50376
1984
125

50376.
1984.
125.

N° d'ordre : 1192

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le grade de :

DOCTEUR DE 3ème CYCLE

SPECIALITE : PHYSIQUE DES MATERIAUX

par

KARMOUDA Mohamed

ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT DANS LES COMPOSÉS SEMICONDUCTEURS DE TYPE III-V InSb et GaAs FAIBLEMENT DOPÉS.

1984
Soutenue le 20 juillet devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :	M.	B.	ESCAIG	Président
	M.	J.	DI PERSIO	Rapporteur
	M.	A.	GEORGE	Examinateur
	M.	P.	ASTIE	Examinateur

Remerciements

****

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (L.A. C.N.R.S. 234) de l'Université des Sciences et techniques de Lille.

Je tiens en premier lieu à remercier Monsieur le Professeur B. ESCAIG *pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour l'honneur qu'il me fait de présider le jury.*

Je remercie Messieurs P. ASTIE *et* A. GEORGE *qui se sont intéressés à ce travail et ont accepté de faire partie du jury.*

Mes plus vifs remerciements vont à Monsieur DI PERSIO *qui a suivi les différentes phases de ce travail avec un intérêt continu et une grande patience. Sa rigueur et ses nombreux conseils m'ont été d'une aide irremplacable.*

Je remercie également Messieurs G. VANDERSCHAEVE *et* A. LEFEBVRE *pour leur contribution aux observations de microscopie électronique. Je remercie également tous les membres du laboratoire qui m'ont aidé à mener à bien ce travail.*

Je ne saurais oublier le personnel de l'atelier de polycopie qui a assuré la reproduction de ce mémoire ainsi que Madame DUPONT *qui s'est chargée de la dactylographie avec bonne humeur et compétence.*

****

A Sophia,

A tous les miens.

Sommaire

INTRODUCTION.

Chapitre I. PLASTICITE DES COMPOSES III-V - RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES.

I - 1. Propriétés cristallographiques des composés A III - B V.

I-1.1. Structure cristallographique et liaisons.

I-1.2. Dislocations parfaites.

I - 2. Propriétés plastiques des composés III-V.

Chapitre II. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.

II - 1. Monocristaux utilisés.

II - 2. Orientation et préparation des éprouvettes.

II - 3. Essais de déformation.

Chapitre III. RESULTATS EXPERIMENTAUX.

III - 1. Courbes de déformation.

III - 2. Analyse des traces de glissement.

III - 3. Essais de relaxation.

III - 4. Evolution de la limite élastique avec la température.

III - 5. Remarques.

III-5.1. Limite élastique conventionnelle et véritable limite élastique.

III-5.2. Dispersion des valeurs expérimentales.

III - 6. Evolution du volume d'activation avec la température et avec la contrainte.

Chapitre IV. DETERMINATION EXPERIMENTALE DE L'ENERGIE D'ACTIVATION.

IV - 1. Formalisme de l'activation thermique du glissement.

IV - 2. Application à la détermination expérimentale de ΔH et de ΔG.

IV - 3. Analyse des résultats expérimentaux à partir du formalisme de HAASEN.

IV-3.1. Le formalisme de HAASEN.

IV-3.2. Application à InSb et GaAs.

CHAPITRE V. DISCUSSION

V - 1. Le domaine d'activation thermique.

V-1.1. Energie d'activation et volume d'activation.

V-1.2. Température athermique conventionnelle - Relation à la loi $\Delta G(T)$.

V-1.3. Sens physique de la température T_t.

V - 2. Les mécanismes de plasticité.

CONCLUSION.

INTRODUCTION

Dans les composés semiconducteurs de type III-V, faiblement dopés, la différence de mobilité des dislocations α,β et vis induit une plasticité très particulière à ces matériaux (1) qui résulte du mouvement beaucoup plus rapide des dislocations à 60° de type α comparativement aux dislocations β ou vis. Il a ainsi été montré, dans l'antimoniure d'indium InSb et par topographie aux rayons X (2), que dans un essai de déformation conventionnel à vitesse imposée (compression), l'entité de base de la sous-structure de déformation qui se développe dans le stade préplastique, et sans doute au-delà, est la dislocation en forme de demi-boucle très allongée dans la direction vis et à front exclusivement de type α (hypothèse "Shuffle"). Ces demi-boucles sont émises par des sources situées essentiellement sur les surfaces (défauts, rayures), les surfaces actives étant celles qui génèrent dans le cristal des demi-boucles ayant le bon caractère (α). Il en résulte une asymétrie de comportement plastique selon la nature de la surface abrasée avant essai, cette asymétrie se traduisant de fait par des sous-structures de dislocations plus ou moins complexes selon qu'une seule face est émettrice (un seul système est alors favorisé) ou que plusieurs faces sont simultanément émettrices, (plusieurs systèmes de glissement sont excités en même temps) générant ainsi un durcissement plus précoce et plus marqué. Ceci est bien mis en évidence sur les courbes de déformation $\sigma(\epsilon)$ qui montrent des différences nettes à la fois dans les valeurs des contraintes atteintes au sommet (upper yield point : U.Y.P) et au pied (Lower yield point : L.Y.P) du crochet de compression, et dans les valeurs des volumes d'activation mesurés par relaxation de contrainte (2) (3). Le même type de comportement est observé dans l'arséniure de gallium GaAs (4). L'interprétation de ce type d'expérience suggérée par la topographie aux rayons X apparait contredire un certain nombre d'études de plasticité antérieures, menées essentiellement sur InSb et GaAs (chapitre I), où l'effet d'asymétrie également constaté, notamment dans des expériences de flexion alternée

trois ou quatre points, a été généralement attribué à la différence de mobilité des dislocations α et β, l'un ou l'autre des deux types étant supposé responsable du glissement selon le sens de la flexion. Une telle hypothèse, formulée a priori, a conduit de nombreux auteurs à publier des valeurs d'énergie d'activation caractéristiques du mouvement des dislocations α et des dislocations β, la différence des énergies mesurées étant simplement rattachée à la différence des mobilités. Il est à noter que l'influence de la (faible) mobilité des dislocations vis sur le processus de glissement a été dans bien des cas négligée.

Comparativement aux semiconducteurs tétravalents, silicium et germanium, l'existence simultanée de deux types de dislocations à 60° à mobilités différentes complique de fait la compréhension des mécanismes de plasticité des composés III - V et la démarche expérimentale n'est pas simple à interpréter. Il est connu par exemple des mesures de vitesses de dislocations individuelles par figures d'attaque que la température et le dopage influencent notablement non seulement les mobilités absolues, mais aussi les mobilités relatives, des dislocations α, β et vis. On doit donc logiquement s'attendre à observer des paysages de plasticité différents selon l'importance donnée à ces deux paramètres dans leurs ordres de grandeur. Cet aspect de la plasticité macroscopique des composés III - V n'a été que très partiellement étudié (chapitre I). Dans ce contexte, il nous a semblé nécessaire de revoir plus en détail le formalisme de l'activation thermique du glissement dans les composés III - V, dans l'hypothèse où seules les demi-boucles à fronts α sont effectivement mobiles. Ceci est l'objet du présent travail.

Plus précisément nous nous sommes intéressés, pour l'essentiel, à l'étude de l'influence de la température sur le comportement plastique de monocristaux d'InSb et de GaAs très faiblement dopés (chapitre II). L'influence du dopage n'est donc pas analysée en tant que telle dans cette approche préliminaire. De même, l'effet d'asymétrie n'est pas abordé. Nous avons choisi pour cela une géométrie de glissement simple,

où seule une face des éprouvettes est a priori active. Ce travail recouvre en fait deux objectifs :

- Etendre le domaine (étroit) de température généralement étudié vers les basses et les hautes températures, dans le but de mieux cerner le domaine d'activation thermique du glissement dans ces composés.

- Déterminer soigneusement les paramètres d'activation thermique, énergie d'activation et volume, dans le cadre des formalismes d'activation thermique généralement proposés pour décrire l'aspect phénoménologique de la déformation plastique des solides cristallins.

L'étude des propriétés plastiques de l'antimoniure d' Indium prolonge celle de R. Kesteloot (2), limitée au domaine de préplasticité. L'accent est mis toutefois plus particulièrement sur l'arseniure de Gallium par suite de son intérêt technologique actuel évident. L'étude comparative des comportements plastiques de ces deux composés, outre son originalité, permet des développements intéressants, ainsi que nous le montrons dans la suite de ce texte.

Le chapitre I est consacré à quelques rappels généraux et bibliographiques qui situent plus en détail le contexte de cette étude. Les techniques expérimentales sont décrites au chapitre II. Après avoir présenté au chapitre III l'essentiel des résultats expérimentaux, nous analysons au chapitre IV les données expérimentales qui conduisent à la détermination d'une énergie d'activation susceptible de caractériser le ou les mécanismes élémentaires de glissement. Les divers aspects des problèmes posés par ce type d'analyse sont discutés au chapitre V.

CHAPITRE I - PLASTICITÉ DES COMPOSÉS III - V

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

● I - 1. PROPRIETES CRISTALLOGRAPHIQUES DES COMPOSES A-III, B-V.

*I-1.1. Structure cristallographique et liaisons.

La plupart des composés III-V cristallisent dans la structure de la zinc-blende. Le réseau est cubique faces centrées avec un motif constitué d'un atome A trivalent et d'un atome B pentavalent placés dans les positions respectives (0,0,0) et $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$. C'est donc une structure diamant analogue à celle du germanium et du silicium comme le montre l'empilement {111} caractéristique schématisé sur la figure 1. Elle diffère simplement dans la séquence, alternée, des couches d'atomes de nature différente, A III et B V. Il est facile de voir qu'une direction [111] n'est pas de ce fait équivalente à une direction $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, ce qui confère un caractère polaire aux surfaces {111} et la structure est par suite non-centrosymétrique.

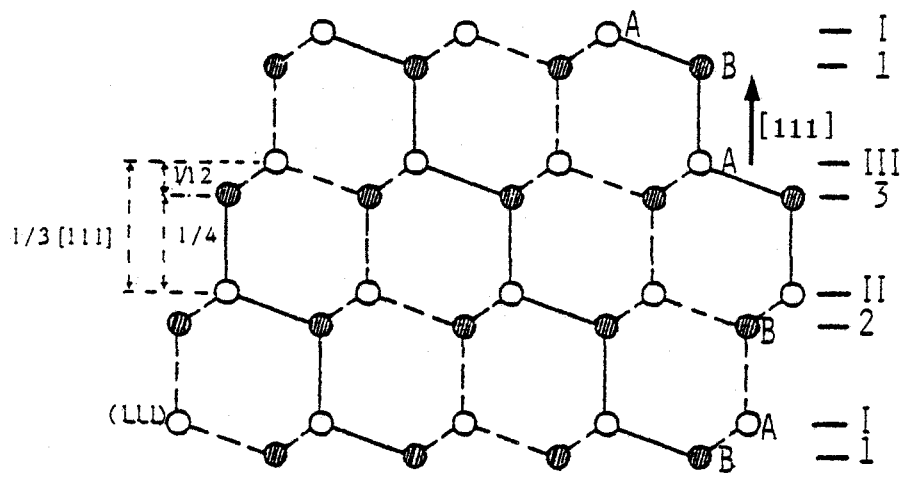


Figure I-1. Empilement {111} des couches A III et B V alternées. Noter que la direction [111] positive joint un atome A III à un atome B V immédiatement voisin (convention).

Les liaisons chimiques entre atomes premiers voisins sont partiellement de nature covalente et résultent de la combinaison d'orbitales sp^3. En réalité, la liaison est hétéropolaire car les électrons de valence ont tendance à séjourner plus longtemps à proximité d'un atome B V que d'un atome A III, ce qui entraîne un caractère ionique additionnel de la liaison, plus ou moins marqué selon la nature des atomes A III et B V. La table ci-dessous montre, en pourcentage, l'importance du caractère ionique dans la liaison pour différents composés A III - B V (5), dans l'ordre des ionicités croissantes.

GaSb	AℓAs	AℓP	GaAs	InSb	InAs	GaP	InP	AℓSb
26,1	27,4	30,7	31	32,1	35,7	37,4	42,1	42,6

Tableau I-1. Caractère ionique (en %) des liaisons dans les composés III - V.

On remarquera que GaAs et InSb présentent sensiblement le même degré d'ionicité. Les connaissances actuelles de la nature des liaisons chimiques dans ces composés ne permettent pas de tirer des conclusions précises sur leurs propriétés physiques. Par suite du caractère covalent prépondérant de la liaison, ces composés ont des propriétés mécaniques et électriques assez comparables à celles des semiconducteurs tétravalents. L'absence d'un centre de symétrie induit cependant, au niveau structural, des particularités qui leur sont spécifiques. Un exemple en est donné par la structure de coeur des dislocations et l'influence de celle-ci sur leur mobilité.

* I-1.2. Dislocations parfaites.

Comme dans les semiconducteurs tétravalents, les plans {111} sont les plans de glissement des dislocations. Les vecteurs de Burgers sont de type $\frac{1}{2}$ <110> pour les dislocations parfaites et celles-ci sont de type vis où à 60°. De même, la double équidistance dans la séquence d'empilement des plans {111} (figure I-1) conduit à définir deux modes de glissement "GLIDE" et "SHUFFLE". Il en résulte deux structures de coeur possibles pour les dislocations de glissement, selon que le cisaillement a lieu entre deux couches de type I 1 (mode "GLIDE") ou entre deux couches de type I 2 (mode "SHUFFLE"). Les dislocations $\frac{1}{2}$ <110> peuvent se dissocier dans ces plans. Des dislocations dissociées ont été observées dans la plupart des composés III-V par microscopie électronique (6,7). Le mouvement de dislocations dissociées a été directement observé dans InP (8). La dissociation se produisant sous forme complètement glissile uniquement en mode "GLIDE" (9), il a été suggéré que les dislocations se déplaçaient majoritairement dans ce mode.

De par la nature non centrosymétrique de la structure zinc-blende, et à la différence des semiconducteurs purs tétravalents, il existe en fait dans les composés III-V, en mode GLIDE ou en mode SHUFFLE, deux types de dislocations à 60° selon la nature de la rangée atomique (III ou V) qui borde le demi-plan supplémentaire dans le coeur de la dislocation (10). Il revient au même de dire que deux dislocations à 60° de vecteurs de Burgers opposés présentent des structures de coeur différentes car les liaisons pendantes dans le coeur sont de nature différente, III ou V. La figure I-2 ci-après illustre schématiquement ce point dans le cas d'une boucle de dislocation fermée qui présente simultanément les 2 caractères à 60° et le caractère vis (2, 10).

Par convention, ces deux types de dislocations à 60° sont notées A et B en mode "GLIDE", α et β en mode "SHUFFLE". L'expérience ne permet pas de distinguer ces deux modes. Dans la suite de ce texte, nous considérons le mode SHUFFLE : les dislocations à 60° des deux types sont appelées α et β (figure I-2).

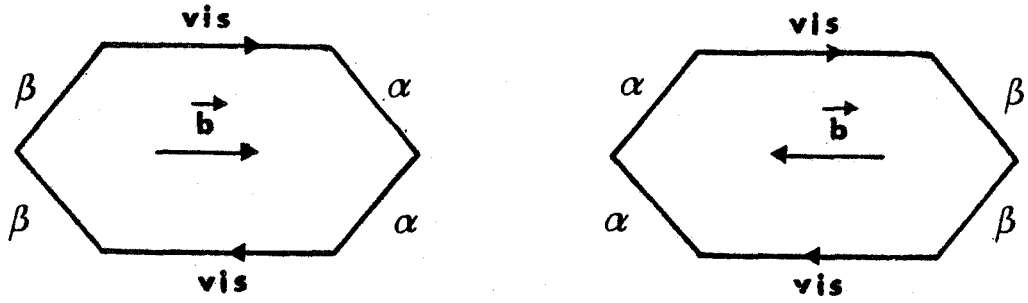


Figure I-2. Boucle de dislocation fermée dans un plan {111} . L'inversion du sens du Vecteur de Burgers inverse le caractère III ou V des liaisons pendantes dans le coeur des segments à 60°, ici α et β en mode shuffle.

● I - 2. PROPRIETES PLASTIQUES DES COMPOSES III - V.

Nous limitons ce paragraphe à une revue bibliographique, non exhaustive, des principaux résultats obtenus dans l'étude des propriétés plastiques des composés InSb et GaAs, matériaux qui ont été pratiquement les seuls étudiés de ce point de vue jusqu'à présent parmi les composés III - V. Bien que l'étude de l'influence du dopage sur ces propriétés sort du cadre de notre étude (c.f. introduction), nous la mentionons car le dopage est un paramètre important qui apparait modifier de façon sensible le comportement plastique de ces composés au travers des variations relatives de mobilité des dislocations α, β et vis.

Il est bien établi que les propriétés plastiques macroscopiques des matériaux à frottement de réseau élevé (semiconducteurs) sont étroitement corrélées à la mobilité des dislocations qui participent à la déformation. Dans les composés III - V, ces propriétés présentent un caractère spécifique qui découle de la très grande différence de mobilité des dislocations α, β et vis, bien mise en évidence par la technique des figures d'attaque et par topographie aux rayons X. De fait, l'essentiel des études de plasticité a porté sur la mesure des vitesses de dislocations individuelles, dans diffé-

rentes conditions de température, de contrainte, et de dopage. Dans le cas de InSb (10 à 16), comme dans le cas de GaAs (17 à 21), le but poursuivi a été d'interprêter, au travers des lois de comportement et des mesures d'énergie d'activation, l'origine physique de ces différences de mobilité. L'essentiel des résultats expérimentaux publiés par différents auteurs est résumé dans la table I-2. On notera que les mesures directes de vitesses ont utilisé exclusivement la technique de la double figure d'attaque effectuée aux points d'émergence de demi-boucles émises à partir d'une rayure, les éprouvettes (d'orientation variable) étant déformées surtout en flexion trois ou quatre points, quelquefois en compression uniaxiale (10, 21). De ces résultats, il ressort très clairement deux caractéristiques qui sont communes à InSb et à GaAs, et sans doute à tous les composés III - V.

*- 1. L'éventail des vitesses mesurées, dans le cas des matériaux <u>non dopés</u> (ou faiblement dopés naturellement, de type n), de l'ordre de 10^{-10} à 10^{-2} cm/sec, qui traduit la grande différence de mobilité des dislocations α, β et vis. Ces vitesses apparaissent en outre très activées thermiquement dans les gammes de température étudiées. Une loi de type

$$v = v_o \left(\frac{\tau}{\tau_o} \right)^m \exp - \frac{U}{kT}$$

semble assez bien décrire la sensibilité à la température et à la contrainte des vitesses mesurées des trois types de dislocations, avec des exposants m et des énergies d'activation caractéristiques de chaque type. On notera la disparité des valeurs de m et de U obtenues selon les auteurs et les conclusions quant à la dépendance en contrainte de l'énergie d'activation. La comparaison de ces différentes valeurs s'avère d'ailleurs délicate, sinon impossible, compte-tenu du nombre de paramètres expérimentaux qui interviennent, mode de déformation, gamme de température, gamme de contrainte, gamme de dopage, pureté initiale des matériaux, orientation des éprouvettes... En règle générale cependant, les conclusions s'accordent pour reconnaître que les dislocations α (coeur In ou Ga par convention) ont une vitesse toujours beaucoup plus grande que celle des dislocations β

Réf.	Matériau	Mode de déformation	Orientation	T(°C)	τ(MPa)	dopage	vitesses mesurées cm/sec.	m	u (eV)	Remarques
11	InSb	Flexion 3 pts rayure double etching	axe <211> faces {001} {111}	218	5 à 20	$n < 10^{15}_{cm^{-3}}$	10^{-4} à 10^{-2}	1,87	0,73	$v = v_o (\frac{\tau}{\tau_o})^m \exp -\frac{u}{kT}$ pas de repérage de la nature des dislocations mobiles (α ?).
12 13 14	InSb	Flexion 4 pts rayure {111} double etching	axe <110> faces {111} {112}	20 à 300	5 à 30	n $10^{14}_{cm^{-3}}$	10^{-9} à 10^{-3}	τ = 15 MPa	0,77 (α) 0,85 (β) 0,83 (vis)	$v = v_o \cdot \exp(-\frac{u(\tau)}{kT})$ $u(\tau) = u_o - \gamma\tau$ $u_o = 0.77$ eV u croit fortement avec τ à faible τ Etude en fonction du dopage (13,14).
15 16	InSb	Flexion 3 pts rayure {111} double etching	axe <110> faces {111} {112}	50 à 295	5	n $2.7.10^{14}_{cm^{-3}}$	10^{-8} à 10^{-3}	2 (α) 2,6 (β) 1,3 (vis)	0,88 (α) 1,2 (β) 1,1 (vis)	$v \propto \tau^m \exp(-\frac{u}{kT})$ $v_\alpha \approx$ 100 à 1000 v_β ou v_{vis} u(τ) décrite par modèle de double cran...
10	InSb	Compression (fluage) rayure double etching	axe <123> faces {111} {154}	20 à 330 (α) 270 à 330 (β)	6 à 10	non précisé n ?	3.10^{-10} à 10^{-2}	1 ± 0,2	0,78 (α) 1,1 (β)	$v = B_o (\frac{\tau}{\tau_o})^m \exp(-\frac{u}{kT})$ τ_o = 10 MPa u ne dépend pas de τ m dépend peu de T
17 18	GaAs	Flexion 4 pts rayure {112} double etching	axe <110> Faces {111} {112}	200 à 500	1 à 50	n $1,3.10^{16}_{cm^{-3}}$	10^{-9} à 10^{-3}	A τ = 20 MPa	0,93 (α) 1,11 (vis) 1,57 (β)	$v = v_o \exp(-\frac{\tau_o}{\tau}) \exp(-\frac{u(\tau)}{kT})$ $u = u_o - \gamma\tau$, u_o = 0.67 eV A 300°C : v_α;v_{vis} : v_β=300; 9 : 1 Etude en fonction du dopage (18)
13	GaAs	Flexion 4 pts rayure {111} double etching	axe <110> faces {111} {112}	200 à 500	5 à 50	n (non dopé)	10^{-8} à 10^{-3}	/	/	$v = v_o \exp -\frac{u(\tau)}{kT}$ $u = u_o - \gamma_\tau$ u croit fortement à faible τ
19 20	GaAs	Flexion 3 pts rayure {111} double etching	axe <110> faces {111} {112}	150 à 500	2 à 100	n $(10^{17}_{cm^{-3}})$	10^{-9} à 10^{-3}	1,4 (α) 1,6 (β)	1 (α) 1,35 (β)	$v = B_o (\frac{\tau}{\tau_o})^m \exp(-\frac{u}{kT})$ Etude en fonction du dopage(Zn,Te) p(Zn=$3.10^{18}_{cm^{-3}}$)[u_α=1,1, u_β=0.85]
21	GaAs	Compression (fluage) rayure double etching	axe <123> faces {111} {154} (α,β) axe <011> vis	250 à 500	10	n $(10^{17}_{cm^{-3}})$	10^{-8} à 10^{-4}	/	1,2	$v = B \cdot e^{-u/kT}$ Etude en fonction du dopage p(Zn=$3.10^{18}_{cm^{-3}}$)→ u=1,3 eV (α) n(Te=$2,3.10^{18}_{cm^{-3}}$) →u=1,8 eV (α)

Table I-2. InSb et GaAs non dopés. Vitesses des dislocations individuelles - Revue bibliographique.

(coeur Sb ou As) ou vis, d'un facteur 100 à 1000 selon la température dans InSb et dans GaAs non dopés, les dislocations β et vis ayant des vitesses assez comparables. Il est à noter (table I-2) qu'il existe peu de données sur les vitesses des dislocations vis (14, 16), par suite de la géométrie particulière des éprouvettes utilisées qui ne permet pas de les révéler simplement (21). R. Kesteloot (2) a montré par topographie aux rayons X que la mesure d'une vitesse v_{vis} intrinsèque pouvait s'avérer ambiguë.

*- 2. L'influence remarquable du dopage sur les vitesses, absolues et relatives, des dislocations α, β et vis. L'influence du dopage a été étudiée dans InSb (13, 14) et dans GaAs (18 à 21), les impuretés dopantes étant Te (type n) et Zn (type p). Dans InSb, la vitesse des dislocations α s'accroit légèrement avec le dopage n, fortement avec le dopage p au-delà de 10^{18} cm^{-3} (13). La vitesse des dislocations β varie en sens inverse. Une étude plus détaillée a été effectuée dans GaAs par Choï, Mihara et Ninomiya (20) et par Steinhardt et Haasen (21, 30). Les tables I-3 et I-4 ci-dessous résument les mesures effectuées par ces auteurs. La table I-4 donne également à titre de comparaison un ordre de grandeur des vitesses absolues v mesurées en fonction du dopage, ainsi que les valeurs correspondantes des vitesses moyennes de déformation $\dot{\varepsilon}_m$ et des énergies d'activation mesurées en fluage stationnaire (30). De façon générale, le dopage p (Zn) semble conduire aux différences les plus faibles entre les vitesses des trois types de dislocations. Le dopage n(Te) les accentue au contraire. On remarquera (table I-4) que le dopage p réduit peu les vitesses des dislocations α alors que le dopage n les diminue fortement (facteur 400 de 10^{17} à 10^{18} cm^{-3}). L'effet est beaucoup plus marqué pour les dislocations β et vis. L'évolution des énergies d'activation va dans le même sens. On remarquera enfin l'évolution comparative de la vitesse de fluage stationnaire, fortement réduite dans le cas de cristaux dopés n et fortement accélérée dans le cas de cristaux dopés p. L'amplitude de ces variations montre l'importance de bien caractériser le matériau de départ avant toute tentative d'étude comparative, ainsi que le montre la table I-2.

dopage	dislocation	m	U(eV)
n (non dopé)	α	1,4	1
10^{17} cm^{-3}	β	1,6	1,35
p	α	1,7	1,1
	β	1,7	0,85
3.10^{18} cm^{-3}	vis	2,0	1,16

□ Table I-3. D'après (20). T = 300°C - τ = 20 MPa.
Matériau : GaAs.

dopage	Disl.	U(eV)	v(10^{-4}cm/sec)	$\dot{\varepsilon}_m$($10^{-5}s^{-1}$)	U_f(eV)
n (non dopé)	α	1,2	12		
	β	/	0,01	0,9	1,5
10^{17} cm^{-3}	vis	/	0,06		
n (Te)	α	1,8	0,03		
	β	/	0,002	0,001	2,2
$2,3.10^{18}cm^{-3}$	vis	/	0,00002		
p(Zn)	α	1,3	6		
	β	/	2,5	10	1,3
$2,9.10^{18}$ cm^{-3}	vis	/	7		

□ Table I-4. D'après (21, 30) - T = 400°C τ = 10 MPa.
Matériau : GaAs.

