

N° d'ordre : 657

50376
1990
245

50376
1990
245

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES-ARTOIS

pour l'obtention d'un

DOCTORAT

Spécialité : Science des Matériaux

par

Innocent ZONGO



CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'INFLUENCE DU DOPAGE ELECTRONIQUE SUR LA PLASTICITE DE L'ARSENIURE DE GALLIUM

Soutenu le 20 Décembre 1990

Membres du jury :

M. J.C. DOUKHAN	Président
M. A. GEORGE	Rapporteur
M. G. VANDERSCHAEVE	Rapporteur
M. J. DI PERSIO	Directeur de Thèse
M. J.L. FARVACQUE	Examineur
M. J. RABIER	Examineur



050245 6

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (C.N.R.S. U.A. 234) de l'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres-Artois, sous la direction de Monsieur le Professeur J.C. Doukhan. Je tiens à lui exprimer ici ma profonde gratitude et ma reconnaissance pour m'avoir accepté dans son laboratoire et pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider le Jury d'examen.

Je suis très honoré de la présence dans ce Jury de Monsieur A. George, Directeur de recherche au C.N.R.S (Laboratoire de Physique du Solide, Ecole des Mines de Nancy) et de Monsieur le Professeur G. Vanderschaeve (I.N.S.A de Toulouse). Je les prie d'agréer l'expression de ma profonde reconnaissance et les remercie d'avoir accepté d'être rapporteurs de ce mémoire.

Je suis très sensible à l'intérêt que Monsieur le Professeur J.L Farvacque (Université de Lille I) et Monsieur J. Rabier Directeur de recherche au C.N.R.S (Laboratoire de Métallurgie Physique. Université de Poitiers) ont porté à ce travail. C'est avec un grand plaisir que je leur adresse mes remerciements pour leur participation à ce Jury.

Mes plus vifs remerciements vont à Monsieur le Professeur J. Di Persio qui, en dirigeant ce travail, a su me faire profiter de ses connaissances et de sa compétence; qu'il trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Monsieur A. Lefebvre a réalisé les observations en M.E.T, Monsieur Ph. François a conçu le montage de déformation et mis au point l'informatisation des essais. Je tiens à les remercier tout particulièrement pour leurs collaborations et aussi pour leurs nombreux encouragements.

Je remercie Monsieur M. Bonnet et Madame N. Visentin de la Compagnie Thomson (D.A.G. Corbeville) ainsi que Messieurs M. Duseaux et J.P. Farges du L.E.P. Philips (Limeil-brévannes) qui ont gracieusement fourni les monocristaux de GaAs étudiés dans ce travail.

J'adresse mes remerciements à Cathy Parsy et Max Raffaud pour m'avoir aidé respectivement dans la frappe et la reproduction de nombreuses figures de ce mémoire.

Enfin je remercie tous les membres du laboratoire et toutes les personnes qui m'ont aidé à mener à bien ce travail.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
 CHAPITRE I	
I.1 - PROPRIETES DES DISLOCATIONS DANS GaAs	3
I.1.1 - Cristallographie des composés III-V.....	3
I.1.2 - Structure de coeur et propriétés de glissement des dislocations	5
I.1.3 - Relation structure de coeur des dislocations et mobilité.....	11
 I.2 - PLASTICITE MACROSCOPIQUE DE GaAs	13
I.2.1 - Le matériau semi-isolant ou naturellement non dopé.....	14
I.2.2 - Influence du dopage électriquement actif.....	19
 I.3 - LE DOPAGE ISOELECTRONIQUE A L'INDIUM.....	23
I.3.1 - Le matériau GaAs : In	23
I.3.2 - Influence du dopage Indium sur les propriétés plastiques de GaAs	29
I.3.3 - Influence de l'indium sur la mobilité des dislocations individuelles. Aspects microscopiques	34
 CHAPITRE II	
II.1 - ORIGINE DES MONOCRISTAUX.....	39
 II.2 - ORIENTATION ET PREPARATION DES EPROUVETTES DE DEFORMATION.....	40
 II.3 - LES ESSAIS DE DEFORMATION A VITESSE IMPOSEE.....	42
 II.4 - LES ESSAIS DE RELAXATION DE CONTRAINTE.....	44
 II.5 - LES ESSAIS DE FLUAGE.....	49
 II.6 - INFORMATISATION DES ESSAIS. ACQUISITION ET TRAITEMENT DES DONNEES.....	51

II.7 - PREPARATION DE LAMES MINCES POUR LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION.....	53
---	-----------

CHAPITRE III

III.1 - LES COURBES DE DEFORMATION.....	55
III.2 - ANALYSE DES TRACES DE GLISSEMENT	64
III.3 - DEFINITION D'UNE LIMITE ELASTIQUE.....	71
III.4 - EVOLUTION DE LA LIMITE ELASTIQUE AVEC LA TEMPERATURE.....	77
III.5 - EVOLUTION DU VOLUME D'ACTIVATION AVEC LA TEMPERATURE ET AVEC LA CONTRAINTE.....	81
III.6 . DISCUSSION.....	87
III.6.1 - Etude comparative des cas GaAs: In et GaAs : S.I.....	87
III.6.2 - Le codopage Indium-Zinc et le dopage Sélénium.....	90
III.6.3 - Le matériau GaAs : In . Eléments de comparaison avec la littérature	95

CHAPITRE IV

IV.1 - LE FORMALISME DE L'ACTIVATION THERMIQUE : (Schoeck, 1965).....	98
IV.2 - LE FORMALISME DE HAASEN (1966).....	102
IV 3 - DETERMINATION EXPERIMENTALE DE L'ENERGIE D'ACTIVATION.....	109
IV 4 - RESULTATS ET DISCUSSION.....	117

CHAPITRE V

V.1 - LE DOMAINE D'ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT DANS GaAs.....	138
V.2 - ENERGIE D'ACTIVATION ET EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE.....	159
V.3 - LE ROLE SPECIFIQUE DE L'INDIUM SUR LA PLASTICITE DE GaAs.....	168

CONCLUSION.....	181
ANNEXE 1	
FLUAGE A BASSE TEMPERATURE	185
A.1-1 CAS DU MATERIAU SEMI-ISOLANT.....	185
A.1-2 CAS DU CODOPAGE INDIUM-ZINC.....	194
ANNEXE 2	
DETERMINATION DE LA CONTRAINTE EFFECTIVE. METHODE DE SUMINO.....	197
BIBLIOGRAPHIE	205

INTRODUCTION

L'un des problèmes rencontrés actuellement dans l'élaboration des matériaux semiconducteurs III-V d'intérêt technologique, essentiellement l'arséniure de gallium GaAs et le phosphure d'indium InP, est la présence quasi universelle dans le matériau brut de croissance d'un grand nombre de défauts, dislocations entre autres, qui en altèrent les propriétés électroniques ou optiques attendues. Ceci intéresse directement l'utilisation de ces matériaux comme supports d'épitaxie (substrats) dans la réalisation de composants actifs pour la microélectronique : diodes, transistors, lasers,... Des efforts considérables ont été déployés partout dans le monde pour tenter de réduire, sinon éliminer, ces dislocations de croissance dont la genèse n'est pas encore complètement élucidée et fait l'objet encore d'interprétations très controversées. Deux voies ont été étudiées en parallèle : soit améliorer la thermique des fours dans le tirage Czochralski de façon à réduire les gradients thermiques à l'origine des fortes contraintes subies par le matériau au cours du refroidissement, soit incorporer des impuretés, dopantes ou non, en concentration suffisante pour durcir le matériau et modifier ainsi sa réponse plastique. Il est maintenant bien confirmé qu'une réduction drastique du nombre de ces dislocations peut être obtenue en incorporant certains types d'impuretés, l'indium ou le sélénium dans le cas de GaAs par exemple, ou le soufre dans l'InP. De nombreux travaux ont cherché à interpréter ce fait et à comprendre les implications, pour le matériau, de l'incorporation d'impuretés à très fortes doses, de l'ordre de 10^{19} à 10^{21} par cm^3 pour que la réduction soit sensible. Si des impuretés dopantes actives comme le sélénium ou le soufre modifient de fait les caractéristiques électriques des matériaux, en revanche, beaucoup d'espoirs ont été fondés sur les impuretés isoélectroniques comme l'indium dans GaAs, ou le gallium et l'arsenic dans InP (Jacob et al. 1983). Il apparaît très clairement que les propriétés mécaniques sont altérées par la présence de ce type d'impuretés, le matériau devenant naturellement plus résistant, mais aussi plus fragile (ce qui introduit en retour des problèmes technologiques délicats lors de l'usinage des substrats à partir du matériau massif fragilisé).

Dans le cas de l'indium, le plus étudié, l'interprétation la plus citée (Ehrenreich et Hirth 1985) d'un effet de solution solide analogue à celui des cristaux métalliques est très discutée, et encore controversée. L'effet du durcissement résultant de l'interaction de la dislocation de glissement avec l'impureté n'explique pas à lui seul les résultats expérimentaux, que ce soit au niveau des limites élastiques ou des énergies d'activation mesurées comparativement au cas du matériau semi-isolant, ou même au niveau de l'efficacité du mécanisme dans la réduction du taux de dislocations (Yonenaga et Sumino 1987).

