans le domaine de température où le glissement est thermiquement activé, les forces de Peierls favorisent l'orientation coin pour les dislocations de type \bar{a} et l'orientation vis pour les dislocations \bar{c} . Il n'est donc pas étonnant que les procédés de déformation traditionnels conduisent dans ce domaine de température à des sous-structures essentiellement constituées par ces deux types de dislocations.

Il est donc exclu d'imaginer un chemin de déformation à basse température ($\sim 170 \text{ K}$) conduisant à l'obtention de dislocations \bar{a} -vis. Ceci élimine toute possibilité d'obtenir une sous-structure homogène de dislocations \bar{a} -vis.

Lorsque le glissement devient athermique, le caractère des dislocations est essentiellement déterminé par le type de sous-structure dans lequel elles sont engagées. Ainsi, lors du glissement \bar{a} , les dislocations s'arrangent en parois de flexion et adoptent majoritairement le caractère coin.

De manière générale, la polygonisation de glissement s'établit dans un sens tel qu'elle justifie la déformation plastique imposée à l'échantillon. Les dislocations vis ne pouvant se stabiliser que sous forme de parois de torsion, les modes de déformation conduisant à l'obtention d'une sous-structure de dislocations \bar{a} -vis. sont donc des expériences de torsion.

Dans le cas du tellure, les différents sous-joints de torsion que l'on peut déduire de la formule de Frank sont, compte-tenu des différents systèmes de glissement [17] :

- Les sous-joints localisés dans les plans prismatiques de première espèce ($\{10\bar{1}0\}$). Ils sont constitués d'une famille de dislocations \bar{a} et d'une famille de dislocations \bar{c} . Ces sous-joints conduisent à une torsion autour des axes de type $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ (figure 2 a).
- Les sous-joints situés dans les plans de base. Ils sont constitués des trois familles de dislocations \bar{a} et induisent une torsion autour de l'axe \bar{c} (figure 2 b) [18] .

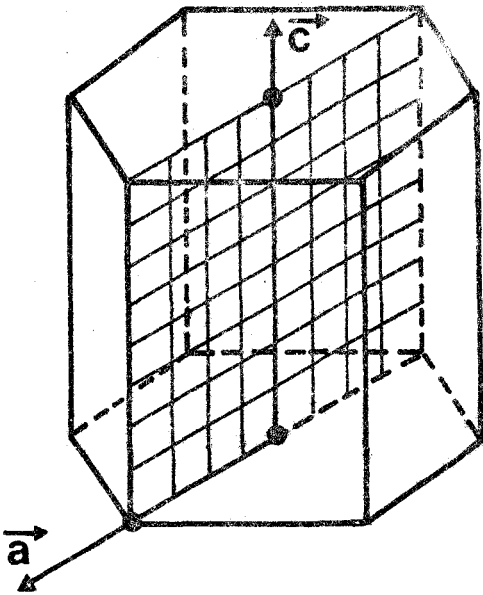


FIGURE 2 a SOUS-JOINTS
DE TORSION $\vec{a} + \vec{c}$

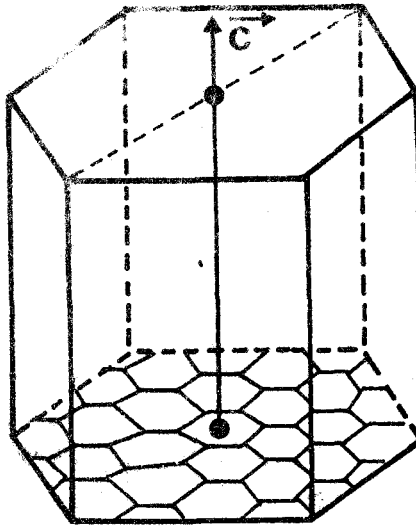


FIGURE 2 b SOUS-JOINTS
DE TORSION \vec{a}

Nous avons tenté des expériences de torsion autour de ces deux axes possibles, en espérant que la polygonisation ne soit pas "totale", et que ces procédés de déformation ne conduisent avant tout qu'à une forte multiplication des dislocations \vec{a} -vis, sans minimisation excessive de leurs champs de déformation.

Afin de ne pas doper électriquement les échantillons de tellure, nous avons, de plus, imposé de ne pas dépasser la température ambiante comme température de déformation.

Avant de décrire les résultats relatifs au deuxième type de sous-joints, mentionnons tout de suite que les torsions autour des axes de type $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ conduisent, à température ambiante, à l'installation de sous-joints pratiquement parfaits, sans contrainte à longue distance. Ce cas n'a donc pu être utilisé pour l'étude ultérieure de l'effet des champs de déformation sur les propriétés galvanomagnétiques.

II.3. ESSAIS DE TORSION AUTOUR DE L'AXE \bar{c}

II.3.1. PREPARATION DES EPROUVETTES

Les monocristaux de tellure fabriqués par méthode de Czochralski proviennent de la société Wachter-Chemic.

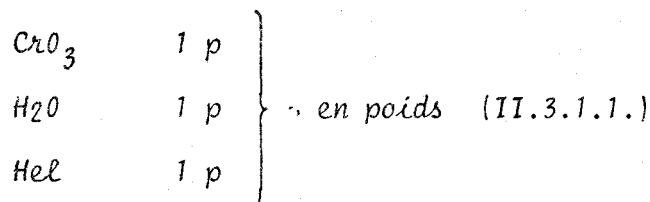
Ils possèdent une haute qualité aussi bien mécanique qu'électrique. La densité de dislocations n'excède pas 10^4 cm^{-2} . Le nombre de porteurs libres est suffisamment faible ($2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$) et leur mobilité suffisamment élevée (2000 V s cm^{-2}) pour conduire à des effets observables, liés aux dislocations que l'on veut étudier, même lorsque celles-ci ne peuvent être introduites en très grand nombre.

A température ambiante, la limite élastique du tellure monocristallin est très faible ($\sim 30 \text{ g/mm}^2$).

Les techniques de découpe et de polissage mécanique ne peuvent donc être utilisées car elles augmentent considérablement et de façon incontrôlée la densité de dislocations.

Nous avons systématiquement utilisé les procédés de découpe et de polissage chimique dont les techniques sont parfaitement au point dans le laboratoire.

Les échantillons sont mis en forme à l'aide d'une scie et d'une polisseuse chimique fonctionnant avec la solution suivante :



Ils sont ensuite polis par immersion dans la solution suivante :

	HF	1 p	} en volume (II.3.1.2)	
	H ₂ O	3 p		
en poids	{	CrO ₃ 1 p		} 1 p
		H ₂ O 1 p		

Cette dernière solution ne détruit pas la géométrie de l'éprouvette tout en conduisant à un parfait poli.

II.3.2. LE DISPOSITIF DE TORSION

Ce dispositif, représenté figure 3, s'adapte sur la machine de déformation INSTRON. Il comporte un axe libre relié au capteur de force par une chaînette, puis une partie fixe solidaire de la poutre mobile de l'INSTRON.

Initialement, la fixation de l'éprouvette a été assurée par un système de mordage par compression. La forte déformation plastique introduite au niveau des têtes de l'échantillon provoquant des ruptures fréquentes et ne permettant pas d'obtenir une déformation homogène importante, nous a conduit à améliorer ce dispositif en collant directement l'échantillon entre deux matrices adaptables sur le montage (figure 4).

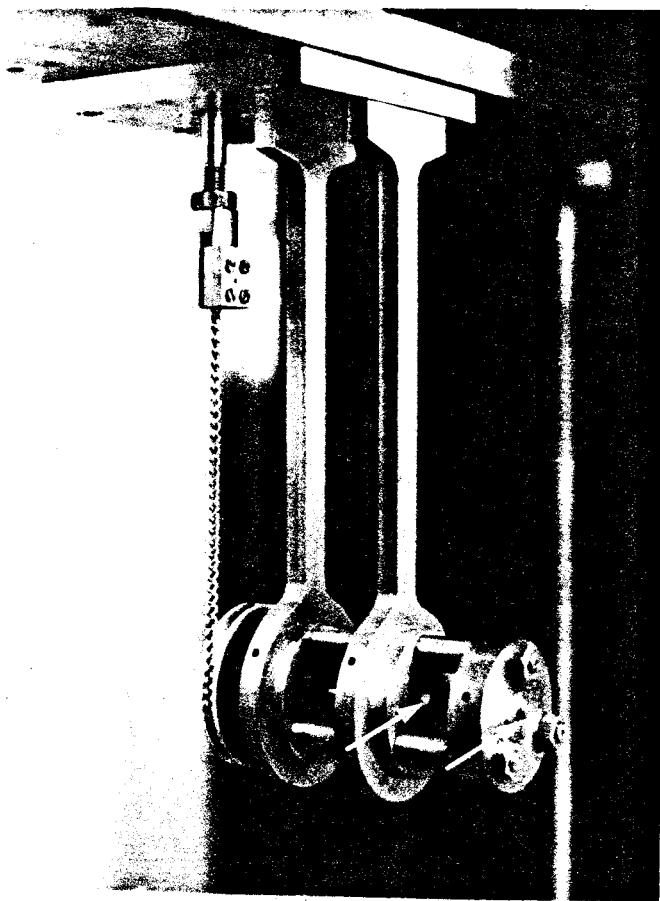


FIGURE 3 DISPOSITIF DE
TORSION. LES DEUX MATRICES
SUPPORTANT L'ECHANTILLON
SONT REPEREES PAR DES
FLECHES

Bien que de manipulation délicate, ce dernier procédé présente de nombreux avantages :

- Il permet de positionner très exactement le cristal dans l'axe de torsion de la machine.
- Les manipulations mécaniques des échantillons sont réduites au maximum.
- Les fractures de l'éprouvette n'apparaissent que pour des torsions excédant un degré par millimètre.

Le collage des échantillons est effectué avec de l'haraldite dont la résistance au cisaillement est suffisante pour ce type d'essai.

Les échantillons déformés sont ensuite décollés par immersion dans le mélange suivant :

17 %	alcool méthylique	} en volume
83 %	chlorure de méthylène	

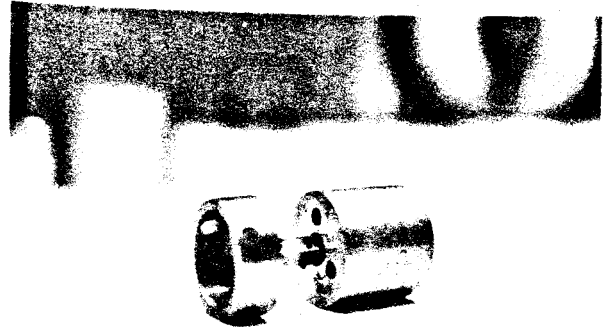
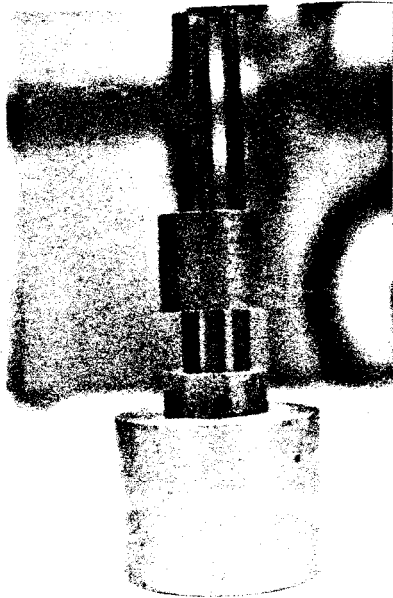


FIGURE 4

DISPOSITIF DE FIXATION DES EPROUVETTES DE
TORSION

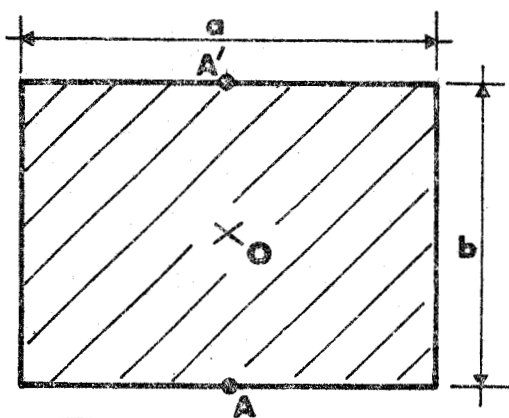
II.3.3. TORSION DES EPROUVETTES

Lorsque le couple de torsion est appliqué autour de l'axe \bar{c} , seules les dislocations \bar{c} -vis (dont le facteur de Schmid n'est pas nul) sont sollicitées par la contrainte externe. Cependant compte-tenu de la géométrie de la déformation, elles ne peuvent conduire à l'établissement d'une sous-structure aboutissant à la torsion plastique imposée.

En fait, cette sous-structure se constitue à l'aide du glissement secondaire des \bar{a} -vis, déclenché par les contraintes internes. Il n'est donc pas étonnant que ce mode de déformation complexe ne puisse être obtenu qu'à très basse vitesse.

La vitesse de rotation maximum au-delà de laquelle se produit la rupture de l'éprouvette a été évaluée à environ $3 \cdot 10^{-4}$ rd mm⁻¹. Dans ces conditions, un essai de déformation dure la plupart du temps près de 10 heures.