Les principales données déduites des études de plasticité macroscopique (essais dynamiques), et en particulier les valeurs des énergies d'activation mesurées, sont rassemblées dans la table I-5 (InSb et GaAs). L'asymétrie de déformation plastique observée en flexion alternée trois ou quatre points (22, 24, 28) ou en compression uniaxiale d'éprouvettes à faces sélectivement abrasées (3, 25) a été primitivement attribuée à la différence de mobilité des dislocations α et β, les sources créées en

Réf.	Matériaux	Mode de déformation	Orientation	T (°C)	dopage	U (eV)	Remarques
22	InSb	Flexion 3 points alternée	axe <152> faces {021} {112}	280 à 470	n (non dopé)	0,88	Asymétrie en flexion alternée sur $\varepsilon(t)$ (dislocations α - β) U inchangée
23	InSb	Compression dynamique $\dot{\gamma}=2.75\ 10^{-4}s^{-1}$	axe <125> faces ?	230 à 510	n (non dopé)	0,96 ± 0.06	$\tau_{1y} = c(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_o})^{1/m+2} \exp\frac{U}{kT}$ m = 1,1 à 390°C
24	InSb	Flexion 4 points $\dot{\gamma}=7.10^{-5}s^{-1}$	axe <123> <125> Faces {121} {142}	230 à 420	P (10^{14} - 10^{15} cm^{-3})	0,99 ± 0.02	Asymétrie en flexion alternée - même loi que ci-dessus m = 1,1 ± 0.3 pour T > 300°C
6	InSb	Compression dynamique $\dot{\gamma}=7.10^{-5}s^{-1}$	axe <123> Faces {112} {124}	250	n ($8,5.10^{13}$ cm^{-3})	/	Analyse de T_{1y} par le modèle de Haasen. Estimation indirecte des vitesses au Lower→β ou vis
3 25	InSb	Compression dynamique $\dot{\gamma}=3,5.10^{-5}s^{-1}$	axes <123> Faces {111} {154}	200 à 300	n $\sim 10^{14}$ cm^{-3}	0,6 (soft) 1,1 (hard)	Faces sélectivement abrasées - asymétrie attribuée au mouvement des α et des β (faces hard/soft)
26	GaAs	Compression dynamique $\dot{\gamma}=6,3.10^{-4}s^{-1}$	axes <111>	400°C	n	1,6	dopé Te (6.10^{16} cm^{-3})
27	GaAs	Compression dynamique $\dot{\gamma}=6,5.10^{-4}s^{-1}$	axes <111>	495°C	n n p	1,64 2,66 1,10	non dopé (6.10^{16} cm^{-3}) dopé Te ($8,8.10^{18}$ cm^{-3}) dopé Zn (1.10^{18} cm^{-3})
28	GaAs	Flexion 3 points (Fluage)	axe <111>	400 à 700	n $1,6.10^{16}$ cm^{-3}	1,20 (α) 1,70 (β)	Flexion alternée Asymétrie α, β. Etude en fonction du dopage
29	GaAs	traction uniaxiale $\dot{\gamma}=5.10^{-3}s^{-1}$	entre (001) et (110)	500 à 1000	n p n	2,56 2,56 4,15	non dopé ($\sim 10^{16}$ cm^{-3}) dopé Zn ($\sim 10^{16}$ cm^{-3}) dopé Te ($\sim 10^{18}$ cm^{-3})
30	GaAs	fluage uniaxial τ = 10 MPa	axe <123> faces {111} {154}	300 à 650	n p n	1,5 1,3 2,2	non dopé (10^{17} cm^{-3}) dopé Zn (3.10^{18} cm^{-3}) dopé Te ($2,3.10^{18}$ cm^{-3})
4	GaAs	compression dynamique	axe <123> faces {111} {154}	386 à 460	n 10^{16} cm^{-3}	2 (hard)	Faces sélectivement abrasées - asymétrie de déformation constatée (hard/soft)

Table I-5. InSb et GaAs : Déformation plastique. Revue bibliographique.
* Valeurs erronées (35) - Les valeurs corrigées sont 2eV (hard) et 1 eV (soft).

surface soit par une rayure soit par abrasage mécanique émettant dans le cristal des dislocations α ou des dislocations β selon le sens de la flexion (face α et face β) ou la nature de la face abrasée. Shimizu et Sumino (24) ont montré que dans les essais de flexion alternée (cas de InSb), l'énergie d'activation du mouvement des dislocations reste essentiellement inchangée, ce qui suggère que l'énergie mesurée correspond au mouvement des dislocations vis, ces dislocations étant par nature insensibles à l'inversion du sens de la flexion. L'asymétrie de déformation plastique résulte dans ce cas de la nécessité de faire intervenir des systèmes secondaires à facteur de Schmid plus faible pour compenser, dans la flexion β, la difficulté des sources de surface à générer des dislocations ayant une mobilité suffisante pour accommoder la déformation imposée. La question de savoir quelle est l'espèce qui contrôle la plasticité d'un composé III-V a été analysée par Gottschalk et al. (6) et par Steinhardt et Haasen (30), dans le cas de GaAs, en utilisant le formalisme de Haasen (31). Une estimation indirecte (6) de la vitesse moyenne des dislocations atteinte au niveau de contrainte minimale (L.Y.P.), à partir de la donnée de la contrainte correspondante (τ_{lyp}), montre que cette vitesse n'est pas compatible avec celle des dislocations α déduite des mesures directes. Un meilleur accord est obtenu en considérant soit les dislocations β, soit les dislocations vis, ce qui suggère que la déformation plastique est contrôlée par l'espèce la plus lente, β ou vis. Steinhardt et Haasen arrivent à une conclusion semblable, après analyse des données de la table I-4 : les dislocations α et les dislocations vis participent nécessairement à la vitesse moyenne correspondant à la loi de fluage observée. Quantitativement, cette loi de fluage change avec le dopage plutôt comme la moyenne géométrique des vitesses des dislocations vis et des dislocations α. Les dislocations β pourraient ne pas contribuer dans tous les cas à cette loi.

Ces conclusions sont en très bon accord avec les observations topographiques de R. Kesteloot (2) du comportement préplastique des dislocations dans InSb faiblement dopé de type n, qui montrent sans ambiguité que la déformation plastique résulte essentiellement de la propagation de demi-boucles très allongées dans la direction vis et à fronts exclusivement

de type α, émises à partir des surfaces. La très faible mobilité des dislocations β constatée ne permet pas aux sources correspondantes, superficielles ou de volume, d'être efficaces, tout au moins dans la fourchette de dopage n considérée et aux températures modérées.

L'identité de comportement plastique des matériaux InSb et GaAs que font apparaître les tables I-2 et I-5 suggère que les conclusions déduites de ces observations restent valables pour l'essentiel dans le cas de GaAs non dopé de type n (chapitre II).

CHAPITRE II - TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

● II - 1. LES MONOCRISTAUX UTILISES.

Les monocristaux d'antimoniure d'indium InSb et d'arseniure de Gallium GaAs utilisés dans ce travail ont été obtenus par tirage Czochralski. Le monocristal d'InSb a été fourni par les établissements ROQUES. Il est faiblement dopé de type n ($\sim 10^{14}/cm^3$). Sa résistivité ρ est d'environ 0,1 Ω-cm à 77°K. La densité de dislocations de croissance y est inférieure à 10^2 cm^{-2} (comptage par figures d'attaque confirmé par topographie aux rayons X). Le monocristal de Ga As a été fourni par la compagnie Thomson C.S.F. Il est en principe isolant. Les mesures de résistivité montrent que ses propriétés électriques varient le long de l'axe [001] de tirage. La résistivité est de l'ordre de 15 Ω cm à la base du lingot cylindrique et de l'ordre de 1800 Ω cm à son sommet (hauteur du barreau : 34 mm. Diamètre : 51 mm). Le spectre d'absorption optique d'éprouvettes extraites de ce lingot (D. Vignaud, communication personnelle) montre que le cristal est en réalité semi - isolant. Ces variations de résistivité soulignent une hétérogénéité du matériau, soit à cause d'une répartition en impuretés ou en défauts ponctuels elle-même hétérogène, soit à cause d'une distribution non uniforme des dislocations de croissance. Il est connu que la croissance Czochralski de monocristaux de Ga As non dopés pose des problèmes délicats, non encore résolus actuellement, quant à l'élimination des dislocations de croissance (32). Les densités courantes sont de l'ordre de 10^4 à 10^5 dislocations par cm^2, généralement non uniformes dans le volume du cristal. Cette densité n'a pas été déterminée de façon exacte dans le monocristal que nous avons utilisé. Une étude d'applicabilité de la technique des figures d'attaque pour suivre l'évolution de la densité de dislocations mobiles au cours de la déformation, effectuée sur ce cristal, montre qu'elle est vraisemblablement de l'ordre de 5.10^4 cm^{-2}.

● II - 2. ORIENTATION ET PREPARATION DES EPROUVETTES DE DEFORMATION.

L'orientation des éprouvettes de déformation est schématisée sur la figure II-1. C'est une orientation classique en plasticité des semiconducteurs, qui favorise un seul système de glissement sur le plan (111) dans la direction $[1\bar{1}0]$. L'axe de compression a pour direction $[\bar{3}1\bar{2}]$. Les faces sont de type {111} et {154}.

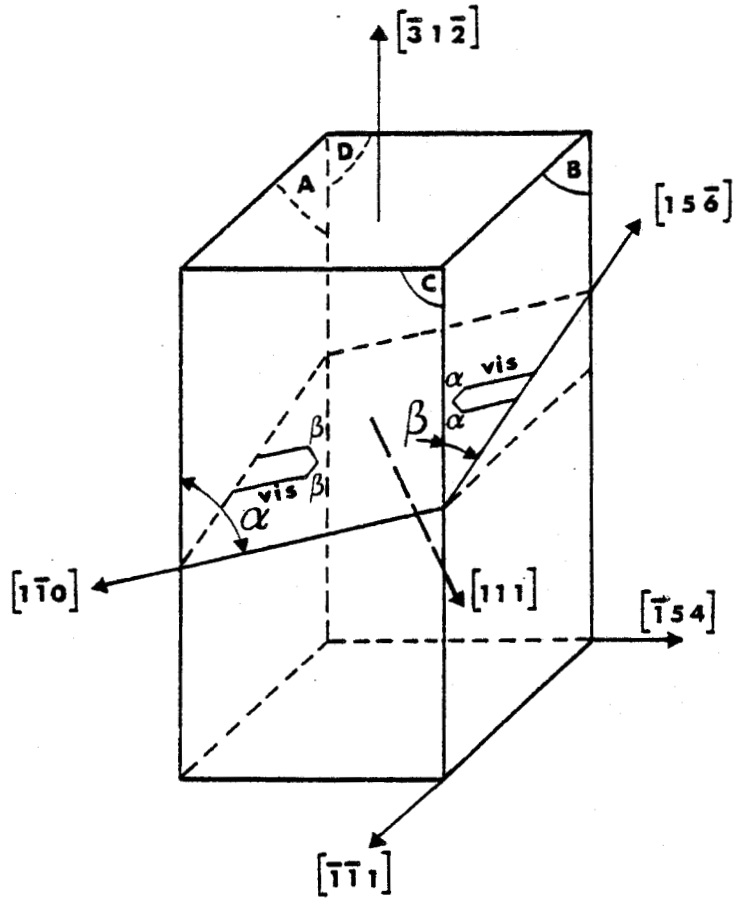


Fig. II-1. Orientation des éprouvettes de déformation.

Le tableau ci-dessous donne les facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement susceptibles d'être activés dans cette géométrie.

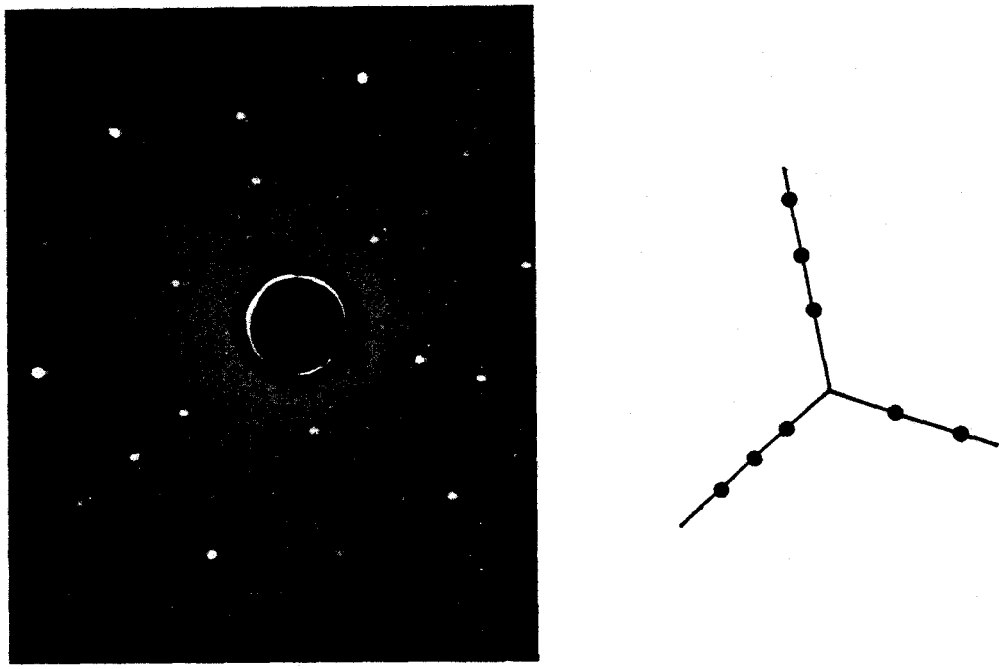
PLANS	(1 1 1)			(1 $\bar{1}$ 1)			(1 $\bar{1}$ $\bar{1}$)		
$\vec{b}$	$\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$	$\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$	$\frac{1}{2}[10\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[110]$	$\frac{1}{2}[011]$	$\frac{1}{2}[10\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[101]$	$\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$	$\frac{1}{2}[110]$
facteur de Schmid	0,47	0,36	0,11	0,34	0,21	0,16	0,26	0,17	0,10

□ Tableau II-1. Tableau des facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement.

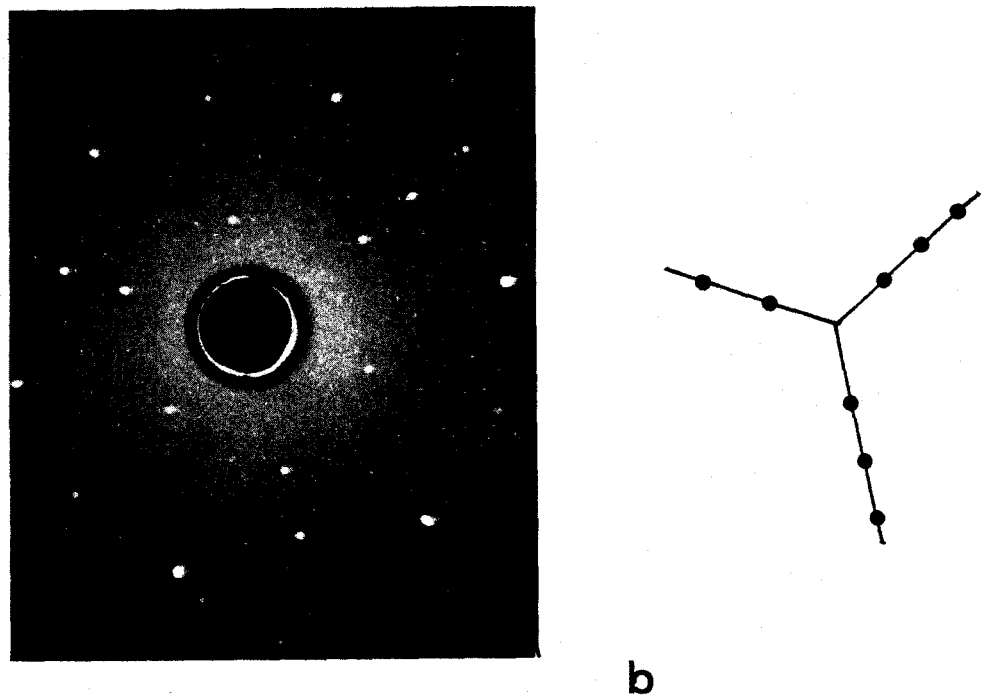
La découpe des éprouvettes à partir des lingots est effectuée à l'aide d'une scie S.B.T. à fil métallique monoboucle, lisse dans le cas de InSb et diamanté dans le cas de GaAs. Le mouillage du fil est assuré par un mélange glycérine - carborandum. Cette découpe est suivie d'un polissage mécanique, puis chimique, des faces. Un soin tout particulier est apporté à cette préparation. Dans la mesure où on cherche à exciter par compression des sources superficielles réparties sur une face donnée, et exclusivement sur cette face (voir ci-dessous), il est essentiel d'obtenir sur les autres faces un poli chimique parfait, sans écrouissage, car toute rayure ou défaut superficiel laissé par la découpe est une source parasite potentielle qui perturbe l'essai de déformation (2). Cette qualité des surfaces est difficile à atteindre, compte tenu des nombreuses manipulations requises dans cette préparation, notamment pour le façonnage des têtes. Les différentes étapes de cette préparation sont systématiquement contrôlées par microscopie optique. La solution suivante est utilisée pour le polissage chimique : 5g d'oxyde de chrome dissout dans 10g d'eau + 5 ml HF + 5 ml Hcl, à température ambiante pour InSb et à 40°C pour GaAs. La qualité de l'eau influence considérablement le résultat. Nous avons dans la mesure du possible utilisé de l'eau désionisée, la reproductilité du poli chimique étant mieux assurée

dans ce cas. Le façonnage des têtes est effectué à l'aide d'un gabarit en alumine présentant un Vé d'axe rigoureusement perpendiculaire aux faces de référence. Cette procédure garantit un strict parallélisme et une planéité parfaite des faces en compression, étape essentielle de cette préparation, et critique pour ce qui concerne les essais de basse température où les matériaux InSb et GaAs deviennent extrêmement fragiles (chapitre III). La figure (II-1) montre l'allure schématique des demi-boucles qui sont susceptibles de se développer sous contrainte dans le plan primaire, la direction vis étant celle du vecteur de glissement $[1\bar{1}0]$. Ces demi-boucles sont émises soit sur la face A, soit sur la face B, toutes deux de type {154}. L'analyse structurale du coeur des segments à 60° (fronts des demi-boucles) montre que ceux-ci sont de nature différente, α ou β dans l'hypothèse SHUFFLE (9). Les observations topographiques de R. Kesteloot , déjà cité, ont permis de relier le mode "glissement simple" en déformation à la propagation des demi-boucles à fronts α. Dans nos expériences, il est donc essentiel de distinguer sans ambiguité les faces A et B. Un repérage préliminaire est obtenu grace à la face C de type {111}, aisément repérable par les piqures de corrosion qui s'y forment sous l'action du solvant chimique, à l'inverse de la face D opposée qui reste non altérée. Ceci résulte du caractère polaire des deux faces {111} (chapitre I), lié à la non centro-symétrie de la structure sphalérite. Cette aide au repérage des faces {111} justifie la géométrie particulière choisie pour les éprouvettes, qui n'est donc pas quelconque. Toutefois ce repérage ne lève pas à lui seul l'ambiguité : il doit être complété par un cliché de Laue effectué avant essai sur chaque éprouvette. La figure II - 2 montre les clichés de Laue caractéristiques effectués sur la face "C" piquée, l'axe de compression étant vertical.

Deux orientations de l'éprouvette sont possibles dans ce cas. La position des taches sur ces clichés (légende) montre comment repérer rapidement la face active. Dans notre cas, une structure de glissement simple s'observe si des sources sont activées sur la face B (figure 1). L'introduction de ces sources est réalisée simplement par abrasage mécanique léger de cette face avant essai. Les dimensions des éprouvettes sont typiquement de l'ordre de $(3,5 \times 3,5 \times 13)$ mm^3, soit un rapport $\frac{\ell_o^2}{S} \simeq 14$.



a



b

Figure II-2. : Clichés de Laue de référence sur la face "C" piquée - Cristal vu du faisceau de rayons X.

a : La face B (sources α actives) se trouve à droite,

b : Eprouvette retournée de 180° dans son plan. La face active se trouve à gauche (dessin de référence).

● II - 3. LES ESSAIS DE DEFORMATION.

Les éprouvettes sont déformées en compression sur une machine Instron à l'aide d'un montage inversé, à une vitesse constante de l'ordre de $1,4.10^{-5}s^{-1}$, soit une vitesse de la traverse mobile égale à 5 µm par minute. Les essais à plus grande vitesse sont délicats à conduire par suite de la fragilité des matériaux, notamment dans les basses températures (chapitre III). Les essais sont réalisés à différentes températures (de 94°C à 352°C pour InSb, de 260 à 600°C pour GaAs) à l'aide d'un four Adamel chemisant l'ensemble du montage de compression (chauffage à l'air libre). Les échantillons sont rapidement refroidis sous charge afin de geler les configurations de dislocations obtenues. Des relaxations sont effectuées à différents taux de déformation par arrêt de la traverse mobile et relevé de la caractéristique F(t). L'utilisation d'un montage inversé permet à l'éprouvette de se déformer librement et d'atteindre le S caractéristique du glissement simplex. Il présente toutefois des inconvénients par suite de son instabilité (couple parasite) dès que le S devient prononcé, empêchant ainsi d'atteindre des déformations importantes. La rigoureuse axialité du montage et de l'éprouvette est par ailleurs difficile à atteindre, ce qui génère des fissurations précoces à basse température. Le développement récent d'un nouveau montage travaillant en compression directe et sous atmosphère contrôlée, mieux adapté à ces matériaux, élimine ces inconvénients. Le guidage rigoureux des pistons en alumine ne semble pas en outre être un obstacle à la mise en S, même prononcée, des éprouvettes. Les essais récents effectués sur des éprouvettes de GaAs ont montré que les courbes de déformation étaient très comparables à celles primitivement obtenues à l'aide du montage inversé. L'utilisation d'un montage de ce type devrait permettre par ailleurs d'améliorer sensiblement la reproductilité des expériences (chapitre III).

CHAPITRE III - RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Les résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre recouvrent à la fois InSb et GaAs. Il nous a semblé utile de mettre ces résultats en parallèle, de façon à mieux faire apparaître les similitudes et les différences.

● III - 1. LES COURBES DE DEFORMATION.

Les courbes de déformation obtenues à différentes températures sont représentées sur la figure III-1 dans le cas de InSb et sur la figure III-2 dans le cas de GaAs. Ce sont des courbes τ (γ) résolues en contrainte ($\tau = \frac{F}{S_o}\ \phi$) et en déformation ($\gamma = \frac{\Delta \ell}{\ell_o \phi}$), dans l'hypothèse d'un glissement primaire $\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ (111) simple, c'est à dire $\phi \simeq 0.47$. La plupart des essais ont été conduits jusqu'à des déformations résolues de l'ordre de 15 %. La forme générale des éprouvettes après déformation est celle d'un S plus ou moins accentué, et généralement simple à basse température. Ceci est indicatif d'un système de glissement primaire très prédominant. L'observation des traces de glissement en surface (paragraphe III-2) confirme ce point. La déformation reste généralement localisée dans la partie centrale de l'éprouvette où elle s'y répartit de façon plus ou moins homogène. Il existe peu de déformation au niveau des têtes. Cela justifie d'utiliser dans l'expression de γ la valeur γ_c (corrigée) déduite de la longueur de l'éprouvette où les marches de glissement peuvent déboucher à la surface. Cette correction a été aussi utilisée par Kesteloot, déjà cité, et par OMRI (33) dans le Silicium. Le faible domaine de déformation étudié ne requiert pas par contre d'utiliser les formules de correction conventionnelles sur τ et γ, qui tiennent compte de la rotation des plans cristallographiques au cours de la compression. Les corrections correspondantes sont de fait parfaitement négligeables dans la zone du crochet de compression qui constitue notre domaine d'intérêt.

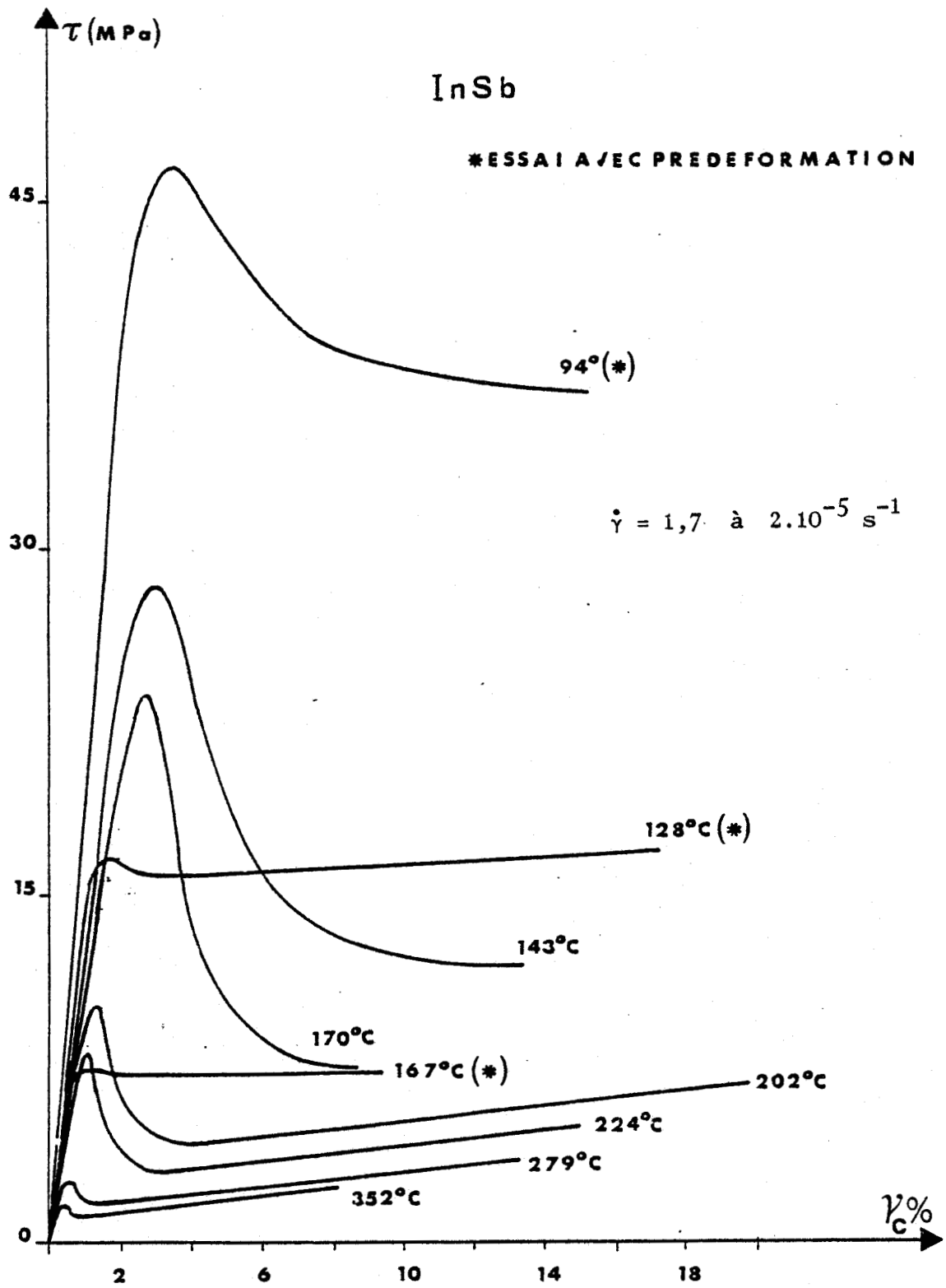


Figure III-1. : InSb - Courbes de déformation τ (γ) en fonction de la température.