L'incorporation d'une impureté isoélectronique comme l'indium ajoute de fait une complication à l'effet sur la plasticité de GaAs des strictes impuretés dopantes de type n ou p et justifie l'intérêt porté au niveau fondamental à l'étude de l'interaction indium-dislocation pour laquelle des modèles microscopiques nouveaux commencent à être proposés (Burle-Durbec et al. 1987,1989 - Louchet 1988).

La présente étude a pour but de réexaminer, à travers des données quantitatives obtenues à partir d'essais de déformation standard et par comparaison à ce qui a été publié dans la littérature à ce sujet, les divers arguments avancés pour interpréter l'effet très remarquable du dopage isoélectronique sur les propriétés mécaniques de GaAs. L'étude couvre le domaine des températures moyennes comprises entre 150°C et 700°C. Nous nous plaçons ici dans l'optique et l'esprit des études entreprises dans le laboratoire sur ce sujet, et notamment celles de M. Karmouda (1984) portant sur les matériaux GaAs et InSb non intentionnellement dopés.

Dans le cas des composés III-V, la comparaison des résultats de plasticité à ceux publiés par d'autres auteurs est généralement difficile et délicate car les conditions d'essais ou les qualités annoncées des matériaux sont rarement reproductibles dans leur intégralité. Nous avons ainsi choisi de reprendre intégralement l'étude entreprise par M. Karmouda (1984) du matériau semi-isolant afin de pouvoir établir une base de comparaison directe. Dans le même ordre d'idées, il était tentant d'établir une comparaison entre les comportements plastiques induits par une impureté isoélectronique comme l'indium d'une part, et par une impureté dopante de type n comme le sélénium ou de type p comme le zinc d'autre part (codopage indium-zinc dans notre étude). Si l'indium et le sélénium ont des effets comparables quant à la réduction du taux de dislocations, celle-ci ne semble pas induite en revanche par l'addition d'un dopant p.

Le plan de cette thèse est ainsi le suivant :

Au chapitre I, nous rappelons quelques données connues sur la plasticité de GaAs, nature des dislocations, influence des impuretés isoélectroniques ou non et connaissances actuelles sur le sujet. Les techniques expérimentales sont décrites au chapitre II. Le chapitre III est consacré aux résultats expérimentaux. Nous montrons au chapitre IV qu'une analyse thermodynamique relativement approfondie permet d'accéder à des valeurs d'énergie d'activation qui, outre les comparaisons directes que l'on peut faire entre les quatre nuances étudiées, ouvrent une discussion comparative avec les valeurs obtenues par d'autres auteurs et avec les interprétations proposées (chapitre V).

CHAPITRE I

CONNAISSANCES ACTUELLES SUR LA PLASTICITE DE GaAs

I.1 - PROPRIETES DES DISLOCATIONS DANS GaAs

I.1.1 - Cristallographie des composés III-V

L'arséniure de gallium, comme la plupart des composés III-V, cristallise dans la structure sphalérite (structure de la zinc-blende). Le réseau de Bravais est cubique à faces centrées. Le motif est constitué d'un atome A (Ga) trivalent et d'un atome B (As) pentavalent dans les positions respectives $(0,0,0)$ et $(1/4,1/4,1/4)$ (Figure I-1).

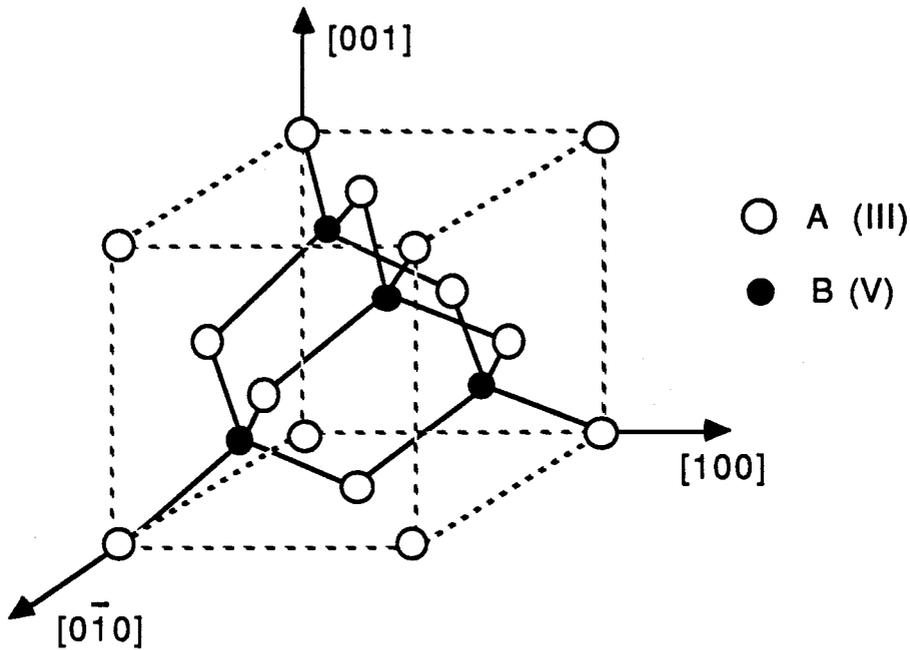


Figure I-1

Maille élémentaire de la structure sphalérite d'un composé III-V

Une caractéristique importante de cette structure est qu'elle est dépourvue de centre de symétrie ou centre d'inversion. Ceci résulte du motif à deux atomes A et B différents à partir duquel on peut générer ce type de structure, par comparaison au cas de la structure diamant (silicium, Germanium) où le même motif de base est constitué de deux atomes identiques.

Les liaisons chimiques entre atomes premiers voisins dans les composés III-V résultent de la combinaison d'orbitales hybrides de type sp^3 . Elles sont partiellement de type covalent car la différence de valence entre les deux types d'atomes entraîne un caractère ionique additionnel plus ou moins marqué suivant la nature du composé (Van Vechten 1969).

Le tableau I-1 met en évidence l'importance du caractère ionique des liaisons pour les principaux composés III-V dans l'ordre des ionicités croissantes. A titre indicatif, nous avons également reporté dans ce tableau les températures de fusion.

composé	GaSb	AlAs	AlP	GaAs	InSb	InAs	GaP	InP	AlSb
f_i (%)	26,1	27,4	30,7	31	32,1	35,7	37,4	42,1	42,6
T_f (K)	985	2013	-	1511	809	1216	1740	1343	1353
T_f (°C)	712	1740	-	1238	536	943	1467	1070	1080

Tableau I-1

*Ionicité f_i des liaisons et températures de fusion
des principaux semiconducteurs III-V*

La non-centrosymétrie des composés III-V leur confère des propriétés électriques et mécaniques qui, sous certains aspects, les différencient des semiconducteurs élémentaires tétravalents de structure diamant comme le Silicium et le Germanium. Ils ont entre autres, au niveau structural, des particularités qui leur sont spécifiques et qui découlent directement de leur caractère d'alliage. Deux de ces particularités concernent le caractère polaire des surfaces {111} et surtout la structure de coeur des dislocations de glissement (paragraphe I.1.2).

La Figure I-2 montre l'empilement {111} typique de la structure diamant. La spécificité de cet empilement, dans le cas d'un composé III-V de type GaAs, réside dans le caractère strictement alterné de l'empilement des couches atomiques, avec des plans d'atomes A qui s'alternent avec des plans d'atomes B perpendiculairement aux directions $\langle 111 \rangle$. On voit immédiatement que la non-centrosymétrie tire son origine de la non-équivalence des directions [111] et $[\bar{1} \bar{1} \bar{1}]$. Une telle propriété n'existe pas pour les semiconducteurs tétravalents. Elle est à l'origine du caractère polaire des surfaces {111} et des propriétés physicochimiques différentes de deux faces {111} opposées, bien mises en évidence par exemple par une attaque chimique sélective, à l'aide de réactifs appropriés sensibles à la nature sous-jacente des atomes de surface (chapitre II). La Figure I-2 montre en effet que ces atomes de surface sont de nature différente, soit A, soit B.

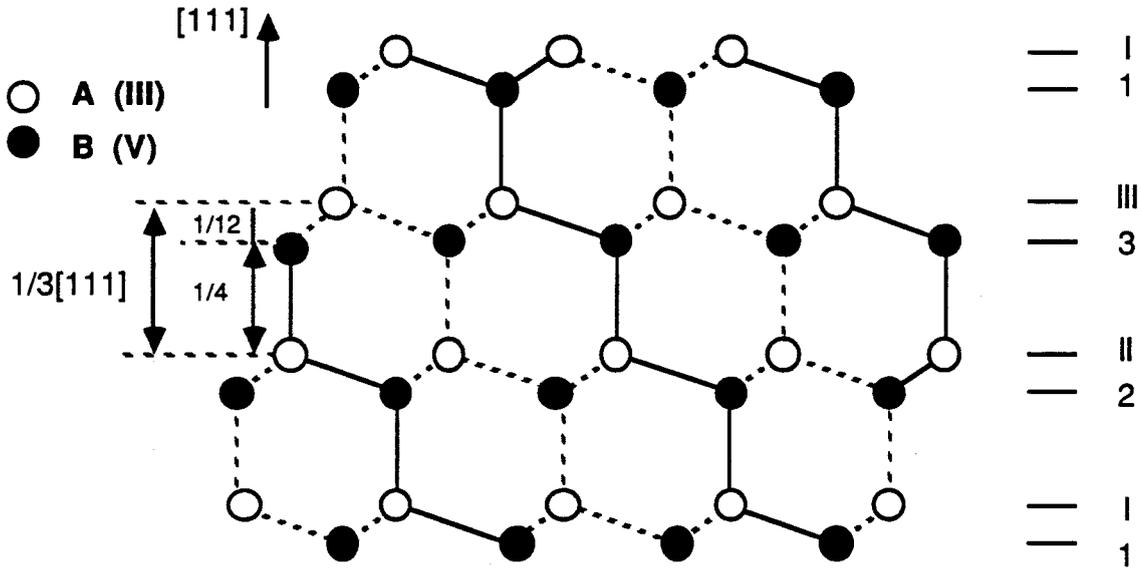


Figure I-2

Empilement des couches (111) alternées (projection sur le plan $(\bar{1}10)$). Par convention, la direction $[111]$ joint un atome A (III) à un atome B (V) immédiatement voisin.