La courbe représentée figure 5 est typique des différents essais de déformation effectués. Elle est dépouillée en tenant compte de la forme parallélépipédique de l'éprouvette [19].



$$M = G \theta J \quad (II.3.3.1.)$$

(avec $J = \alpha b^3 a$)

$$\tau_M = \frac{M}{\beta b^2 a} \quad \text{en } A \text{ et } A'$$

où M est le moment appliqué,
 G le module de cisaillement,
 J le moment d'inertie en O .

α et β sont des constantes qui dépendent du rapport a/b . Elles sont reportées dans le tableau ci-dessous :

a/b	1	1,5	2
α	0,141	0,196	0,229
β	0,208	0,231	0,246

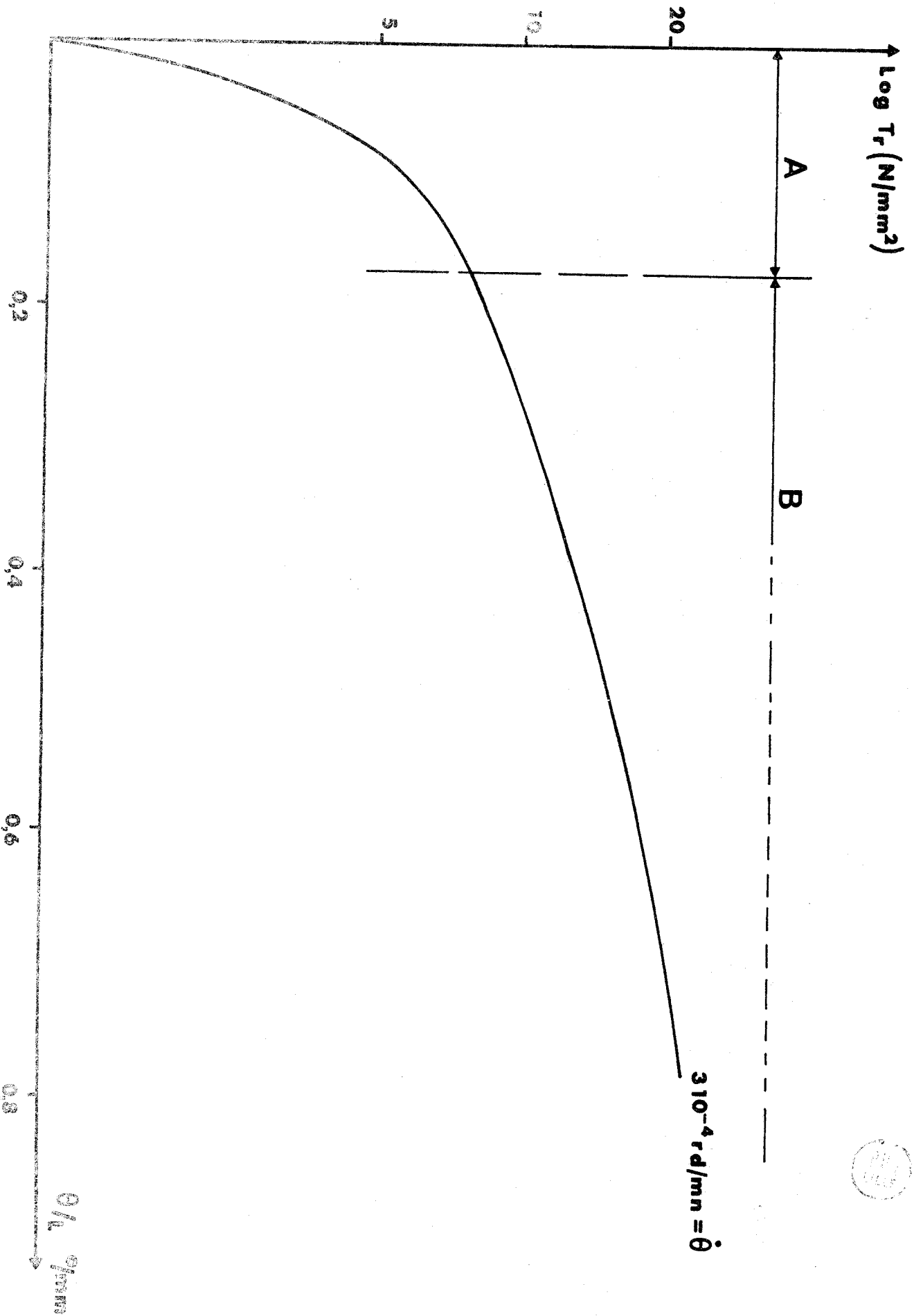


FIGURE 5
CARRIÈRE
CANTONNANTE
ANCIENNE
DE TARDON



Les torsions maximales obtenues dépassent rarement $0,9^\circ / \text{mm}$.

Le premier stade de déformation (partie A) correspond à un stade de microplasticité supprimant toute rupture franche à la limite élastique.

La partie B présente des discontinuités faiblement espacées et dont l'amplitude semble se stabiliser avec le taux de déformation. Ces discontinuités correspondent peut-être à des déplacements collectifs de dislocations.

II.4. SOUS-STRUCTURES OBTENUES

II.4.1. ECHANTILLONS BRUTS DE DEFORMATION

Nous avons effectué les observations à l'aide de la microscopie électronique et de la technique de Berg-Barrett. Avant de décrire les résultats obtenus en Berg-Barrett, mentionnons que les observations au microscope électronique ont montré un très grand nombre de dislocations \bar{a} de caractère peu marqué (orientation vis et coin) et quelques traces de glissement \bar{c} . En fait, dans ces cas, la sous-structure est peu organisée et les dislocations \bar{a} -vis perdent leur caractère afin de minimiser leur tension de ligne. La microscopie n'est donc pas adaptée à ce type d'observation. Elle confirme néanmoins que les dislocations \bar{a} se sont multipliées bien qu'elles n'aient pas été directement sollicitées par la contrainte externe.

II.4.1.1. Observations par la technique de Berg-Barrett

La technique de Berg-Barrett est non destructive et ne nécessite pas la préparation de lames particulières (comme dans la méthode de Lang). Elle est donc parfaitement adaptée à notre cas.

Les faces des éprouvettes étant du type $(10\bar{1}0)$ et $(11\bar{2}0)$, nous avons utilisé les réflexions suivantes :

face observée	plan réflecteur	angle de Bragg pour le Cu	facteur de structure
$(10\bar{1}0)$	$\langle 40\bar{4}0 \rangle$	$53^{\circ} 12'$	77
$(11\bar{2}0)$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	32°	63,5

Les figures 6 a et 6 b représentent respectivement les topographies obtenues sur les faces $(10\bar{1}0)$ et $(11\bar{2}0)$ d'un échantillon ayant subi une torsion de l'ordre de $0,6^{\circ} / \text{mm}$.

♦ Sur les deux topographies, on constate la présence de contrastes parallèles aux plans de base et cohérents avec la présence de sous-joints grossiers de torsion, constitués des trois familles de dislocations \bar{a} -vis.

Le fait que ces parois de dislocation n'aient pu être observées au microscope électronique indique que les dislocations \bar{a} -vis, constituant en majorité ces parois, peuvent être considérées théoriquement comme indépendantes, c'est à dire développant encore dans le cristal des champs de déformation à longue distance.

♦ Les lignes fines et parallèles aux tracés des plans de glissement indiquent qu'il existe également un taux notable de dislocations de caractère non déterminé mais probablement constitué de dislocations \bar{c} (puisque seules les dislocations \bar{c} -vis sont sollicitées par la contrainte externe).

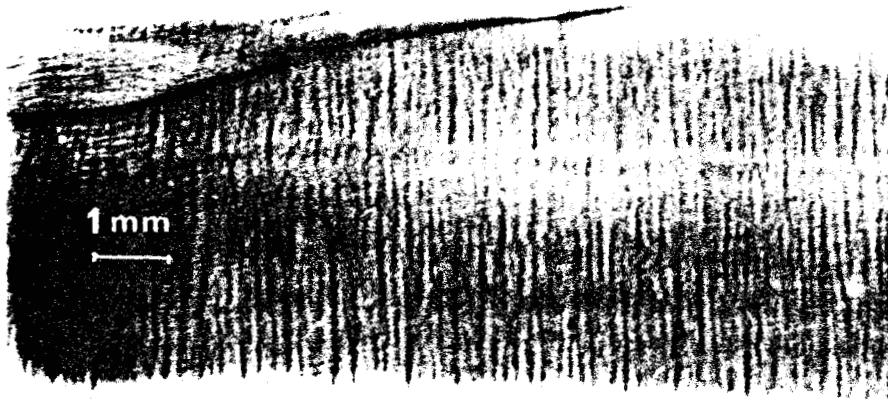


FIGURE 6 a
BERG-BARRETT - TOPOGRAPHIE
D'UNE FACE $(10\bar{1}0)$

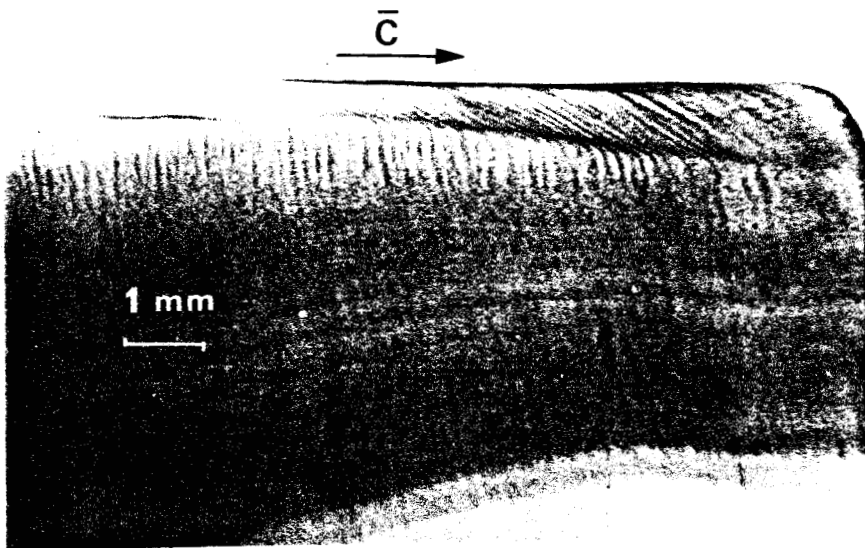


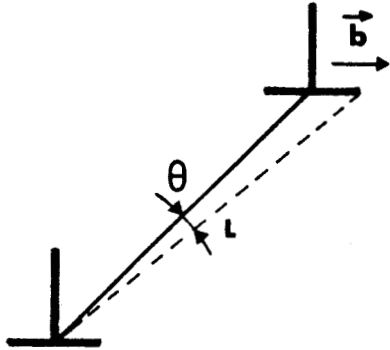
FIGURE 6 b
BERG-BARRETT - TOPOGRAPHIE
D'UNE FACE $(11\bar{2}0)$

II.4.1.2. Evaluation de la densité de dislocations

La densité de dislocations \bar{a} -vis peut être évaluée grossièrement en assimilant ces parois de dislocations à des sous-joints de torsion parfaits constitués par les trois familles de dislocations \bar{a} -vis. Dans ce cas, l'angle de torsion θ par unité de longueur peut être relié à la densité de dislocations par la formule suivante [17].



$$\rho = 3 \frac{\theta}{b}$$



Le facteur 3 provient de la présence des trois familles de dislocations.

On trouve pour une torsion de $0,6^\circ / \text{mm}$:

$$\rho \sim 7 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$$

La densité de dislocations peut être également évaluée par la technique des figures d'attaque.

La figure 7 représente la surface $(10\bar{1}0)$ d'un cristal déformé après immersion dans la solution d'attaque suivante [12] :

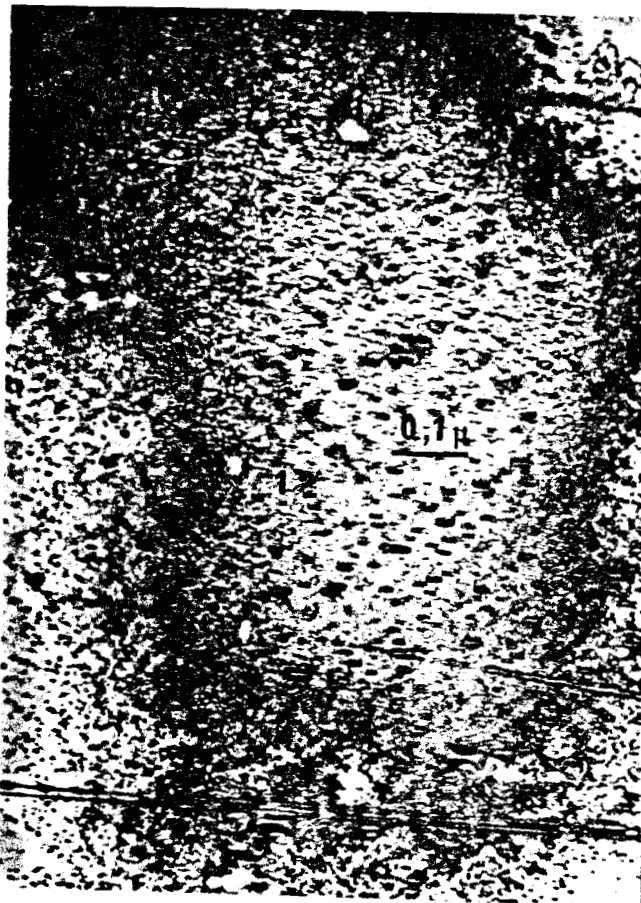
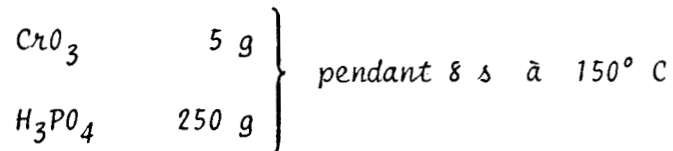


FIGURE 7
FIGURE D'ATTAQUE SUR
UNE FACE $(10\bar{1}0)$. LA
LIMITE DE RESOLUTION
EST DEPASSEE.