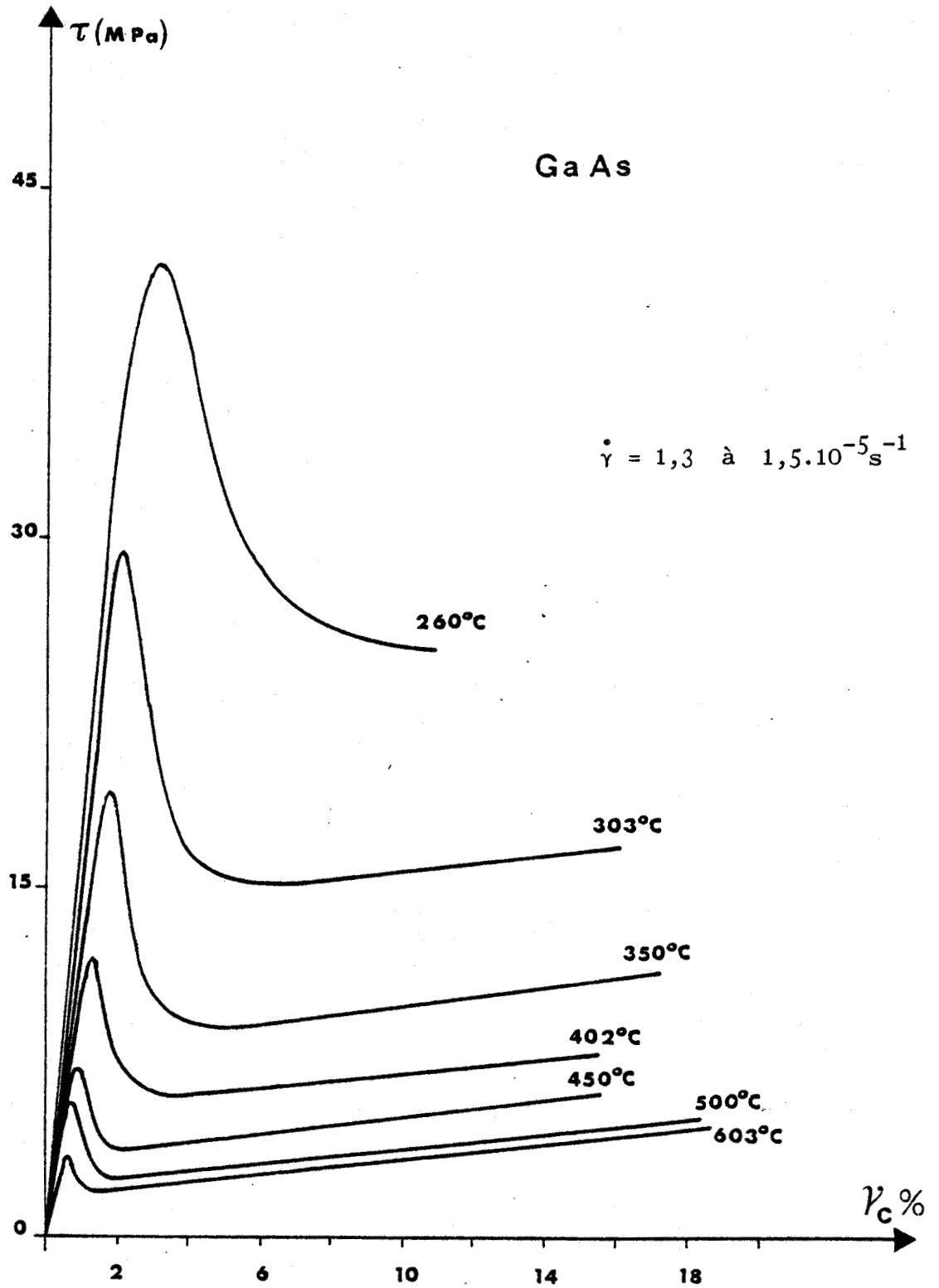


Figure III-2. : GaAs - Courbes de déformation τ (γ) en fonction de la température.

L'allure des courbes τ (γ), qui présentent un crochet de compression d'autant plus marqué que la température est plus basse, est caractéristique des cristaux semiconducteurs à faible densité de dislocations initiale. Les essais sur GaAs (figure III-2) sont directs, sans prédéformation. Dans le cas de InSb (figure III-1), les essais à 167°C, 128°C, 94°C ont été effectués sur des éprouvettes initialement prédéformées à la vitesse traverse de 5 µm par minute. La température la plus basse à laquelle on peut conduire un essai direct sans fissuration se situe vers 140°C (0,5 T_f) dans le cas de InSb et $\sim$ 230°C (0,33 T_f) dans le cas de GaAs aux vitesses de déformation considérées. Il est clair que la difficulté d'atteindre le stade de glissement facile à ces températures et en-dessous provient de l'extension très remarquable du crochet, liée à l'absence au tout début de la déformation d'une densité de dislocations mobiles suffisante et à une multiplication pas assez rapide, ce qui conduit à des contraintes maximales (sommet du crochet) trop fortes. Ceci est illustré sur la figure III-1 par la différence des courbes obtenues à 170°C en essai direct et à 167°C en essai avec prédéformation. Le recours à la prédéformation, qui permet effectivement d'atteindre des températures plus basses, pose cependant des problèmes quant à l'exploitation des résultats. La question qui se pose naturellement est de savoir si une prédéformation influence quantitativement la courbe de déformation obtenue à plus basse température et en particulier les valeurs de la limite élastique conventionnelle et du volume d'activation mesurés au minimum du crochet. Cette question est importante dans notre cas car l'obtention de valeurs de limites élastiques ou de volumes de relaxation dans le domaine des basses températures, domaine pratiquement inaccessible sans prédéformation (tout au moins dans l'essai à vitesse imposée) conditionne dans une large mesure la validité de la détermination d'une énergie d'activation caractéristique du phénomène de déformation dans ces composés, ainsi que nous le verrons au chapitre IV.

L'influence d'une prédéformation a été analysée en détail par OMRI (33) dans le cas du silicium. La prédéformation apparaît avoir pour effet d'abaisser considérablement la valeur de la contrainte au maximum

du crochet (forte réduction de l'extension du crochet) et également la valeur de la contrainte au minimum du crochet. Cet abaissement de la contrainte minimale (σ_{1y}) est d'autant plus appréciable que la température de déformation s'écarte de la température de prédéformation. L'effet inverse est observé par contre ($\sigma_{déf} > \sigma_{préd}$) lorsque la température de déformation est proche de la température de prédéformation. Le fait que l'extension du crochet est fortement réduite par prédéformation est bien conforme à ce que l'on attend en ce qui concerne l'établissement d'une densité initiale suffisante de dislocations mobiles. Deux paramètres interviennent dans le choix des conditions de prédéformation, à savoir la température et le taux de prédéformation. Dans nos essais sur InSb, la prédéformation est effectuée chaque fois jusqu'à la contrainte minimale σ_{1y} à une température de 224°C (0,62 T_f). L'éprouvette est alors partiellement déchargée et la température abaissée jusqu'à la valeur choisie. Nous pensons que dans ces conditions la courbe de déformation ainsi obtenue à plus basse température est très peu perturbée par la prédéformation. Ce qui amène une différence appréciable dans les valeurs de σ_{1y} obtenues par OMRI dans le silicium après prédéformation est probablement le fait que la prédéformation est effectuée jusqu'à 7 %, en fin de stade I. La sous-structure ainsi établie est certainement déjà complexe : elle peut alors influencer de façon sensible la courbe de déformation après recharge, par l'intermédiaire de la contrainte interne σ_i par exemple qui peut notablement varier dans ces conditions. La figure III-3 illustre ce propos dans le cas de GaAs. La courbe 1 a été obtenue en essai direct à 263°C. Les courbes 2 et 3 ont été obtenues après prédéformation des éprouvettes à 406°C, l'une (2) au minimum du crochet, l'autre (3) à γ = 11 %, puis déformation à 263°C. Les courbes 1 et 2 montrent des limites élastiques sensiblement comparables (25 MPa, 24,2 MPa). La limite élastique déduite de la courbe 3 est de 28 MPa. Les volumes d'activation varient sensiblement dans le même sens (26 b^3 pour l'essai (1), 24 b^3 pour l'essai (2), 31 b^3 pour l'essai (3).

On notera que le crochet de compression n'apparait plus sur les courbes (2) et (3) où la pente de durcissement linéaire (stade I) est immédiatement atteinte. On notera sur la figure III-1 qu'il en est de même

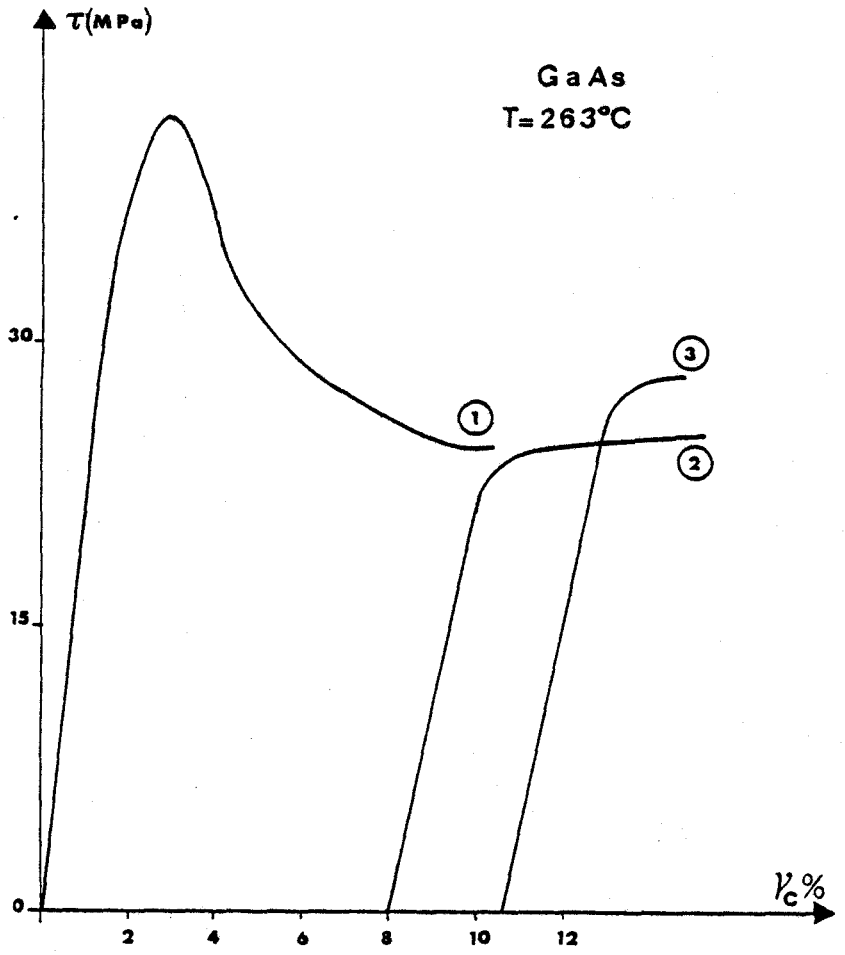


Figure III-3. GaAs - Influence d'une prédéformation.
(1) essai direct à 263°C
(2) Prédéformé au minimum du crochet à 406°C. Déformé à 263°C.
(3) Prédéformé à 11 % à 406°C - Déformé à 263°C (origines décalées).

à 167°C dans le cas de InSb. Par contre, il réapparait très nettement en-dessous, d'autant plus marqué à nouveau que la température est plus basse. Ceci traduit très vraisemblablement le caractère thermiquement activé des vitesses des dislocations à ces températures. En effet, on peut supposer que les éprouvettes étant prédéformées de façon identique, la densité de dislocations initiale ainsi introduite est sensiblement la même d'une éprouvette à l'autre. L'équation de la déformation :

$$\dot{\gamma} = \rho\, b\, v$$

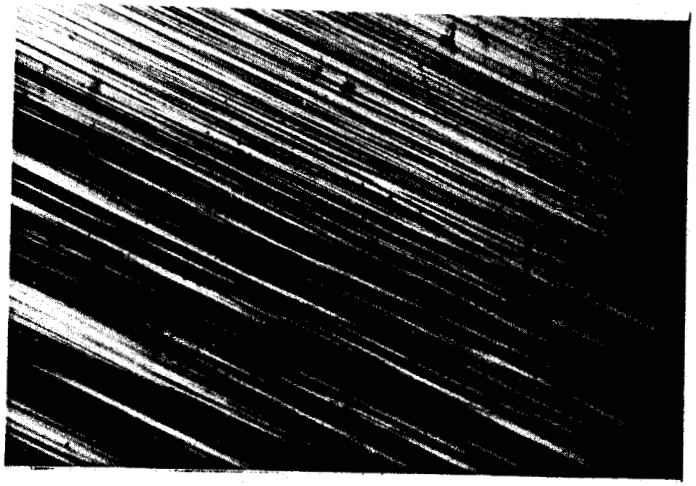
montre que le produit $\rho\, v$ est sensiblement constant à vitesse de déformation plastique constante. Si la vitesse des dislocations diminue de façon sensible

avec la température (table I-2), la densité de dislocations mobiles devient insuffisante pour accomoder la déformation imposée et par suite le crochet réapparait. On notera de même sur les figures III-1 et III-2 l'extension tout à fait frappante des courbes de déformation obtenues aux températures les plus basses des essais où le minimum du crochet est atteint aux alentours de 10 % en déformation. Une extension tout à fait comparable a été observée par OMRI dans le silicium vers 550°C (0,49).

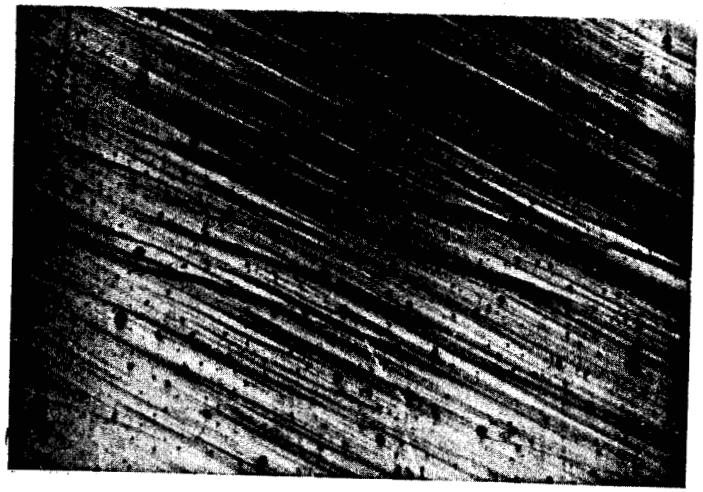
● III - 2. ANALYSE DES TRACES DE GLISSEMENT.

L'analyse par microscopie optique des traces de glissement superficielles induites par déformation aux différentes températures montre dans les deux cas, InSb et GaAs, une évolution de la sous-structure de dislocations au fur et à mesure que la température augmente. La figure III-4.a,b,c,d, montre l'allure de ces traces à différentes températures dans le cas de InSb. Des observations semblables ont été faites sur les éprouvettes de GaAs déformées, dans la gamme de températures correspondante (figure III-2). Dans InSb et jusqu'à 170°C, les lignes de glissement sont fines et rectilignes, réparties sur la face A (figure II-1). Peu ou pas de traces sont visibles sur les faces C et D. Le S simple observé dans ce cas montre que le système primaire $\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ (111) est effectivement très prédominant. Il y a peu de systèmes secondaires activés, même à 15 % de déformation résolue. Par contre, ce glissement est très hétérogène, concentré en bandes étroites et irrégulièrement distribuées. Cet effet est d'autant plus marqué que la température est plus basse (figure III-4.a - T = 94°C). A 128°C (4b), les traces de glissement sont encore rectilignes, la déformation est répartie de façon plus homogène dans tout le volume de l'éprouvette. Le S est encore simple. A 167°C et au-delà, l'activité des systèmes secondaires commence à apparaître. Cela se traduit par la composante de double S qui devient bien visible, et par l'apparition de traces de glissement sur les faces C et D. Ces observations recouvrent celles de R. Kesteloot (2). Ces traces sont celles du système secondaire $\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$ (111), de même plan (111) que le système primaire mais à facteur de Schmid 0.36 (table II-1). A l'apparition de ces traces secondaires sur les faces C et D s'ajoute sur la face A l'apparition de déviations dans les traces de glissement (figure 4c)

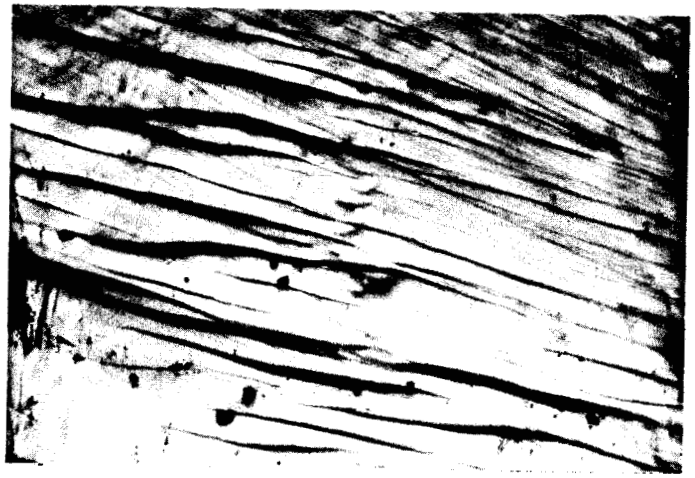
a : T = 94°C, ε = 5,1 %



b : T = 128°C, ε = 5,5 %



c : T = 167°C, ε = 3 %



d : T = 279°C, ε = 4 %

Figure III-4. a - b - c - d : lignes de glissement caractéristiques sur les faces {154} d'éprouvettes de InSb déformées à différentes températures (grandissement 270).

Peu nombreuses à 167°C, ces déviations deviennent plus fréquentes et plus marquées à plus haute température, prenant une allure de ruban (figure 4d). L'orientation moyenne de ces traces est celle du plan $(1\bar{1}1)$ secondaire. L'aspect sinueux de ces traces suggère des changements fréquents de plans de glissement dans des zones localisées, sans doute par glissement dévié profus des parties vis des demi-boucles glissiles. Un glissement dévié des dislocations vis du système primaire ne peut pas en principe être observé dans cette géométrie car le plan de déviation $(\bar{1}\bar{1}1)$ est la Face C ou D de l'éprouvette. Il n'est donc pas contraint. Toutefois, des observations antérieures par R. Kesteloot (résultats non publiés) ont révélé à 224°C l'existence de traces parallèles à ce plan à l'intérieur des rubans. Ces traces pourraient correspondre soit à des déviations stabilisées dans le plan non contraint, soit à des arrangements cellulaires en parois (murs ?). Des changements de plan de glissement par déviation des segments vis sont envisageables pour les systèmes secondaires $\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$ (111) (primaire secondaire) et $\frac{1}{2}[110]$ $(1\bar{1}1)$ (table II-1). Dans les deux cas, le plan de déviation est le plan $(1\bar{1}\bar{1})$. Ceci est compatible avec nos observations. R. Kesteloot (2) a montré par topographie aux rayons X qu'à la température de 224°C, ces deux systèmes de glissement participaient effectivement à la déformation.

En résumé, l'analyse des traces de glissement montre que, jusqu'à un taux de déformation résolue de l'ordre de 15 %, le glissement reste simplex jusqu'à des températures de l'ordre de 160°C pour InSb (∿ 400°C pour GaAs). Au-delà, il devient complexe, avec une activité des systèmes secondaires qui devient importante. Le glissement devient sinueux. Ceci pourrait avoir pour origine soit un glissement dévié des dislocations vis dans cette structure, soit une mise en parois cellulaires résultant d'une interaction de différents systèmes de glissement.

● III - 3. LES ESSAIS DE RELAXATION.

Ces essais ont été réalisés selon la méthode de Guiu et Pratt (34). Formellement, la mesure du volume d'activation expérimental se déduit

de la courbe de relaxation elle-même.

$$\Delta\tau = \tau_o - \tau = \lambda \ \text{Ln} \left(\frac{t}{c} + 1\right) \qquad (1)$$

où τ_o est la valeur de la cission réduite à l'instant $t = 0$ de la relaxation, c et λ sont deux paramètres que l'expérience permet d'atteindre :

$$\lambda = \frac{kT}{V_a(1 + M^{-1}\,\theta)} \qquad (2) \qquad c = \frac{\lambda\, M^{-1}}{\dot{\gamma}_o} \qquad (3)$$

La constante c a ici les dimensions d'un temps (constante de temps). Dans ces équations, θ est la vitesse de durcissement à l'instant $t = 0$ de la relaxation, déduite de la courbe de compression. La quantité M^{-1}. θ est souvent négligeable devant l'unité lorsque le durcissement est faible, ce qui est le cas dans nos essais (figures III-1 et 2). Cette quantité est d'ailleurs strictement nulle au niveau de contrainte minimale (L.Y.P). On a dans ces conditions :

$$V_a = \frac{kT}{\lambda} \qquad (4)$$

Cette équation détermine V_a, volume apparent, si λ est connu. La détermination usuelle du coefficient λ selon la technique de Guiu et Pratt consiste à linéariser la courbe $\Delta\tau = f(\text{Ln } t)$ en décalant l'échelle de temps d'une constante c jusqu'à ce qu'une droite soit effectivement obtenue. La pente de cette droite fournit directement le coefficient λ cherché.

Concrètement, dans le cas de InSb et de GaAs, l'application de cette méthode graphique s'est révélée non satisfaisante et a conduit souvent à des résultats erronés, peu sûrs, surtout pour les grandes constantes de temps, ou les très petites, où l'imprécision peut dépasser la valeur de la constante elle-même. Cette constante de temps dépend de trois facteurs (équation 3) :

1) λ, c'est à dire V, directement relié au mécanisme de déformation.

2) $\dot{\gamma}_o$ est la vitesse de déformation plastique à l'instant $t = 0$ de la relaxation. Elle s'identifie souvent à la vitesse de déformation totale imposée par la machine, dès lors que la contribution élastique devient négligeable.

3) M^{-1} est l'inverse du module machine - échantillon. Il est défini par :

$$\frac{1}{M} = \frac{1}{\phi^2} \left(\frac{S_o}{l_o d} + \frac{1}{E} \right) \qquad (5)$$

C'est un facteur purement géométrique qui fait intervenir des caractéristiques propres à l'échantillon (module d'Young E, section S_o, longueur l_o), la dureté d de l'ensemble machine + montage de compression, et le facteur de Schmid ϕ du système de glissement (facteur d'orientation).

Le rapport $\frac{c}{\lambda}$ est donc égal à $\frac{M^{-1}}{\dot{\gamma}_o}$, en principe connu et constant au cours de l'essai de relaxation. En réalité donc, la précision avec laquelle on mesure V_a, par l'intermédiaire de λ, repose sur une estimation correcte de c.

La méthode de Guiu et Pratt décrite ci-dessus a donné des valeurs très disparates du rapport $\frac{c}{\lambda}$, aussi bien au cours d'un même essai que d'une éprouvette à l'autre dans des essais différents, les éprouvettes étant de taille et d'orientation identiques. Différentes relaxations sont généralement effectuées au cours d'un même essai de déformation, soit pour s'assurer du plateau atteint dans l'évolution du volume, soit comme dans (3), pour analyser sa variation avec la déformation, et son passage par un maximum. Au cours d'un même essai de déformation, et à une température donnée, ce rapport ne devrait pas varier, ou très peu par l'intermédiaire de M. Ceci peut d'ailleurs servir de critère pour juger de la validité du dépouillement, car l'ordre de grandeur du rapport $\frac{M^{-1}}{\dot{\gamma}_o}$ peut être estimé. De même, ce rapport

devrait peu évoluer à différentes températures, sauf peut être au travers de l'évolution du module d'Young de l'échantillon avec la température, ou du facteur de Schmid, si le glissement devient multiple.

Nous avons préféré utiliser une méthode de programmation par lissage de courbe qui permet par calcul machine d'optimiser les coefficients a et b de l'équation :

$$y = a + b \ \mathrm{Ln}\ x \qquad (6)$$

de façon à rendre compte au mieux des données expérimentales. Le programme fournit alors les constantes c, λ, le rapport $\frac{c}{\lambda}$ et le facteur de qualité Q qui définit le degré d'ajustement de la courbe $\tau(t)$ calculée par rapport à la courbe réelle.

Nous avons pu obtenir par cette méthode des valeurs $\frac{c}{\lambda}$ du même ordre de grandeur pour une éprouvette donnée, et lentement variables d'une éprouvette à l'autre à différentes températures. Cette méthode nous a permis de voir que la relaxation cesse vite d'être logarithmique au cours du temps. On obtient généralement un très bon ajustement entre la courbe expérimentale et la courbe calculée si on prend en compte uniquement les premiers instants de la relaxation. Ceci correspond à des temps qui sont de l'ordre de 1 à 2 fois la constante de temps et dépend fortement de la température à laquelle est effectué l'essai. A basses températures (grandes constantes de temps), l'accord est très satisfaisant sur des temps longs et la relaxation reste effectivement logarithmique sur toute la durée de la relaxation (de l'ordre de deux minutes). La méthode de Guiu et Pratt donne dans ce cas une estimation de C assez voisine. A hautes températures (faibles constantes de temps), la courbe réelle F(t) a une amplitude qui diminue plus vite avec le temps que la courbe logarithmique, ce qui indique une relaxation de plus en plus difficile au fur et à mesure que la température s'accroit. Un phénomène de durcissement dû à un accroissement d'obstacles dans le plan de glissement (forêt) pourrait interpréter une telle observation. Il est plus vraisemblable cependant que cela traduit une multiplication des dislocations qui continue à se

produire pendant la relaxation, c'est à dire que la densité ρ n'est pas constante. La méthode de Guiu et Pratt appliquée aux temps longs donne dans ce cas des valeurs de c totalement différentes (facteur 2 à 3) des valeurs obtenues aux temps courts par programmation.