Le caractère tri- et pentavalent des atomes A et B explique la réactivité chimique de surface, différente dans les deux cas. Il a été montré que l'élément III avait une réactivité de surface beaucoup plus prononcée que l'élément V. Cette propriété commune à tous les composés III-V interprète le caractère dépoli de la face III (In de InSb ou InP, Ga de GaAs) couramment observé lors d'une simple attaque chimique, alors que la face V s'attaque lentement et uniformément, gardant son aspect brillant. Ce fait d'observation est naturellement mis à profit dans le repérage des faces $\{111\}$ et $\{\bar{1}\bar{1}\bar{1}\}$, particulièrement utile en microscopie électronique pour la reconnaissance des types de dislocations. Par convention, la direction $+ [111]$ joint un atome A (III) à un atome B (V) immédiatement voisin dans l'empilement $\langle 111 \rangle$ (Figure I-2). La face $(+)(111)$ est dans ces conditions constituée d'atomes III, Ga dans le cas de GaAs ; la face $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ est constituée d'atomes V, As dans le cas de GaAs. De façon équivalente, les faces (111) , $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ sont selon cette convention constituées d'atomes III, Ga ou In pour les matériaux III-V d'intérêt.

I.1.2 - Structure de coeur et propriétés de glissement des dislocations

Comme dans les semiconducteurs élémentaires Si et Ge, les plans $\{111\}$, qui sont les plus denses, sont aussi les plans de glissement des dislocations. Les vecteurs de Burgers sont de type $1/2 \langle 110 \rangle$ pour les dislocations parfaites. Celles-ci sont donc aussi de deux types, vis ou 60° , selon l'angle que fait la ligne de dislocation avec le vecteur de Burgers. De même,

et de façon inhérente à la structure diamant car résultant de la liaison covalente orientée (tétraèdre), il existe deux types d'équidistance entre plans {111} selon que l'on considère l'empilement de type I-2 (une seule liaison saturée parallèle à la direction de l'empilement) ou l'empilement de type 2-II (3 liaisons saturées obliques formant un parapluie). Ceci conduit à distinguer deux types de structure de coeur pour une dislocation, suivant qu'elle est créée par cisaillement du cristal entre deux plans successifs I-2 ou entre deux plans successifs 2-II (figure I-2). Il en résulte deux modes de glissement possibles pour les dislocations dans ce type de structure (Hornstra1958 ; Hirth et Lothe 1968) :

- On parle de mode "Shuffle" lorsque le cisaillement créé par la dislocation se situe entre deux plans successifs de type I-2 (distance entre plans égale à $\frac{a\sqrt{3}}{4}$, Figure I-2, où a est le paramètre du réseau).

- On parle de mode "Glide" lorsque le cisaillement se produit entre deux plans successifs de type 2-II (distance entre plans égale à $\frac{a\sqrt{3}}{12}$). La Figure I-3 ci-dessous schématise les deux structures de coeur correspondantes pour une dislocation à 60°.

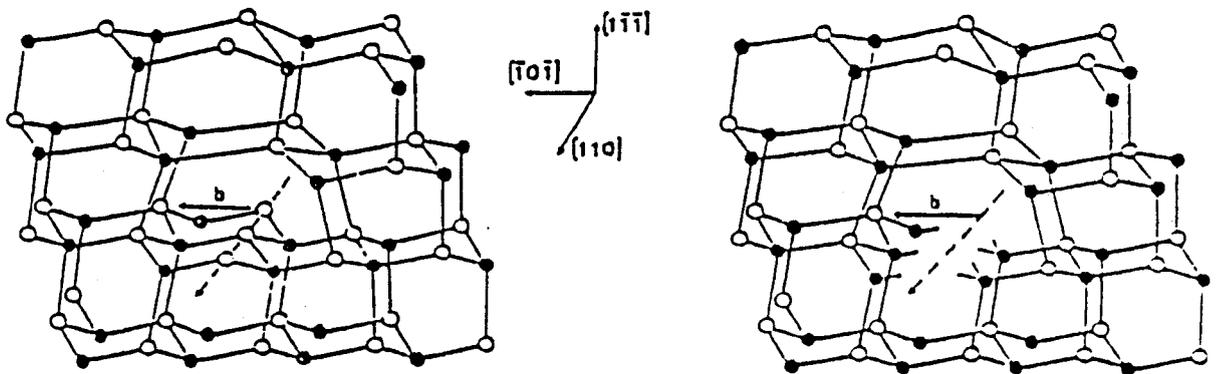


Figure I-3

a) Dislocation parfaite à 60°
de type "Shuffle"

b) Dislocation parfaite à 60°
de type "Glide"

En réalité, quel que soit le mode de cisaillement considéré, "Glide" ou "Shuffle", il existe dans les composés III-V deux types de dislocations à 60°. Ceci est une autre manifestation de la non-centrosymétrie liée à la présence de deux types d'atomes. Selon le signe du vecteur de Burgers de la dislocation 60° en effet, le demi-plan supplémentaire se termine soit par une rangée d'atomes III trivalents, soit par une rangée d'atomes V pentavalents. Ces deux caractères s'expriment simultanément lorsqu'on considère une boucle de dislocation fermée, telle celle formée à basse température à partir d'une source de type Frank-Read lorsque les bras sont confinés dans les vallées de Peierls <110> (Figure I-4).

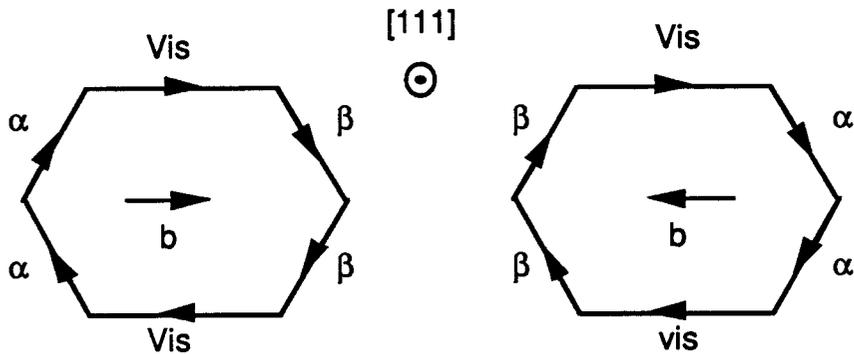


Figure I-4

Boucle de dislocation fermée dans un plan {111}. α et β en mode "Glide"

Par convention (Hünfeld 1978), on appelle α et β ces deux types de dislocations avec pour notations consacrées (cas de GaAs) :

* Dislocation $\alpha = [\text{As}]_{\text{G}} = [\text{Ga}]_{\text{S}}$ pour une dislocation ayant son demi-plan supplémentaire bordé par une rangée d'atomes As dans le mode "Glide" ou par une rangée d'atomes Ga dans le mode "Shuffle".

* Dislocation $\beta = [\text{Ga}]_{\text{G}} = [\text{As}]_{\text{S}}$ pour une dislocation dont le demi-plan supplémentaire se termine par une rangée d'atomes Ga dans le mode "Glide", ou par une rangée d'atomes As dans le mode "Shuffle".

On voit que le caractère α ou β s'inverse :

→ pour une rangée donnée, As ou Ga, selon le mode "Shuffle" ou "Glide" que l'on considère.

→ pour une direction de ligne donnée sur la boucle (Figure I-4) selon la position du demi-plan supplémentaire par rapport au plan de glissement de la boucle, c'est-à-dire selon le sens du vecteur de Burgers.

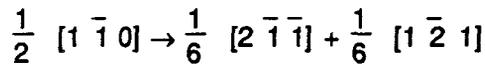
L'expérience ne permet pas de trancher entre les deux modes de glissement, "Glide" ou "Shuffle" (Tanaka, Jouffrey 1984). On a primitivement et pendant longtemps pensé que les dislocations glissaient en mode Shuffle, ceci pour deux raisons :

1) En mode Shuffle, le cisaillement de la structure par le passage d'une dislocation nécessite de couper et de former une seule liaison par pas élémentaire b (vecteur de Burgers). En mode Glide, il est nécessaire de couper trois liaisons.

2) Les dislocations étaient supposées parfaites, non dissociées. La très faible largeur de dissociation des dislocations dans ces composés, difficilement observable par la microscopie électronique conventionnelle, justifiait cette hypothèse.

Relativement récemment, (Gottschalk, Patzer et Alexander 1978), l'utilisation en microscopie électronique de la technique du faisceau faible a permis de montrer le caractère quasi systématiquement dissocié des dislocations dans les composés III-V, la largeur de dissociation étant en rapport direct avec le degré d'ionicté du composé (Tableau I-1).