La densité estimée à partir de la figure 7 est supérieure à 10^8 cm^{-2} , valeur supérieure d'un facteur 10 à la valeur calculée précédemment.

Ces deux valeurs représentent probablement deux limites extrêmes entre lesquelles se trouve la véritable mesure.

II.4.2. ECHANTILLONS DEFORMES RECUITS

Les échantillons bruts de déformation conduisent à l'obtention d'une sous-structure où les dislocations \bar{a} -vis n'écrantent pas leur champ de contrainte à longue distance.

De façon à tester le rôle de ces champs de contrainte sur les effets galvanomagnétiques, nous avons tenté de "consolider" la sous-structure de dislocations \bar{a} -vis obtenue après déformation en effectuant un recuit des échantillons déformés.

De façon à éviter tout dopage pendant le recuit, les éprouvettes ont été placées dans des ampoules de quartz, sous une atmosphère d'argon ultra-pur. Ainsi que le montrent les mesures d'effet Hall effectuées sur des échantillons de référence (chapitre III), cette précaution minimise toute perturbation introduite par l'expérience de recuit.

La figure 8 représente une topographie de Berg-Barrett obtenue sur un échantillon déformé puis recuit pendant 72 heures à $9/10 T_f$.

On constate que les plans de glissement ne sont plus visibles (minimisation de la densité de dislocations \bar{c}), et que les sous-joints de dislocation \bar{a} -vis sont mieux constitués (contraste plus marqué).

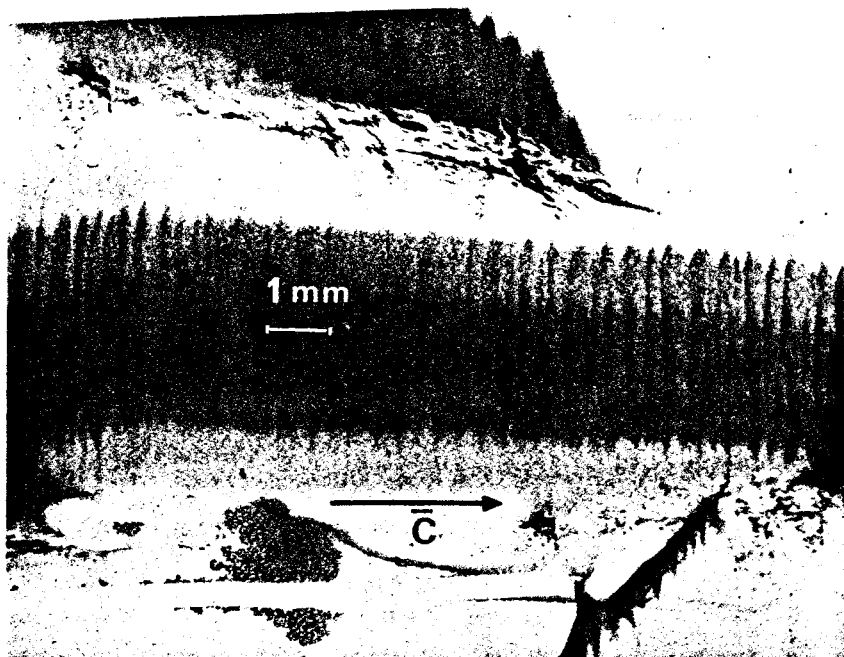


FIGURE 8 TOPOGRAPHIE
DE BERG-BARRETT SUR
UNE FACE (10T0).
ECHANTILLON RECUIT

Ces sous-joints, plus stables, ont pu cette fois être observés
au microscope électronique (figure 9).

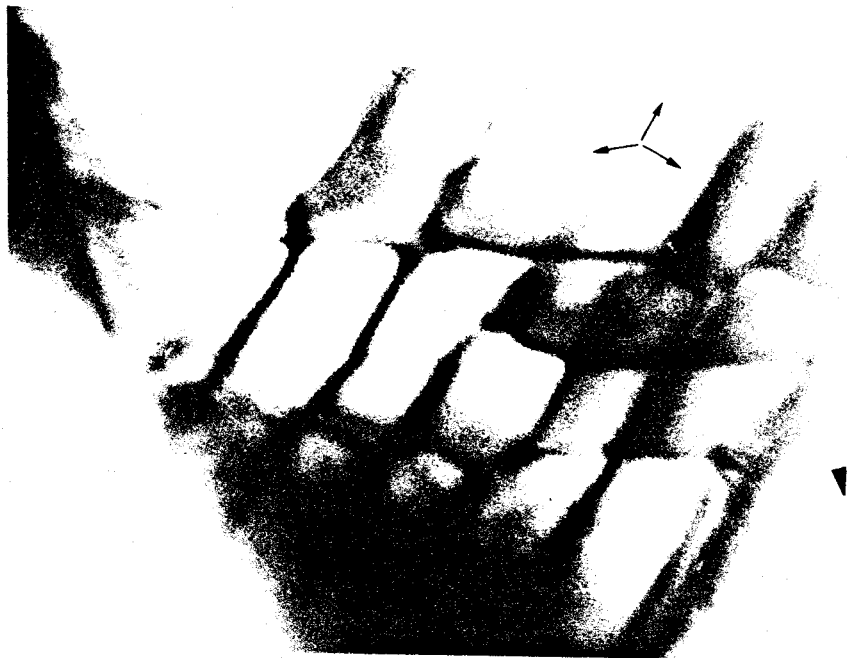


FIGURE 9
SOUS-JOINTS DE TORSION
 \bar{a} -VIS GROSSISSEMENT
14 400

L'ensemble de ces observations montre que lorsque les
échantillons déformés ont subi un recuit prolongé à haute température, la
sous-structure se stabilise en sous-joints mieux constitués minimisant
les champs de déformation à longue distance.



II.5. CONCLUSION

La torsion d'échantillons autour de l'axe \bar{c} à température ambiante est un chemin de déformation possible aboutissant à la multiplication des dislocations \bar{a} - vis.

Lors de la déformation, seules les dislocations \bar{c} - vis sont sollicitées par la contrainte externe ; leur multiplication aboutit probablement à la formation d'empilements qui développent un champ de contrainte interne. Ces contraintes internes déclenchent le glissement secondaire des trois familles de dislocations \bar{a} -vis qui seules peuvent conduire à l'obtention d'une sous-structure justifiant la déformation imposée.

La torsion étant effectuée à température ambiante, la montée des dislocations n'est pas autorisée. Ainsi les sous-joints obtenus sont grossièrement constitués. Ce premier cas de sous-structure peut être schématisé comme étant constitué essentiellement de dislocations \bar{a} -vis possédant un champ de contrainte à longue distance.

Lorsque la déformation est suivie d'un recuit, au cours duquel les dislocations peuvent monter (mouvement en dehors de leur plan de glissement), la sous-structure s'affine et s'organise en sous-joints assez bien constitués sans champ de contrainte à longue distance.

En définitive, nous disposons de deux types de sous-structures constituées de dislocations \bar{a} -vis et pouvant être schématiquement décrites de la manière suivante :

- Cas 1 : dislocations \bar{a} -vis "indépendantes" développant des champs de contrainte à longue distance,
- Cas 2 : dislocations \bar{a} -vis regroupées sous forme de sous-joints de torsion sans champ de déformation à longue distance.

La conséquence des mesures galvanomagnétiques effectuées sur chacun de ces cas nous permet dans le chapitre suivant d'étudier le rôle du champ de déformation des dislocations et celui de la sous-structure.

III MESURES

GALVANOMAGNETIQUES

La possibilité d'introduire les dislocations *à-vis* dans des échantillons de taille suffisante nous a permis d'effectuer les mesures de conductivité et d'effet Hall, et de pouvoir les comparer à des échantillons de référence. Cette comparaison montre que les dislocations *à-vis* sont responsables d'une forte diffusion des porteurs libres, et que cette diffusion est liée au champ de déformation des dislocations.

Avant de décrire les principaux résultats de ces mesures galvanomagnétiques, nous rappelons brièvement les propriétés de transport du tellure. Nous dégageons enfin la signification physique des résultats expérimentaux.

III.1. PROPRIETES DE TRANSPORT DU TELLURE

Les propriétés de transport électriques isothermes peuvent être phénoménologiquement décrites par l'expression suivante :

$$E_i = \rho_{ij} I_j + \rho_{ijk} I_j B_k + \rho_{ijkl} I_j B_k B_l + \dots \quad (\text{III.1.1.})$$

où \bar{E} est le champ électrique, \bar{I} la densité de courant, \bar{B} l'induction magnétique. ρ_{ij} , ρ_{ijk} et ρ_{ijkl} représentent respectivement les coefficients des tenseurs de résistivité, d'effet Hall et d'effets galvanomagnétiques du second ordre.

Ces différents tenseurs sont invariants par rapport aux opérations de symétrie du groupe ponctuel (32) [20]. Leur réduction conduit à l'existence de deux coefficients indépendants pour le tenseur de résistivité ainsi que pour le tenseur de l'effet Hall.

$$\begin{aligned}
 (\rho_{ij}) &= \begin{pmatrix} \rho_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \rho_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \rho_{33} \end{pmatrix} \\
 \rho_{ijk}) &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & -\rho_{231} & 0 & \rho_{123} & 0 \\ 0 & 0 & \rho_{231} & 0 & 0 & 0 & -\rho_{123} & 0 & 0 \\ 0 & -\rho_{231} & 0 & \rho_{231} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}
 \end{aligned}
 \quad \left. \vphantom{\begin{aligned} (\rho_{ij}) \\ \rho_{ijk}) \end{aligned}} \right\} \text{(III.1.2.)}$$

On pose généralement $R_1 = \rho_{231}$ et $R_2 = \rho_{123}$.

Quelle que soit la nature des impuretés, le tellure reste un semi-conducteur de type p dans la région de conductivité extrinsèque.

La figure 10 représente la variation du coefficient Hall en fonction de T^{-1} , mesurée sur deux de nos échantillons de référence (NR non recuit, R recuit).

Les deux courbes présentent un point d'inversion de l'effet Hall, montrant que le type de porteurs devient n dès que l'on aborde le domaine de conductivité intrinsèque. La position de ce point d'inversion dépend très sensiblement du dopage initial de l'échantillon. Cette mesure peut se faire précisément. Elle constitue un moyen sûr pour déceler toute variation de la densité de porteurs libres.

A 500 K, l'effet Hall présente une seconde inversion. Ce fait est attribué à la multiplicité des bandes de valence dans lesquelles les trous posséderaient différentes mobilités.