La méthode d'ajustement par lissage de la courbe expérimentale considère de fait les premiers instants de la relaxation. Dans le formalisme de l'activation thermique du glissement qui aboutit effectivement à une équation logarithmique dans le cas d'une relaxation de contrainte, cette équation est dérivée à partir d'un développement limité au premier ordre de la vitesse de déformation plastique par rapport à la contrainte appliquée (35). Cela sous entend par conséquent un domaine de température restreint à partir de l'instant $t = 0$ du début de la relaxation où le formalisme peut s'appliquer.

● III - 4. EVOLUTION DE LA LIMITE ELASTIQUE AVEC LA TEMPERATURE.

Les valeurs expérimentales de $\tau_{L.Y.P.}$ sont rassemblées dans les tableaux III-1 (InSb) et III-2 (GaSs). Les figures III-5 montrent les courbes $\tau_{L.Y.P.}(T)$ et $\frac{\tau_{L.Y.P}}{\mu}(T)$ qui tiennent compte de la variation du module de cisaillement μ avec la température. Ces courbes montrent un accroissement extrêmement rapide de la limite élastique en-dessous d'une température de l'ordre de 200°C pour InSb et de l'ordre de 400°C pour GaAs. Cette forte variation de la limite élastique à basse température, notamment dans le cas de InSb, peut se comparer à celle des métaux cubiques centrés à très basse température ($T < 0.2\ T_f$). On trouve un rapport de l'ordre de 30 entre 94°C ($0.46\ T_f$) et 317°C ($0.74\ T_f$) pour InSb, et de l'ordre de 9 entre 260°C ($0.35\ T_F$) et 500°C ($0.51\ T_f$) pour GaAs. Cette variation apparaît effectivement plus marquée dans InSb, pour une fourchette de températures comparable. Il existe donc dans ces matériaux un domaine de température où le glissement est très fortement activé, domaine qui n'a pas été mis en évidence jusqu'à présent (table I-5, chapitre I). La limite

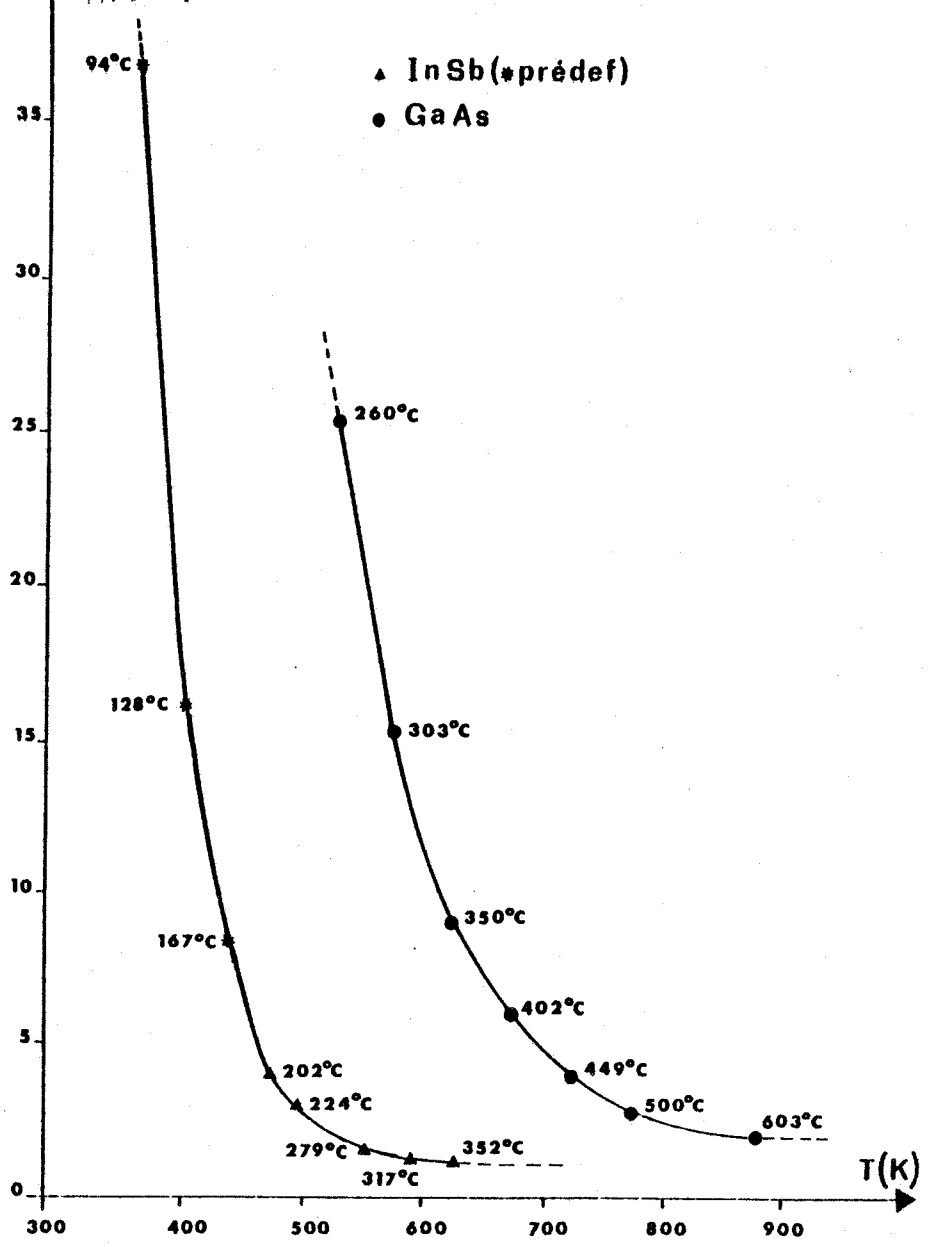
T(°C)	T(K)	$\frac{T}{T_f}$	$\tau_{L.Y.P.}$ MPa.	$V_{L.Y.P.}$ (b3)	$\frac{kT}{2V_{L.Y.P}}$ MPa.	τ_e MPa.	$\frac{\tau_{L.Y.P}}{\mu}$ (10^{-5})
94*	367	0.46	37	6.5	4,05	32,95	153
128*	401	0.503	16,1	15,4	1,87	14,23	67
167*	440	0.55	7,4	35	0,9	6,5	31
202	475	0,595	4	66	0,52	3,48	16,8
224	497	0.623	2,9	92	0,4	2,51	12,2
279	552	0.69	1,62	193	0,32	1,3	6,9
317	590	0.74	1,28	266	0,11	1,07	5,5
352	625	0.783	1,12	662	0,07	1,05	4,8

□ Tableau III-1. : InSb - Valeurs des limites élastiques en fonction de la température. μ = module de cisaillement.

* : Eprouvettes prédéformées à 224°C (voir texte).

T(°C)	T(K)	$\frac{T}{T_f}$	$\tau_{L.Y.P.}$ MPa	$V_{L.Y.P.}$ (b^3)	$\frac{kT}{2V_{L.Y.P}}$ (MPa)	τ_e MPa	$\frac{\tau_{L.Y.P.}}{\mu}$ (10^{-5})
260	533	0.35	25.4	30	1,9	23,5	52,4
303	576	0.38	15.3	53	1,17	14,12	31,6
350	623	0.41	9.6	92	0,73	8,87	20
397	670	0.44	6.3	151	0,48	5,82	13
402	675	0.45	6.1	157	0,46	5,63	12,6
449	722	0.48	3.85	265	0,29	3,55	8
500	773	0.51	2.75	471	0,18	2,57	5,7
606	879	0.58	2	1440	0,06	1,93	4,2

□ Tableau III-2. : GaAs - Valeurs des limites élastiques en fonction de la température.



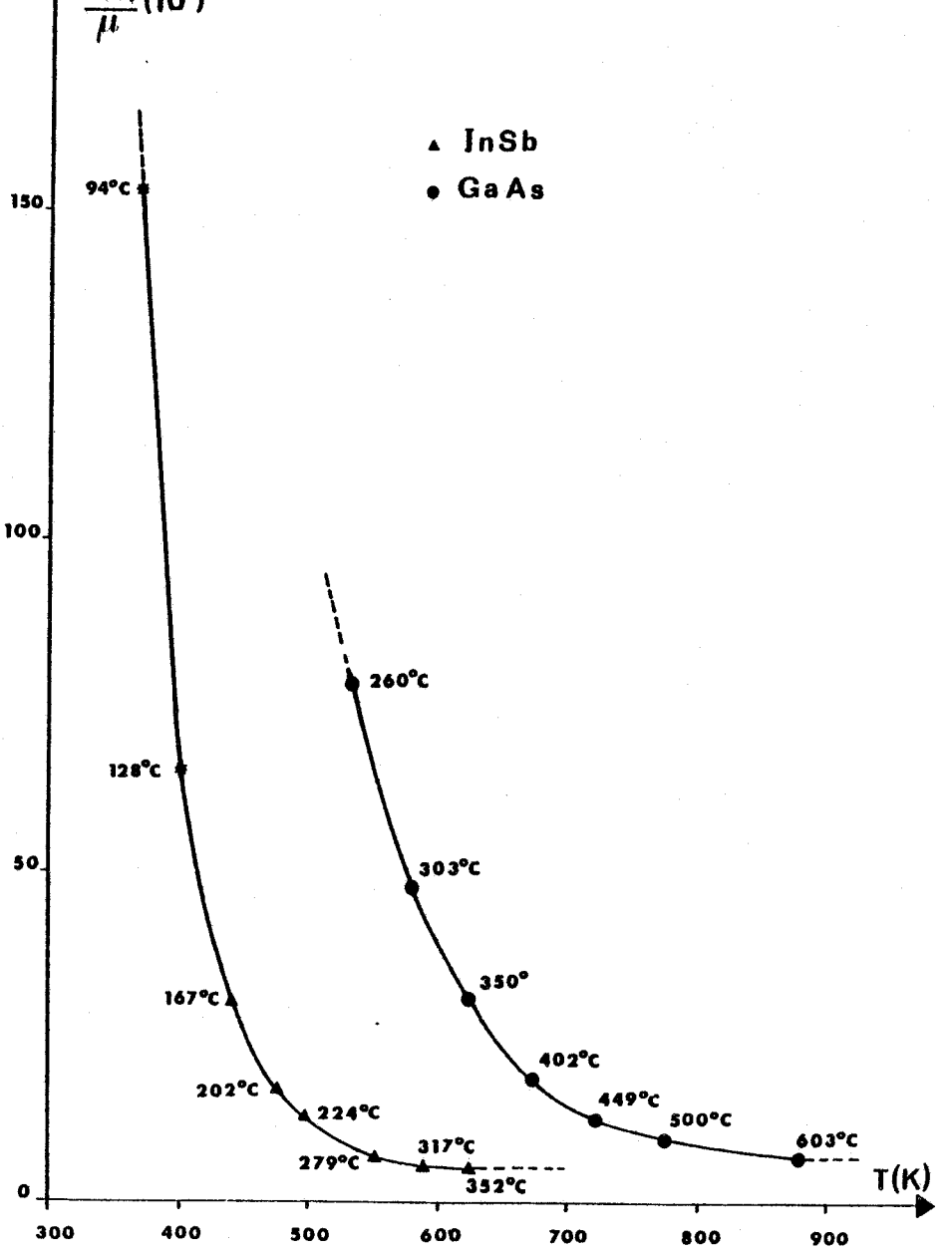


Figure III-5. : InSb et GaAs - Evolution de la contrainte minimale avec la température.
Courbes $\tau_{L.Y.P.}(T)$ et courbes $\frac{\tau_{L.Y.P}}{\mu}(T)$ corrigées du module de cisaillement μ.

élastique à OK, qui donne la contrainte de Peierls vraie, n'est pas accessible directement. On peut cependant en avoir une estimation inférieure en admettant une variation linéaire de $\tau_{L.Y.P}$ avec T à très basse température (36). Un calcul simple donne alors :

$$\tau_{OK} \gtrsim 260 \text{ MPa} \quad \text{pour} \quad InSb, \quad \text{soit} \quad \frac{\tau_{OK}}{\mu_{OK}} \simeq 10^{-2}$$

$$\tau_{OK} \gtrsim 150 \text{ MPa} \quad \text{pour} \quad GaAs, \quad \text{soit} \quad \frac{\tau_{OK}}{\mu_{OK}} \simeq 3.10^{-3}$$

Ces ordres de grandeur sont corrects pour la limite élastique à OK (la valeur pour GaAs est sans doute sousestimée ; la valeur du volume d'activation à 260°C ($30\ b^3$) montre que la pente de la courbe $\tau(T)$ peut encore se raidir à plus basse température).

On notera, à l'opposé, les valeurs particulièrement basses des limites élastiques, de l'ordre de 1 à 2 MPa au seuil du palier athermique, qui traduisent un comportement complètement ductile. Ce palier athermique n'est pas tout à fait atteint aux températures les plus hautes étudiées. Cela situe les températures athermiques T_a légèrement au-delà de 300°C dans InSb ($\gtrsim 0.7\ T_f$) et 600°C dans GaAs ($\gtrsim 0.6\ T_f$).

● III - 5. REMARQUES.

* III-5.1. Limite élastique conventionnelle et véritable limite élastique.

Dans les cristaux semiconducteurs, la présence d'un crochet de traction ou de compression masque le phénomène de limite élastique. Il est habituel de prendre dans ce cas pour limite élastique la valeur de la contrainte atteinte au minimum de la courbe $\sigma(\varepsilon)$, c'est à dire au pied du crochet (Lower Yield point, L.Y.P). De fait, ce minimum résulte d'une balance

entre le phénomène de multiplication en avalanche des dislocations (descente accélérée du crochet) et celui de durcissement qui l'accompagne par suite des intéractions entre dislocations glissiles. La véritable limite élastique est en réalité plus basse. Escaig, Farvacque et Ferré (35) ont montré que celle-ci pouvait se déduire simplement de la connaissance de $\sigma_{L.Y.P.}$, contrainte mesurée au niveau minimum de contrainte, et du volume d'activation mesuré également au minimum par la relation

$$\tau_e = \tau_{L.Y.P.} - \frac{kT}{2V_{L.Y.P.}} \qquad (7)$$

(τ = cission réduite dans le plan de glissement).

où le terme $\frac{kT}{2V_{L.Y.P.}}$ est un terme correctif qui tient compte du durcissement. Formellement, la contrainte τ_e s'identifie comme une contrainte effective moyenne déduite de la contrainte appliquée τ_a par la relation

$$\tau_a = \tau_e + f(\rho) \qquad (8)$$

où $f(\rho)$ est une fonction de la densité de dislocations totale ρ. Les tables III-1 et III-2 montrent que la correction $\frac{kT}{2V_{L.Y.P.}}$ due au durcissement est très faible à la contrainte minimale τ_{ly}. L'ordre de grandeur est satisfaisant et traduit bien le fait que la forêt est peu efficace encore à ce niveau de déformation. Ce terme s'annule pratiquement aux températures élevées. Il ne s'identifie donc pas en toute rigueur à la contrainte athermique τ_μ usuellement définie comme la contrainte mesurée au palier athermique.

* III-5.2. Dispersion des valeurs expérimentales.

Les valeurs de $\tau_{L.Y.P.}$ et de $V_{L.Y.P.}$ données dans les tables III-1 et III-2 sont des valeurs moyennées sur un certain nombre d'essais effectués à chacune des températures indiquées. En réalité, les essais ont montré une dispersion assez importante des courbes expérimentales. Ceci est sans

doute caractéristique des composés III - V où la surface apparait jouer un rôle important dans la cinétique de la déformation (c.f. Introduction). Cet effet de dispersion n'est pas noté dans le silicium où l'état de surface ne semble pas influencer les courbes $\tau(\varepsilon)$, la déformation étant ici essentiellement gouvernée par des sources de volume (33). L'asymétrie de déformation observée selon la nature de la face abrasée (3) traduit l'efficacité de sources de surface à générer des demi-boucles ayant le caractère adéquat, ici α (2). En toute rigueur, un véritable glissement simplex ($\Phi = 0.47$) n'est obtenu que si une seule face est emettrice, les autres faces étant supposées parfaitement polies chimiquement, c'est à dire non écrouies. Une préparation ainsi idéale des surfaces est difficile à obtenir dans l'absolu et surtout, elle n'est pas reproductible d'une éprouvette à l'autre. Dans ces conditions, l'essai de déformation devient sensible au caractère aléatoire de sources secondaires parasites. D'autres effets peuvent sans aucun doute contribuer à cette dispersion (axialité du montage, stabilité thermique de la machine, hétérogénéité du matériau...). Nous pensons cependant que l'état de surface est une composante prépondérante de la difficulté d'obtenir des résultats expérimentaux cohérents, et comparables (tables I-2 et I-5 chapitre I). Ceci singularise les composés III-V par rapport aux autres matériaux. Nous avons choisi de retenir dans nos essais ceux pour lesquels les points expérimentaux se plaçaient à peu près correctement à la fois sur les courbes $\tau(T)$, $V(\tau)$ et $V(T)$ (tables III-1 et III-2).

● III - 6. EVOLUTION DU VOLUME D'ACTIVATION AVEC LA TEMPERATURE ET AVEC LA CONTRAINTE.

Le volume d'activation mesuré expérimentalement est un volume apparent, non égal en général au volume vrai, véritable grandeur physique qui intervient dans le formalisme classique de l'activation thermique. Le formalisme développé par Escaig, Farvacque, Ferré déjà cités montre que le volume vrai s'identifie au volume apparent à condition de mesurer ce dernier au niveau de contrainte minimale (L.Y.P.).

Les valeurs correspondantes mesurées figurent dans les tables III-1 III-2. La figure III-6a montre l'allure de sa variation avec la température. La figure III-6b montre la variation correspondante de la constante de temps c et de la quantité $\frac{c}{\lambda}\ \dot{\gamma}_o$ (paragraphe III-3). L'alignement très acceptable des points déduits du dépouillement par programmation conforte la validité des volumes d'activation apparents mesurés. La variation $\frac{c}{\lambda} \cdot \dot{\gamma}_o = M^{-1}$ est sensiblement linéaire et à pente positive, conforme à la différence des modules d'Young des deux matériaux ($E_{InSb} \simeq 4{,}1.10^4$ MPa, $E_{GaAs} \simeq 10{,}8.10^4$MPa). On remarquera que les points de haute température s'écartent notablement de la linéarité dans les deux cas. Il est vraisemblable que des phénomènes connexes interviennent dans les essais à haute température et l'essai de relaxation n'est probablement plus dépouillable dans une hypothèse de glissement pur (diffusion ? montée ?).

La figure III-7 montre l'allure des courbes $V(\tau)$. C'est dans l'ensemble une variation hyperbolique tout à fait classique avec une remontée très rapide à haute température. Ces courbes sont importantes car elles permettent d'atteindre une estimation de l'enthalpie d'activation ΔH (chapitre IV).

On notera la valeur particulièrement basse du volume d'activation, de l'ordre de 7 b^3, à 94°C dans InSb, associé à une très forte limite élastique. Il est en ordre de grandeur comparable aux volumes d'activation obtenus à très basse température dans les structures à frottement de réseau élevé (métaux cubiques centrés) et caractéristiques d'un mécanisme d'avancée des dislocations par doubles décrochements. La courbe $V(T)$ dans le cas de GaAs (figure III-6a), extrapolée aux très basses températures, montre que des volumes comparables seront atteints en dessous de 260°C. L'extrapolation à 0K de $\tau_{LYP}(\tau_{0K} \geq 140$ MPa) sousestime donc effectivement τ_{0K} pour GaAs.

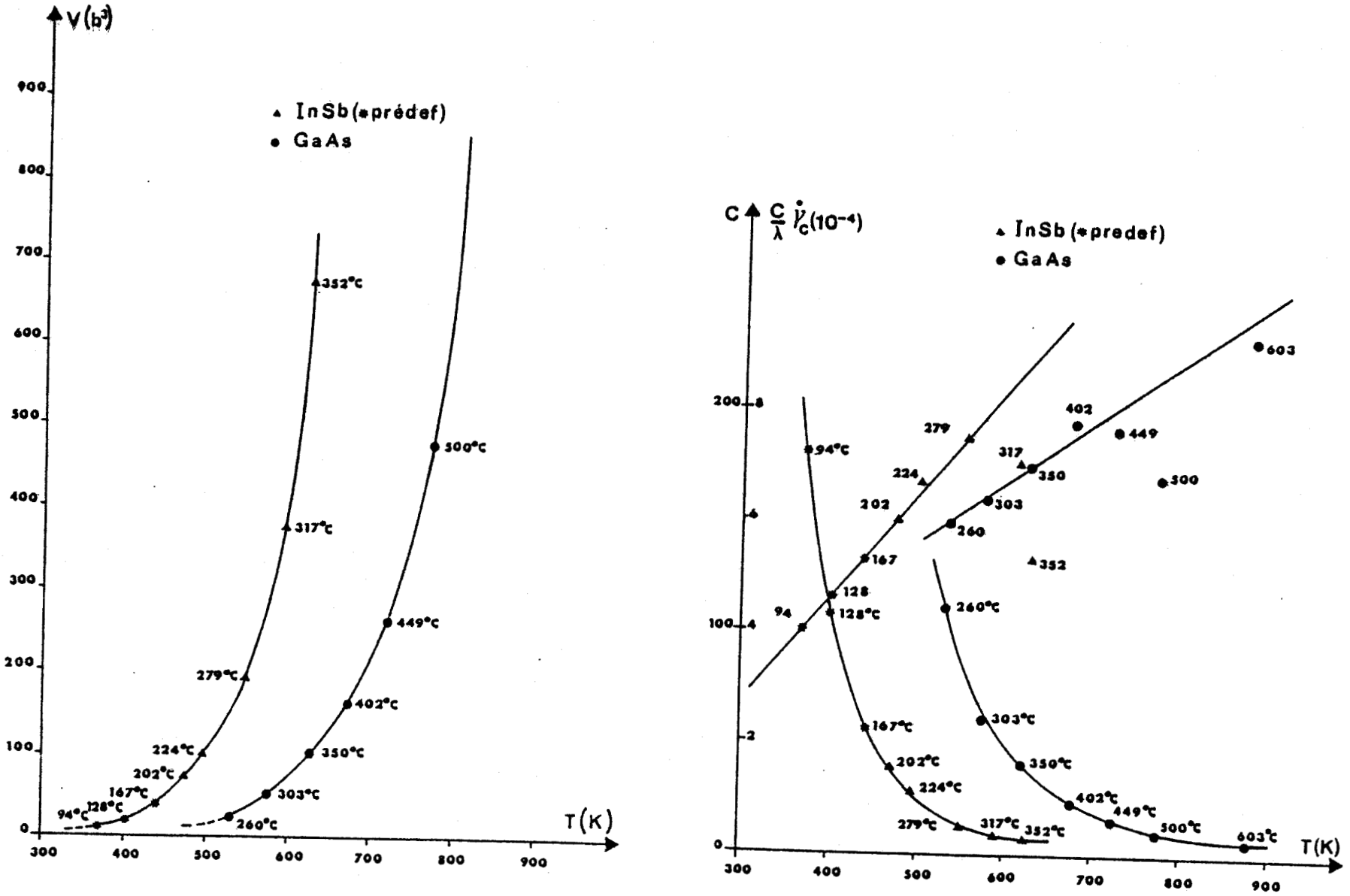


Figure III-6. a) : InSb et GaAs - Evolution du volume d'activation avec la température.

b) : Variation correspondante de la constante de temps c et du rapport $\frac{c}{\lambda} \cdot \dot{\gamma}_o = M^{-1}$.

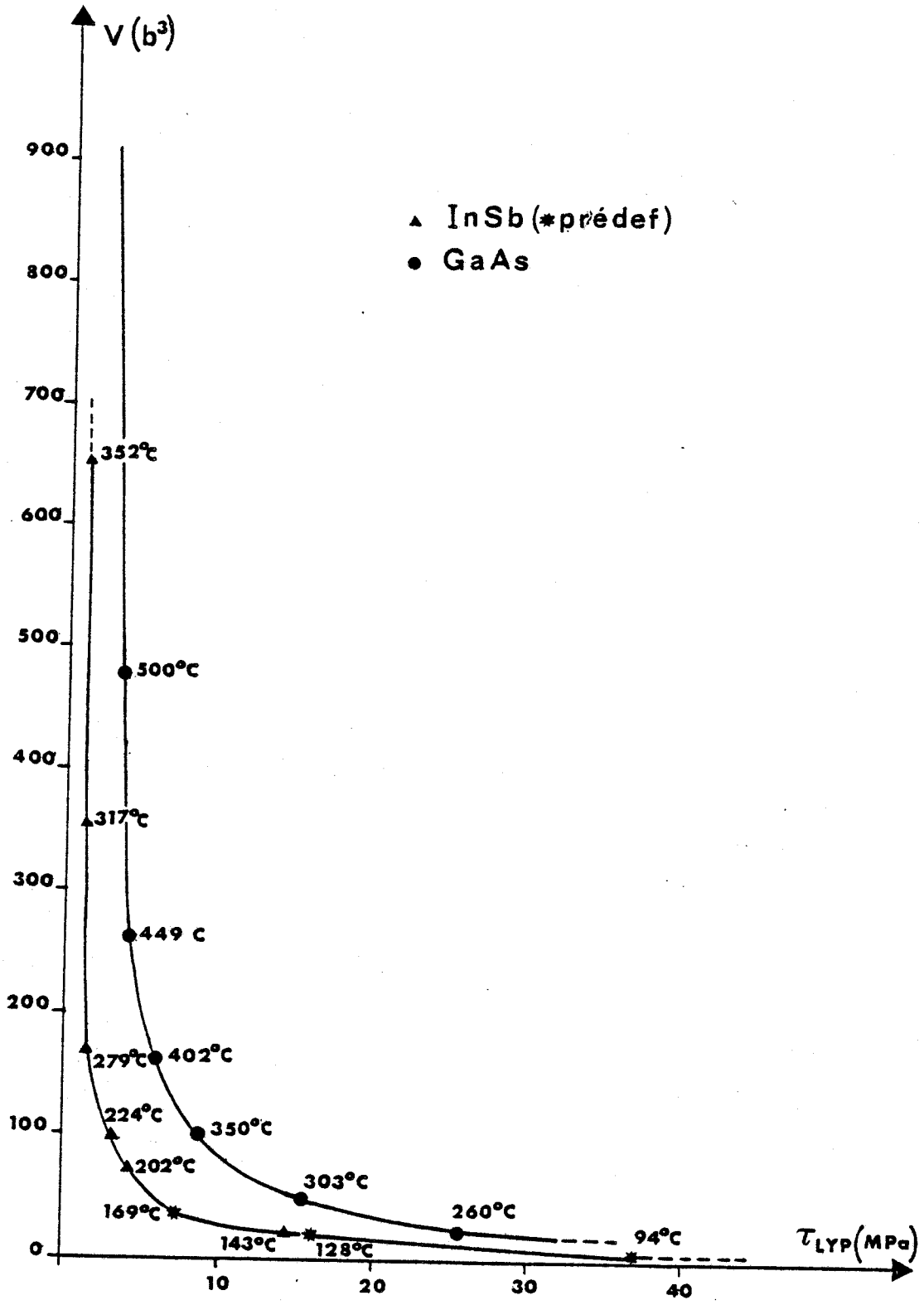


Figure III-7. InSb et GaAs : Dépendance du volume d'activation avec la contrainte.