Dans la structure diamant, de type C.F.C., la dissociation d'une dislocation dans le plan (111) s'effectue selon la réaction :



Cette dissociation affecte différemment les structures de coeur des dislocations selon que l'on considère le mode "Glide" ou le mode "Shuffle". En mode "Glide", les deux partielles créées sont de type Schockley et donc parfaitement glissiles. En mode "Shuffle", l'une des partielles créées est à caractère sessile. Son mouvement nécessite des déplacements atomiques coordonnés dans le coeur (synchro-shear) (Hirth et Lothe 1968). Cette particularité de la dissociation "Shuffle" conduisant à une configuration difficile à activer, a fait nettement orienter la tendance pour le mode "Glide" ; A l'aspect glissile de la configuration dissociée s'ajoute le fait que la très faible équidistance des plans (111) successifs dans ce cas (Figure I-2) favorise des fautes d'empilement de plus faible énergie.

La Figure I-5 ci-dessous montre l'aspect schématique d'une boucle de dislocation glissile dissociée dans son plan de glissement, en mode "Glide"

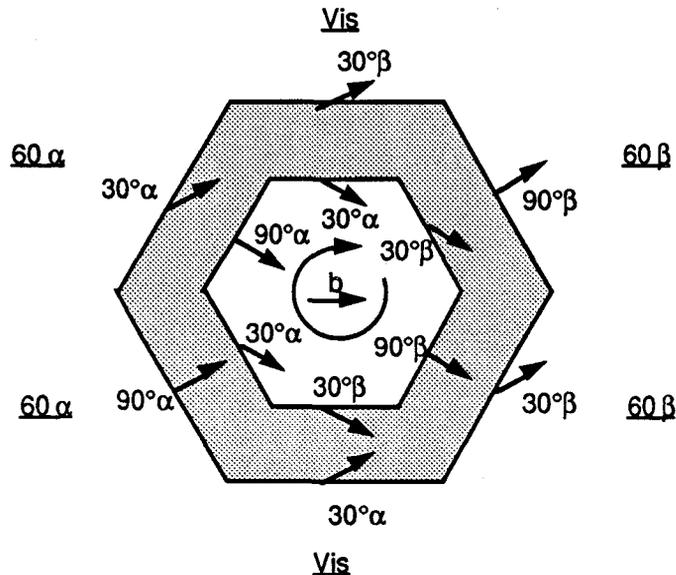


Figure I-5

Dissociation d'une boucle de dislocation parfaite hexagonale dans son plan de glissement.

Caractère des partielles constituant les dislocations vis, $60^\circ\alpha$ et $60^\circ\beta$.

Les dislocations vis se dissocient en deux dislocations partielles 30° , l'une de type α (coeur $[\text{As}]_G$), l'autre de type β (coeur $[\text{Ga}]_G$). Les dislocations 60° se dissocient en deux partielles 30° et 90° soit α , soit β . On remarquera que les partielles 30° ont la propriété d'être communes aux dislocations vis dissociées et aux dislocations 60° des deux types. Seules les partielles 90° sont spécifiques aux dislocations parfaites 60° . Toutes ces dislocations dissociées ont des structures de coeur différentes. La Figure I-6 montre, d'après Louchet et Thibault-Desseaux (1987) les liaisons pendantes dans le coeur des dislocations partielles bordant une demi-boucle (Figure I-4)

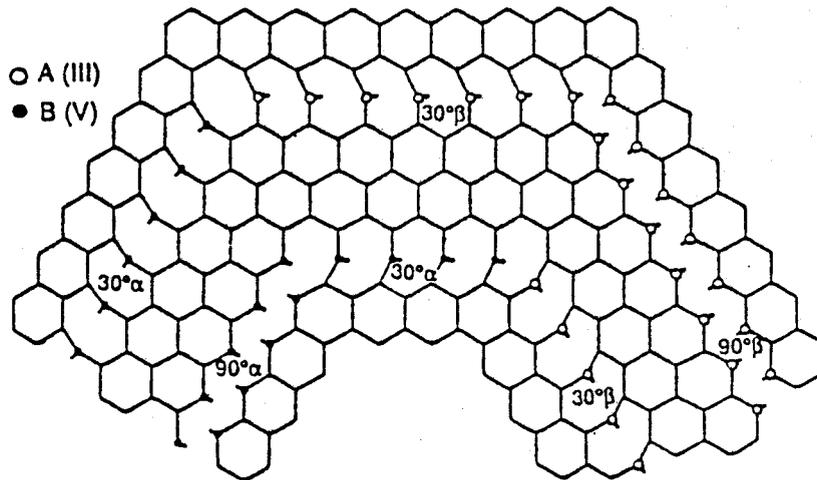


Figure I-6

Liaisons pendantes dans le coeur des dislocations partielles non reconstruites. Projection sur le plan (111) (d'après Louchet et Thibault-Desseaux 1987).

Ces dislocations partielles sont au nombre de quatre :

$$30^\circ\alpha - 30^\circ\beta - 90^\circ\alpha - 90^\circ\beta.$$

La question de savoir si ces liaisons sont effectivement pendantes dans le coeur des dislocations ou en partie reconstruites dans les composés III-V reste très débattue.

De fait, la reconstruction des coeurs des partielles 30° et 90° dans GaAs mettrait en jeu des liaisons de type Ga-Ga ou As-As, ce qui paraît peu probable compte-tenu du caractère ionique additionnel des liaisons. Elle serait d'ailleurs d'autant plus difficile que le degré d'ionocité est élevé.

La présence dans le coeur des dislocations de liaisons distordues, pendantes ou partiellement reconstruites, suggère l'existence dans la bande interdite de niveaux d'énergie associés à ces dislocations. Ceci a été analysé en détail, d'un point de vue théorique, par de nombreux auteurs (Oberg 1978, Jones 1979, Farvacque et al 1980 a et b, Jones et al

1981). Les calculs ont montré que les dislocations, parfaites ou dissociées, introduisent deux bandes d'énergie dont la position dans la bande interdite, et de même le taux de remplissage, dépendent fortement à la fois du type de dislocation considéré et de la nature "Glide" ou "Shuffle" du coeur. En mode "Glide" dissocié, qui est le mode de glissement présumé des dislocations dans GaAs (Gomez et Hirsch 1978), la position exacte de ces bandes apparaît aussi très sensible aux angles entre les liaisons et au degré de reconstruction du coeur ; ce degré de reconstruction serait par ailleurs dépendant de la température et du dopage (Jones et al 1981).

De nombreuses tentatives expérimentales ont visé à confirmer la présence de bandes d'énergie discrètes associées aux dislocations et à en préciser la position dans la bande interdite, utilisant différentes techniques, électriques (Effet Hall, D.L.T.S) ou optiques (Absorption optique, photoluminescence...). Les expérimentations les plus récentes, et aussi les plus probantes, ont systématiquement eu recours à la déformation plastique (vitesse imposée ou flexion) pour introduire une densité de dislocations fraîches suffisante pour que l'effet soit mesurable mais aussi, et surtout, pour s'affranchir de l'influence parasite des nuages d'impuretés généralement ségréguées dans le coeur des dislocations de croissance.

Les mesures d'effet Hall et de conductivité (Gerthsen 1986, Ferré 1987, Skowronski et al. 1988) montrent que la déformation plastique réduit à la fois la densité de porteurs libres et leur mobilité, l'effet étant plus marqué dans le matériau de type n que dans le matériau de type p. Ferré (1987) a interprété ces propriétés en proposant un modèle qui fait intervenir à la fois le potentiel de déformation et l'effet de ligne chargée.

Les résultats expérimentaux montrent toutefois une dispersion assez remarquable de la position des bandes : Dans le matériau GaAs de type n, Gerthsen (1986) situe la bande associée aux dislocations à 0,36 eV au dessus de la bande de valence. Des travaux antérieurs de Nakata et al (1977) la situaient à 0,78 eV. Les travaux récents de Ferré (1987) conduisent à un niveau proche du sommet de la bande de valence. Dans ce dernier cas, il est particulièrement bien mis en évidence la difficulté de situer précisément ces bandes à cause de l'imprécision sur la mesure ou l'estimation de la densité de dislocations mobiles ρ , imprécision qui peut atteindre une décade et plus.

Une dispersion toute aussi grande apparaît dans les résultats des études par D.L.T.S, absorption optique, photoluminescence ou même R.P.E.. Il est difficile de conclure sans ambiguïté dans ces cas à l'existence de niveaux propres aux dislocations dans la mesure où, la déformation plastique créant aussi des défauts ponctuels en grand nombre (antisites ou autres), il subsiste des incertitudes quant à l'attribution des signatures de ces différents objets à tel ou tel pic de réponse mis en évidence par ces techniques.

Cette question fondamentale a été réexaminée récemment de façon très approfondie (Vignaud 1989), par l'analyse à la fois théorique et expérimentale de la réponse optique du matériau GaAs déformé plastiquement, pour différentes conditions soigneusement contrôlées

de dopage et d'origine. L'analyse théorique confirme l'existence probable de deux bandes d'énergie distinctes D_1 et D_2 associées aux dislocations dans GaAs, l'une (D_1) proche de la bande de valence, en accord avec les conclusions de Ferré (1987), l'autre (D_2) proche du milieu de la bande interdite. Cette analyse confirme par ailleurs la réduction de la densité de porteurs libres en présence de dislocations et prévoit l'existence autour de ces dernières de champs électriques intenses à l'origine d'un décalage des transitions d'absorption interbande vers les basses énergies. Les expériences en absorption optique et photoluminescence n'ont pas réussi à prouver la présence de ces bandes. L'impossibilité de les mettre en évidence par des méthodes optiques pourrait résulter, selon l'auteur, soit d'une dispersion des bandes elles-mêmes, par exemple si l'effet de reconstruction du coeur varie le long d'une même ligne de dislocation ou est fonction de la nature des dislocations en présence, soit d'une section d'ionisation optique des dislocations trop faible pour être mesurable, même à fortes densités.