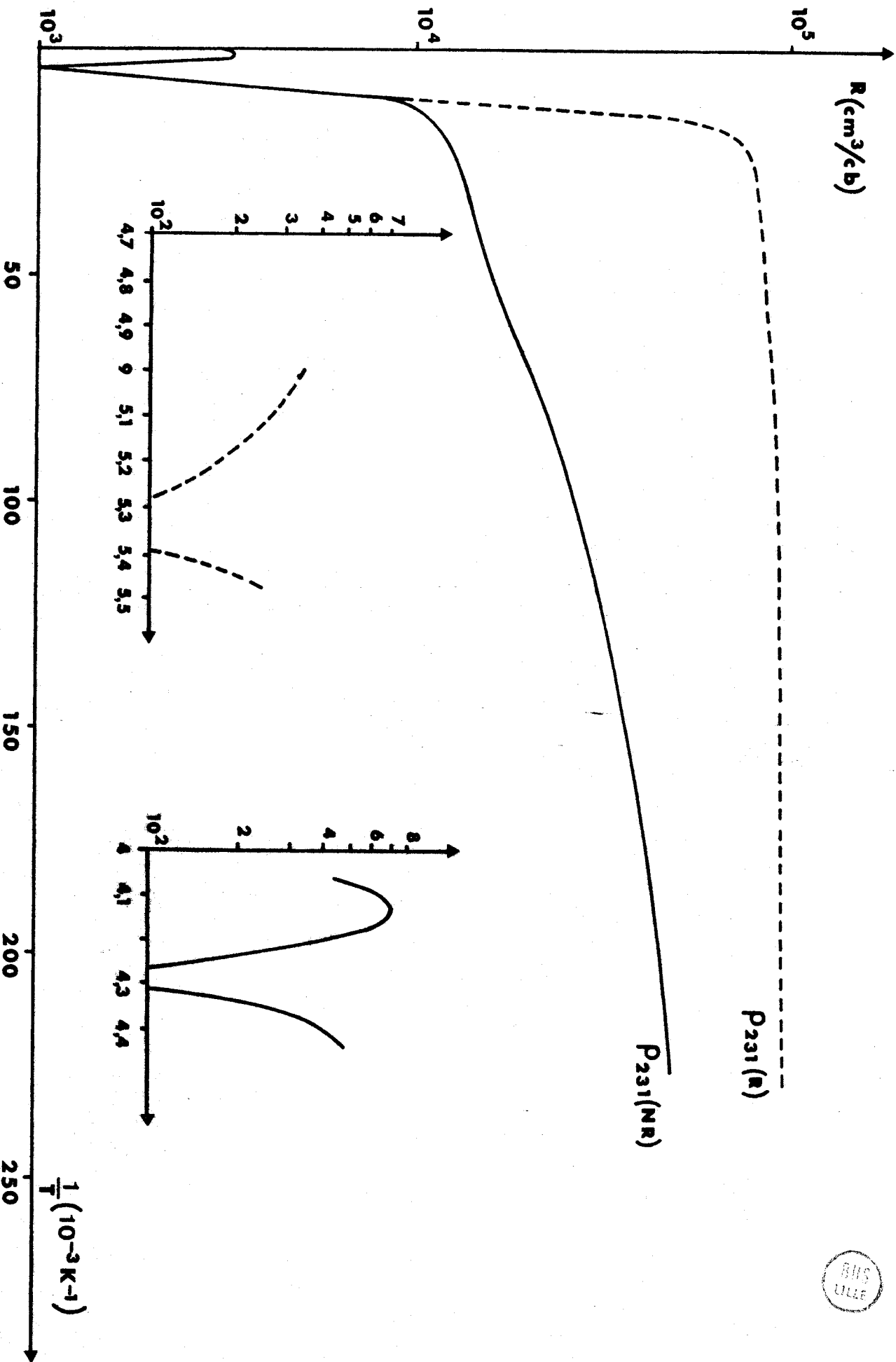


FIGURE 10 COEFFICIENT D'EFFET HALL ECHANTILLONS DE REFERENCE
 R RECUITS NR NON RECUITS

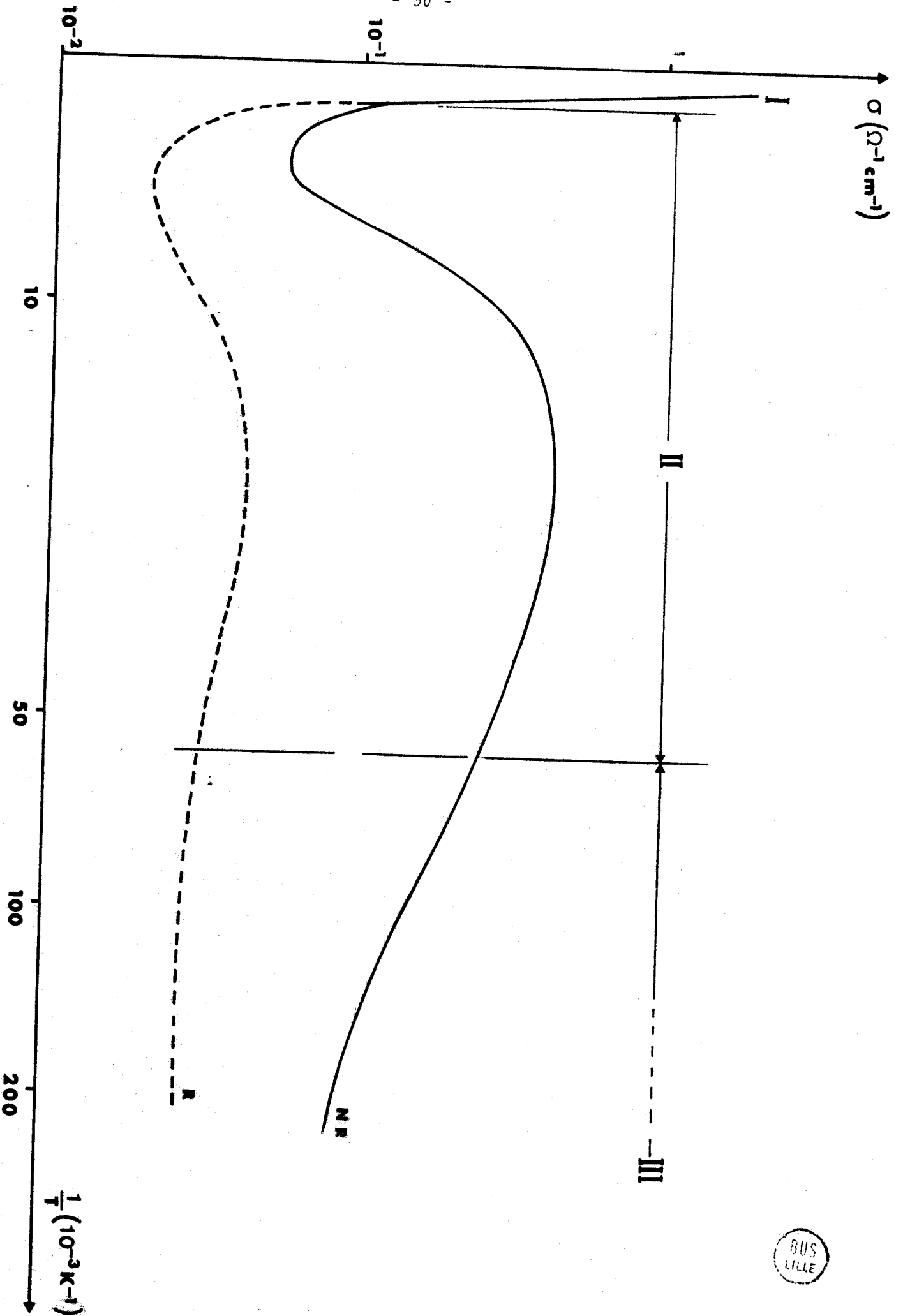


FIGURE 11 COEFFICIENT DE CONDUCTIVITE A



Les courbes de conductivité obtenues sur ces échantillons de référence sont présentées figure 11.

On y distingue trois parties :

- La partie I correspond au régime de conductivité intrinsèque. La pente de cette courbe est cohérente avec la largeur de la bande d'énergie interdite.

$$E_G = 0,33 \text{ eV} \quad (\text{III.1.3.})$$

- La partie II, située dans le domaine extrinsèque, montre un nouvel accroissement de la conductivité. Cet accroissement est lié à la disparition progressive des phonons acoustiques.
- La partie III correspond à la diffusion des porteurs libres par les impuretés ionisées.

La comparaison des mesures effectuées sur les échantillons de référence montre que le recuit conduit généralement à une diminution de la densité de porteurs libres sans toutefois modifier de façon notable leur mobilité.

III.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX

III.2.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Les mesures expérimentales de conductivité et d'effet Hall sur les échantillons déformés ont systématiquement été doublées par des mesures équivalentes sur des échantillons de référence, ayant subi le même traitement thermique que leurs homologues déformés.

Ces mesures ont été effectuées entre la température ambiante et la température de l'hélium liquide. Ce large domaine de température est nécessaire. Il contient tout le domaine de conductivité extrinsèque, ainsi que le premier point d'inversion de l'effet Hall dont la mesure est nécessaire pour déceler toute variation éventuelle du nombre de porteurs libres.

L'effet Hall a été mesuré à champ magnétique suffisamment faible pour éviter tout écart à la linéarité introduit par les effets galvanomagnétiques du second ordre ($B < 0,3 \text{ T}$).

Les contacts électriques sur les échantillons sont réalisés avec des fils d'or de $0,2 \text{ mm}$ de diamètre par fusion locale du tellure. Cette fusion est obtenue par la décharge d'un condensateur dans le fil d'or. Elle conduit à une profondeur de pénétration du fil de l'ordre de $0,2 \text{ mm}$. Celle-ci n'affecte pas les mesures de conductivité, mais doit être prise en compte dans le dépouillement des courbes d'effet Hall. (Notons que la profondeur de pénétration des différents contacts ne modifie pas la température d'inversion de l'effet Hall).

Pour détecter la tension de Hall, nous avons utilisé la technique de mesure à trois points associée à une méthode de pont (figure 12). Cette technique est nécessaire dans le cas du tellure pour lequel l'alignement dépend très sensiblement de la température.

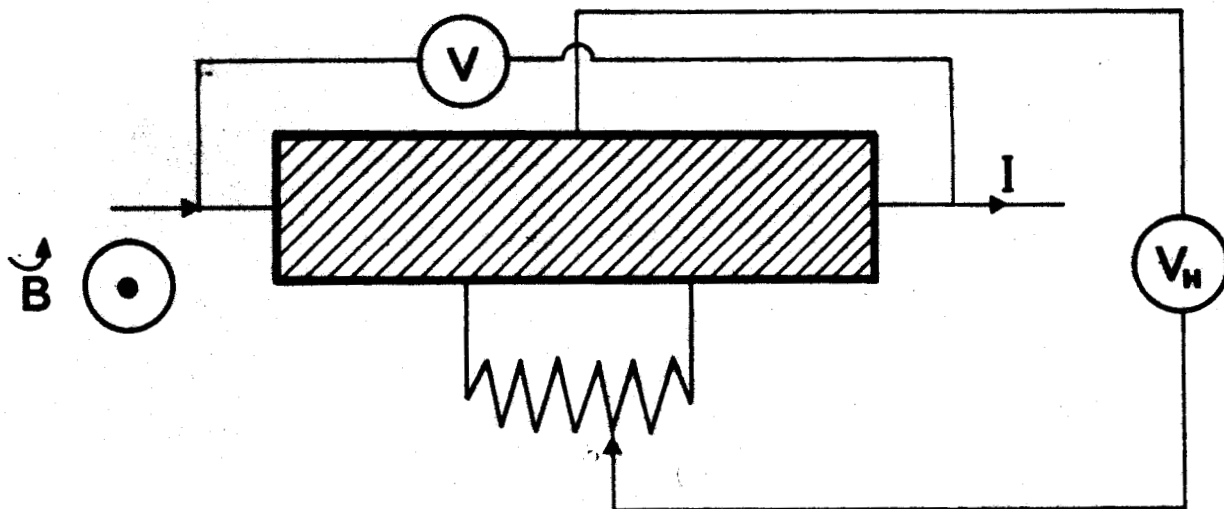


FIGURE 12 MESURE DE L'EFFET HALL EN COURANT CONTINU PAR LA TECHNIQUE DES 3 POINTS

Lors de la mesure, les échantillons ne sont pas collés sur un support quelconque, mais simplement suspendus aux fils de contact. Cette précaution évite toute rupture lors de la mise en froid des éprouvettes.

Les basses températures sont obtenues par un jet d'hélium thermostaté dans le "polycryostat" fabriqué par "l'Air Liquide". Cette méthode permet une mise en température très lente, ce qui évite toute trempe des défauts ponctuels.

Compte-tenu de la forme des éprouvettes ($1,5 \times 1,5 \times 9 \text{ mm}^3$, grands côtés parallèles à l'axe \bar{c}), les seuls coefficients galvanomagnétiques que l'on puisse atteindre sont :

□ σ_{33} pour la conductivité,

□ $R_1(\rho_{231})$ pour l'effet Hall.

Pour le calcul du nombre de porteurs, nous avons assimilé directement la constante de Hall à l'inverse de la densité de porteurs libres.

$$R = 1 / ne \quad (\text{III.2.1.1.})$$

III.2. MESURE DES COEFFICIENTS GALVANOMAGNETIQUES

Avant de décrire l'ensemble des résultats expérimentaux, rappelons que les échantillons déformés

- de type I contiennent des dislocations \bar{a} -vis indépendantes et développant des champs de contrainte à longue distance,
- de type II contiennent des dislocations \bar{a} -vis engagées dans des sous-joints, sans champ de contrainte à longue distance.

III.2.2.1. Conductivité

Les figures 13 et 14 reproduisent respectivement les courbes de conductivité obtenues sur un échantillon de type I et sa référence, puis sur un échantillon de type II et sa référence. Les échantillons déformés ont subi une torsion de $0,6^\circ / \text{mm}$.

Pour les échantillons de type I, on constate que la conductivité de l'échantillon déformé est systématiquement inférieure à celle de son homologue non déformé, dans tout le domaine de conductivité extrinsèque.

Dans le cas II, la conductivité des échantillons déformés est par contre systématiquement supérieure à celle de ses références.

III.2.2.2. Effet Hall

Les mesures du coefficient Hall effectuées sur des échantillons de type I sont représentées figure 15. On constate que dans le domaine extrinsèque, les deux courbes sont légèrement différentes (présence d'un point de croisement).

En fait, cette dispersion ne décrit pas une variation du nombre de porteurs libres. En effet, les points d'inversion sont identiques pour les deux courbes. La dispersion du coefficient Hall peut être attribuée à une variation du facteur α intervenant dans la constante de Hall ($R = \alpha / ne$). Ce facteur α dépend des mécanismes de diffusion des porteurs libres par l'intermédiaire du temps de relaxation ($\alpha = \langle \tau^2 \rangle / \langle \tau \rangle^2$).

Les dislocations \bar{a} -vis, dans le cas I, n'introduisent donc pas de variation mesurable du nombre de porteurs libres.

Les mesures d'effet Hall correspondant au cas II sont représentées figure 16. On constate cette fois une forte diminution de la constante de Hall dans le cas d'échantillons déformés. De plus, le point d'inversion de l'échantillon déformé est déplacé vers les hautes températures d'une valeur de 5° par rapport à sa référence. Les résultats sont cohérents avec une augmentation du nombre de porteurs libres dans les échantillons déformés puis recuits, en comparaison avec leur référence.