CHAPITRE IV - DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION.

Les résultats expérimentaux présentés au chapitre précédent sont utilisés pour calculer l'énergie d'activation ΔG caractéristique du processus de glissement. La présente analyse est effectuée à la fois dans le cadre de la théorie des processus thermiquement activés développée à l'origine par Schoeck (37) et dans le cadre du formalisme de Haasen appliqué aux cristaux semiconducteurs (23, 31, 38).

● IV - 1. LE FORMALISME DE L'ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT (37, 39).

Formellement, le glissement thermiquement activé des dislocations s'interprète en introduisant une barrière d'énergie, due au frottement de réseau, que la dislocation doit franchir pour se déplacer, avec l'aide de la contrainte appliquée et de la température. Le franchissement de cette barrière conduit à exprimer l'équation fondamentale de la déformation sous la forme d'une loi d'Arrhénius :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_o \exp \{ - \frac{\Delta G (\tau,T)}{kT} \} \qquad (1)$$

où $\Delta G (\tau,T)$ représente la variation d'enthalpie libre de Gibbs du cristal au cours du processus d'activation. Si on tient compte du travail fourni par la contrainte appliquée au cours de l'activation, on obtient la hauteur vraie de la barrière à la température T :

$$\Delta G_o (T) = \Delta G (\tau,T) + \tau.V \qquad (2)$$

où $\tau.V$ est le travail de la contrainte appliquée, exprimé directement

en fonction de la contrainte τ qui agit effectivement sur le segment de dislocation mobile. $\Delta G(\tau,T)$ représente ici essentiellement la contribution de l'énergie thermique au processus d'activation. Les quantités $\Delta G_o(T)$ et V sont évidemment les quantités que l'on cherche à obtenir car elles caractérisent le mécanisme de déformation lui-même. L'analyse thermodynamique détaillée du processus d'activation est décrite dans (37) et (41). Nous ne retenons ici que les résultats essentiels qui nous seront utiles par la suite.

En choisissant un système thermodynamique incluant le cristal et les sources extérieures $(T, \tau_a, \ldots)$ qui fixent son état (analyse en contrainte appliquée) on peut déterminer $\Delta G(\tau_a,T)$ à partir de la connaissance de ses dérivées partielles :

$$\begin{cases} \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_a}\right)_{T,\text{s.s.c.}} = -V & \text{où } V \text{ est le volume d'activation vrai.} \\ \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T}\right)_{\tau_a,\text{s.s.c.}} = -\Delta S & \text{où } \Delta S \text{ est la variation d'entropie du cristal au cours du processus d'activation.} \end{cases}$$

(s.s.c. = sous structure constante).

La variation ΔS provient essentiellement de la dépendance thermique du module de cisaillement μ avec la température. On peut montrer que (37) :

$$\Delta S = \frac{1}{\mu}\frac{d\mu}{dT}\{\Delta G + \tau V\} \qquad (3)$$

L'expérience permet d'atteindre, non pas ΔG à cause de ΔS, mais la quantité ΔH, enthalpie d'activation, et V. V est relié aux variables thermodynamiques T, τ_a, $\dot{\gamma}_p$ par la relation :

$$V = kT\left(\frac{\partial \operatorname{Ln} \dot{\gamma}_p}{\partial \tau_a}\right)_{T,\text{s.s.c.}} \qquad (4)$$

en supposant que la sous-structure de dislocations ne change pas au cours de la mesure. Ce volume s'obtient soit par saut de vitesse, soit dans notre cas par relaxation de contrainte. Il est facile de montrer que l'enthalpie d'activation ΔH est aussi accessible par la relation :

$$\Delta H = - T.V. \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T} \right)_{\dot{\gamma}_p, s.s.c.} \qquad (5)$$

à condition de supposer que la mesure effectuée à différentes températures correspond à des états structuraux comparables, ce qui est loin d'être vérifié dans la pratique. ΔH se déduit dans ce cas directement de la connaissance de la variation de τ_a avec la température, c'est à dire de la courbe $\tau_a(T)$. A partir de ces données, deux déterminations de ΔG sont possibles.

• (1) : A partir de (3) et (5) en suivant l'analyse de Schoeck (37) :

$$\Delta G = \frac{\Delta H + \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT} \cdot \tau_a.V}{1 - \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}} \qquad (6)$$

• (2) : A partir de la connaissance de la dépendance du volume d'activation avec la contrainte, $V(\tau_a)$, en intégrant la relation :

$$\left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_a} \right)_{T, s.s.c.} = - V$$

à condition de tenir compte de la correction d'entropie. Cagnon (40) a proposé une méthode de calcul de ΔG basée sur cette équation en posant :

$$\Lambda = \frac{\mu_o}{\mu(T)} \cdot \tau \qquad \text{et} \qquad \Delta\Gamma = \frac{\mu_o}{\mu(T)} \cdot \Delta G$$

où μ_o est la valeur du module de cisaillement à 0K. On en déduit :

$$\Delta G = \frac{\mu(T)}{\mu_o} \int_{\frac{\mu_o}{\mu(T)}.\tau}^{\tau_o} V.d\Lambda \qquad (7)$$

où τ_o est la valeur de la contrainte appliquée à 0°K.

Ces deux méthodes conduisent en principe à la même valeur de ΔG si les hypothèses qui fixent le cadre du formalisme thermodynamique utilisé sont respectées. Nous avons utilisé successivement ces deux méthodes.

Remarque :

L'équation (7) détermine ΔG pour chaque valeur de τ, et par suite pour chaque valeur de T. Il s'agit d'une intégration graphique à partir de la courbe $V(\tau)$. Cela suppose connue la cission réduite à OK, τ_o. C'est une donnée qui n'est pas toujours accessible, et souvent difficile à apprécier, sauf si les essais peuvent être conduits à très basse température (36), ce qui est rarement possible. On peut s'affranchir de cette donnée en remarquant que l'intégrale (7) peut se décomposer de la façon suivante (J.L. Farvacque, résultats non publiés) : inversant l'équation (1) de la déformation, on a :

$$\Delta G(T,\tau) = kT \, \mathrm{Ln} \frac{\dot{\gamma}_o}{\dot{\gamma}} \simeq \alpha \, kT \qquad (8)$$

car le logarithme est peu sensible aux variations du paramètre $\dot{\gamma}_o$. La constante α est typiquement de l'ordre de 25 pour la plupart des matériaux. Ceci sous entend a priori une variation linéaire de ΔG avec la température.

Combinant les équations (7) et (8), on obtient :

$$\Delta G(\tau,T) - \Delta G(\tau_1,T_1) = \alpha \, k(T - T_1) = \frac{\mu(T)}{\mu_o} \int_T^o \frac{\mu_o}{\mu(T')} \, V \, d\tau \, (T') - \frac{\mu(T_1)}{\mu_o} \int_{T_1}^o \frac{\mu_o}{\mu(T'')} \, V \, d\tau \, (T'')$$

où $\tau_1(T_1)$ est une contrainte quelconque qui limite l'aire de la courbe $V(\tau)$ depuis $\tau = 0$ jusqu'à τ_1. L'intégrale $\Delta G(\tau_1,T_1)$ est dans ces

conditions une constante dont la valeur peut ensuite être ajustée de façon à ce que la courbe $\Delta G(T)$ passe par l'origine.

De ces équations, on tire facilement :

$$\int_{T_1}^{o} \frac{\mu_o}{\mu(T'')} \, V \, d\tau \, (T'') = \frac{T_1 . \mu(T)}{T . \mu(T_1)} \int_{T}^{o} \frac{\mu_o}{\mu(T')} \, V \, d\tau \, (T')$$

$$= \int_{T_1}^{T} \frac{\mu_o}{\mu(T)} \, V . d\tau \, (T') + \int_{T}^{o} \frac{\mu_o}{\mu(T')} \, V . d\tau \, (T')$$

d'où ensuite :

$$\Delta G(T,\tau) = \frac{T}{\frac{\mu_o}{\mu(T)} . T - \frac{\mu_o}{\mu(T_1)} . T_1} \int_{T}^{T_1} \frac{\mu_o}{\mu(T')} \, V \, d\tau \, (T') \qquad (9)$$

il faut alors intégrer graphiquement la courbe $\frac{\mu_o}{\mu(T)} . V = f(\tau)$ pour chaque valeur de τ.

● IV - 2. APPLICATION A LA DETERMINATION EXPERIMENTALE DE ΔH ET DE ΔG.

L'enthalpie d'activation ΔH est déduite de la courbe expérimentale $\tau_{L.Y.P.}(T)$ (figure III-5) par la relation (5) :

$$\Delta H = - T.V \left(\frac{\partial \tau_{L.Y.P.}}{\partial T} \right)_{\dot{\gamma}_p, s.s.c.}$$

Le calcul de ΔH exprimée en eV fournit :

$$\Delta H_{eV} = - 6.10^{-4}\ T\ .\ V(b^3)\ .\ \left(\frac{\Delta\tau}{\Delta T}\right)_{MPa} \qquad \text{pour InSb}$$

$$(b^3_{InSb} = 96.157\ \mathring{A}^3)$$

$$\Delta H_{eV} = - 4.10^{-4}\ T\ .\ V\ (b^3)\ \left(\frac{\Delta\tau}{\Delta T}\right)_{MPa} \qquad \text{pour GaAs} \qquad (10)$$

$$(b^3_{GaAs} = 63.87\ \mathring{A}3)$$

La relation (6) permet d'atteindre ΔG si on connait la dépendance en température du module de cisaillement μ. Nous avons déterminé celle-ci à partir des données des constantes élastiques de InSb (41) et de GaAs (42), mesurées à différentes températures. Dans le cas de InSb, la courbe $\mu(T)$ est bien linéaire dans le domaine de température étudié et satisfait à la loi

$$\mu(T) = - 3.35\ T + 2,58.10^4\ (MPa) \qquad (InSb)$$

(calcul en élasticité anisotrope). La valeur du module de cisaillement à 0°K est $\mu_{0K} = 2.546.10^4$ MPa (41). Les constantes élastiques pour GaAs sont connues pour deux températures, 77K et 300K. Nous avons admis un comportement linéaire de $\mu(T)$ avec une loi :

$$\mu(T) = - 1.26\ T + 4,91.10^4\ (MPa) \qquad (GaAs).$$

Nous avons extrapolé cette loi à $T = 0$ pour obtenir μ_{0K}.

Les relations (10) montrent que la précision avec laquelle on mesure ΔH repose à la fois sur la mesure expérimentale de V et surtout sur la précision avec laquelle on détermine la pente $\left(\frac{\partial\tau}{\partial T}\right)$ pour chaque valeur du couple (T,V). Cette méthode s'est avérée très délicate à pratiquer, compte tenu notamment de la dispersion des points expérimentaux (paragraphe III-5) qui ne permet pas d'ajuster une courbe $\tau(T)$ avec suffisamment de rigueur. L'estimation de la pente géométrique (et de l'erreur commise)

est également délicate à cerner, particulièrement dans les domaines où la pente varie beaucoup, c'est à dire vers les hautes températures. La précision serait évidemment grandement améliorée si on disposait d'une expression analytique de la courbe $\tau(T)$ (paragraphe IV-3).

Les valeurs obtenues pour ΔH et ΔG, ainsi que les domaines d'erreur estimés autour de chaque point, sont reportés sur les figures IV-1 et IV-2 respectivement. Les courbes $\Delta H(T)$ et $\Delta G(T)$ montrent une variation sensiblement linéaire avec la température à basse température, conforme à la loi $\Delta G = \alpha\, kT$ attendue, et un plateau relativement mal défini à haute température. L'imprécision sur les points de haute température ne provient pas tant de l'erreur commise sur la pente $\frac{d\tau}{dT}$ mais surtout de la valeur du volume V mesuré. On le voit en particulier sur les courbes relatives à InSb où les rectangles d'erreurs des points à 279°C, 317°C, 352°C, sensiblement de même niveau, s'écartent complètement du plateau, ce qui implique que les volumes d'activation correspondants sont nettement sous estimés (tableau III-1). Il en est de même pour le point à 606°C pour GaAs. Ceci est conforme à l'allure de la courbe $\frac{c}{\lambda}\dot{\gamma}_o$ (figure III-6b) qui montre une dispersion très aléatoire des points de haute température, bien que les constantes de temps c se placent correctement sur les courbes $c(T)$. Cette dispersion incrimine λ, donc V, et pourrait signifier que le formalisme de Guiu et Pratt n'est plus applicable à ces matériaux dans le domaine des hautes températures, c'est à dire que la loi logarithmique n'est plus vérifiée, ce qui va dans le sens des remarques du paragraphe III-6.

Cette analyse montre de façon concrète que cette méthode de détermination de ΔG par ΔH, appliquée à ces matériaux, est à manipuler avec précaution. Si on se limite aux premiers points du plateau, la position moyenne de celui-ci donne une énergie d'activation de l'ordre de 1,15 eV pour InSb, avec une pente α de l'ordre de 31, et une énergie d'activation de l'ordre de 2.15 eV pour GaAs, avec une pente α de l'ordre de 40, l'imprécision atteint dans les deux cas environ $\pm$ 0.05 eV.

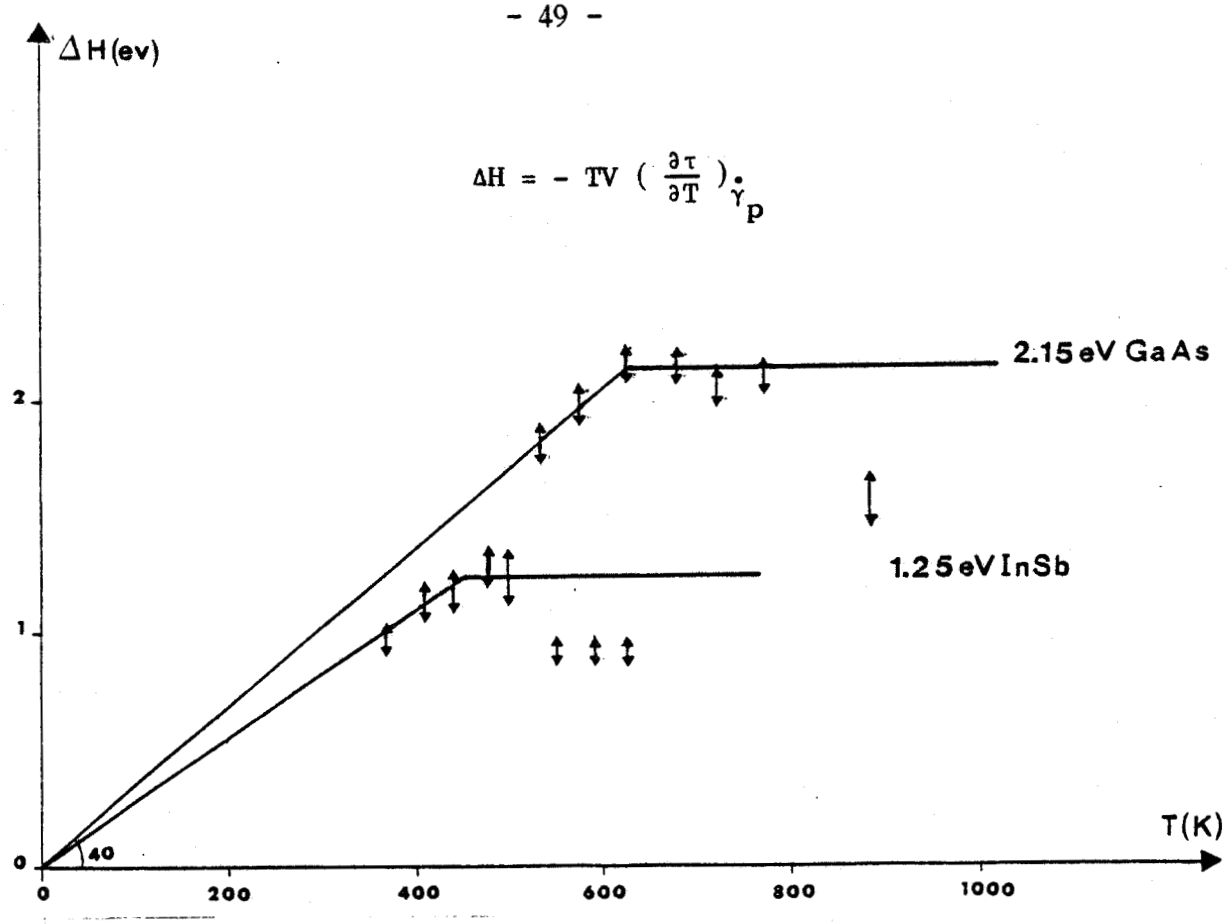


Figure IV-1. InSb et GaAs : Variation de l'enthalpie d'activation ΔH avec la température.

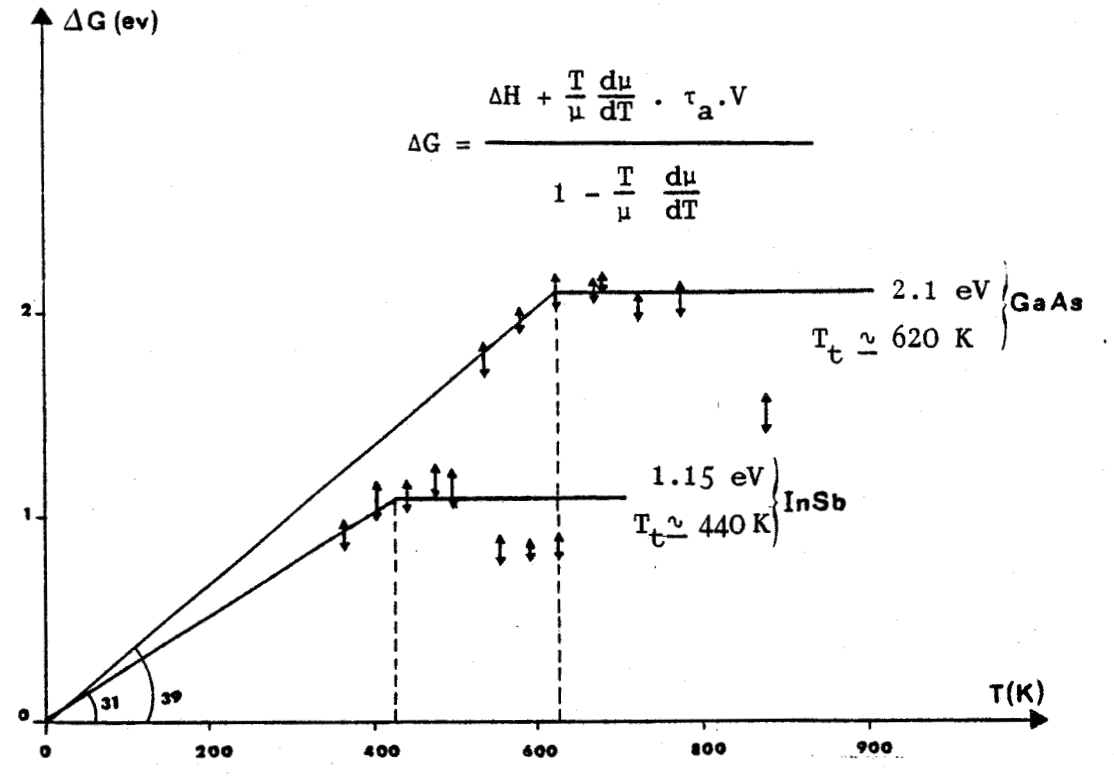


Figure IV-2. Variation correspondante de l'énergie d'activation ΔG.

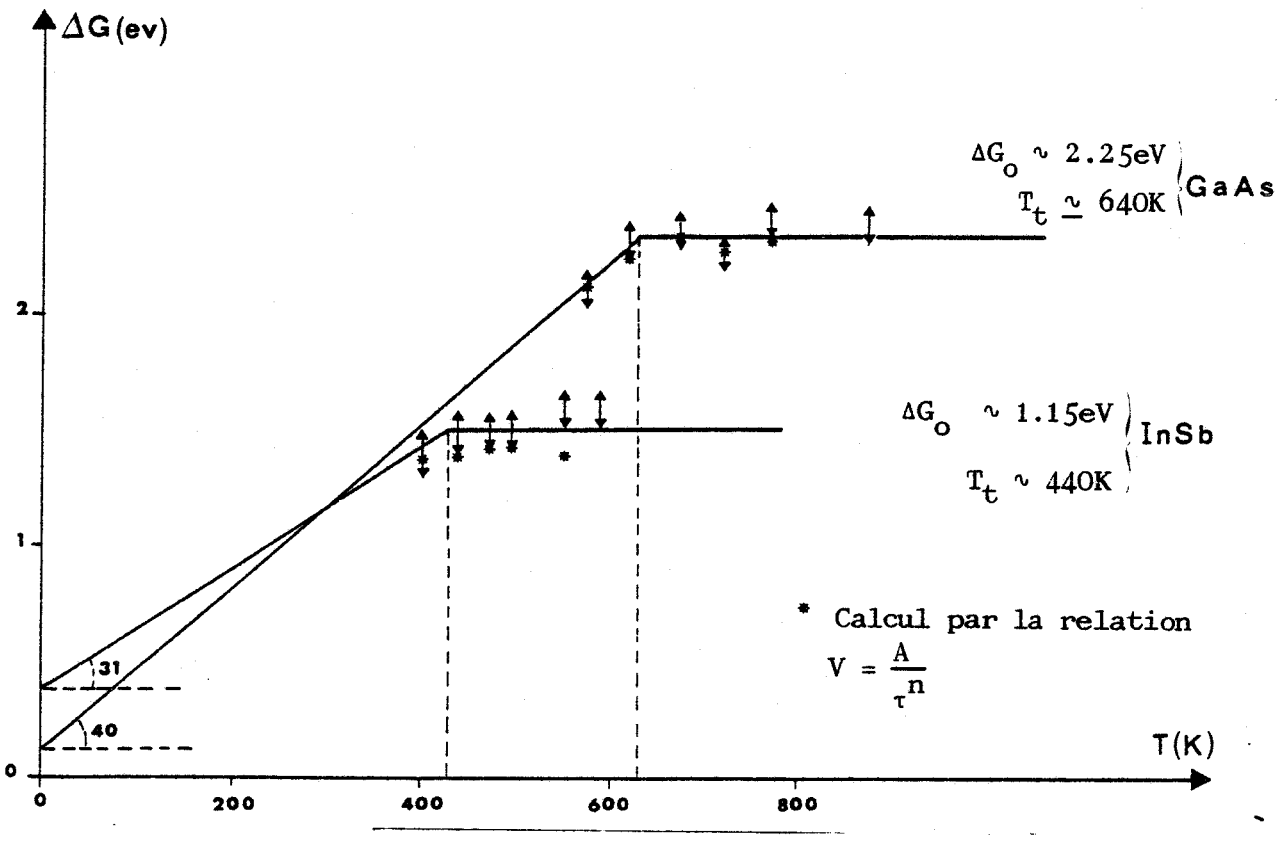


Figure IV-3. Courbe ΔG(T) obtenue par la méthode d'intégration.

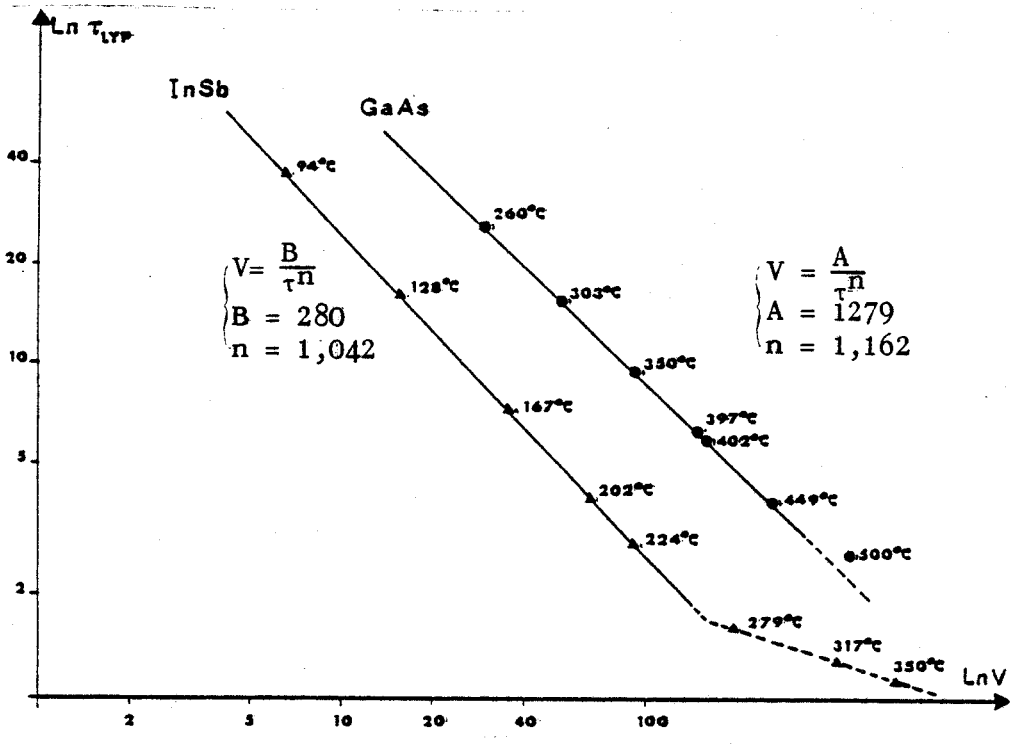


Figure IV-4. Expression analytique de la courbe V(τ) exprimée en diagramme double logarithme.

Les courbes $\Delta G(T)$ obtenues par la méthode d'intégration (équation 9) sont reproduites sur la figure IV-3. On retrouve sensiblement la même allure que précédemment, avec un plateau dont la position est définie à une constante près. La précision sur les positions moyennes des points à haute température est améliorée car la courbe $V(\tau)$ (figure III-7) est moins sensible aux erreurs sur les grands volumes. Il est clair sur la figure IV-3 que la constante d'intégration ne peut pas être déterminée compte tenu du nombre de points insuffisants obtenus à basse température. Nous avons estimé cette constante en prenant les pentes $\Delta G(T)$ obtenues dans la méthode précédente (figure IV-2). Le déplacement correspondant du plateau conduit à $\Delta G \underset{\sim}{} 1{,}15$ eV pour InSb et $\Delta G \underset{\sim}{} 2{,}25$ eV pour GaAs, avec une imprécision de l'ordre de $\pm$ 0.05 eV également. On retrouve sensiblement ces valeurs si, dans l'équation (9), on cherche une relation analytique $V(\tau)$. Cette relation apparait très clairement dans un diagramme $V(\tau)$ doublement logarithmique (figure IV-4). Une loi du type $V = \frac{A}{\tau^n}$ rend assez bien compte des points expérimentaux dans le domaine des basses températures. Les valeurs correspondantes ainsi calculées sont reportées sur la figure IV-3. On remarquera sur la figure IV-4 que les points de haute température s'écartent également de la linéarité à cette loi.