1.1.3 - Relation structure de coeur des dislocations et mobilité

La mobilité des dislocations dans les semiconducteurs III-V est étroitement corrélée à leurs propriétés électroniques de coeur. Deux faits d'observation viennent étayer cette assertion : c'est d'une part l'asymétrie remarquable du mouvement des trois types de dislocations α , β et vis, ce mouvement étant par ailleurs très activé thermiquement, c'est d'autre part l'influence très sélective du dopage électriquement actif sur ces mouvements et sur les vitesses relatives de ces mêmes dislocations.

Comme dans le silicium, une loi expérimentale de la vitesse du type

$$v = v_0 \left(\frac{\tau_{\text{eff}}}{\tau_0} \right)^m \cdot e^{-Q/kT} \quad (1-1)$$

où τ_{eff} est la contrainte qui agit effectivement sur la dislocation, semble assez bien vérifiée pour le mouvement des dislocations individuelles. Dans les composés III-V, elle a surtout été analysée dans le cas de InSb (Osip'yan 1969, Steinhardt et Schäfer 1971, Mihara et Ninomiya 1975) et dans le cas de GaAs (Osvenskii et al 1973, Choï et al 1977), la technique utilisée étant généralement celle de la double-figure d'attaque, avant et après application de différentes contraintes à différentes températures, pour différents taux de dopage. Dans le cas de GaAs, l'exposant de contrainte est généralement compris entre 1 et 2. L'énergie d'activation apparente Q du mouvement de la dislocation, déduite de la loi $\ln v = f(1/T)$ dépend à la fois de la nature de la dislocation et de la contrainte. Elle apparaît systématiquement plus élevée pour les dislocations β et vis que pour les dislocations α . Elle diminue par ailleurs lorsque la contrainte augmente. Cette énergie d'activation est typiquement de l'ordre de 1 à 1,3 eV.

Dans le matériau GaAs non dopé, les expériences (généralement de flexion ou en compression uniaxiale) ont montré des vitesses des dislocations α de l'ordre de 10^2 à 10^3 fois plus grandes que celles des dislocations β et vis, ces dernières ayant des vitesses assez comparables. Le dopage n ou p affecte différemment le comportement de ces dislocations. L'effet ne semble pas dépendre de la nature de l'impureté dopante mais uniquement de son caractère n ou p. D'une façon générale, le dopage électriquement actif, qu'il soit n ou p, affecte essentiellement dans GaAs le comportement des dislocations $60^\circ \beta$ et vis, beaucoup moins celui des dislocations $60^\circ \alpha$ (Choi et al 1977). L'effet est remarquable dans le cas d'un dopage de type p, où les mobilités des dislocations α , β et vis peuvent devenir toutes comparables (Choi et al déjà cités, Steinhardt et Haasen, 1978). L'effet d'asymétrie est par contre accentué dans le cas d'un dopage de type n, en dehors du fait que la mobilité des trois types de dislocations y est globalement réduite. Des effets tout à fait comparables, plus ou moins accentués, sont observés dans tous les autres composés III-V, le caractère plus ou moins ionique pouvant ici influencer les rapports de mobilités.

L'asymétrie de mobilité apparaît ainsi être une caractéristique intrinsèque aux composés III-V, qui ne paraît pas dépendre d'ailleurs du caractère parfait ou dissocié des dislocations. Il faut toutefois nuancer le propos car les mobilités des dislocations parfaites à 60° peuvent être affectées par l'ordre (30/90 ou 90/30) des dislocations partielles de caractère α ou β dans la direction de glissement. Il en est de même pour l'ordre $30\alpha/30\beta$ ou $30\beta/30\alpha$ (figure I-5) des partielles des dislocations vis. Un tel effet d'anisotropie a été suggéré dans le cas du silicium (Wessel et Alexander 1977) et n'est donc pas propre aux composés III-V. Dans le cas de GaAs non dopé soumis à de fortes contraintes sous pression hydrostatique (Lefebvre et al 1985), la présence révélée par la microscopie électronique en transmission de fautes d'empilement de caractère intrinsèque et de micromacles a été interprétée comme le résultat d'une mobilité plus réduite des dislocations partielles de type $30^\circ\beta$, ce qui suggère un effet de réseau, ou de ligne chargée, agissant plus spécifiquement sur ce type de coeur (Ninomiya, 1979).

Différentes approches théoriques ont visé à interpréter l'influence de la contrainte, de la température et du dopage sur la mobilité des dislocations dans les semiconducteurs. Comme l'expérience montre que le mouvement des dislocations est très activé thermiquement, il est généralement admis que celui-ci s'effectue, tout au moins à basse température et par analogie avec les métaux cubiques centrés, par la nucléation et la propagation de doubles décrochements contrôlant le passage de la dislocation d'une vallée de Peierls (minimum de potentiel) à la suivante. A l'inverse des métaux cependant, et pour tenir compte du caractère fortement dirigé des liaisons covalentes, les théories appliquées aux semiconducteurs considèrent un potentiel de Peierls de seconde espèce relativement important agissant sur la propagation des décrochements élémentaires formés, ce qui sous-entend une énergie de migration non négligeable vis à vis de l'énergie de formation du double

décrochement. Une énergie de migration élevée peut être interprétée par un degré de reconstruction plus ou moins marqué des liaisons dans les décrochements (Hirsch 1981). Un décrochement peut aussi être considéré comme une déformation du coeur de la dislocation générant ainsi un niveau profond susceptible de capter un électron libre. L'énergie libérée par cette capture peut permettre l'accélération du mouvement du décrochement formé, ou aider à la formation d'autres doubles décrochements (Hirsch 1981, Jones 1980). Ces théories apportent une tentative d'explication de l'influence du dopage électriquement actif sur le mouvement des dislocations : en modifiant la position du niveau de Fermi dans la bande interdite, le dopage agit sur la mobilité des dislocations. Elles ne font toutefois pas la distinction entre un semiconducteur élémentaire et un composé III-V. De fait, des données quantitatives ont surtout été obtenues dans le cas du silicium. Les valeurs mesurées des énergies de migration sont effectivement élevées, de l'ordre de 1,2 eV dans le silicium (Hirsch et al. 1981, Louchet 1981) et de l'ordre de 0,9 eV dans le germanium (Louchet et al. 1988). Dans le cas de GaAs, les expériences de déformation en in-situ effectuées dans un microscope électronique à haute tension (Caillard et al. 1989) ont montré au contraire que l'énergie de migration était faible dans ce matériau, inférieure à 0,5 eV, comparativement à l'énergie de formation d'un décrochement simple, estimée comprise entre 0,65 et 0,9 eV. Ce résultat tend à prouver que les liaisons ne sont pas reconstruites dans les coeurs des dislocations dans ce composé.

Peu de tentatives d'interprétation théorique de l'influence du dopage sur l'asymétrie de mobilité α - β dans les composés III-V ont été faites ou formulées. On retiendra le modèle de Maeda (1985) qui reprend en essence les théories de Jones et al. (1981) et de Hirsch (1981) basées sur l'existence de niveaux d'énergie discrets associés aux dislocations α et β dans GaAs. A partir d'une argumentation simple prenant en compte les niveaux associés aux décrochements élémentaires de type α ou β , et les différences d'états de charge des lignes de dislocations à 60° , le modèle de Maeda décrit assez bien de façon qualitative les particularités de l'évolution avec le dopage des vitesses relatives et absolues des dislocations α et β dans GaAs. Il n'y a pas eu à notre connaissance de modèle de mobilité plus récent proposé.

Une revue très documentée et critique sur la mobilité des dislocations dans GaAs, faisant le point sur l'état actuel des connaissances sur ce sujet, a été faite très récemment par Alexander et Gottschalk (1989).

1.2 - PLASTICITE MACROSCOPIQUE DE GaAs.

Dans ce qui suit, nous résumons les aspects importants des propriétés plastiques macroscopiques du matériau GaAs (et des matériaux III-V en général) qui ont été soulignés et reconnus, et les points sur lesquels la communauté scientifique reste en débat. Nous ne

ferons pas ici une revue exhaustive des résultats publiés sur ce sujet et des interprétations proposées. Nous ne ferons pas non plus de comparaisons approfondies. Ainsi que l'ont souligné certains auteurs (Karmouda 1984, Omri 1987, Boivin 1988), ce type de comparaison s'avère peu significatif, à la fois parce que les domaines d'étude des dépendances en contrainte, température, dopage, orientation ne se recouvrent pas toujours mais aussi et surtout parce que les matériaux III-V ne sont pas directement comparables, en homogénéité, en pureté, en niveau réel de dopage. L'amélioration des techniques de croissance a à l'évidence beaucoup rehaussé la qualité intrinsèque des matériaux et ceux-ci sont maintenant mieux "connus" qu'il y a vingt ans. Il n'en reste pas moins vrai qu'un lingot III-V a toujours intrinsèquement la signature du bâti de tirage dont il est issu.