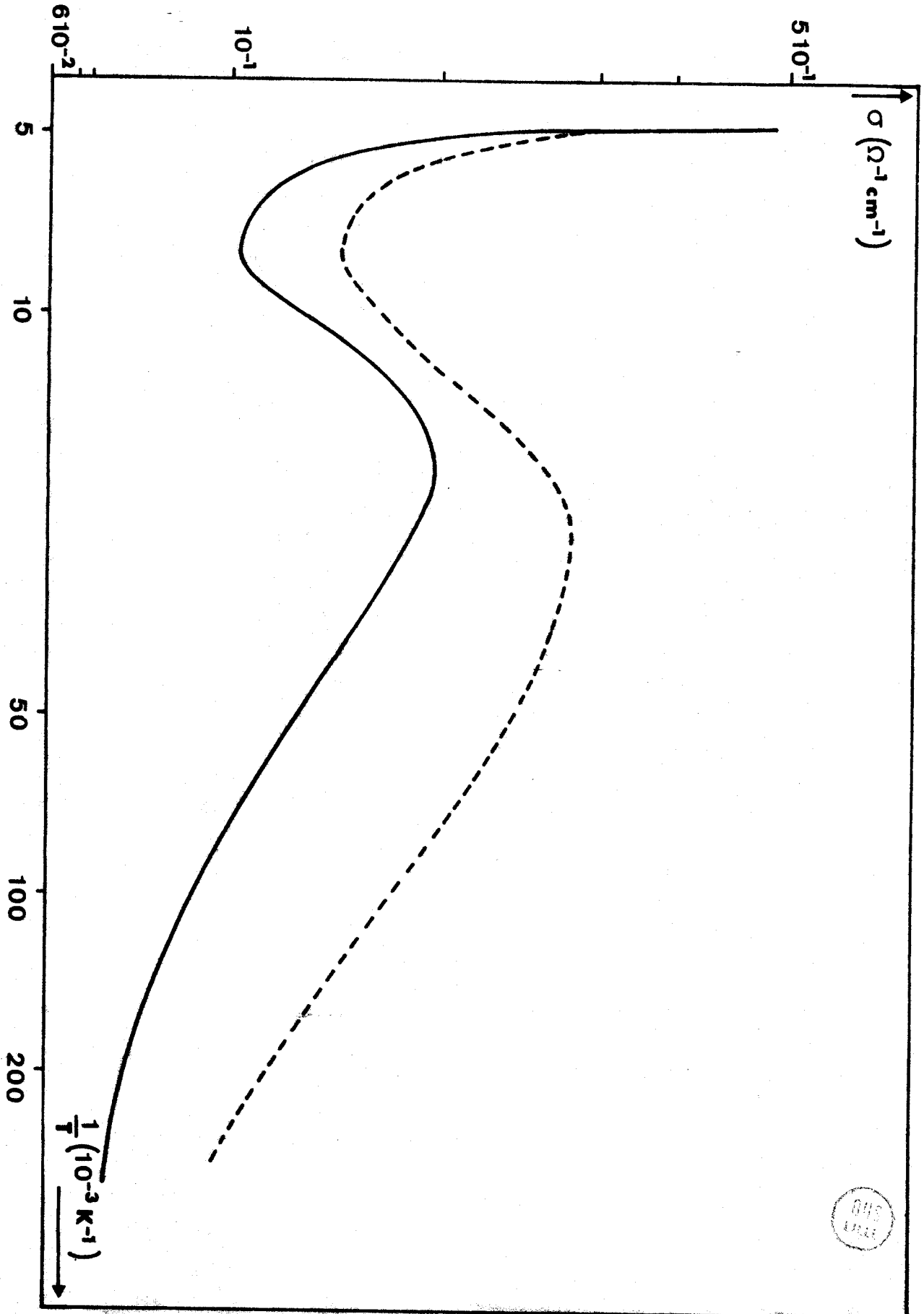


FIGURE 13 MESURE DE σ_{33} SUR DES ECHANTILLONS NON RECUTTS



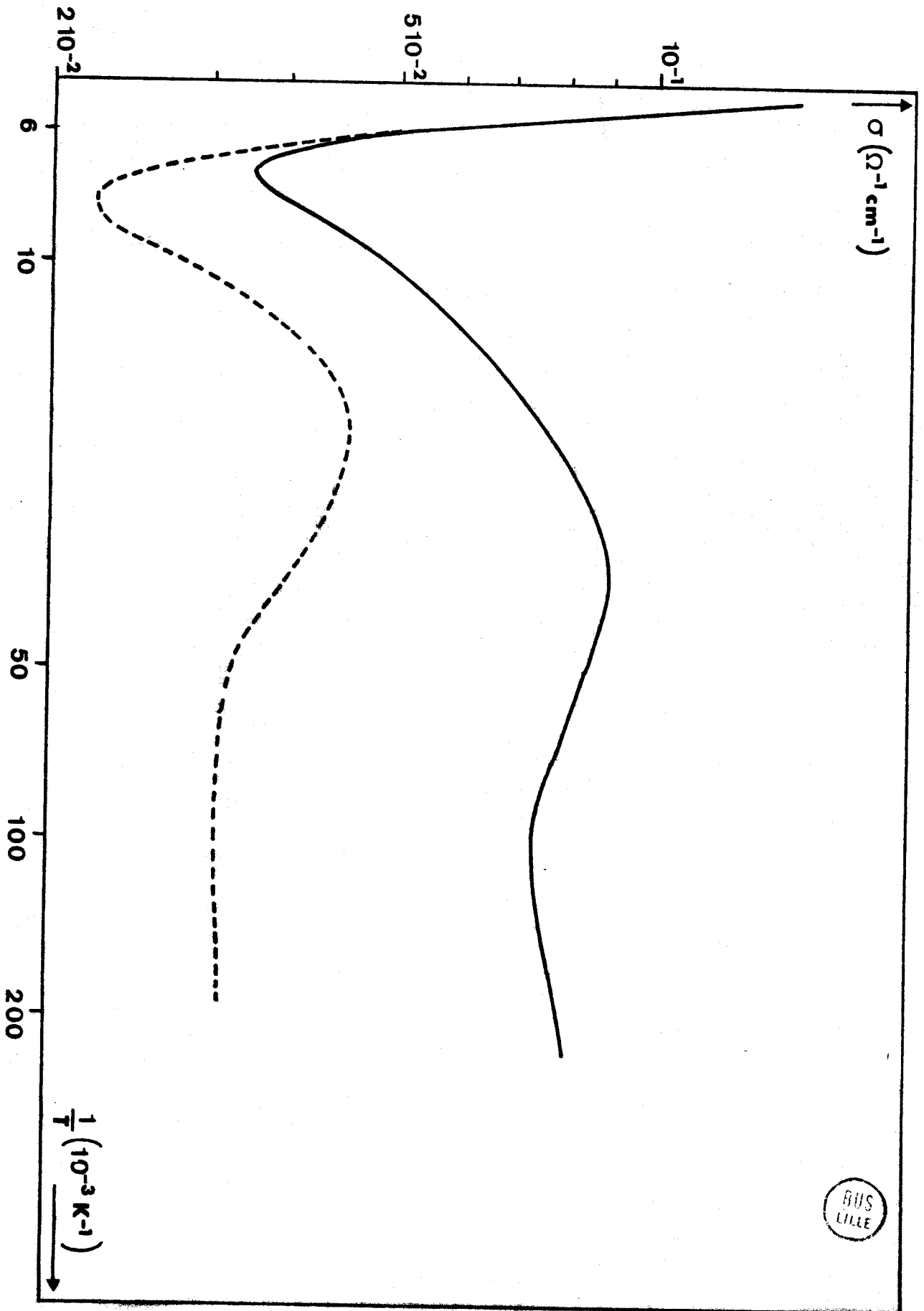


FIGURE 14 MESURE DE σ_{33} POUR LES ECHANTILLONS RECUITS

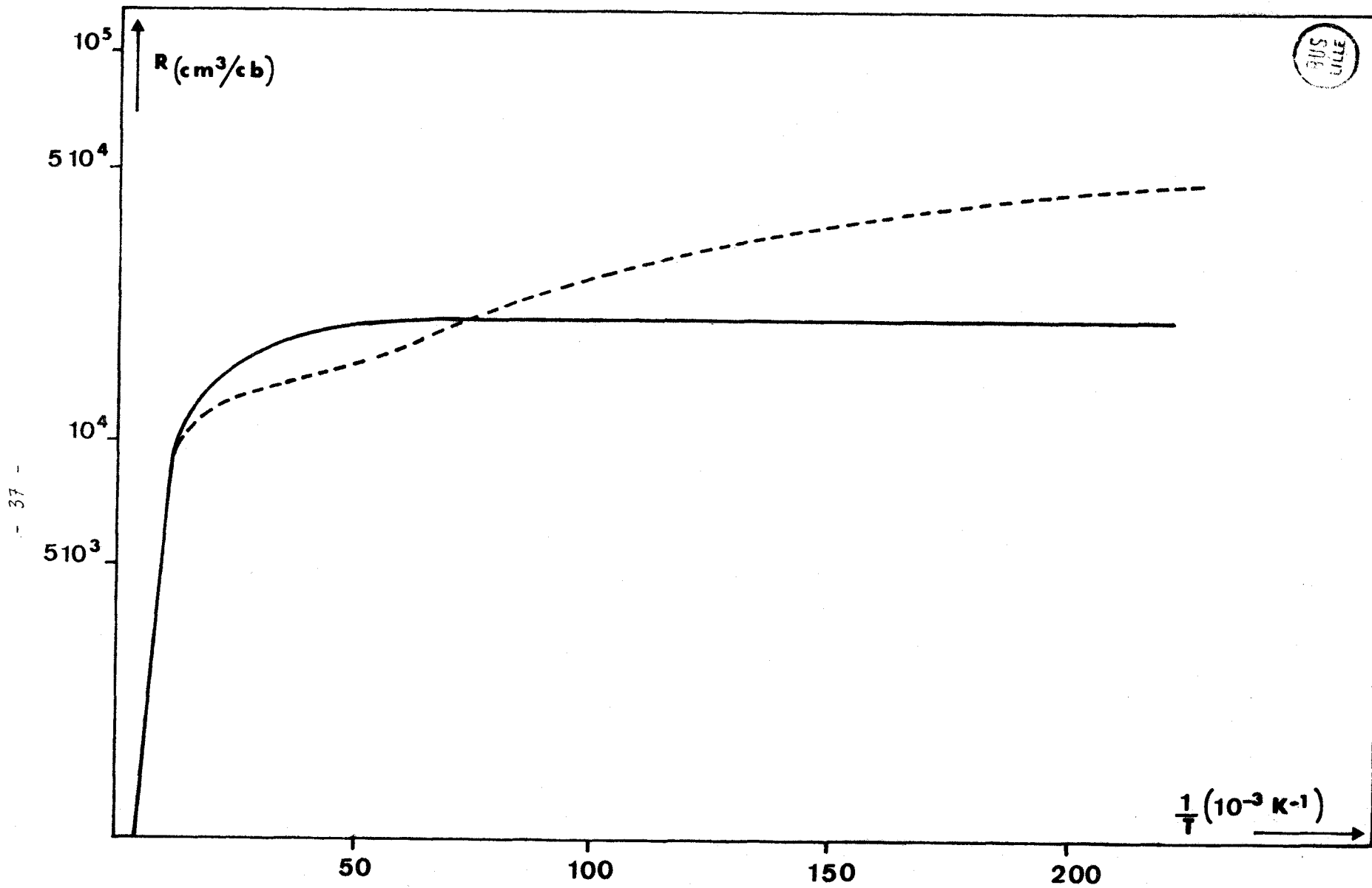


FIGURE 15 MESURE DU COEFFICIENT DE L'EFFET HALL R_1

(----- REFERENCE ——— DEEODME)

III.2.2.3. Mobilité des porteurs libres

Afin de pouvoir interpréter les courbes de conductivité, nous avons déduit, à l'aide de la loi de Matthiessen l'incrément de résistivité induit par les dislocations \bar{a} -vis.

$$\left(\frac{1}{\mu}\right)_{\text{dislo}} = \left(\frac{1}{\mu}\right)_{\text{déf}} - \left(\frac{1}{\mu}\right)_{\text{réf}} \quad (\text{III.2.2.3.1.})$$

Dans le cas II, l'application de cette expression ne conduit à aucune variation notable de la mobilité des porteurs libres : les dislocations \bar{a} -vis ne modifient donc pas la mobilité des porteurs libres lorsqu'elles sont engagées dans une sous-structure de sous-joints.

Dans le cas I, par contre, les dislocations \bar{a} -vis sont responsables d'un incrément notable de la mobilité des porteurs libres (cf. figure 17).

Ces derniers résultats permettent maintenant d'expliquer les courbes de conductivité.

Dans le premier cas, le nombre de porteurs reste constant, tandis que leur mobilité est fortement affectée par la présence des dislocations. La courbe de conductivité ne reflétant que cette diminution de mobilité est donc systématiquement inférieure à celle de l'échantillon de référence dans tout le domaine extrinsèque.

Dans le second cas, la mobilité des porteurs libres n'est pas affectée par les sous-joints, mais le nombre de porteurs est supérieur dans l'échantillon déformé. La conductivité ne reflète que cette augmentation du nombre de porteurs. Elle est systématiquement supérieure à celle de l'échantillon de référence dans tout le domaine extrinsèque.