Les valeurs obtenues par la méthode d'intégration recouvrent assez bien celles obtenues par la relation ΔH. La valeur 1.15 eV pour InSb est plus grande que la valeur publiée de 0.99 eV obtenue par Shimizu et Sumino (24 - Table I-5, chapitre I) à partir d'expériences de flexion. La valeur $\sim$ 2.2 eV pour GaAs ne concorde pas avec les valeurs publiées dans le cas de cristaux non dopés.

● IV - 3. ANALYSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX A PARTIR DU FORMALISME DE HAASEN, (23, 31, 38).

* IV-3.1. Le formalisme de Haasen :

Ce formalisme a été développé à l'origine (23, 38) pour décrire le début de la courbe contrainte - déformation (zone du crochet) des semi-

conducteurs élémentaires Silicium et Germanium. Formellement, le modèle de Haasen découle de l'équation d'Orowan :

$$\dot{\gamma}_{pl} = \rho\ b\ v \qquad (11)$$

en exprimant une loi de multiplication $\rho(\tau,\gamma)$ et une loi de vitesse $v(\tau,\rho)$. L'équation (11) est l'équation fondamentale de la déformation. Elle relie la vitesse de déformation par glissement, $\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt}$, à la densité de dislocations mobiles, ρ, et à la vitesse moyenne v de ces mêmes dislocations. Le modèle, dans son principe, repose sur trois équations de base:

$$*1 : v = B(T)\ .\ \tau_{eff}^{m} = B_o\ .\ \tau_{eff}^{m}\ .\ e^{-\frac{U}{kT}} \qquad (12)$$

cette loi de variation $v(\tau,T)$ est déduite de mesures expérimentales de vitesses de dislocations individuelles suivies par figures d'attaque (chapitre I, tableau I-2).

$$*2 : \dot{\rho} = \frac{d\rho}{dt} = K\ .\ \rho.\ \tau_{eff} \qquad (13)$$

où ρ est la densité de dislocations mobiles et τ_{eff} est la contrainte qui agit effectivement sur la dislocation en mouvement.
Cette loi (13) a été vérifiée expérimentalement par comptage de figures d'attaques (43).

$$*3 : \tau_{eff} = \tau_a - \tau_i = \tau_a - A\sqrt{\rho} \quad \text{avec} \quad A = \frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)} \qquad (14)$$

dans laquelle τ_i est une contrainte interne qui résulte de l'intéraction des dislocations mobiles avec la forêt. Les hypothèses sur lesquelles reposent ce modèle sont :

- très faible densité de dislocations initiale.
- toutes les dislocations sont mobiles, où tout au moins seules les dislocations mobiles contribuent à la contrainte interne τ_i.

- toutes les dislocations se déplacent à la même vitesse v définie par l'équation (12). Dans cette équation, l'énergie d'activation U est supposée indépendante de τ. De même, la constante m est supposée ne pas dépendre de T (vraie constante). Ces points ont été réexaminés récemment par Schröter et al. (44) dans le cas du Germanium et du silicium.

La combinaison des équations (11) (12) (13) (14) conduit à une équation phénoménologique de la déformation qui, en fluage ou en essai uniaxial à vitesse imposée, décrit assez bien les courbes expérimentales, en particulier la zone du crochet dans l'essai à vitesse imposée. A la limite élastique inférieure, pour $\dot{\tau}_a = 0$, le modèle conduit aux équations :

$$\tau_{ly} = C_{ly} \cdot \dot{\gamma}_{ly}^{\frac{1}{2+m}} \cdot \exp\left(\frac{U}{(2+m)\,kT}\right) \qquad (15)$$

$$\rho_{ly} = \left(\frac{2}{2+m}\right)^2 \frac{\tau_{ly}^2}{A^2} \qquad (16)$$

$$\tau_{eff} = \tau_{ly} \cdot \frac{m}{2+m} \qquad (17)$$

L'intérêt et l'avantage de ces formes analytiques simples sont qu'elles permettent un calcul direct de τ_{ly}, ρ_{ly} et τ_{eff} à partir de U, de m et de données connues. La validité du modèle peut être alors testée au travers des données fournies par l'expérience.

* IV-3.2. Application à InSb et GaAs.

L'équation (15) décrit implicitement la loi $\tau_{L.Y.P}(T)$. Elle prévoit formellement une dépendance linéaire en $\frac{1}{T}$ de la quantité $\text{Ln}\ \tau_{L.Y.P}$. La figure IV-5 montre les courbes $\text{Ln}\ \tau_{L.Y.P} = f\left(\frac{1}{T}\right)$ correspondantes déduites des données du chapitre III. Ces courbes montrent que la loi linéaire est assez bien vérifiée en dessous de 250°C pour InSb et en dessous de $\sim$ 450°C pour GaAs. Au delà, les points expérimentaux s'écartent notable-

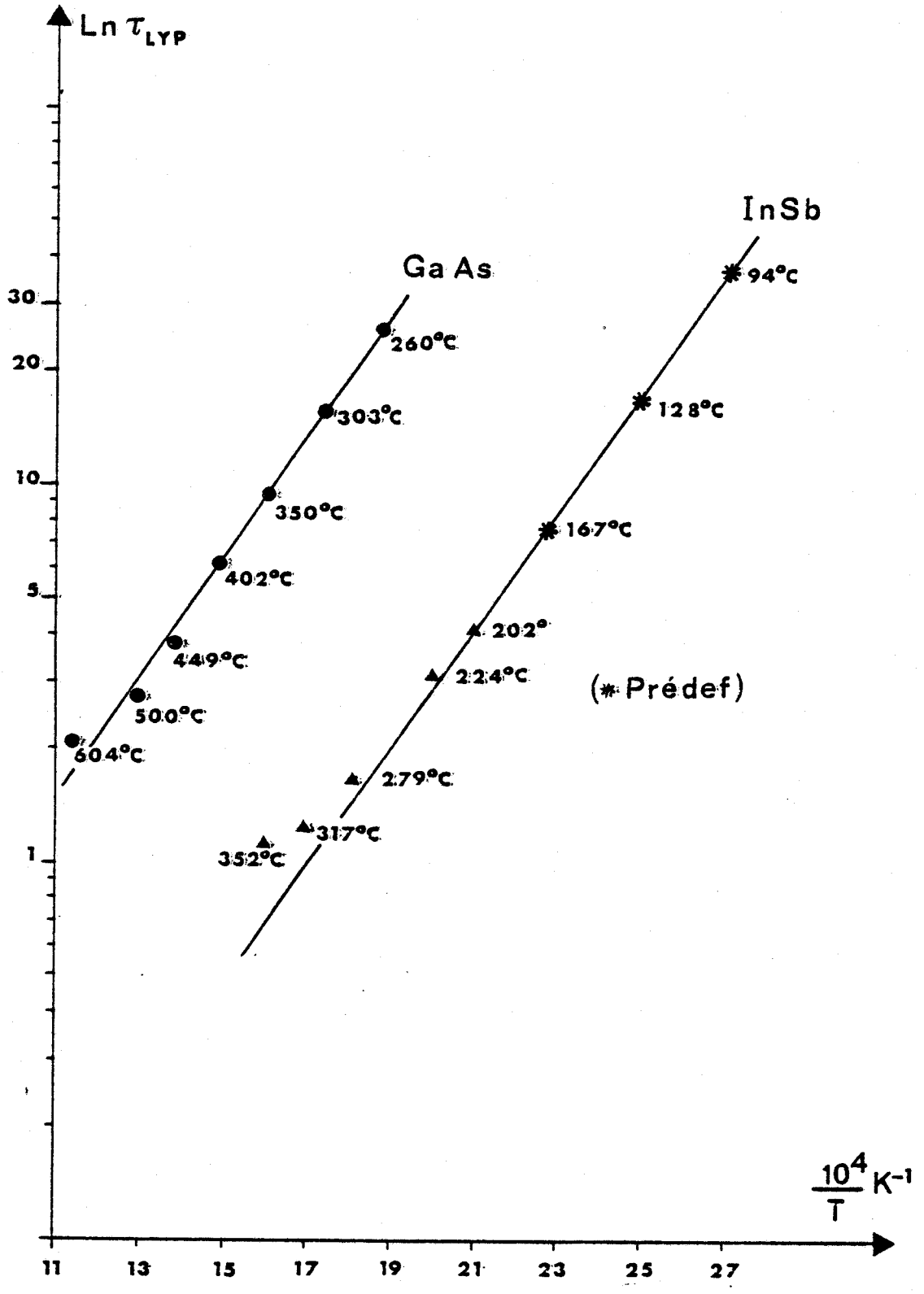


Figure IV-5. Modèle de Haasen. Relation Ln $\tau_{L.Y.P.} = f\left(\frac{1}{T}\right)$.

ment de la linéarité. On retrouve ici la dispersion des points expérimentaux à haute température évoquée précédemment. A la précision du tracé, ces deux courbes ont une pente égale, qui fournit la quantité $\frac{U}{2+m}$ de l'équation (15). On trouve :

$$\frac{U}{2+m} \simeq 0.31 \text{ eV} \quad \text{pour InSb} \quad \underline{\text{et}} \quad \text{GaAs}$$

Cette valeur est en excellent accord avec celle obtenue par Shimizu et Sumino, déjà cités, dans InSb déformé en flexion alternée ($\sim$0.32 eV). La détermination de U repose sur la donnée de m. Celle-ci peut se déduire de la dépendance de τ_{1y} avec $\dot{\gamma}_{1y}$ à température T constante (équation 15). La figure IV-6 montre l'allure des courbes $\text{Ln } \tau_{1y} = f(\text{Ln } \dot{\gamma}_{1y})$ obtenues à deux températures T = 403°C et T = 304°C dans le cas de GaAs. Nous n'avons pas étudié cette dépendance $\tau(\dot{\gamma})$ dans le cas de InSb. Nous verrons cependant que l'on peut tirer de ce modèle une valeur m_{InSb} cohérente (chapitre V). Les courbes $\tau_{1y} = f(\dot{\gamma}_{1y})$ en coordonnées logarithmiques sont sensiblement des droites, dont la pente fournit directement m.

On obtient :

$$m \simeq 4.5 \quad \text{pour} \quad T = 403°C \qquad \text{GaAs}$$
$$m = 1.8 \quad \text{pour} \quad T = 304°C$$

On peut s'étonner de la valeur $m = 1.8$ obtenue à T = 304°C et qui pourrait refléter une dépendance thermique très marquée du coefficient m. En fait, les essais à T = 403°C à différentes vitesses de déformation ont été réalisés sur des éprouvettes différentes. Les essais à 304°C ont été réalisés sur la même éprouvette, successivement déchargée et rechargée à une vitesse de déplacement traverse différente. Dans le premier cas, les structures de dislocations initiales sont comparables et de même la densité de dislocations initiale est sensiblement identique d'une éprouvette à l'autre et faible ($\sim 10^4$ cm^{-3}) en accord avec l'une des hypothèses du modèle. Dans le deuxième cas, les structures existantes avant recharge et les densités

ne sont plus comparables. Il n'est guère surprenant que la valeur m obtenue dans ces conditions soit très différente de la précédente.

Les valeurs de U, énergie d'activation, que l'on déduit de ces coefficients et à partir de la donnée indépendante $\frac{U}{2+m} = 0.31$ eV, sont d'ailleurs les suivantes :

$m = 4.5 \rightarrow U \simeq 2$ eV

$m = 1.8 \rightarrow U = 1{,}18$ eV

La valeur U = 2 eV est en bon accord avec celle obtenue par les méthodes précédentes. La valeur U = 1.18 eV apparait ici totalement erronée.

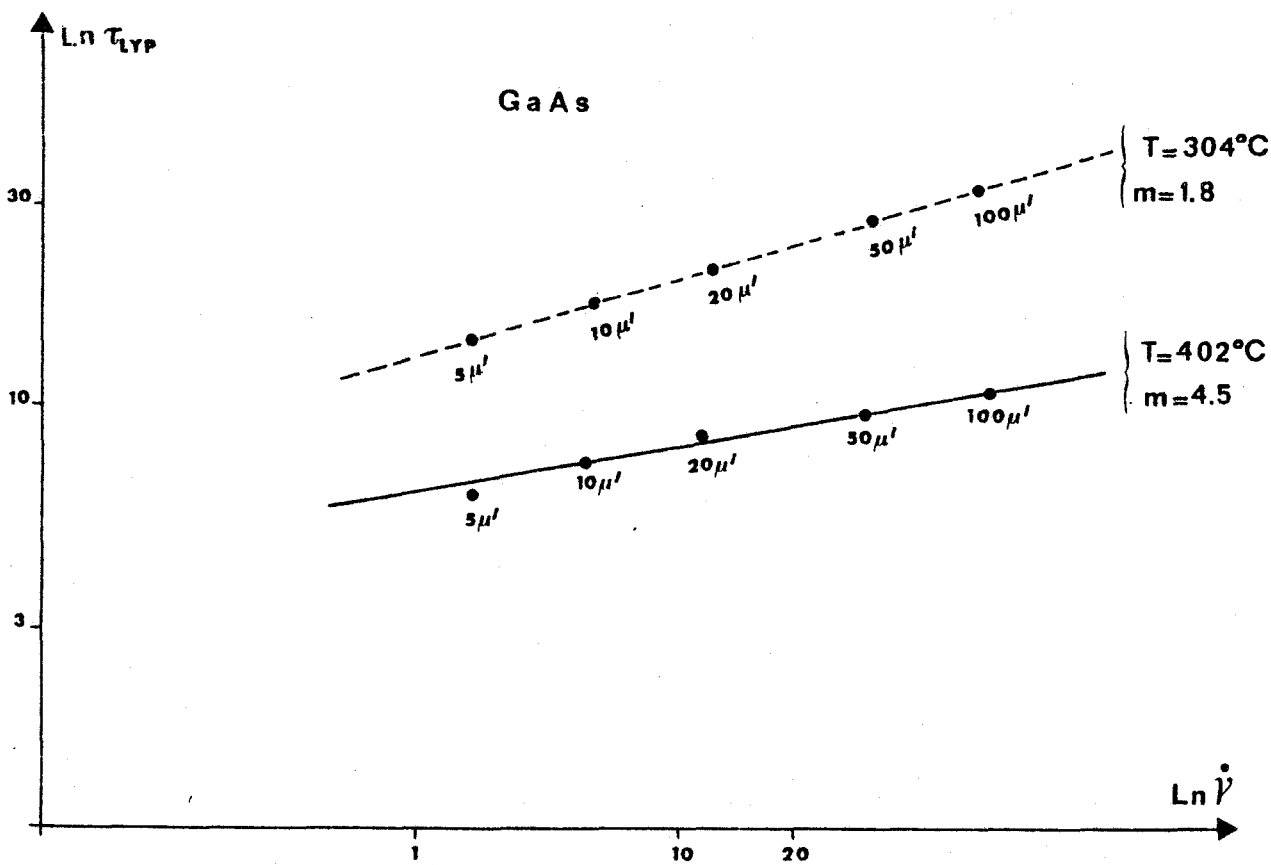


Figure IV-6. Influence de la vitesse de déformation plastique sur $\tau_{L.Y.P.}$. Cas de GaAs.

CHAPITRE V - DISCUSSION

● V - 1. LE DOMAINE D'ACTIVATION THERMIQUE.

Les résultats qui précèdent montrent qu'il existe dans ces deux composés un domaine de très forte activation du glissement que mettent bien en évidence les courbes $\tau(T)$ et l'évolution avec la température du volume d'activation, les valeurs mesurées atteignant 10 b^3 et en-dessous à très basse température. L'évolution des courbes $\tau(T)$ situe les températures athermiques T_a légèrement au-delà de 300°C pour InSb (0.7 T_f) et de 600°C pour GaAs (0.6 T_f). Les énergies d'activation que l'on déduit par les différentes méthodes exposées sont de l'ordre de 1,1 à 1,2 eV pour InSb, et de l'ordre de 2,1 à 2,2 eV pour GaAs. Il est satisfaisant de constater que la théorie des processus thermiquement activés et le formalisme de Haasen conduisent de ce point de vue à des résultats assez concordants. On ne peut certes guère pousser le modèle de Haasen trop loin, compte-tenu des hypothèses sur lesquelles il s'appuie. Son application au Germanium et au silicium montre qu'il vérifie assez bien l'expérience à condition de se limiter à des domaines restreints de températures et de contraintes. La linéarité des courbes $\text{Ln } \tau_{L.Y.P} = f(\frac{1}{T})$ et $\text{Ln } \tau_{lyp} = f(\text{Ln } \dot{\gamma}_{L.Y.P})$ suggère cependant de développer un peu plus l'analyse des résultats expérimentaux à l'aide de ce modèle, et de le confronter au formalisme habituel de l'activation thermique déduit de l'analyse de Schoeck (37).

* V-1.1. : Energie d'activation et volume d'activation.

Le modèle de Haasen ne fait pas intervenir explicitement la notion de volume d'activation. On peut toutefois déduire ce volume de l'équation IV-15 :

$$\tau_{L.Y.P} = C \cdot \dot{\gamma}_{L.Y.P}^{\frac{1}{2+m}} \cdot \exp\left(\frac{U}{(2+m)\,kT}\right)$$

à partir de sa relation de définition :

$$V = kT \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\, \dot{\gamma}_p}{\partial\, \tau_a} \right)_{T,s.s.c.} \qquad (IV\text{-}4)$$

On tire aisément :

$$V_{L.Y.P} = (2 + m)\, \frac{kT}{\tau_{L.Y.P.}} \qquad (1)$$

relation particulièrement simple dans laquelle m est supposé indépendant de T dans le cadre du modèle de Haasen. On peut tester ce point en étudiant la dépendance thermique du rapport :

$$\frac{\tau_{L.Y.P} \cdot V_{L.Y.P}}{kT} = 2 + m$$

Les valeurs de ce rapport, déduites des données des tables III-1 et III-2, sont rassemblées dans la table V-1 pour InSb et GaAs. La figure V-1 montre l'évolution correspondante. On voit que pour GaAs ce rapport est pratiquement indépendant de T dans le domaine de basse température, jusqu'à environ 450°C, puis remonte brutalement. On déduit de la position du plateau une valeur :

$$2 + m \simeq 6.57$$

soit $$m \simeq 4.57$$

On remarquera le très bon accord obtenu avec la valeur $m \simeq 4.5$ déduite de la courbe $\tau_{L.Y.P}\ (\dot{\gamma}_{L.Y.P})$ (figure IV-6), c'est à dire par une méthode totalement indépendante.

Du coefficient expérimental $\theta = \frac{U}{2+m} \simeq 0.31$ eV (chapitre IV), avec $m \simeq 4.57$, on déduit :

$$U \simeq 2.04 \text{ eV} \qquad \text{pour GaAs}$$

T(°C)	94	128	167	202	224	279	317	352
$\frac{\tau.V}{kT}$	4.57	4.31	4.1	3.87	3.74	3.94	5.53	8.26

InSb

T(°C)	260	303	350	397	402	449	500	606
$\frac{\tau\ V}{kT}$	6.6	6.56	6.57	6.56	6.58	6.56	7.76	15.17

GaAs

□ Table V - 1. $\frac{\tau_{L.Y.P} \cdot V_{L.Y.P}}{kT}$ = f(T). Valeurs numériques.

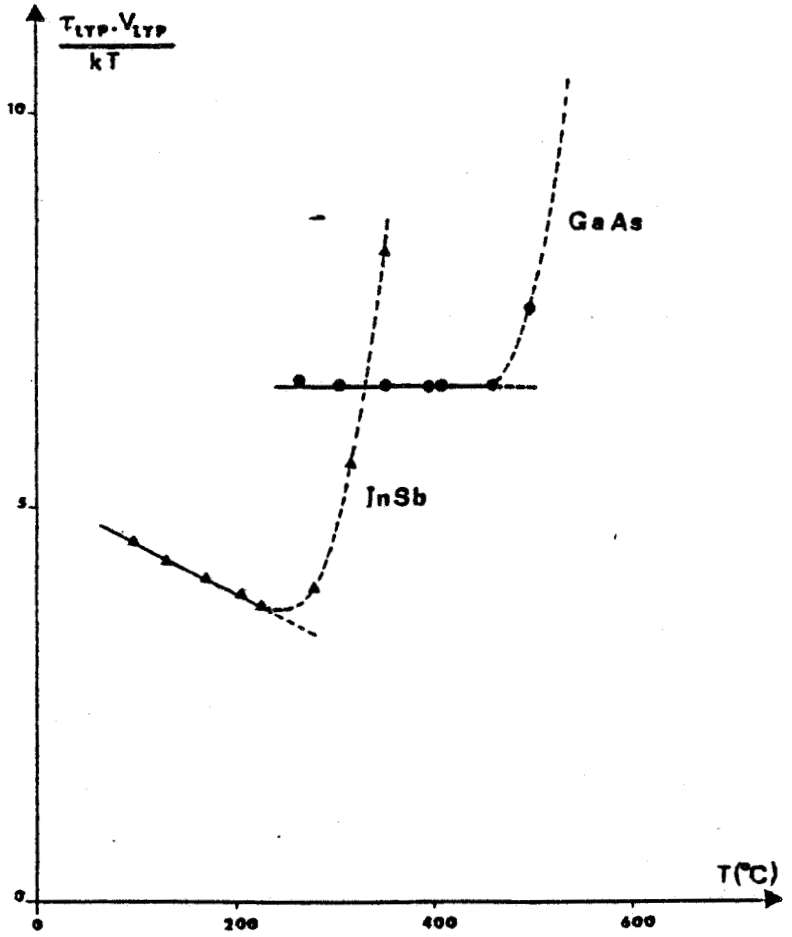


Figure V-1. InSb et GaAs : Evolution de la quantité expérimentale $\frac{\tau_{L.Y.P}\ V_{L.Y.P}}{kT}$ en fonction de la température.

confirmant ainsi les estimations précédentes.

. *Remarque* : L'énergie d'activation U du formalisme de Haasen, équation IV-15, s'identifie à l'enthalpie d'activation ΔH du formalisme de Schoeck En effet, de la relation de définition

$$\Delta H = - T.V \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T} \right)_{\gamma_p} \qquad (IV-5)$$

et de $\text{Ln } \tau_{L.Y.P} = \frac{\theta}{kT}$ + constante, avec $\theta = \frac{U}{2+m}$, on déduit

$$\Delta H = \frac{\tau_{L.Y.P.} \cdot V_{L.Y.P}}{kT} \theta. \quad = U$$

La figure V-1 montre une décroissance sensiblement linéaire du rapport $\frac{\tau.V}{kT}$ avec la température dans le cas de InSb, c'est à dire une dépendance m(T). Une telle dépendance a été également observée dans le silicium par Omri et George (33) et dans le germanium (44). On notera les valeurs de m particulièrement élevées obtenues dans notre étude, $\sim$ 4.5 dans GaAs et de l'ordre de 2.5 à 2 dans InSb. Elles sont en règle générale inférieures à 2 dans Ge et Si, dans une large gamme de de températures. Les valeurs obtenues pour InSb contredisent les valeurs de l'ordre de 1 publiées par différents auteurs (table I-5), dans une gamme de températures (> 230°C) pour laquelle l'évolution du rapport $\frac{\tau V}{kT}$ montre d'ailleurs, comme pour GaAs, une remontée extrêmement rapide. Le fait que m apparait dépendre de T pourrait signifier que la séparation des dépendances en τ et en T introduite dans l'expression de la vitesse des dislocations (équation IV-12)

$$v = B_o \cdot \tau_{eff}^{m} \cdot \exp \left(\frac{U}{kT} \right)$$

n'est pas correcte. Cette équation est à la base du formalisme de Haasen. Elle a été vérifiée par Steinhardt et Haasen dans le cas de InSb (table I-2),

l'exposant m étant de l'ordre de 1 entre 20°C et 330°C. Nous n'avons pas pour le moment d'interprétation à proposer pour expliquer ces différences des valeurs de m. Prenant une valeur moyenne de m de l'ordre de 2 (table V-1), on déduit pour ΔH, avec $\theta = 0.31$ eV.

$$\Delta H \simeq 1.24 \text{ eV}$$

valeur supérieure à celle obtenue par les autres méthodes. Ce calcul a ici peu de signification en soi mais l'ordre de grandeur reste toutefois respecté.

La brutale remontée des valeurs du rapport $\frac{\tau V}{kT}$ à haute température, dans les deux cas, est à rapprocher de la dispersion des mesures des énergies d'activation effectuées à ces mêmes températures. Une telle dispersion se retrouve également dans l'écart à la linéarité des courbes $\text{Ln } \tau_{L.Y.P} = f\left(\frac{1}{T}\right)$. Les limites élastiques variant peu à ces températures, il est clair que ces variations sont à rattacher aux volumes d'activation. La validité du dépouillement des volumes de relaxation à haute température a déjà été discutée (chapitre IV). Il est vraisemblable que les volumes d'activation ainsi mesurés n'ont plus de signification physique, probablement parce que des processus microscopiques connexes prennent le pas sur le phénomène de glissement pur, base des formalismes utilisés. Aux températures considérées, ces phénomènes peuvent être soit de la montée, soit des processus diffusionnels, d'impuretés ou des espèces en présence. Il est connu par exemple que l'ion Arsenic commence à diffuser dans le réseau de GaAs dès 400°C. On ne peut pas négliger cette donnée dans l'étude de la plasticité de haute température de ce composé. Ce domaine de température est précisément celui qui a été le plus étudié jusqu'à présent (table I-5). Nos propres résultats suggèrent que les énergies d'activation publiées peuvent ne pas être de fait purement et simplement rattachées à des mécanismes de glissement simple aux températures considérées.

* V-1.2. Température athermique conventionnelle. Relation à la loi $\Delta G(T)$.