Dans ce paragraphe, nous traitons du matériau semi-isolant ou dopé avec des impuretés électriquement actives. Le cas spécifique du dopage isoélectronique à l'indium est reporté au paragraphe 1.3.

1.2.1 - Le matériau semi-isolant ou naturellement non dopé

Le matériau GaAs semi-isolant est parmi les composés III-V celui sur lequel s'est le plus concentré l'effort technologique de croissance par tirage Czochralski et celui qui a connu le développement industriel le plus conséquent.

En dehors des qualités semiconductrices du matériau lui même, ou de son utilisation comme support d'épitaxie, c'est surtout son aptitude à être rendu facilement semi-isolant (soit par addition de chrome ou par le simple effet du défaut natif EL2) qui a retenu l'attention des technologues. Son débouché naturel est de fait la réalisation de circuits intégrés GaAs, dont l'élément de base est le transistor à effet de champ à grille isolée appelé MESFET. [La couche active des MESFETS est réalisée simplement en injectant par implantation ionique localisée un dopant de type n sur la surface (001) d'un substrat GaAs semi-isolant, l'opération étant suivie d'un recuit permettant une diffusion contrôlée du dopant dans l'épaisseur du substrat].

L'application du matériau GaAs massif comme support de circuits intégrés III-V bute depuis de nombreuses années sur le problème, non encore résolu, de la réduction, sinon de l'élimination, des dislocations de croissance. Celles-ci apparaissent en effet avoir un effet rhédibitoire sur le fonctionnement et l'aptitude au vieillissement des dispositifs, dès lors qu'elles se trouvent à proximité, ou interceptent, le canal actif d'un composant, transistor ou laser. La présence de ces dislocations est inhérente à la cristallogénèse du matériau GaAs massif, semi-isolant ou non dopé avec une densité de l'ordre de 10^4 à 10^5 cm^{-2} , distribuée de façon très inhomogène selon une structure cellulaire caractéristique. Elles semblent générées par les forts gradients thermomécaniques que subit le lingot au cours de son refroidissement, à sa sortie de l'encapsulant liquide (Jordan et al 1986). La compréhension des mécanismes physiques qui sont à l'origine de ces dislocations, et de même l'étude de

l'influence croisée de la contrainte et de la température sur la façon dont cette genèse conduit à la formation d'une structure cellulaire sont des problèmes qui sont toujours de grande actualité.

Ces problèmes sont difficiles à aborder expérimentalement car ils concernent un domaine de températures voisines de la température de fusion ($T \geq 0,8 T_f^*$) pour lesquelles la désorption rapide de l'arsenic nécessite le recours à l'encapsulation. A ces températures, la réponse plastique du matériau GaAs n'est pratiquement pas connue (Djemel et al.(1986), Guruswamy et al. (1986)).

Si on excepte l'étude très antérieure de Laister et Jenkins (1973) conduite jusqu'à 1000°C ($\cong 0,85 T_f$), la plupart des études des propriétés plastiques de GaAs induites par des dislocations fraîchement créées ont concerné un domaine de températures allant de la température ambiante ($\cong 0,2 T_f$) jusqu'à environ 700°C ($\cong 0,65 T_f$). Dans ce domaine de température, le but fondamental a été plutôt de comprendre comment les particularités des comportements individuels des dislocations dans un composé III-V (paragraphe I.1.3) se transposaient à l'échelle de la réponse plastique macroscopique du matériau soumis à une sollicitation mécanique contrôlée (flexion, traction, compression).

D'un point de vue général, l'étude des propriétés plastiques macroscopiques des matériaux III-V, historiquement d'abord celle de InSb (Peissker et al. 1962), a initialement constitué le prolongement naturel des études développées dans le cas du silicium et du germanium, pour lesquels une large part des connaissances acquises et des interprétations ont été apportées par l'école allemande de Göttingen (Alexander et Haasen, 1968). L'étude du comportement dynamique des dislocations dans les matériaux semi-conducteurs massifs est restée de fait très longtemps dominée par l'approche phénoménologique du modèle de Alexander et Haasen (1968), basé sur la loi de comportement d'une dislocation individuelle, déduite de l'expérience, et rappelée au paragraphe I.1.3 :

$$v = v_0 \left(\frac{\tau_{eff}}{\tau_0} \right)^m \cdot e^{-Q/kT} \quad (1-1)$$

La transposition de cette loi au comportement collectif d'un grand nombre de dislocations repose sur l'équation d'Orowan de la déformation :

$$\dot{\gamma} = \rho b v \quad (1-2)$$

qui relie la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}$ à la vitesse collective moyenne $\langle v \rangle$ des dislocations mobiles, en densité ρ , b étant le vecteur de Burgers. Les bases de ce modèle et son application aux composés III-V, et à GaAs en particulier, seront examinées plus en détail

* La température de fusion de GaAs est de 1238°C

au chapitre IV. Il suffit de dire ici qu'il repose sur deux lois de nature plus ou moins empirique, l'une de multiplication, de forme exponentielle déduite de l'expérience, l'autre de durcissement, en $\sqrt{\rho}$ déduite des modèles théoriques développés dans le cas des métaux. Les équations phénoménologiques bien connues de la déformation plastique des semi-conducteurs qui en découlent, valables uniquement au point d'inflexion des courbes de fluage (équation 1-3) ou au minimum de contrainte (lower yield point) des courbes de déformation à vitesse imposée (équation 1-4) ont été appliquées, et testées avec succès, essentiellement dans le

$$\dot{\gamma}_p = A \cdot \tau_s^{2+m} \cdot e^{-Q/kT} \quad (1-3)$$

$$\tau_{lyp} = B \cdot \dot{\gamma}_{lyp}^{1/2+m} \cdot \exp\left(\frac{Q}{(2+m)kT}\right) \quad (1-4)$$

cas du silicium et du germanium. Dans le cas des essais à vitesse imposée le succès du modèle a été aussi d'interpréter qualitativement et quantitativement l'allure particulière des courbes de déformation caractéristiques des semiconducteurs élémentaires, c'est-à-dire un crochet de compression dont le niveau minimum en contrainte (τ_{lyp}) représente bien une balance entre un phénomène de multiplication en avalanche des dislocations et un phénomène de durcissement qui naît de cette multiplication. Les mêmes courbes sont observées pour les composés III-V, ce qui suggère des lois phénoménologiques de comportement tout à fait similaires. On trouvera dans l'article de Rabier et George (1987) une revue critique et détaillée de ce modèle, appliqué aux semiconducteurs élémentaires et composés.

La loi décrite par l'équation 1-4 a été appliquée à plusieurs composés III-V : InSb, GaAs, InP, GaSb, pour l'orientation standard $\langle 123 \rangle$. Les courbes désormais classiques $\ln \tau_{lyp} = f(1/T)$ sont en général des droites dont on tire aisément le rapport $\frac{Q}{2+m}$. Pour la plupart des composés III-V, ce rapport $\frac{Q}{2+m}$ est curieusement observé être de l'ordre de 0,30 eV. On obtient l'énergie d'activation apparente Q du mouvement (collectif) des dislocations si on connaît l'exposant de contrainte $m+2$. En toute rigueur, celui-ci s'obtient dans une expérience de fluage (équation 1-3) au point d'inflexion de la courbe $\varepsilon(t)$ (Haasen 1967).

En réalité, dans le cas de GaAs, l'analyse des données macroscopiques par la loi phénoménologique représentée par l'équation 1-4 introduit des questions d'interprétation délicates quand on compare les valeurs de Q et $(m+2)$ obtenues à celles déduites du mouvement des dislocations individuelles (équation 1-1). D'une part, l'exposant de contrainte $m+2$ est difficile à déterminer dans une expérience de déformation à vitesse imposée (équation 1-4). En l'absence de données de fluage, une estimation indirecte de cet exposant a été faite par Karmouda (1984), à partir d'essais de relaxation permettant

d'accéder au volume d'activation apparent V_a (chapitre II) à partir duquel on peut, par application du formalisme de Schoeck (1965), remonter également à l'énergie d'activation du glissement. La valeur obtenue pour m , de l'ordre de 4.5, se situe très au-dessus de celles mesurées à partir des vitesses des dislocations individuelles, de l'ordre de 1 à 2 (Choi et al. 1977). Cette valeur élevée de m a été confirmée par Quelard (1987) et Boivin (1988) (de l'ordre de 4 à 6). Cette différence n'est pas expliquée. D'autre part, les énergies d'activation apparentes mesurées, toujours par application du formalisme de Schoeck (chapitre IV), de l'ordre de 2 à 2,5 eV (Karmouda, Quelard, Boivin déjà cités), sont aussi très au-dessus de celles déduites des mouvements individuels ($Q \cong 1$ à 1,2 eV pour les dislocations $60^\circ\alpha$ par exemple (Choi et al. déjà cités)). Ces valeurs élevées sont cependant cohérentes avec la valeur mesurée $\frac{Q}{2+m} \cong 0,30$ eV, pour les valeurs mentionnées de m ($\cong 4$ à 6).

Ces différences n'existent pas apparemment dans le silicium où une bonne concordance est observée dans les deux approches des mouvements individuels et collectifs (Omri 1981, Omri et al. 1987). De façon surprenante, une bonne concordance a aussi été obtenue dans le cas de GaSb, le plus covalent des composés III-V (Omri 1987, Omri et al. 1990).