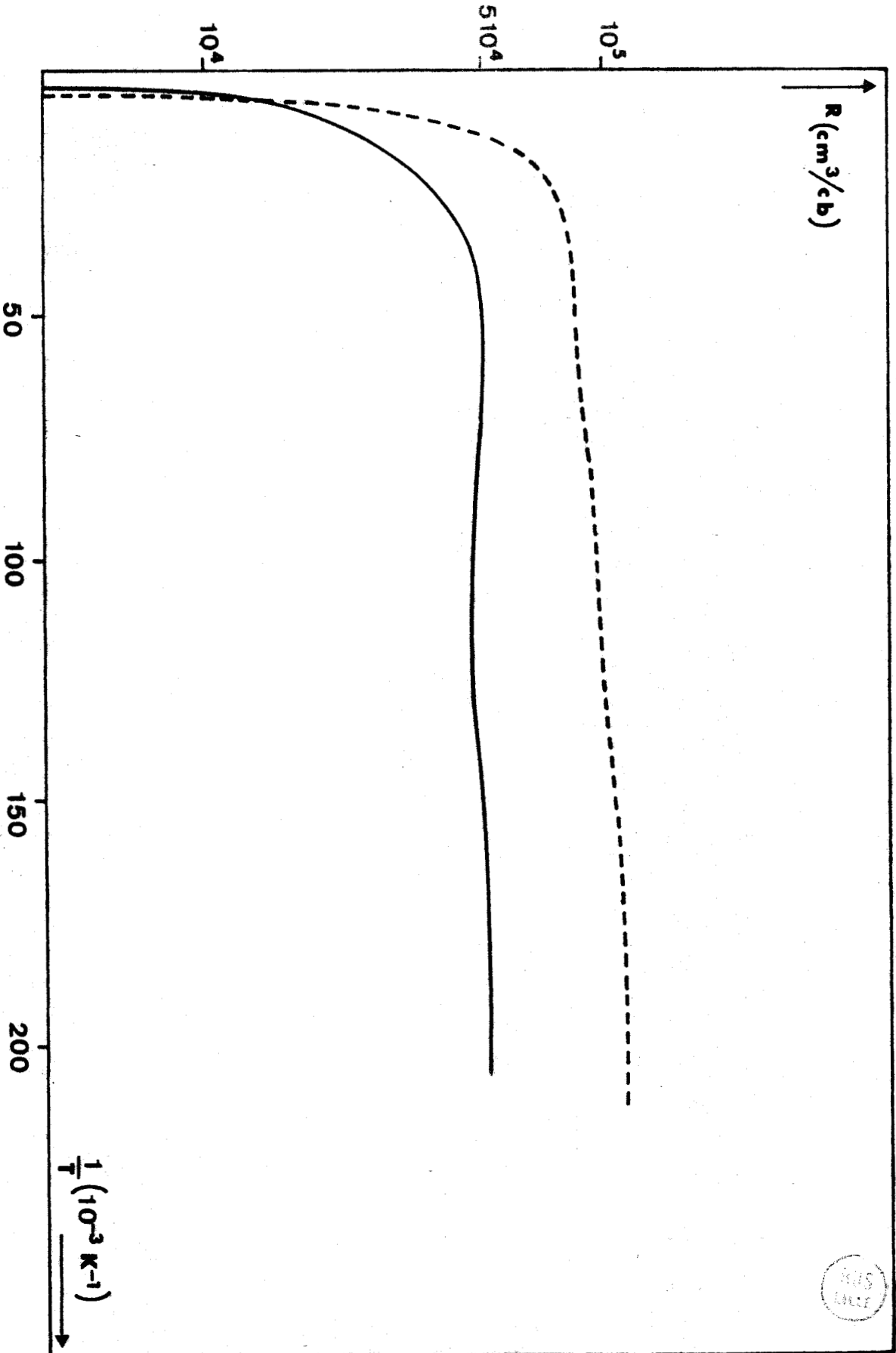


FIGURE 16 MESURE DU COEFFICIENT HALL DES ECHANTILLONS RECUITS
(----- REFERENCE, ——— DEFORME)



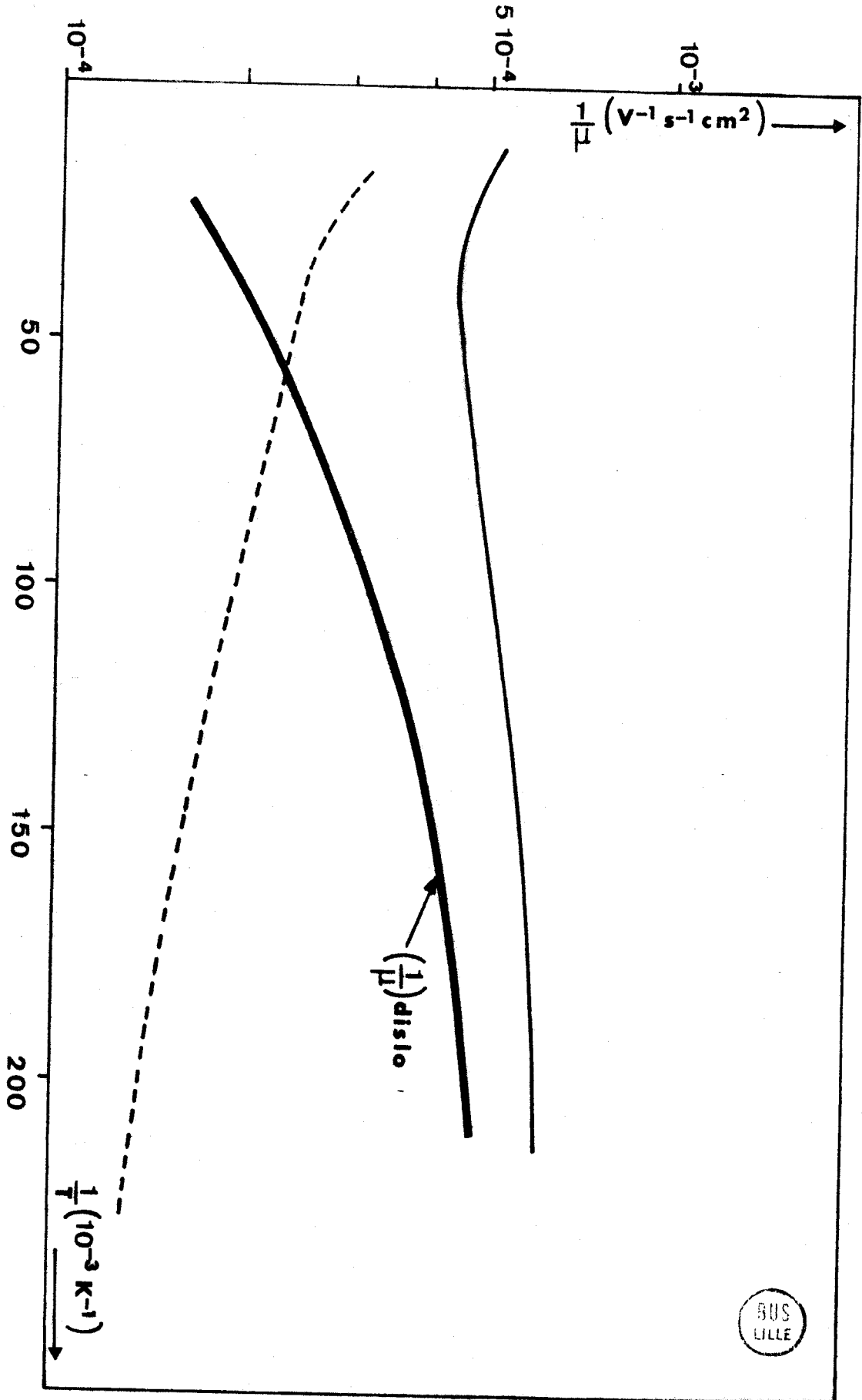


FIGURE 17 INCREMENT DE MOBILITE RECIPROQUE DU AU CHAMP DE DEFORMATION
(—— DEFORME, - - - - - REFERENCE)

SUS
LILLE

III.3. DISCUSSION

Les principaux résultats des mesures galvanomagnétiques sont schématisés dans le tableau suivant :

Cas	Champ de déformation	μ_{dislo}^{-1}	$\Delta \rho$
I	oui	oui	non
II	non	non	oui

Ce tableau montre clairement que l'incrément de résistivité n'existe que dans le cas I, là où les dislocations développent des champs de contrainte à longue distance. La conclusion évidente consiste donc à associer l'effet de diffusion des porteurs libres à un mécanisme lié au champ de déformation des dislocations.

L'interprétation de la variation de la densité des porteurs libres observée dans le cas II est moins immédiate. La question est de savoir si cet accroissement est lié à une propriété inhérente aux dislocations ou est une conséquence de tout autre mécanisme.

Supposons que les dislocations \bar{a} -vis induisent des niveaux extrinsèques dans la bande de conduction et que l'accroissement du nombre de trous soit une conséquence de l'ionisation de ces niveaux :

- ◆ Dans ce cas, la densité linéique de charge le long des dislocations vaudrait :

$$\lambda = \Delta \cdot l / D = \frac{10^{14}}{10^7} / e \text{ cm}^{-1} = 0,1 e \text{ \AA}^{-1}$$

Cette densité linéique est suffisamment élevée pour conduire à un effet notable sur la mobilité des porteurs libres [5]. Cet effet n'est cependant pas observé dans le cas II.

- ◆ Les niveaux extrinsèques induits par les dislocations proviennent essentiellement de l'arrangement des atomes du coeur de la dislocation. Cet arrangement ne dépend pas de la sous-structure dans laquelle les dislocations sont engagées. Aussi, ces niveaux devraient également être observables dans le cas I, ce qui n'est pas le cas.

En conclusion, les dislocations à-vis ne sont pas responsables de la variation du nombre de porteurs libres.

En fait, l'augmentation du nombre de porteurs n'est observable que dans le cas d'échantillons déformés puis recuits. Lors du recuit, les dislocations (dont la sous-structure était mal organisée) peuvent monter. Ce mouvement en dehors de leur plan de glissement nécessite la rupture des chaînes covalentes de la structure. Après recuit, les dislocations peuvent donc être décorées de jogs ou peuvent avoir créé des amas de défauts (petites boucles sessiles durant leur mouvement). Sans aller plus loin dans cette explication, nous attribuons la variation du nombre de porteurs libres à l'existence éventuelle de tels défauts.

Ces défauts chargés peuvent également conduire à une diminution de la mobilité des porteurs libres. En fait, si on les assimile à des défauts ponctuels chargés, leur densité ($\sim 10^{14} \text{ cm}^{-3}$) n'est pas suffisante pour conduire à une diminution notable de la mobilité [4].

En définitive, l'analyse des résultats expérimentaux conduit aux conclusions suivantes :

- ◇1 ◇ les dislocations \bar{a} -vis ne modifient pas le nombre de porteurs libres,
- ◇2 ◇ elles conduisent à une réduction notable de la mobilité des porteurs libres par l'intermédiaire de leur champ de déformation,
- ◇3 ◇ cet effet de diffusion est difficile à observer puisqu'il dépend du type de sous-structure dans laquelle sont engagées les dislocations.

IV DIFFUSION

PIEZOELECTRIQUE DES

DISLOCATIONS A-VIS

L'interprétation des résultats expérimentaux décrite au chapitre précédent montre sans ambiguïté que la diffusion des porteurs libres provient d'un mécanisme lié aux champs de déformation localement introduits dans le cristal.

Le champ de déformation des dislocations conduit à deux types de perturbation du solide :

- i) le déplacement des ions de leur position d'équilibre,
- ii) la déformation des ions eux-mêmes.

Nous analysons l'éventualité de tels mécanismes dans le cas présent des dislocations \bar{a} -vis du tellure.

IV.1. MECANISMES LIES AU POTENTIEL DE DEFORMATION

L'origine de ce type de potentiel de diffusion est principalement liée aux variations locales induites par le champ de déformation.

Supposons que l'on ait en effet déterminé la structure de bande à l'aide d'un calcul de type Wigner-Seitz. L'énergie de l'état k est donnée par :

$$E(k) = E_0(r_s) + \frac{\hbar^2 k^2}{2m^*} \quad (IV.1.1.)$$

où $E_0(r_s)$ est une fonction du rayon r_s de la sphère de Wigner-Seitz.

Toute variation δr_s qui est obtenue par exemple lors d'une déformation homogène du cristal provoque une variation $\delta(E(k))$ donnée par

$$\delta(E(k)) = \frac{\partial E_0(r_s)}{\partial r_s} \quad \delta(r_s) = \frac{r_s}{3} \frac{\partial E_0(r_s)}{\partial r_s} \cdot \frac{\Delta V}{V} \quad (\text{IV.1.2.})$$

Cette variation est donc proportionnelle à la dilatation $\frac{\Delta V}{V} = \text{div } \bar{u} = \text{tr } \bar{\epsilon}$ introduite dans le cristal.

Bardeen et Shockley [21] extrapolèrent cette relation pour les déformations hétérogènes variant lentement :

$$\delta(E(k)) = \frac{r_s}{3} \frac{\partial E_0(r_s)}{\partial r_s} \text{tr } \bar{\epsilon}(\bar{r}) \quad (\text{IV.1.3.})$$

et supposèrent ensuite que le potentiel de diffusion correspondant $\delta V_{\text{ext}}(\bar{r})$ est proportionnel à $\delta E(k)$

$$\delta V_{\text{ext}}(\bar{r}) = E_1 \text{tr } \bar{\epsilon}(\bar{r}) \quad (\text{IV.1.4.})$$

En fait, une analyse plus détaillée d'une déformation homogène [22] conduit à :

$$\delta(E(k)) = \bar{\theta} : \bar{\epsilon} \quad (\text{IV.1.5.})$$

où $\bar{\theta}$ est le tenseur du potentiel de déformation. Cette expression est bien équivalente à l'expression (IV.1.4.) lorsque la surface d'énergie constante est une sphère.