La température athermique T_a est usuellement définie comme la température à laquelle la limite élastique ne dépend plus de T. Elle correspond

au début du plateau sur la courbe $\tau(T)$ (figure III-5). Une estimation théorique de cette quantité peut être déduite de l'équation fondamentale de l'activation thermique

$$\Delta G_o(T) = \tau.V + kT \text{ Ln } \frac{\dot{\gamma}_o}{\dot{\gamma}}$$

A contrainte effective nulle, c'est à dire pour $\tau_a = \tau_\mu$, cette équation donne l'énergie minimale nécessaire pour surmonter la barrière qui s'oppose au mouvement des dislocations :

$$(\Delta G_o)_{max} = kT_a \text{ . Ln } \frac{\dot{\gamma}_o}{\dot{\gamma}} \sim \alpha \, k \, T_a$$

La température T_a est ainsi aussi définie comme la température à laquelle la courbe $\Delta G(T)$ atteint un plateau. Les figures IV-2 et IV-3 montrent que ce plateau est atteint, dans InSb comme dans GaAs, bien avant la température athermique conventionnelle T_a déduite des courbes $\tau(T)$. On tire de ces courbes $\Delta G(T)$ les valeurs suivantes, notées T_t :

$T_t \simeq 440$ K ($\sim 160°C$) dans InSb ($T_a \gtrsim 300°C$)

$T_t \simeq 620$ K ($\sim 350°C$) dans GaAs ($T_a \gtrsim 600°C$)

Ces résultats font apparaître deux températures athermiques et sont à priori contradictoires. Les coefficients α qui s'y rattachent sont d'ailleurs différents. En règle générale, le coefficient α est de l'ordre de 25 pour la plupart des matériaux. On obtient un assez bon ajustement des résultats expérimentaux, pour ce qui concerne un coefficient α de l'ordre de 25, à condition de considérer la température athermique conventionnelle T_a :

Pour InSb : avec $(\Delta G_o)_{max} \simeq 1.15$ eV et $\alpha \sim 24 \rightarrow T_a = 283°C$

Pour GaAs : avec $(\Delta G_o)_{max} \simeq 2.05$ eV et $\alpha \sim 26 \rightarrow T_a = 642°C$

valeurs peu éloignées des estimations déduites des courbes $\tau(T)$, compte-tenu de l'imprécision sur les valeurs de $\tau_{L.Y.P}$ mesurées (tables III-1 et III-2).

L'équation $(\Delta G_o)_{max} = \alpha\, k\, T_a$ fournit par contre pour les températures T_t :

$$\alpha_{InSb} \simeq 31$$

$$\alpha_{GaAs} \simeq 39$$

Ces valeurs sont bien du même ordre de grandeur que celles déduites de la pente à l'origine des courbes $\Delta G(T)$ malgré l'imprécision expérimentale liée au petit nombre de points disponibles à basse température. Le paramètre α contient pour l'essentiel le facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_o$, terme homogène à une vitesse de déformation et caractéristique de la stucture de dislocations et du mécanisme controlant la déformation (densité de dislocations mobiles, longueur libre moyenne, nombre de sites activables...). L'importance des valeurs de α obtenues dans ce dernier cas suggère que la température T_t doit correspondre à un changement dans le mécanisme de déformation intrinsèquement très différent de celui décrit par T_a.

* V-1.3. Sens physique de la température T_t.

On retrouve sensiblement les températures T_t en étudiant l'évolution avec la température du coefficient $\lambda = \frac{kT}{V}$ déjà défini au chapitre III. Compte tenu de la relation de définition du volume d'activation V (équation IV-4), la relation :

$$\lambda = \left(\frac{\partial \tau}{\partial \operatorname{Ln} \dot{\gamma}} \right)_{T,\, \gamma_p} \qquad (\tau = \text{contrainte effective})$$

définit aussi λ comme le paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Ce paramètre est facilement accessible par l'expérience. De par sa relation à V, paramètre microscopique, il est aussi très sensible à la nature des obstacles rencontrés par les dislocations. Il apparaît de ce fait très utile pour analyser le phénomène controlant la déformation. L'évolution de ce paramètre en fonction de la température a été considérée par Peyrade (45) dans le cas du fer pur. Dans les métaux

cubiques centrés, la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est faible à haute et basse température et passe par un maximum dans un domaine de température intermédiaire (figure V-2). L'interprétation physique donnée à cette variation de λ est basée sur le comportement spécifique des dislocations vis dans ces structures. La forte décroissance de λ aux températures intermédiaires, lorsque T augmente, est associée au passage progressif d'un mécanisme de Peierls pur $(T < T_c)$ à un mécanisme de haute température pour lequel la déformation devient contrôlée par des obstacles localisés. La température T_a qui limite ce domaine vers les hautes températures correspond à la disparition de l'influence du mécanisme de basse température sur la limite élastique. Cette température est simplement obtenue par extrapolation à 0 de cette partie de la courbe. La justification de cette extrapolation réside dans le fait que la véritable température athermique caractérise le seuil au-delà duquel les fluctuations thermiques seules suffisent pour rendre les barrières transparentes, ce que traduit un volume d'activation qui tend vers l'infini. La figure V-3 montre les courbes $\lambda = \frac{kT}{V_{L.Y.P}}$ obtenues dans le cas de InSb et de GaAs, dont l'allure met bien en évidence la décroissance évoquée précédemment. L'extrapolation à 0 de la partie descendante définit

$T_a \simeq 430$ K ($\sim 157°C$) pour InSb

$T_a \simeq 630$ K ($\sim 357°C$) pour GaAs

On remarquera l'excellent accord obtenu avec les estimations précédentes de T_t d'après les courbes $\Delta G(T)$.

Ce résultat montre que la température T_t doit être également considérée comme une température athermique, différente de la température athermique conventionnelle T_a. Cela signifie en conséquence qu'il lui correspond une contrainte interne τ_i qui reste activée thermiquement au-delà de T_t, ce qui implique a priori qu'il reste des obstacles localisés dans le plan de glissement dans ce domaine de température. Cette contrainte interne τ_i ne peut donc pas être identifiée à la contrainte τ_μ du palier $\tau(T)$, sauf à $T = T_a$.

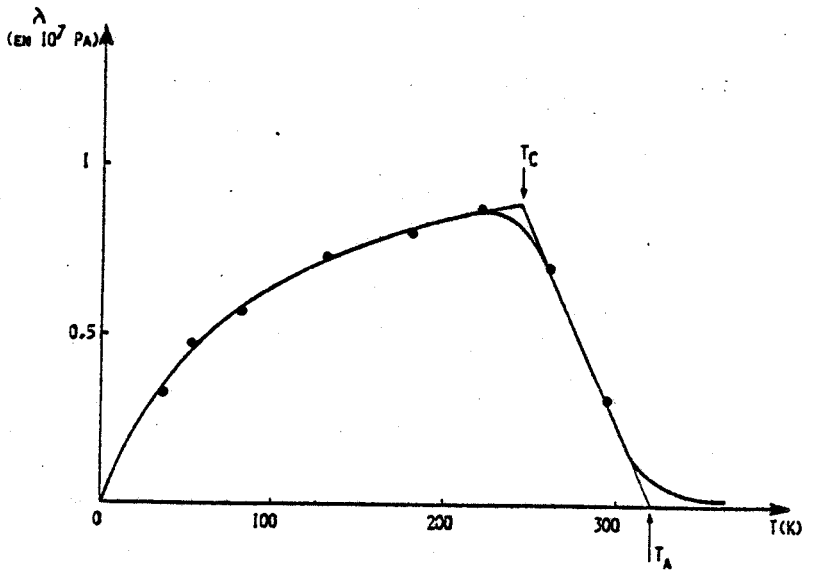


Figure V-2. Allure schématique de la variation $\lambda(T)$ dans le fer pur. D'après Peyrade (45).

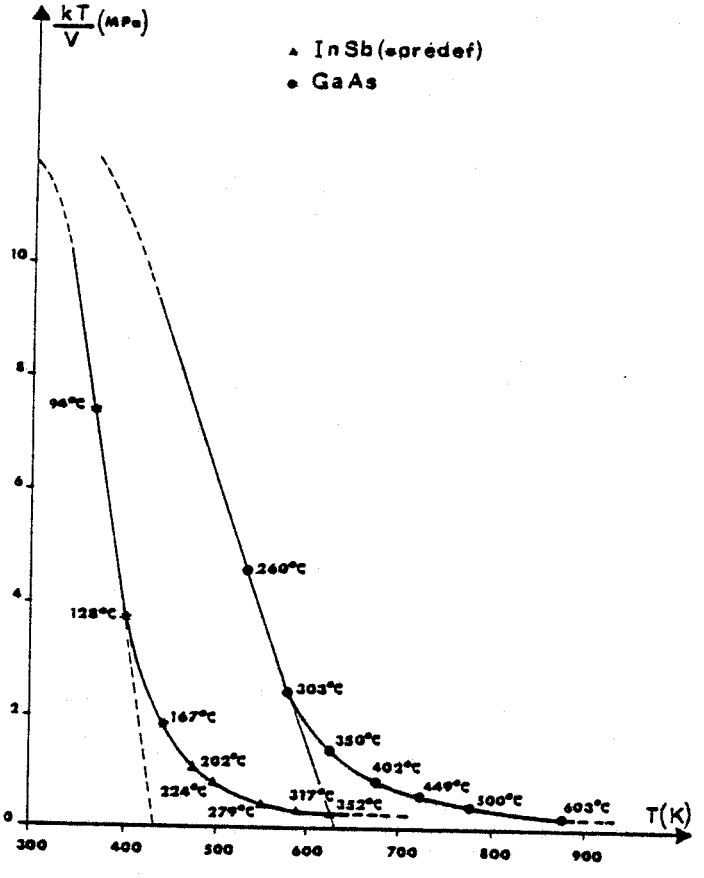


Figure V-3. Variation avec la température du rapport $\lambda = \frac{kT}{V_{L\ Y\ P}}$ dans le cas de InSb et de GaAs.

● V - 2. LES MECANISMES DE PLASTICITE.

Ce qui précède montre qu'on obtient une assez bonne cohérence des résultats expérimentaux à condition d'introduire deux températures athermiques, l'une des deux se situant dans le domaine d'activation thermique du glissement défini par l'allure de la courbe $\tau(T)$. L'évolution du paramètre $\lambda(T)$ et la forte remontée de la limite élastique en dessous de T_t, associée à de très faibles volumes d'activation font apparaître, au niveau de la plasticité, une très grande similitude de comportement des composés III - V avec les métaux cubiques centrés. Dans ce schéma, la température athermique T_t apparait comme la température en-dessous de laquelle le mécanisme qui contrôle la déformation plastique par glissement pourrait être un frottement de réseau intrinsèque (Peierls) agissant sur les dislocations vis. Le mécanisme de Peierls, prédominant à basse température (partie linéaire de la courbe $G(T) = \alpha k T$) pourrait être relayé, à l'approche de la température T_t, par un mécanisme de "forêt" encore activé thermiquement au-delà de T_t et disparaissant à son tour à la température T_a. Ceci est corroboré à la fois par les courbes de la figure V-4 qui montrent que l'on peut rationaliser les courbes $\tau(T)$ des composés InSb et GaAs en les rapportant non pas à la température de fusion T_f, ou à la température athermique T_a mais à la température T_t, et par des observations de microscopie électronique effectuées de part et d'autre de cette même température. La température T_t apparait de fait comme une véritable température de transition entre un mécanisme de basse température (Peierls) et un mécanisme de haute température (interaction avec la forêt, $T < T_a$, interaction avec les impuretés, diffusion, montée..., $T \geq T_a$).

Les micrographies électroniques des figures V-5 à V-8 (InSb), V-9 et V-10 (GaAs) illustrent certains aspects de cette interprétation, notamment en ce qui concerne le caractère vis prépondérant en-dessous de T_t. On notera que les dislocations vis ont déjà perdu, à 94°C dans InSb et à 293°C dans GaAs, le caractère strictement rigide typique du comportement de très basse température. Dans le cas de InSb, l'existence d'une distribution très hétérogène (figures V-5 et V-6) de dislocations vis du

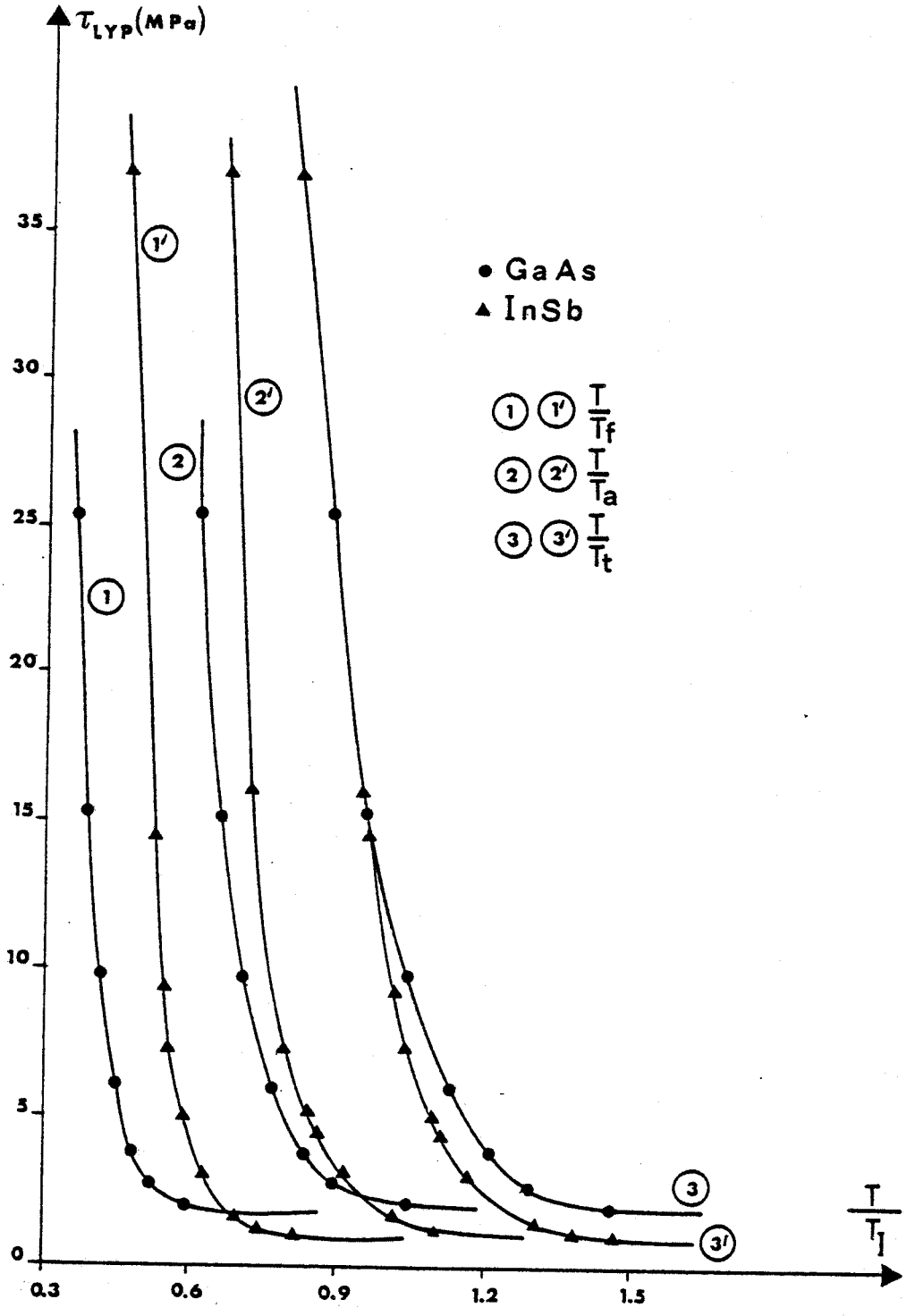


Figure V-4. Rationalisation des courbes $\tau(\frac{T}{T_i})$ pour InSb et GaAs - $T_i = T_f$, T_a et T_t respectivement.

système primaire - secondaire à facteur de Schmid 0.36 (chapitre II) est bien conforme aux observations par topographie aux rayons X de R. Kesteloot (2) qui a montré que ce système était généré par des sources de surface parasites situées sur les faces C ou D des éprouvettes. Au delà de T_t, les paysages de plasticité sont complètement modifiés, comme le montrent les figures V-7 et V-8 (InSb) et V-10 (GaAs). La figure V-10 montre une structure cellulaire typique observée dans GaAs à 402°C, légèrement au-dessus de la température T_t ($T_t \simeq 350°C$). Le caractère vis a pratiquement disparu pour laisser place à une structure composée essentiellement de dislocations coin. Cette structure en écheveau pourrait traduire ici l'influence de la densité initiale de dislocations de croissance, de l'ordre de 5.10^4 cm^{-2} (chapitre II), à la différence de InSb où cette structure n'apparait pas, la forêt étant essentiellement constituée par les systèmes secondaires. La séparation des courbes $\tau(\frac{T}{T_t})$ de la figure V-4 au-delà de T_t peut traduire cette différence dans les caractéristiques initiales des éprouvettes de InSb et de GaAs, différence par nature attachée surtout à la création originelle d'obtacles localisés dans les plans de glissement (forêt). A l'approche de la température athermique T_a, ce paysage se modifie encore : la structure en écheveau disparait et ne laisse que des débris dans les plans de glissement d'origine. Ces débris sont essentiellement constitués de dipoles coin purs fermés, visiblement laissés dans le sillage des dislocations mobiles et vraisemblablement formés à partir de supercrans. Ceci est illustré par les figures V-7 et V-8 dans le cas de InSb, à la température de 279°C, très proche de la température athermique T_a. On notera en particulier sur la figure V-7 la mise en hélice des dislocations vis initiales par absorption de lacunes et les alignements caractéristiques de boucles fermées résultant de la coalescence des lacunes ainsi absorbées. Des structures tout à fait semblables sont observées dans GaAs à 500°C et au-delà.

Ces micrographies exploratoires suggèrent très clairement que la température T_t correspond, dans les deux matériaux, à la disparition du caractère vis, confortant ainsi l'unicité du mécanisme de basse température suggéré par les courbes $\tau(T)$ rationalisées. On peut s'intérroger sur la

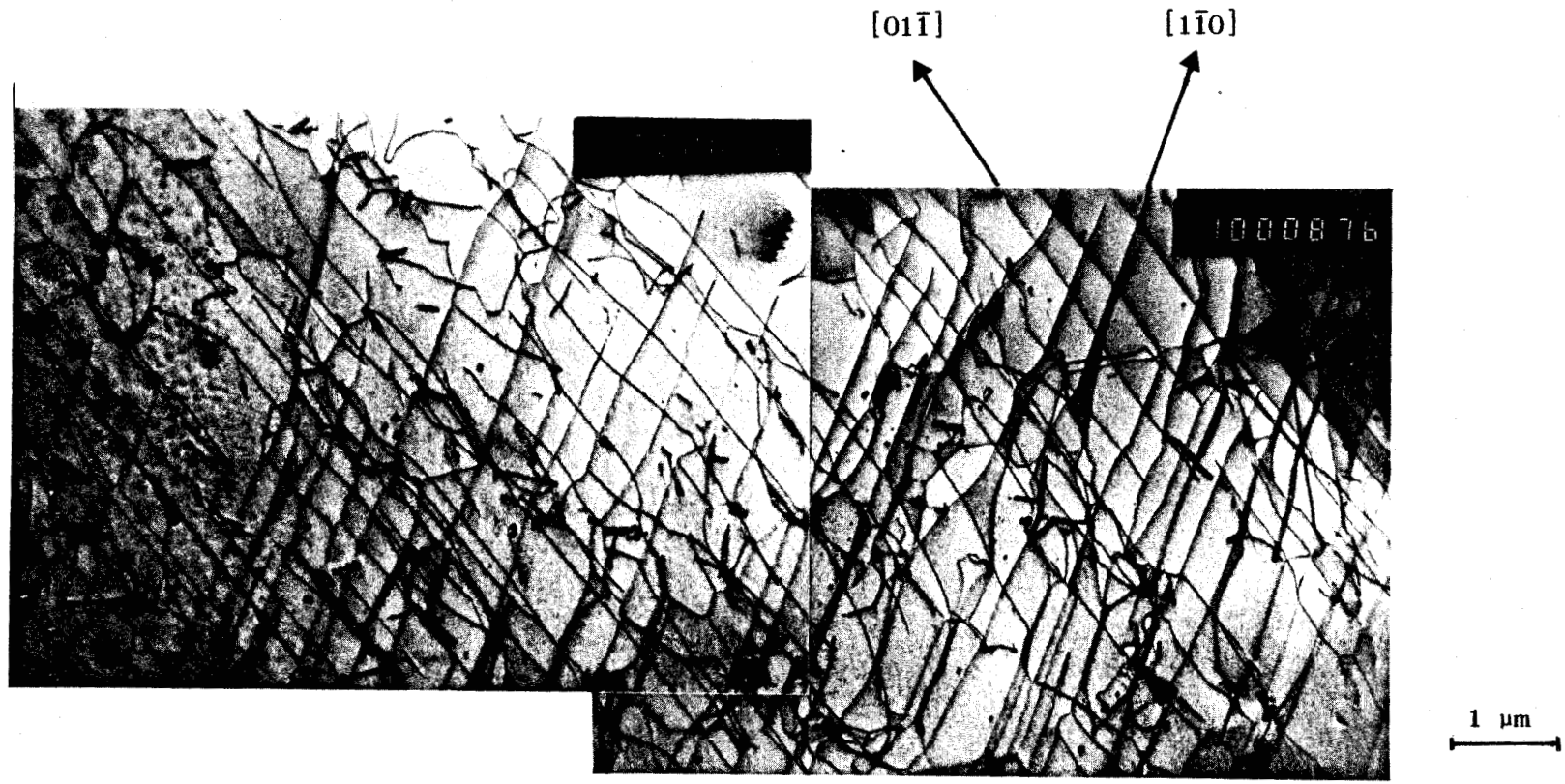
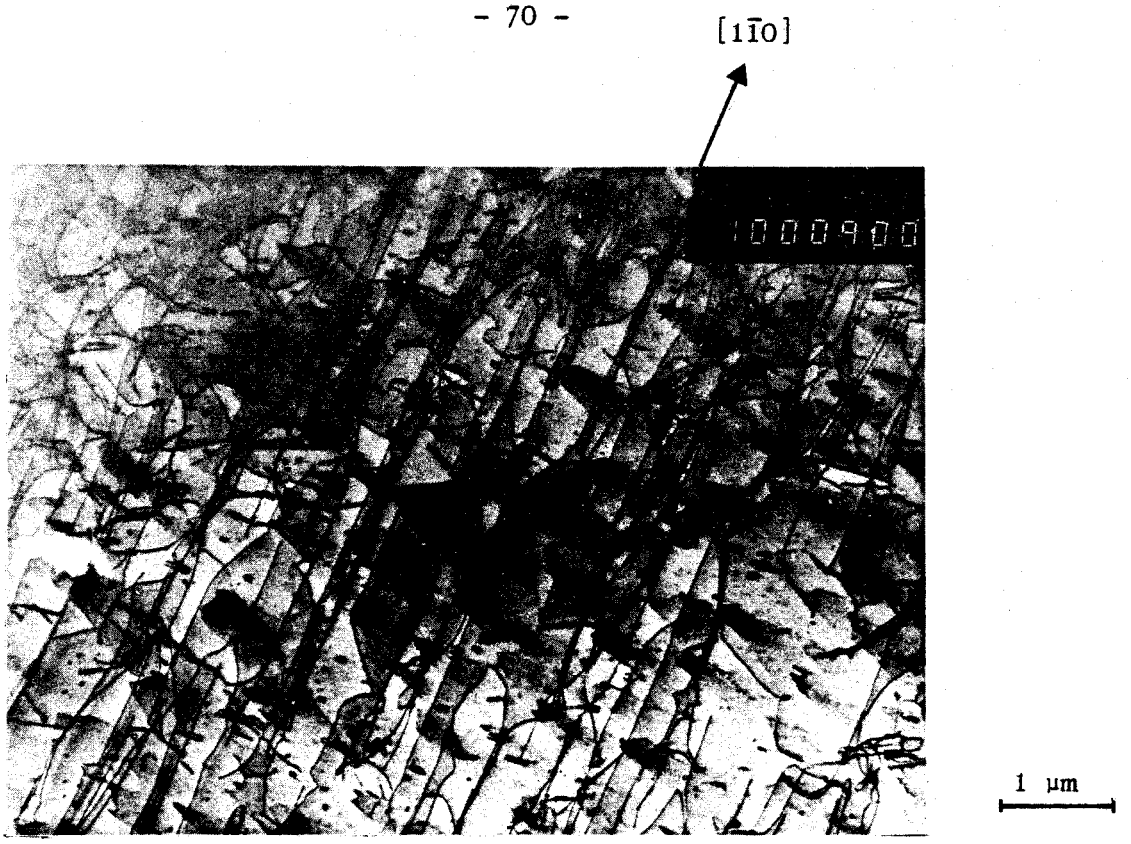


Figure V-5. : InSb : micrographie électronique d'une lame découpée parallèlement au plan de glissement primaire. Prédéformation à 224°C (L.Y.P) puis déformation à 94°C ($< T_t$) ε = 5 %. Noter les deux systèmes de dislocations vis dans le plan primaire (ϕ = 0.47 et ϕ= 0.36) (cliché A. Lefebvre).



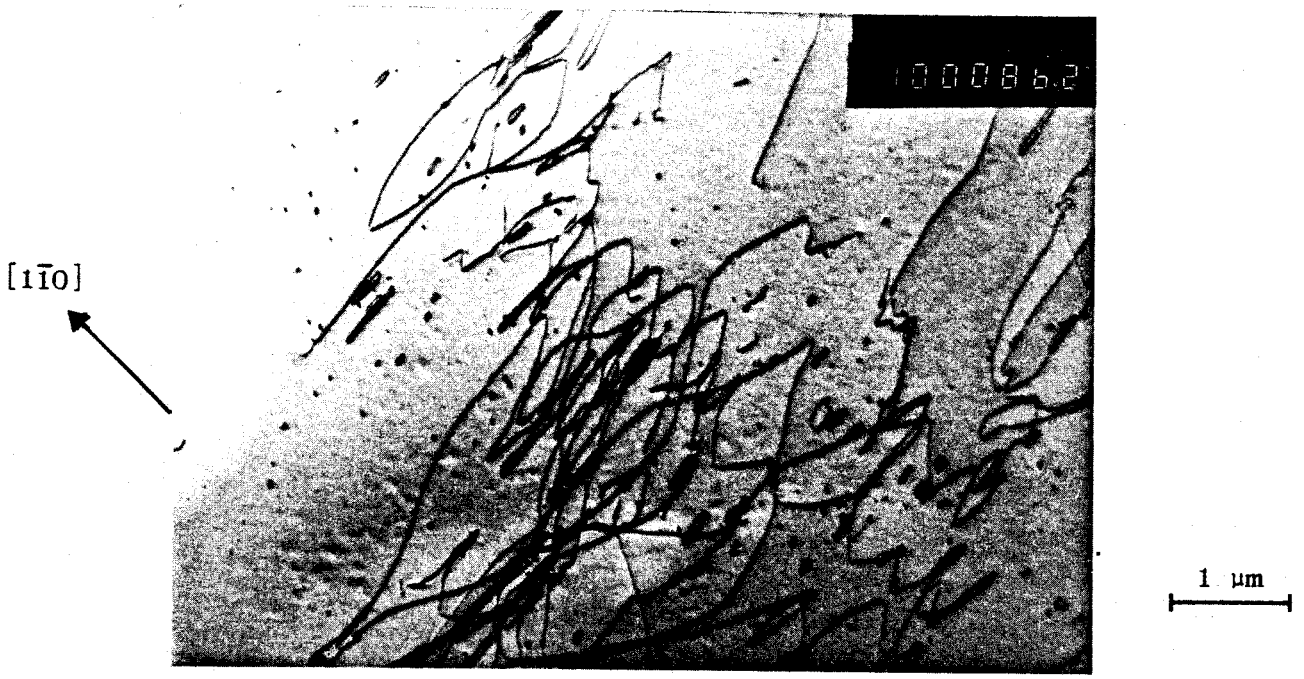


Figure V-7. : InSb - T = 279°C (proche de la température athermique T_a) - ε = 4 %. Noter la montée en hélice des dislocations vis à cette température. (cliché A. Lefebvre).