Il apparaît de fait que les désaccords importants soient propres à GaAs, et peut-être aussi dans une certaine mesure à InP (George, résultats non publiés). Ils ne sont pas clairement interprétés (Rabier et George, 1987). Il est à noter que ces désaccords sont contredits par des publications récentes (Yonenaga et al. 1987, Siethoff et al. 1990) qui montrent au contraire, dans GaAs, une bonne concordance des paramètres macroscopiques avec ceux déduits des données microscopiques (équation 1)! Ces points seront réexaminés au chapitre V, à la lumière de nos propres résultats.

L'autre aspect important de la plasticité de GaAs, ici clairement établi, est l'existence d'un domaine de très forte activation thermique du glissement, mis en évidence pour la première fois par Karmouda, déjà cité, dans une étude comparative des propriétés plastiques de InSb et de GaAs non dopés. Cette propriété apparaît commune à tous les composés III-V, qu'ils soient dopés ou non, et aux semiconducteurs élémentaires. L'évolution de la limite élastique (définie conventionnellement par la valeur de la contrainte au minimum du crochet de compression) avec la température fait apparaître en effet, à températures suffisamment basses, une très forte remontée de cette limite élastique caractéristique des matériaux à frottement de réseau élevé. Cette évolution est étroitement corrélée à celle du volume d'activation V_a avec la contrainte. La figure I-7 a et b montre, d'après Karmouda (1984), l'allure de ces évolutions. Ainsi que l'a souligné Karmouda, ces allures de variations sont tout à fait analogues à celles observées dans le cas des métaux cubiques centrés à très basse température ($T \leq 0,2 T_f$) (Kubin 1977). Cette analogie suggère une évolution comparable de la microstructure de déformation. De fait, la

microscopie électronique en transmission a confirmé la prédominance du caractère vis à basse température, et sa disparition au-delà d'une température "critique" de l'ordre de 170°C dans InSb, et de l'ordre de 350°C dans GaAs (figure I-7). De nombreuses vérifications expérimentales ont confirmé depuis lors ces observations, essentiellement dans GaAs (Astié et al.1985, Yonenaga et Sumino 1987, Boivin et al.1990 a et b), dans GaSb (Omri, 1987) et assez récemment, dans le silicium (Omri et al. 1987, Oueidennaoua et al. 1988). Il est maintenant clairement démontré, et admis, que la plasticité de GaAs à basse température (et des semiconducteurs en général) est contrôlée par le mouvement des dislocations vis. Celles-ci apparaissent d'autant plus confinées dans les vallées de Peierls $\langle 110 \rangle$ et de mobilité d'autant plus faible que la température est basse.

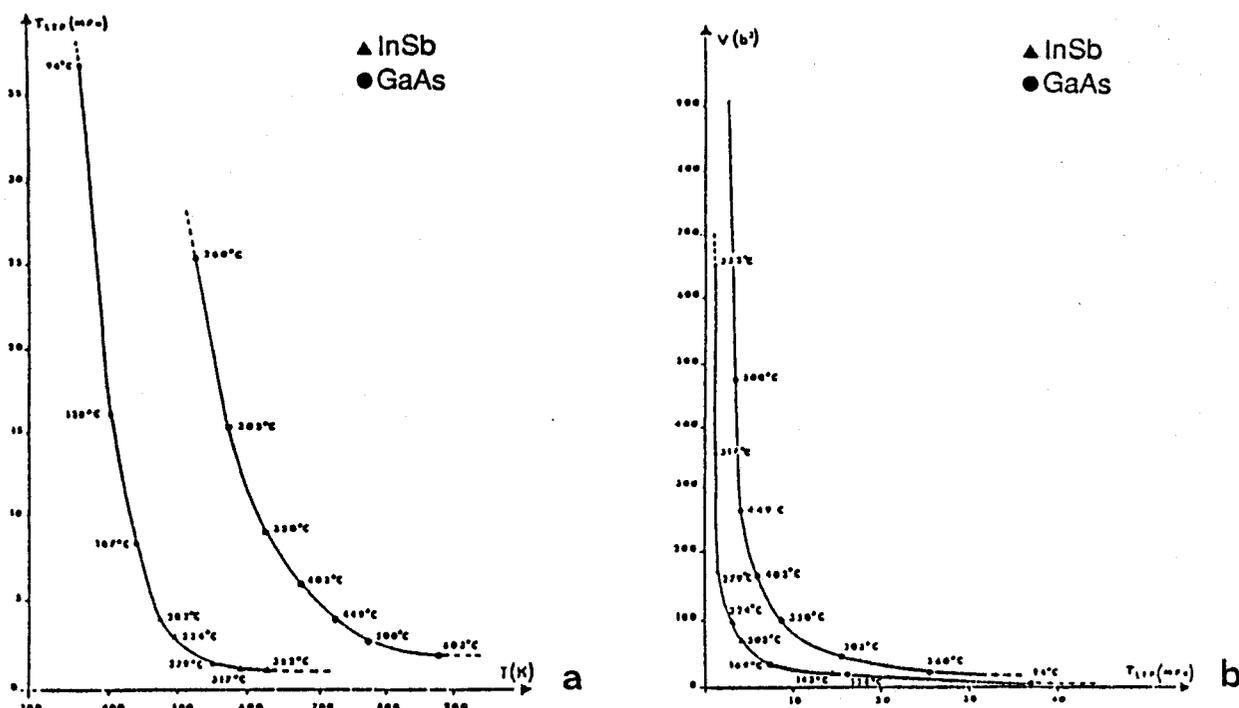


Figure I-7

a) Evolution de la limite élastique (contrainte minimale) avec la température dans le cas de InSb et de GaAs non dopés

b) Evolution correspondante du volume d'activation V avec la contrainte : l'intégration en $Vd\tau$ de cette courbe conduit directement à l'énergie d'activation (chapitre IV). (D'après Karmouda 1984).

Ceci semble être vérifié jusqu'à température ambiante où les contraintes énormes nécessaires pour atteindre le seuil de plasticité (de l'ordre de 1000 MPa et plus) nécessitent le recours à une pression de confinement (Lefebvre et al. 1985, Rabier et al. 1985). A l'autre extrémité du domaine d'activation thermique ($T > 600^\circ\text{C}$), la sous-structure de déformation qui s'établit est caractéristique des matériaux ductiles de structure cubique faces centrées (échelons et dipôles coins) (Astié et al. 1986).

La disparition plus ou moins progressive du caractère vis a été interprétée par un glissement dévié profus des dislocations vis dans le domaine étroit de température qui précède le domaine athermique (Karmouda 1984), analogue à ce qui se produit dans les métaux cubiques centrés. Des microstructures résultant du glissement dévié des dislocations vis ont été observées par microscopie électronique dans GaAs (Rabier et al. 1985). Elles ont été interprétées par Boivin (1988) comme le résultat d'interactions entre dislocations vis primaires glissant sur des plans parallèles. Rappelons que dans la géométrie $\langle 123 \rangle$ des éprouvettes de déformation généralement utilisée, le plan de déviation $\{111\}$ des dislocations vis du système primaire est l'une des faces des éprouvettes. Il est donc non contraint. La déviation des segments vis ne peut s'interpréter dans ce cas que si des contraintes internes suffisamment importantes existent (Boivin déjà cité). Il est à remarquer cependant que la relation de ces événements de glissement dévié avec la transition fragile ductile dans GaAs n'a pas été réellement établie.

L'importance de bien caractériser, à la fois au niveau des microstructures et au niveau des mécanismes de plasticité, le domaine d'activation thermique du matériau GaAs massif s'avère finalement très fondamental au même titre que le domaine de température proche du point de fusion : le seuil du domaine de température athermique ($\cong 600^\circ\text{C}$ à 700°C) correspond aux températures de croissance des hétérostructures III-V à base GaAs réalisées par épitaxie en phase vapeur (M.B.E. ou M.O.C.V.D.). Le domaine de température voisin de la température ambiante ($\cong 20^\circ\text{C}$ - 200°C) correspond aux températures de fonctionnement des dispositifs semiconducteurs fabriqués à partir des composants III-V de la filière GaAs. L'intérêt d'étudier l'influence du dopage électriquement actif sur ces mêmes propriétés relève des mêmes considérations.

1.2.2 - Influence du dopage électriquement actif

L'influence du dopage électriquement actif sur les propriétés mécaniques de GaAs a été essentiellement étudiée à l'origine par des groupes russes à une époque où le matériau était probablement encore mal "qualifié". Sazhin et al. (1966) ont les premiers montré que le dopage de type n (Te) durcissait le matériau alors que le dopage de type p (Zn) l'adoucissait, comparativement au cas du matériau non dopé (mesures effectuées entre 375°C et 700°C pour la contrainte mesurée au maximum du crochet de compression uniquement). Laister et Jenkins (1973) ont confirmé l'effet durcissant du dopant n (Te) entre 550°C et 900°C , mais pas celui du dopant p(Zn). Swaminathan et Copley (1975) ont confirmé l'évolution $\tau_n > \tau_i > \tau_p$ entre 250°C et 550°C , avec une technique de compression particulière, utilisant une rampe linéaire de montée en contrainte. Plus récemment, Nakada et Imura (1987) ont étudié l'influence du chrome, du zinc et du silicium sur la limite élastique τ_{lyp} de GaAs d'orientation $\langle 123 \rangle$ déformé entre 400°C et 650°C (673K à 923K). Ces auteurs

rappellent, quant à eux, une évolution $\tau_{Si} > \tau_{Zn} > \tau_{Cr}$ avec , à 923K et au-delà, $\tau_{Zn(p)} > \tau_{Si(n)}$. Cette inversion, à haute température , des effets du dopage n ou p a été attribuée à une tendance à la précipitation du zinc autour des dislocations dans GaAs (Maruyama , 1968) et à sa plus grande vitesse de diffusion , comparée à celle du silicium. Elle n'est rapportée nulle part ailleurs. [Nous verrons ci-après qu'une telle inversion a effectivement été mise en évidence , mais à température beaucoup plus basse]. La difficulté de prendre en compte ces résultats , avec leurs apparentes contradictions , provient surtout de l'impossibilité d'établir une comparaison directe , les orientations des éprouvettes (glissement simple ou multiple) et les modes de sollicitation étant souvent différents d'un auteur à l'autre.