Elle permet cependant d'étendre l'effet de diffusion aux termes de cisaillement d'un champ de déformation lorsqu'il existe plusieurs vallées de conduction et lorsque celles-ci ne possèdent pas les mêmes axes propres.

Dans (IV.1.5.) n'apparaissent que les termes symétriques du tenseur de distorsion. Bonch-Bruevich [23] proposa d'étendre la formule de Bardeen et Shockley aux termes antisymétriques du tenseur de distorsion en ajoutant le terme

$$\delta V_{ext}(\vec{r}) = E_2 (\vec{\xi} \cdot \vec{\text{rot}} \vec{u}(\vec{r})) \quad (\text{IV.1.6.})$$

où $\vec{\xi}$ est un vecteur unitaire normal à la ligne de dislocation.

Ce terme supplémentaire permet d'attribuer un effet de diffusion aux dislocations vis, même dans les milieux isotropes.

Le tenseur de déformation des dislocations \bar{a} -vis du tellure ne contient aucun terme diagonal. Il est uniquement composé que des termes ϵ_{12} et ϵ_{13} [16] car :

$$u_1(x_2, x_3) = \frac{a}{2\pi} \text{Arc. tg} \frac{\sqrt{F_{44} F_{66} - F_{14}^2}}{F_{14}x_2 - F_{66}x_3} x_2 \quad (\text{IV.1.7.})$$

$$u_2 = u_3 = 0$$

avec F_{ij} composantes du tenseur des rigidités élastiques dans la notation réduite à 2 indices.

D'autre part, les différentes surfaces d'énergie constante dans le tellure possèdent toutes les mêmes axes de référence. Suivant la formule (IV.1.5.), aucun effet de diffusion ne peut donc être imputé aux termes symétriques du tenseur de déformation. La seule possibilité est due au terme supplémentaire introduit par Bonch-Bruevich.

Ce calcul a été fait dans le tellure [24] ; il conduit à un effet négligeable ($\mu^{-1} \sim 10^{-7}$, $\text{V}^{-1} \text{s}^{-1} \text{cm}^2$ dans le cas présent).

Ceci est cohérent avec la formulation de Farvacque-Lenglart dans laquelle aucun effet de diffusion n'est prévu au premier ordre par les termes non diagonaux du tenseur de distorsion.

IV.2. LA DIFFUSION PIEZOELECTRIQUE

Dans les cristaux non centrosymétriques, l'application d'une contrainte, induisant une déformation propre des ions, fait apparaître une polarisation $\bar{P}(\bar{r})$ que l'on peut relier à un potentiel induit. Réciproquement, l'application d'un champ électrique peut induire un champ de déformation.

Cet effet est représenté dans l'approximation linéaire de Voigt [25] par le système d'équations suivantes :

$$\left. \begin{aligned} \sigma_{ij} &= c_{ijkl} \epsilon_{kl} - e_{lij} E_l & (a) \\ D_j &= e_{jkl} \epsilon_{kl} + \chi_{jl} E_l & (b) \end{aligned} \right\} \quad (IV.2.1.)$$

$\bar{\sigma}$ et $\bar{\epsilon}$ représentent respectivement les tenseurs de contrainte et de déformation, \bar{D} et \bar{E} les vecteurs déplacement et champ électrique.

\bar{e} , \bar{c} et $\bar{\chi}$ sont les tenseurs piézoélectrique, élastique et diélectrique..

La résolution complète de ce système d'équations a été effectuée par Faivre et Saada [15] dans le cas du tellure et du quartz.

Le résultat essentiel de ce travail montre qu'en fait le champ de déformation est très peu affecté par le couplage piézoélectrique.

On peut donc le calculer en découplant ces équations, c'est à dire en résolvant uniquement :

$$\bar{\sigma} = \bar{c} : \bar{\epsilon} \quad (IV.2.2.)$$

L'expression du champ de déformation obtenue est ensuite introduite dans l'équation (b) du système (IV.2.1.).

Ceci correspond à l'approximation initialement utilisée par Merten [12, 13].

Le potentiel de diffusion piézoélectrique vérifie alors le système d'équations différentielles suivant :

$$x_{j\ell} \frac{\partial^2 V}{\partial x_j \partial x_\ell} = e_{jkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_\ell} \quad (\text{IV.2.3.})$$

où les $u_k(\vec{r})$ sont les composantes du déplacement élastique.

Pour évaluer l'incrément de résistivité associé aux dislocations \bar{a} -vis, nous avons utilisé la méthode de l'énergie perdue récemment introduite par Gerlach (que nous rappelons en annexe I). Cette méthode ne peut pour l'instant tenir compte de l'anisotropie des surfaces de Fermi car elle utilise la fonction diélectrique des électrons libres.

De façon à assurer la cohérence des calculs, nous avons assimilé la structure cristallographique du tellure à celle d'un cristal à symétrie cubique, dans lequel le tenseur piézoélectrique ne possède qu'une seule composante indépendante : e_{14} .

$$\bar{e} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & e_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e_{14} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & e_{14} \end{pmatrix} \quad (\text{IV.2.4.})$$

Nous avons également assimilé le champ de déformation des dislocations \bar{a} -vis à celui que l'on obtient dans un milieu isotrope.

Les seules composantes indépendantes sont :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{12} &= -\frac{a}{4\pi} \frac{z}{y^2 + z^2} \\ \varepsilon_{13} &= \frac{a}{4\pi} \frac{y}{y^2 + z^2} \end{aligned} \quad (\text{IV.2.5.})$$

Elles conduisent au potentiel diffuseur non écrané suivant (cf annexe II) :

$$V_p(\bar{q}) = \frac{\pi a e_{14} \cos 2\varphi \delta(q_x)}{\varepsilon_0 q^2} \quad (\text{IV.2.6.})$$

dans l'espace réciproque.

Introduisant alors ce potentiel dans la formule de l'énergie perdue (cf annexe II), on obtient :

$$\mu^{-1}_{\text{piézo}} = \frac{m^{*1/2} D b^2 e_{14}^2}{32(2\pi)^{1/2} (\varepsilon_0 \varepsilon_L)^{3/2} n^{1/2}} \frac{\delta_2(n, T)}{kT} \quad (\text{IV.2.7.})$$

La courbe figure 18 est obtenue en introduisant dans (IV.2.7.) les valeurs correspondant au cas expérimental ($\theta = 0,6^\circ / \text{mm}$, $n = 10^{14} \text{ cm}^{-3}$).

On constate :

- ⊗ un bon accord dans l'ordre de grandeur de $\mu^{-1}(T)$,
- ⊗ un comportement en température identique à celui trouvé expérimentalement.

Cet accord quantitatif permet d'attribuer sans ambiguïté l'incrément de résistivité des porteurs libres au mécanisme de diffusion piézoélectrique.

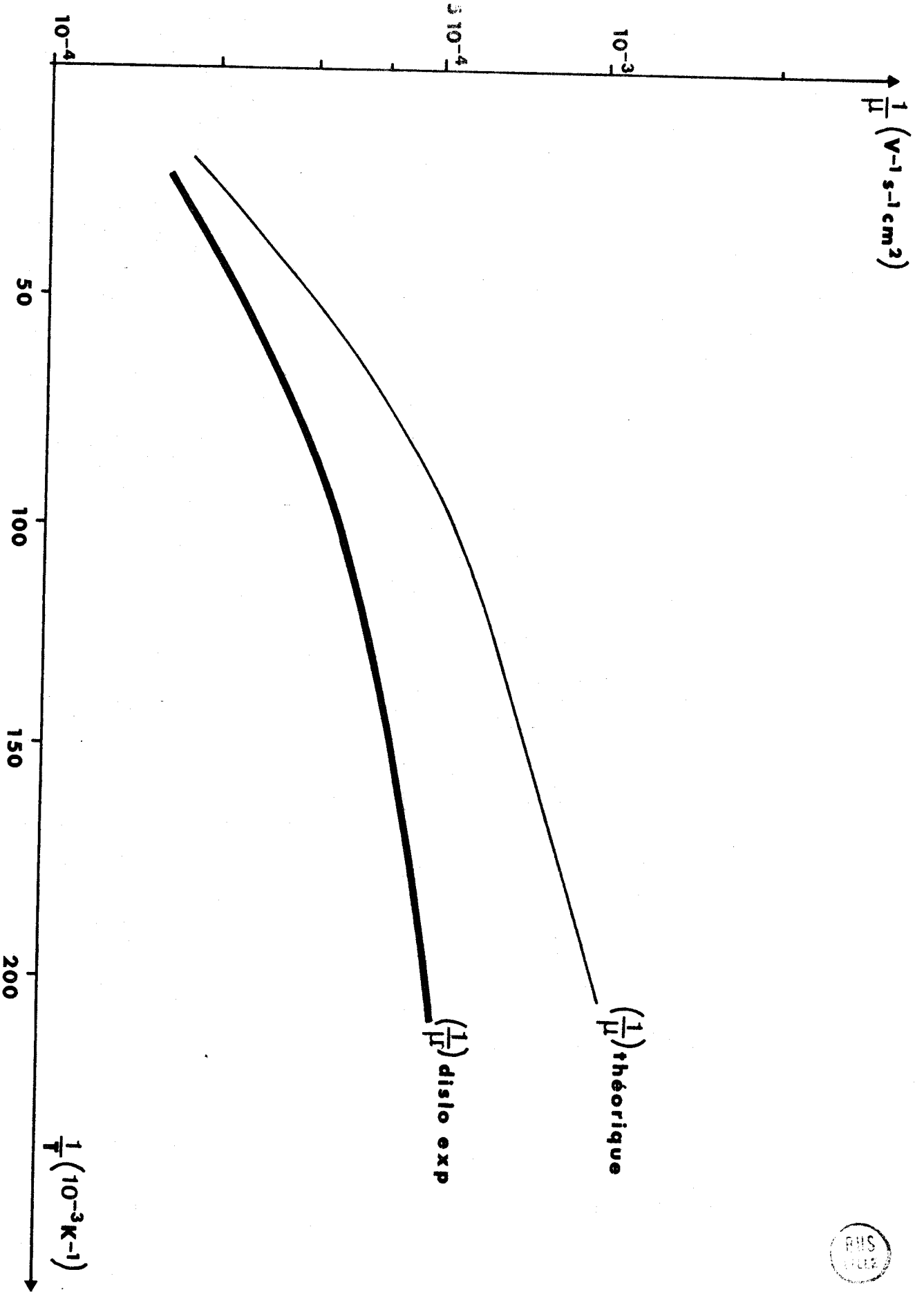


FIGURE 18 MOBILITE RECIPROQUE ASSOCIEE AU POTENTIEL PIEZOELECTRIQUE



IV.3. CONCLUSION

Ce travail expérimental conduit aux résultats suivants :

- ♦ Les dislocations \bar{a} -vis ne semblent pas introduire de niveaux extrinsèques ionisables dans la bande d'énergie interdite.
- ♦ Elles agissent sur la mobilité des porteurs libres par l'intermédiaire de leur champ de déformation.
- ♦ La comparaison des courbes de mobilité théorique et expérimentale confirme que la diffusion est bien liée au mécanisme piézoélectrique qui est observé pour la première fois dans une large gamme de température.

Expérience et théorie montrent que l'effet piézoélectrique est fort puisqu'il est observé pour des densités de dislocation aussi faibles que 10^7 cm^{-2} (cas présent). (A titre de comparaison, notons que l'effet lié aux charges de coeur dans le cas des dislocations \bar{c} -vis n'est observable que pour une densité de dislocation de l'ordre de 10^9 cm^{-2}).

Ce travail met également en évidence le rôle fondamental joué par la répartition des dislocations dans le cristal (sous-structure), dans le cas de diffusions par effet du champ de déformation.

En effet, le second cas étudié montre que cet effet de diffusion disparaît dès que les dislocations polygonisent.

Cet effet particulier est peut-être à l'origine des désaccords survenus ces dernières années à propos de l'interprétation de différents résultats expérimentaux.

ANNEXE I

CALCUL DE LA MOBILITE DES PORTEURS LIBRES ASSOCIEE A UN POTENTIEL PERTURBATEUR PAR LA METHODE DE L'ENERGIE PERDUE

Cette méthode est fondée sur l'équivalence entre l'énergie Joule et l'énergie perdue par un centre diffuseur en mouvement dans le milieu diélectrique que constituent les porteurs libres.

Elle fut initialement appliquée au cas des impuretés dans les métaux normaux [26, 27] .

Récemment, une autre méthode de calcul a été introduite par Gerlach [4, 28] et étendue au cas de défauts quelconques [24] .

Cette méthode tient compte de façon autocohérente de l'écrantage dynamique des centres diffuseurs par les porteurs libres qui sont assimilés à un gaz d'électrons (trous) libres dont on connaît la fonction diélectrique. Elle ne nécessite donc pas la connaissance des charges d'écran.

$$\epsilon(\vec{q}, \omega) = \epsilon_L \left[1 - \frac{e^2}{\epsilon_0 \epsilon_L q^2} \sum_k \left(\frac{f(k+q) - f(k)}{E(k+q) - E(k) - \hbar\omega + i\hbar\alpha} \right) \right] \quad (\text{A.1.1.})$$

$f(k)$ est la distribution de Fermi-Dirac correspondant au cas du gaz dégénéré.