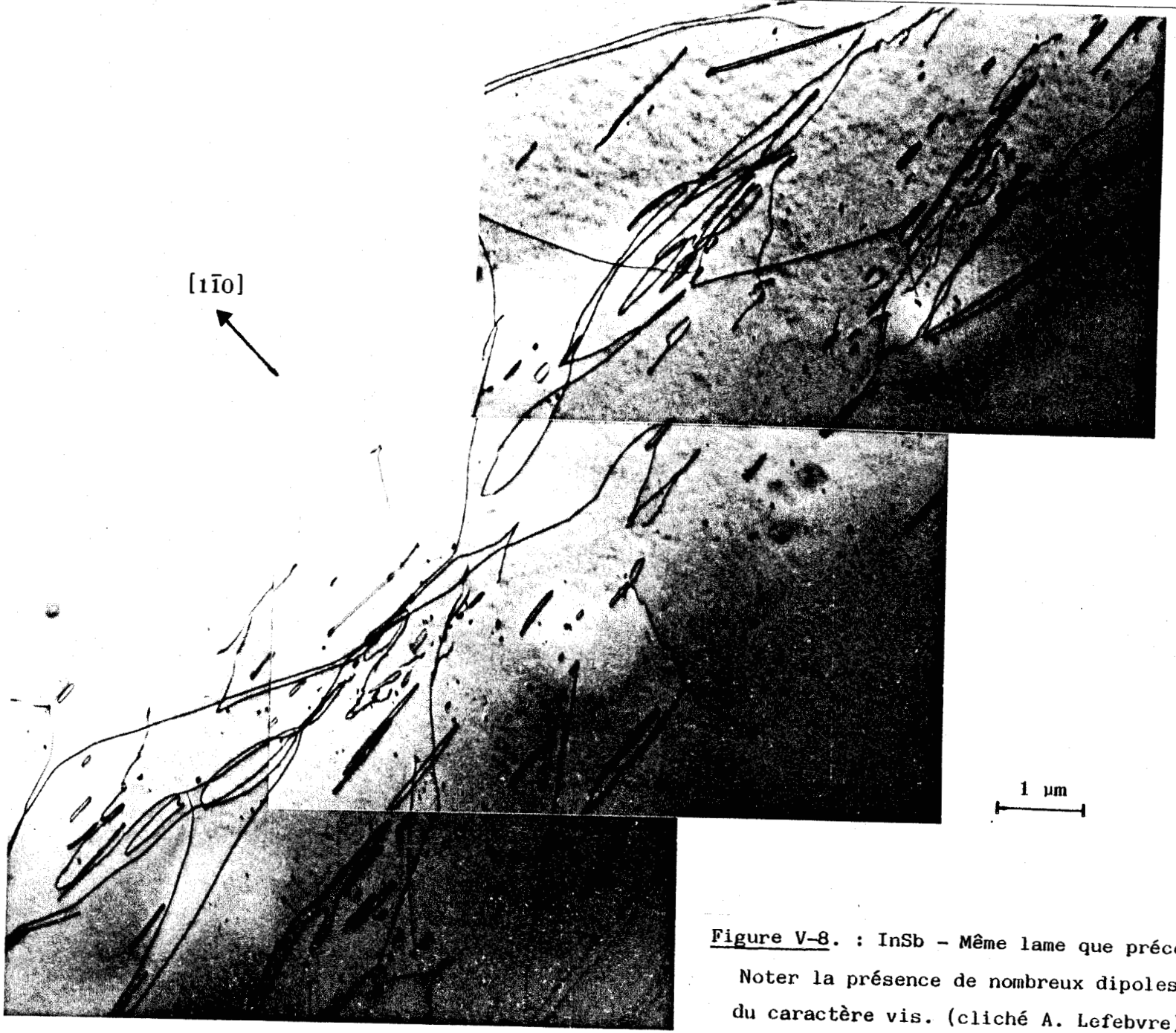
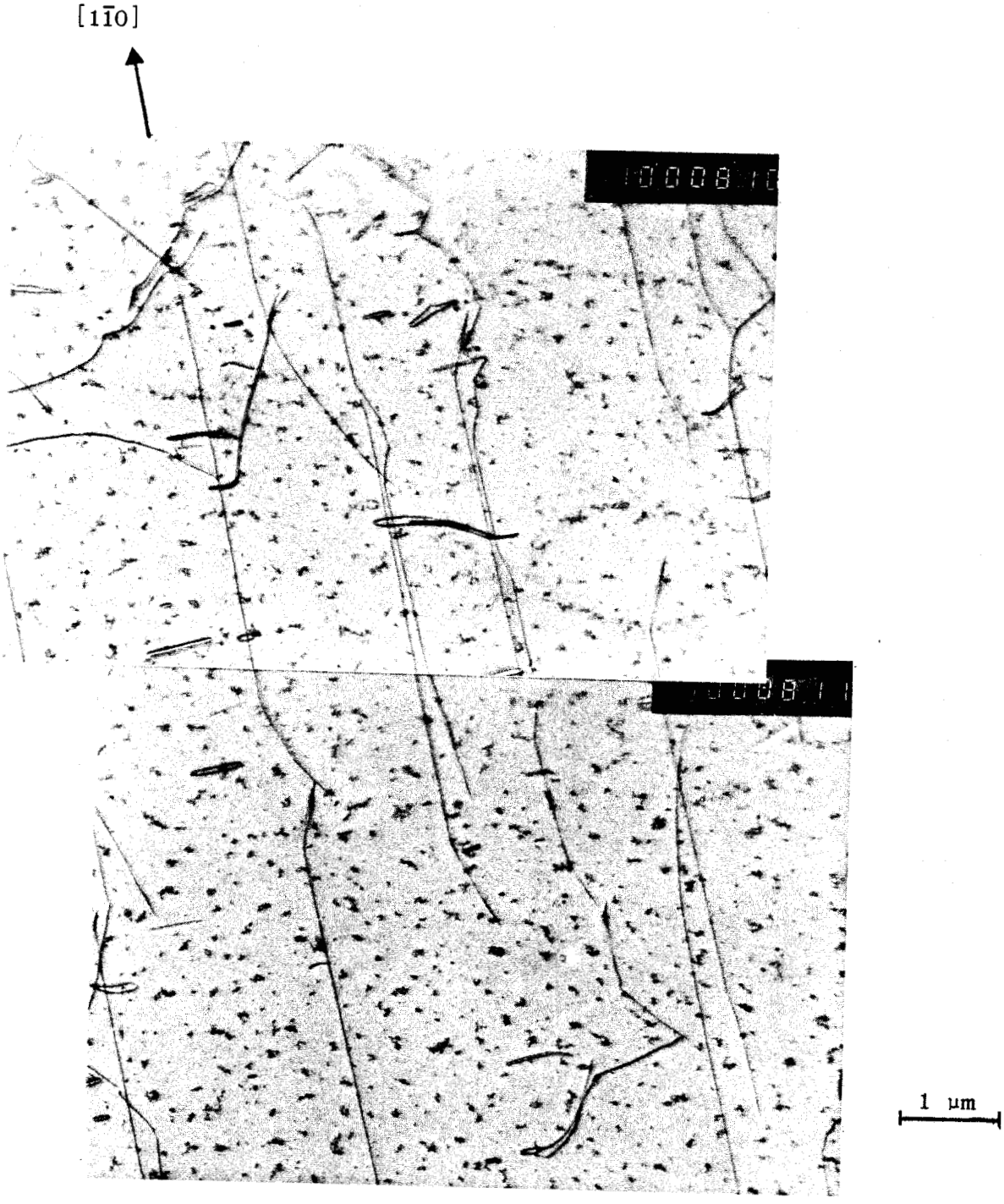


Figure V-8. : InSb - Même lame que précédemment - T = 279°C. Noter la présence de nombreux dipoles et la disparition du caractère vis. (cliché A. Lefebvre).


[1$\bar{1}$0]
1 µm

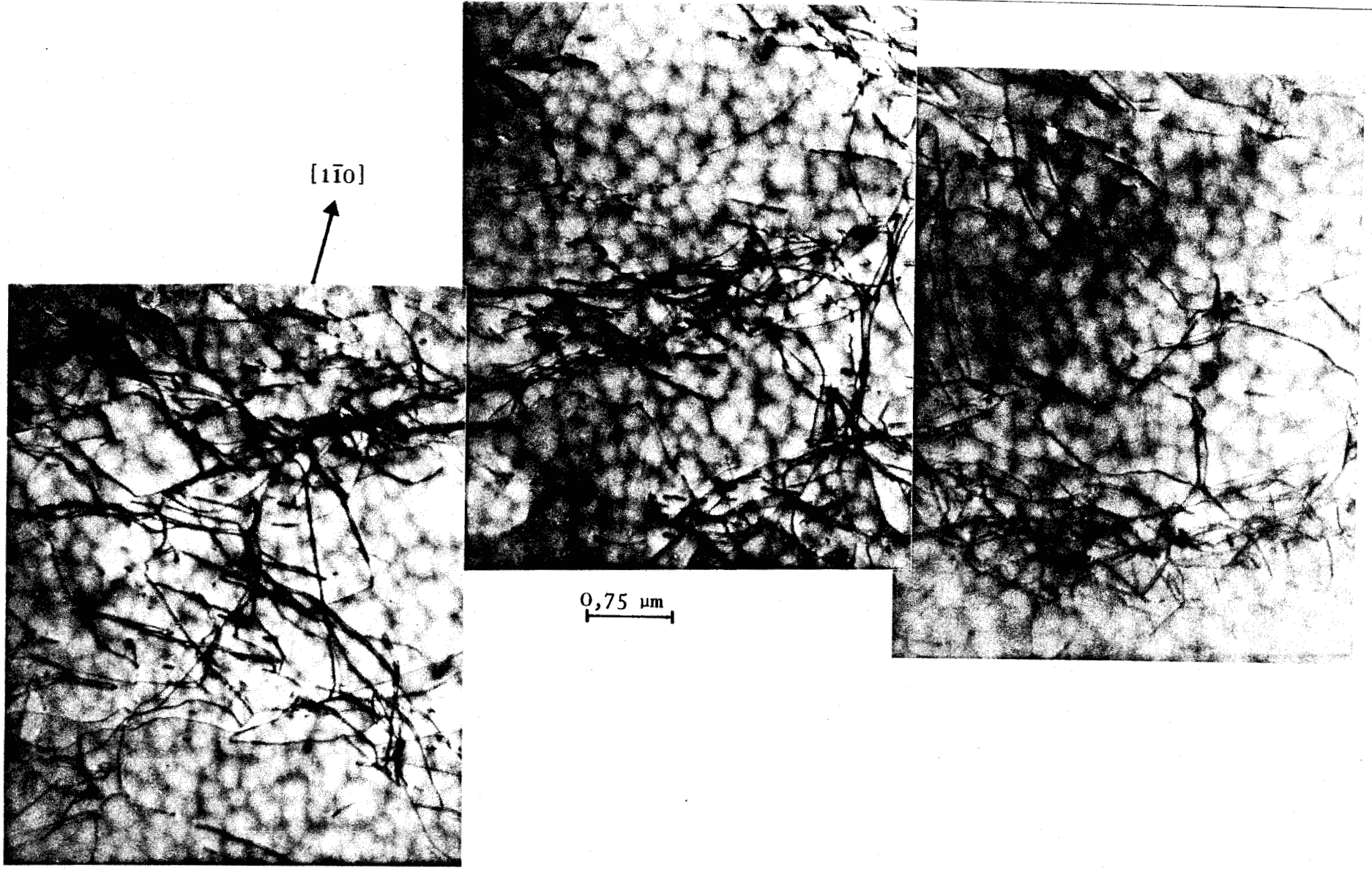


Figure V-10. GaAs : T = 402°C, légèrement supérieur à T_t. ε = 6.5 % - structure en écheveaux cellulaires. le caractère vis a pratiquement disparu. (cliché A. Lefebvre).

façon dont ce caractère vis disparait dans un domaine de température relativement restreint. On peut interpréter ceci par une mobilité fortement accrue des dislocations vis lorsque les barrières de Peierls disparaissent. Ceci devrait se produire toutefois de façon progressive, au fur et à mesure que le nombre de sites d'activation de décrochements (simples ou doubles) se multiplie. L'analogie avec les métaux cubiques centrés suggère une autre interprétation basée sur le phénomène de glissement dévié. Dans ces métaux, l'étude du comportement mécanique à basse température montre qu'il existe une température critique T_c pour laquelle, à l'accroissement de mobilité des dislocations vis, est associé un mécanisme de glissement dévié à grande échelle. Kubin (46) a montré en outre que les comportements mécaniques des métaux cubiques centrés étaient directement comparables à condition de rapporter les courbes de limite élastique à la température réduite $\frac{T}{T_c}$. On retrouve ici l'analogie avec la température T_t. Cette suggestion du glissement dévié est à replacer dans le contexte de l'hypothèse de départ développée dans l'introduction, à savoir des demi-boucles à fronts α émises exclusivement à partir des surfaces. Chaque demi-boucle nuclée de fait dans le cristal, pour chaque segment à 60° de type α qui s'est propagé, deux dislocations vis de signes opposés. Par extension, la déformation engendre dans le cristal deux familles de dislocations vis de signes opposés, en quantités sensiblement égales. Dès que ces dislocations ont atteint une mobilité suffisante, des annihilations directes peuvent conduire à une réduction notable du nombre de longueurs vis. Ce processus devrait être toutefois grandement accéléré par glissement dévié, notamment au contact des arbres de la forêt, laissant ainsi dans le cristal une structure composée essentiellement de dislocations coin, ainsi que le montrent les micrographes électroniques. Ceci est aussi conforme aux observations de traces de glissement en surface (chapitre III) qui montrent dans les deux cas, InSb et GaAs, des déviations dans les traces de glissement au-delà de températures qui correspondent bien, en ordre de grandeur, aux températures de transition T_t. Le glissement dévié n'a pas été étudié en tant que tel dans ce travail. Son étude pourrait sans doute donner lieu à des développements intéressants, surtout si, comme on le pense, les dislocations vis sont dissociées dans ces structures.

Nous terminons ce paragraphe par une remarque à propos des dislocations à 60° de type α évoquées ci-dessus. En règle générale, les structures de basse température révélées sur les micrographies (figures V-5, 6 et 10) comportent peu de segments à 60°. On peut interpréter ce fait comme une indication du caractère déjà très mobile de ces segments aux températures les plus basses atteintes dans nos essais. On peut donc prévoir, dans cet ordre d'idée, qu'il existe vraisemblablement pour les dislocations α, comme pour les dislocations vis, une température athermique caractéristique qui se situe visiblement à très très basse température. Il est clair qu'une telle donnée n'est pas accessible par des essais de déformation conventionnels à vitesse imposée. Des essais de fluage à basse température, ou sous haute pression, permettraient sans doute d'atteindre le domaine d'activation thermique de ces dislocations.

Il est intéressant de remarquer, à ce propos, que les dislocations à 60° de type α jouent dans les composés III-V non dopés, de par leur différence de mobilité avec les dislocations vis (chapitre I), le rôle des dislocations coin dans les structures cubiques centrées. De ce point de vue, ainsi que nous l'avons explicité, la plasticité des composés III-V se rapprocherait effectivement plus de celle des métaux cubiques centrés que de celle des semiconducteurs élémentaires, germanium et silicium.

CONCLUSION

Ce travail constitue une approche originale de l'étude de l'activation thermique du glissement dans les composés III - V InSb et GaAs combinant à la fois les formalismes de Schoeck et de Haasen. Le fait essentiel, et important, qui ressort de cette analyse est l'existence à basse température d'un domaine de très forte activation thermique du glissement des dislocations. Ce domaine n'avait pas été abordé jusqu'à présent. L'analogie de comportement avec les métaux cubiques centrés à permis de relier ce domaine au mouvement thermiquement activé des dislocations vis. La comparaison des comportements plastiques de ces deux composés, étudiés en parallèle, a permis de montrer l'unicité des mécanismes de plasticité, notamment en rapportant les courbes de limite élastique $\tau(T)$ à la température réduite $\frac{T}{T_t}$. Il serait intéressant de ce point de vue d'étendre cette étude à d'autres composés III-V, InP, GaSb, etc... pour vérifier l'identité des comportements plastiques basée sur l'existence d'une température de transition T_t, véritable température athermique pour le frottement de réseau qui s'oppose au mouvement des dislocations vis (fin du régime de Peierls). Cette température T_t est dans les deux cas plus basse que la température athermique conventionnelle T_a définie comme comme la température à laquelle les obstacles constituant la forêt deviennent transparents. L'existence de deux températures athermiques dans le domaine étudié montre qu'il convient de considérer dans ces matériaux une contrainte interne τ_i activée thermiquement car associée à un mécanisme de forêt, non identifiable à la contrainte athermique τ_μ.

Les énergies d'activation ΔG que l'on détermine par les deux formalismes sont de l'ordre de 1,15 eV pour InSb, et de l'ordre de 2,1 eV pour GaAs. Ces valeurs sont supérieures à celles publiées par d'autres auteurs, soit à partir d'expériences de plasticité conventionnelles, soit

à partir d'expériences de microplasticité, pour des matériaux de dopages comparables. Ceci est surtout vrai pour GaAs. L'éventail et la disparité des valeurs d'énergie présentées dans les tables du chapitre I montrent qu'il est illusoire, pour le moment, d'établir une comparaison avec nos propres résultats, compte-tenu du petit nombre d'études effectuées et des conditions différentes utilisées. Ces tables ont l'intérêt de montrer combien il est important de bien caractériser le matériau de départ, notamment en ce qui concerne le dopage. Le développement donné à ce travail pourrait être de fait valablement étendu à l'influence du dopage sur les propriétés plastiques ainsi mises en évidence, notamment dans GaAs où le dopage semble influencer de façon très sensible les mobilités relatives des dislocations α, β et vis. Nous n'avons pas, tout au long de ce travail, considéré le problème des dislocations à 60° de type β, que nous avons supposées suffisamment lentes pour ne pas participer à la déformation, en accord avec les observations antérieures de R. Kesteloot par topographie aux rayons X. Le caractère β peut intervenir à double titre, soit au travers des sources de type Frank-Reak qui seraient créées en volume, soit au travers des doubles décrochements crées le long des dislocations vis, générant ainsi leur mouvement, ou des crans formés à l'intersection des dislocations de glissement avec des arbres de la forêt. Des sources de volume n'ont pas jusqu'à présent été détectées par microscopie électronique. Les segments β observés fréquemment par cette technique, notamment dans GaAs (7), pourraient correspondre à des résidus d'interaction entre dislocations qui se croisent et intéragissent. Compte-tenu de leur très faible mobilité, de tels segments devraient surtout contribuer à stabiliser la forêt. Les doubles décrochements crées le long des dislocations vis posent le problème, non encore résolu, du mécanisme intrinsèque d'avancée d'une dislocations vis (2) pour franchir les vallées de Peierls. Le double décrochement, ou le double cran, nécessitent en effet de couper des liaisons de nature différente, α ou β. L'étude de l'activation thermique du glissement dans les matériaux III - V dopés nécessitera de reconsidérer plus en détail ces différents points. La présente étude conduite sur des matériaux non dopés pour lesquels la

très grande différence de mobilité des dislocations α, β et vis, postulée a priori, a permis d'établir une analogie avec un comportement plastique de type métal cubique centré, constitue peut être de ce point de vue un cas particulier.

****

Références

(1) P. HAASEN.
Acta. Met. 5 (1957).

(2) R. KESTELOOT.
Thèse de 3ème cycle, Université de Lille (1981).

(3) J.L. FARVACQUE, D. FERRE.
Phys. Stat. Sol. (a) 49, 737 (1978).

(4) J.P. LEROY, D. FERRE, J.P. FARVACQUE.
Résultats non publiés.

(5) J.A. VAN VECHTEN.
Phys. Rev. 187, 3, 1007 (1969).

(6) H. GOTTSCHALK, G. PATZER, H. ALEXANDER.
Phys. Stat. Sol. (a) 45, 207-217 (1978).

(7) A.M. GOMEZ, P.B. HIRSCH.
Phil. Mag. 36, 169 (1977).

(8) C.B. CARTER, J.S. ROBERTS, C.E.C. WOOD.
Appl. Phys. Lett. 38 (10) (1981).

(9) HIRTH J.P., LOTHE J. "Theory of dislocations".
Mc Graw HILL BOOK COMPANY (1968).

(10) H. STEINHARDT, S. SCHÄFER.
Acta Met. 19, 65-70, (1971).

(11) A.R. CHAUDHURI, J.R. PATEL, L.G. RUBIN.
J. of App. Phys. 33, 9, 2736 (1962).

(12) OSIP'YAN Yu A., EROFEEVA S.A.
Sov. Phys. Solid State 11, 4, 770-774 (1969).

(13) EROFEEVA S.A., OSIP'YAN Yu A.
Sov. Phys. Solid State, 15, 3, 538-540 (1973)

(14) S.A. EROFEEVA, OSIP'YAN Yu A.
Sov. Phys. Solid State, 16, 10 (1975).

(15) MIHARA M., NINOMIYA T.
J. Phys. Soc. Japan, 25, 1198 (1968).

(16) MIHARA M., NINOMIYA T.
Phys. Stat. Sol. (a) 32, 43-52 (1975).

(17) OSVENSKII V.B., KHOLODNYI L.P.
Sov. Phys. Solid State, 14, 11, 2822 (1973).

(18) OSVENSKII V.B., KHOLODNYI L.P., MIL'VIDSKII M.G.
Sov. Phys. Solid State, 15, 3, 661 (1973).

(19) CHOI S.K., MIHARA M.,
Journal Phys. Soc. Japan 32, 1154 (1972).

(20) CHOI S.K., MIHARA M., NINOMIYA T.
Jap. Journal of applied physics, 16, 5, 737 (1977).

(21) STEINHARDT H.
Thèse, université de Göttingen (1972).

(22) PEISSKER E., HAASEN P., ALEXANDER H.
Phil. Mag. 7, 80, 1279 (1962).

(23) S. SCHÄFER, H. ALEXANDER, P. HAASEN.
Phys. Stat. Sol. 5, 247 (1964).

(24) SHIMIZU H., SUMINO K.,
Phil. Mag. 32, 123 (1975).

(25) J.L. FARVACQUE, D. FERRE.
HÜNFELD (1978), J. de Phys. Suppl. C-6(1979).

(26) M.G. MIL'VIDSKII, V.B. OSVENSKII, O.G. STOLYAROV.
Neorg. Mater. 1, 11, 1898 (1965).

(27) N.P. SAZHIN, M.G. MIL'VIDSKII, V.B. OSVENSKII, O.G. STOLYAROV
Sov. Phys. Solid State (English transl.) 8, 1539, (1966).

(28) V.B. OSVENSKII, L.P. KHOLODNYI, M.G. MIL'VIDSKII
Sov. Phys. DOKLADY. Vol. 14, 2, 144 (1969).

(29) LAISTER D., G.M. JENKINS
J. Materiel Sci. 8, 1218 (1973).

(30) H. STEINHARDT, P. HAASEN.
Phys. Stat. Sol. (a) 49, 93, (1978).

(31) H. ALEXANDER, P. HAASEN.
Solid State Physics, 22, 27.(1968).

(32) M. DUSSEAUX
Thèse de Docteur ingénieur, Paris VI (1982).

(33) M. OMRI.
Thèse de 3ème cycle, Université de Nancy (1981).

(34) F. GUIU, P.L. PRATT
Phys. Stat. Sol. 6, (1964).

(35) B. ESCAIG, J.L. FARVACQUE, D. FERRE.
Phys. Stat. Sol. (a) 71, 329 (1982).

(36) L.P. KUBIN,
Thèse d'Etat - Université de Paris sud (1971).

(37) G. SCHOECK
Phys. Stat. Sol. 8, 499 (1965).

(38) P. HAASEN
Journal de physique. Colloque C-3, 27, 30-38 (1966).

(39) Traité de Métallurgie, Tome 5, chap. 34.

(40) M. CAGNON
Thèse d'Etat - Université de Paris sud. Orsay (1974).

(41) R.F. POTTER
Phys. Review 103, 1 (1956).

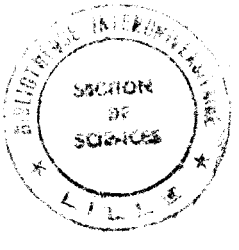
(42) J.S. BLAKEMORE,
J. Appl. Phys. 53, 10, (1982).

(43) K. BERNER, H. ALEXANDER,
Acta Metall. 15, 933 (1967)

(44) W. SCHRÖTER, H.G. BRION, H. SIETHOFF,
J. Appl. Phys. 54, 4, 1816-1820 (1983).

(45) J.P. PEYRADE
Thèse d'Etat - Université de Toulouse (1978).

(46) L.P. KUBIN
Rev. Deform. Behav. Mater. 1, 244 (1977).



TITRE DE LA THESE : ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT DANS LES COMPOSES SEMICONDUCTEURS DE TYPE III-V InSb et GaAs FAIBLEMENT DOPES.

RESUME.

L'activation thermique du glissement des dislocations dans l'antimoniure d'indium InSb et dans l'arséniure de gallium GaAs faiblement dopés de type n est étudiée dans le cadre de la théorie des processus thermiquement activés et du formalisme de Haasen. L'évolution de la limite élastique τ avec la température montre un domaine de très forte activation thermique en-dessous de 300°C pour InSb et de 600°C pour GaAs (températures athermiques conventionnelles). L'évolution correspondante du volume d'activation montre cependant qu'il existe une autre température, plus basse que la précédente, pour laquelle il apparait une transition dans le mécanisme qui contrôle la plasticité. Cette température T_t, qui est de l'ordre de 150°C pour InSb et 350°C pour GaAs, pourrait s'identifier à la véritable température athermique pour ces composés. Les énergies d'activation du glissement que l'on mesure dans ce cas sont en désaccord avec celles publiées par d'autres auteurs. Le point important et nouveau lié à l'existence de ces températures de transition est le fait que les courbes $\tau \left(\frac{T}{T_t} \right)$ pour InSb et GaAs se superposent pour $T \leq T_t$, montrant ainsi l'unicité du mécanisme de déformation à basse température. Les résultats expérimentaux suggèrent que la transition pourrait correspondre à la fin du régime de Peierls pour les dislocations vis.

MOTS CLÉS : Arséniure de Gallium
Antimoniure d'Indium
Dislocation
Activation thermique.