D'après [28] on a :

$$\text{Im } \epsilon^{-1}(\bar{q}, \omega) = \frac{-\pi^{1/2} n e^2 \bar{m}^{*1/2} \omega q e^{-\frac{\hbar^2 q^2}{8mKT}}}{2^{1/2} \epsilon_0 \epsilon_L^2 (KT)^{3/2} (q^2 + q_{DH}^2)^2} \quad (\text{A.1.2.})$$

où $q_{DH} = (n e^2 / \epsilon_0 \epsilon_L KT)^{1/2}$ est la largeur d'écran de Debye-Hückel.

Restreignant le calcul au domaine de validité de la loi d'Ohm
($\omega \rightarrow 0$) :

$$\text{Im } \epsilon^{-1}(\bar{q}, \bar{q}\bar{v}) \approx \bar{q} \cdot \bar{v} \left\{ \frac{\partial}{\partial \omega} \text{Im } \epsilon^{-1}(\bar{q}, \omega) \right\}_{\omega=0} \quad (\text{A.1.3.})$$

L'énergie perdue par unité de temps est :

$$\frac{dw}{dt} = - \int_{\Omega} \bar{v} \bar{E}_{ind}(\bar{r}, t) \rho_{ext}(\bar{r}, t) d^3\bar{r} \quad (\text{A.1.4.})$$

Ω est le volume total, $\bar{E}_{ind}(\bar{v}, t)$ le champ électrique induit associé au potentiel diffuseur $V_{ind}(\bar{r}, t)$.

$\rho_{ext}(\bar{r}, t)$ la distribution de charge associée au potentiel du centre diffuseur qui se déplace uniformément à la vitesse \bar{v} .

Dans l'espace réciproque on a la relation

$$\bar{E}_{ind}(\bar{r}, t) = i\bar{q} v_{ext}(\bar{q}, \omega) \left\{ \frac{1}{\epsilon(\bar{q}, \omega)} - 1 \right\} \quad (\text{A.1.5.})$$

l'expression (A.1.4.) devient :

$$\frac{dw}{dt} = -i \frac{\epsilon_0}{(2\pi)^3} \int_{\Omega} (\bar{q} \bar{v}) \bar{q}^2 |v_{ext}(\bar{q})|^2 \left\{ \frac{1}{\epsilon(\bar{q}, \bar{q}\bar{v})} - 1 \right\} d^3 \bar{q} \quad (A.1.6.)$$

L'énergie perdue correspond en fait à la partie réelle de l'expression (A.1.6.)

D'après (A.1.3.) et (A.1.6.), l'énergie perdue par le mouvement d'un potentiel diffuseur $V_{ext}(\bar{r})$ dans un milieu diélectrique est finalement donnée par l'expression :

$$\frac{dw}{dt} = -\frac{\epsilon_0}{(2\pi)^3} \int_{\Omega} (\bar{q} \bar{v})^2 \bar{q}^2 |v_{ext}(\bar{q})|^2 \left\{ \frac{\partial}{\partial w} I_m \epsilon^{-1}(\bar{q}, w) \right\}_{w=0} d^3 \bar{q} \quad (A.1.7.)$$

où $V_{ext}(\bar{q})$ est la transformée de Fourier du potentiel diffuseur non écrané calculée d'après les conventions suivantes :

$$\left. \begin{aligned} V_{ext}(\bar{q}) &= \int V_{ext}(\bar{r}) e^{i\bar{q}\bar{r}} d^3 \bar{r} \\ V_{ext}(\bar{r}) &= \frac{1}{(2\pi)^3} \int V_{ext}(\bar{q}) e^{i\bar{q}\bar{r}} d^3 \bar{q} \end{aligned} \right\} \quad (A.1.8.)$$

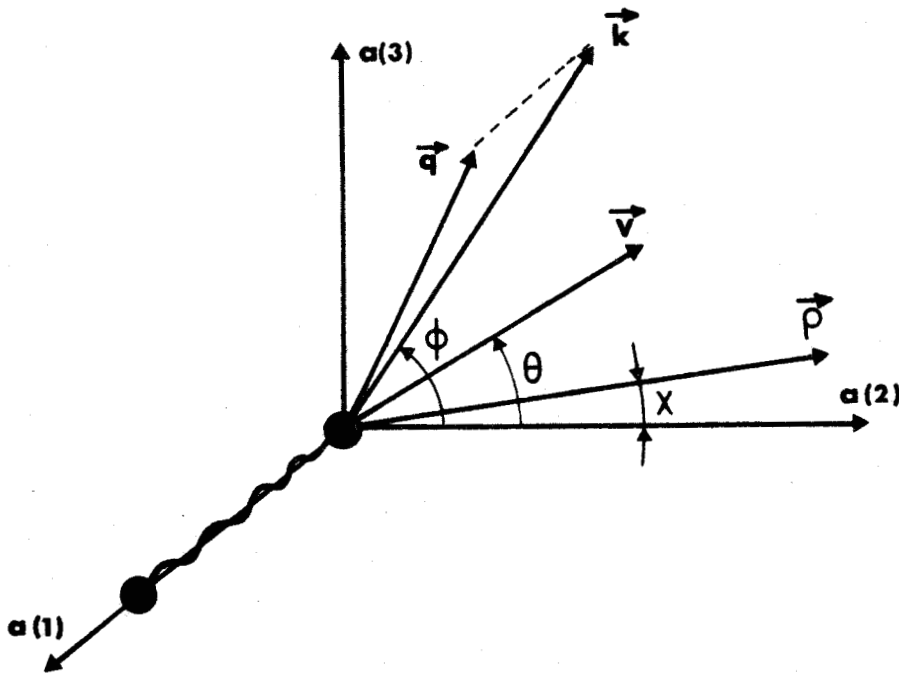
La mobilité des porteurs libres associée au centre diffuseur est obtenue en identifiant l'énergie perdue $\frac{dw}{dt}$ à l'énergie Joule dissipée dans le cristal.

$$\frac{1}{\Omega} \frac{dw}{dt} = \frac{J^2}{\sigma} = \frac{nev^2}{\mu} \quad (A.1.9.)$$

ANNEXE II

MOBILITE RECIPROQUE ASSOCIEE A LA DISLOCATION \bar{a} -vis

A.II.1. Potentiel piézoélectrique



Nous avons représenté sur la figure ci-dessus les différentes variables angulaires intervenant dans l'établissement de la mobilité réciproque associée à la dislocation \bar{a} -vis.

Celle-ci est orientée suivant l'axe 1. Elle crée un champ de déplacement donc la seule composante non nulle est :

$$u_1(x_2, x_3) = -\frac{a}{2\pi} \text{Arc. tg } x_2/x_3 \quad (\text{A.II.1.1.})$$

Les composantes non nulles du tenseur des déformations sont :

$$\left. \begin{aligned} e_6 = \epsilon_{12} = \epsilon_{21} &= -\frac{a}{4\pi} \frac{x_3}{x_2^2 + x_3^2} \\ e_5 = \epsilon_{13} = \epsilon_{31} &= \frac{a}{4\pi} \frac{x_2}{x_2^2 + x_3^2} \end{aligned} \right\} \quad (\text{A.II.1.2})$$

Les déplacements introduits par les dislocations vis sont tous parallèles aux axes d'ordre 2 de la structure cristalline. Ils induisent un champ électrique qui est décrit phénoménologiquement à l'aide du tenseur piézoélectrique.

Dans une structure à maille cubique, on a :

$$\bar{e} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & e_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e_{14} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & e_{14} \end{pmatrix} \quad (\text{A.II.1.3.})$$

(La valeur e_{14} est identique à celle qui lui correspond dans le cas anisotrope du tellure).

$$\bar{e}_{\text{tellure}} = \begin{pmatrix} e_{11} & -e_{11} & 0 & e_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -e_{14} & -2e_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.II.1.4.})$$

L'état de polarisation local est :

$$\bar{P} = \bar{e} \bar{e} \quad (\text{A.II.1.5.})$$

dans la notation contractée à deux indices.

La charge dipolaire résultante vérifie l'équation :

$$\rho = \operatorname{div} \vec{P} \quad (\text{A.II.1.6.})$$

Compte-tenu de (A.II.1.3.) et (A.II.1.2.), on a :

$$\rho(\vec{r}) = \frac{ae_{14}}{2\pi} \frac{\cos 2X}{\rho^2} \quad (\text{A.II.1.7.})$$

La transformée de Fourier de $\rho(\vec{r})$ donne :

$$\rho(\vec{q}) = \underline{F}(\rho(\vec{r})) = \frac{ae_{14}}{2\pi} \int \frac{\cos 2X}{\rho^2} e^{i\vec{q}\cdot\vec{r}} d^3\vec{r} \quad (\text{A.II.1.8.})$$

Les résultats suivants permettent de déterminer $\rho(\vec{q})$ sous forme analytique.

$$\int_0^{2\pi} \cos n(\varphi - \varphi_n) e^{iqr \cos\varphi} d\varphi \quad (\text{A.II.1.9.})$$

$$= 2\pi (-j)^n \cos(n\varphi_n) J_n(q\rho)$$

où $J_n(x)$ est la fonction de Bessel d'ordre n ,

$$\int_0^{\infty} \frac{J_n(q\rho) d\rho}{\rho} = 1/2n \quad (\text{A.II.1.10.})$$

L'expression de l'équation de Poisson dans l'espace réciproque :

$$-q^2 V(\vec{q}) + \rho \frac{(\vec{q}, T)}{\epsilon_0} = 0 \quad (\text{A.II.1.11.})$$

permet d'obtenir le potentiel piézoélectrique

$$V_p(\bar{q}) = \frac{\pi a e_{14} \cos 2\varphi}{\epsilon_0 q^2} \delta(q_x) \quad (\text{A.II.1.12})$$

associé à la charge dipolaire $\rho(\bar{q})$:

$$\rho(\bar{q}) = \pi a e_{14} \cos 2\varphi \delta(q_x) \quad (\text{A.II.1.13})$$

A.II.2. Calcul de l'énergie perdue

La forme de potentiel de diffusion non échanté est connue dans l'espace - k. En insérant (A.II.1.12) dans (A.1.7.) et compte-tenu de la forme de $I_m \epsilon^{-1}(\bar{q}, \omega)$, on obtient :

$$\mu^{-1}(T) = A \int \frac{(\bar{q}\bar{v})^2 e^{-\frac{\hbar^2 q^2}{8mKT}} \cos^2 2\varphi \delta(q_x)}{q(q^2 + q_{DH}^2)^2} d^3\bar{q} \quad (\text{A.II.2.1.})$$

avec

$$A = \frac{(a e_{14})^2 L e m^{*1/2}}{2^{9/2} \pi^{3/2} (\epsilon_0 \epsilon_L)^2 v^2 (KT)^{3/2}} \quad (\text{A.II.2.2.})$$

expression dans laquelle une des fonctions de Dirac a été remplacée par $\frac{L}{2\pi}$ pour normaliser le résultat à une longueur de dislocation. (L longueur de la dislocation égale à l'unité lorsque la densité de dislocations représente le nombre d'émergence par unité de surface).

- 1er cas \bar{v} parallèle à la dislocation,
du fait de la présence du produit scalaire (\bar{q}, \bar{v}) et
de la fonction $\delta(q_x)$, la mobilité réciproque est
nulle :

$$\mu^{-1} (T)_{//} = 0 \quad (\text{A.II.2.3.})$$

- 2ème cas \bar{v} perpendiculaire à la dislocation,
si \bar{k} représente la composante du vecteur \bar{q}
dans le plan perpendiculaire à la dislocation,
on obtient :

$$\mu_{\perp}^{-1} (T) = A v^2 \int_0^{2\pi} \int_0^{\infty} \frac{k^2 e^{-\frac{\hbar^2 k^2}{8mKT}} \cos^2 2\varphi \cos^2 (\theta - \varphi)}{(k^2 + q_{DH}^2)^2} dk d\varphi$$

$$\text{sachant que } \int_0^{2\pi} \cos^2 2\varphi \cos^2 (\theta - \varphi) d\varphi = \frac{\pi}{2}$$

on obtient finalement

$$\mu_{\perp}^{-1} (T) = \left. \frac{m^{*1/2} D b^2 e_{14}^2}{32(2\pi)^{1/2} (\epsilon_0 \epsilon_L)^{3/2} n^{1/2}} \frac{\delta_2(n, T)}{KT} \right\} \quad (\text{A.II.2.4.})$$

$$\delta_2(n, T) = \int_0^{\infty} \frac{x^2 e^{-px^2}}{(1+x^2)^2} dx$$

est une intégrale numériquement calculable en

fonction de n et de T .

Dans le cas présent, nous avons supposé que les différents termes de diffusion introduits par l'ensemble des dislocations sont indépendantes. Le résultat global est donc proportionnel à D , densité de dislocation.

$$\rho = \frac{\hbar^2 q^2 D}{8m KT}$$

$\mu^{-1}(T)$ a la même allure que la fonction $\frac{1}{T}$.
 $\frac{\rho_2(n, T)}{KT}$ qui varie paraboliquement avec $\frac{1}{T}$.