L'étude la plus complète en la matière , et qui sert toujours de référence, est celle de Steinhardt et Haasen, publiée en 1978. Elle porte sur une comparaison des comportements en fluage d'éprouvettes de GaAs d'orientation $\langle 123 \rangle$, respectivement non dopé, dopé Te ($n = 2. 10^{18} \text{ Cm}^{-3}$) , dopé Zn ($p = 3. 10^{18} \text{ Cm}^{-3}$) , dans la gamme de températures 300°C - 650°C. L'effet durcissant du dopant n et l'effet adoucissant du dopant p par rapport au cas non dopé , dans ce domaine de température , sont clairement traduits dans l'évolution des vitesses de fluage. Les énergies d'activation mesurées , déduites de l'équation 3, paragraphe 1.2.1 , ($U_p = 1,3 \text{ eV}$, $U_i = 1,5 \text{ eV}$, $U_n = 2,2 \text{ eV}$) sont aussi en rapport avec ces vitesses , la vitesse la plus grande ayant été observée pour le dopage p , c'est à dire pour l'énergie d'activation la plus faible. A la contrainte $\tau = 10 \text{ MPa}$ utilisée dans ces expériences de fluage , les valeurs des énergies se comparent favorablement à celles déduites des mesures de vitesses des dislocations individuelles. Cette évolution des vitesses de fluage est conforme à l'évolution généralement acceptée des contraintes mesurées au minimum du crochet de compression , à température suffisamment élevée , dans GaAs mais aussi dans les autres composés III-V :

$$\tau_n > \tau_i > \tau_p$$

Cette inégalité a été récemment reconfirmée dans GaAs (Boivin et al. 1986,1990 a) dans le domaine des moyennes températures ($\theta > 200^\circ\text{C}$). A basse température cependant , ces auteurs ont montré une inversion de l'effet du dopage p sur la limite élastique par rapport au cas non dopé (Boivin et al. 1990b). Cette inversion se situe vers 200°C (Figure I - 8). Cette évolution confirme les observations faites à température ambiante (sous pression de confinement) par Rabier et al. (1985) et par Androussi et al. (1989). L'interprétation donnée à cet effet repose sur l'influence spécifique du dopant n ou p sur la mobilité des dislocations partielles , mobilité exprimée en terme de frottement de réseau qui s'oppose au mouvement de la dislocation. Les conclusions apportées par ces auteurs reposent essentiellement sur l'observation par microscopie électronique en transmission des microstructures de déformation développées dans le cas des très fortes contraintes ($\tau \geq 300 \text{ MPa}$) c'est -à -dire dans des conditions où les partielles en mouvement peuvent être

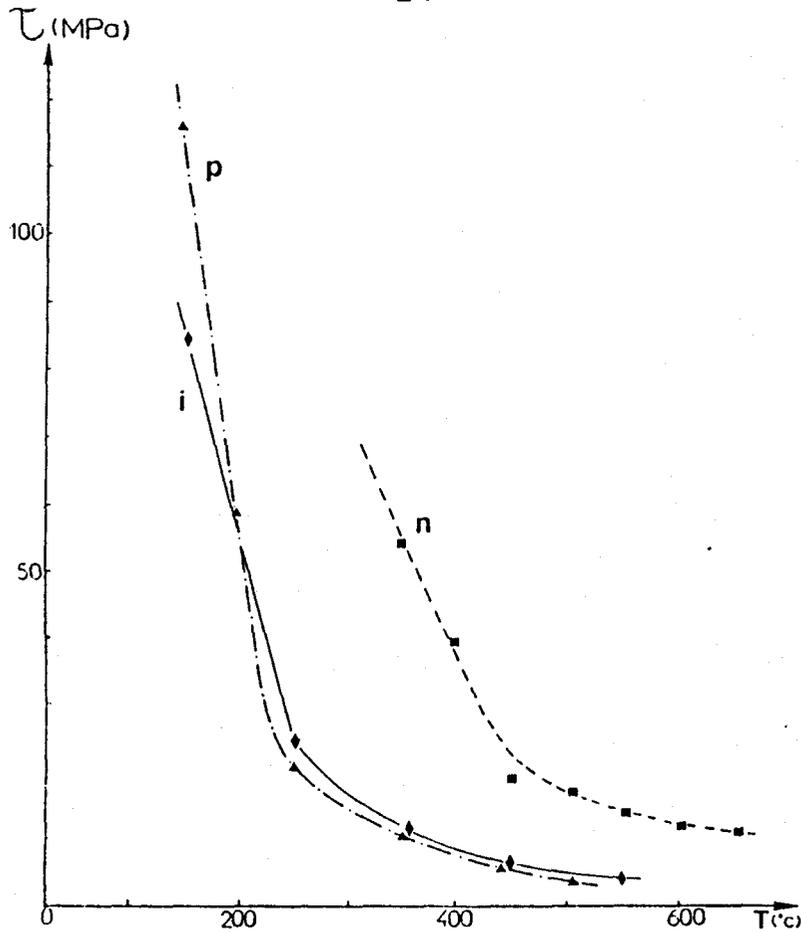


Figure 1- 8

Dépendance thermique de la limite élastique en fonction du dopage dans le cas de GaAs intrinsèque (◆) , dopé p (▲) et dopé n (■). (D'après Boivin et al. 1990 a).

considérées comme décorréliées , ce qui permet d'étudier le comportement de chaque partielle prise isolément. Si R représente la grandeur du frottement de réseau , l'inégalité suivante semble vérifiée quel que soit le dopant :

$$R_{30^\circ} > R_{90^\circ}$$

(Androussi et al. 1989) ce qui interprète le fait expérimental que les partielles à 90° sont dans tous les cas les plus mobiles. L'influence de la nature , n ou p , du dopant est traduite essentiellement sur les partielles 30° et sur les rapports de mobilité :

Pour le matériau intrinsèque ou dopé n : $R_{30^\circ\beta} > R_{30^\circ\alpha} > R_{90^\circ\alpha}$ ou β

Pour le matériau dopé p : $R_{30^\circ\alpha} > R_{30^\circ\beta} > R_{90^\circ\alpha}$ ou β .

Ces inégalités suggérées par les observations par M.E.T. sont en accord avec les rapports de mobilité déduits des mesures de vitesses individuelles (paragraphe 1.1.3).

Les asymétries de mobilité plus ou moins marquées en fonction du dopage que traduisent les rapports du type $\frac{R_{90}}{R_{30}}$ ou $\frac{R_{30\beta}}{R_{30\alpha}}$, et de même la nature de la partielle de tête (par rapport à la direction de glissement) interprètent de façon très convaincante les aspects essentiels de l'influence du dopage sur la plasticité macroscopique de GaAs. Un exemple est donné par le maillage sous fortes contraintes (pression de confinement) de GaAs, mode de déformation compétitif avec le glissement pur dans le cas du matériau semi-isolant (Lefebvre et al. 1985) qui devient prédominant dans le cas du dopage p (Androussi et al. 1987) : il a été montré qu'il se produit sous fortes contraintes lorsque le rapport des forces de frottement qui agissent sur les partielles de tête et de queue $\frac{R_{90}}{R_{30}}$ est suffisamment faible, de l'ordre de 0,4 (Androussi et al. 1989). Ceci est conforme au fait que le dopage p apparaît réduire fortement la mobilité des partielles $30^\circ\alpha$, celle-ci devenant équivalente à celle des partielles $30^\circ\beta$. Ce maillage disparaît complètement des microstructures dans le cas du dopage n : c'est précisément le cas de figure pour lequel l'asymétrie de mobilité est la plus forte. On interprète de même l'aptitude au glissement dévié des dislocations vis dans GaAs (Rabier et Boivin 1990) : celui-ci apparaît très peu marqué dans le matériau de type p : il semble par contre fréquent dans le matériau intrinsèque et dans le matériau dopé n. Cette aptitude au glissement dévié dépend à la fois de la nature de la partielle de tête, $30^\circ\alpha$ ou $30^\circ\beta$, et du rapport de mobilité, $\frac{R_{30^\circ\alpha}}{R_{30^\circ\beta}}$ ce dernier dépendant lui-même du dopage. Ainsi, le glissement dévié est d'autant plus fréquent que l'asymétrie de mobilité $30^\circ\alpha/30^\circ\beta$ est élevée, ce qui va bien dans le sens p -->n. Il y aura glissement dévié si la partielle de tête est la plus lente, ce qui favorise la recombinaison sous contrainte des partielles nécessaire avant redissociation dans le plan de déviation (Boivin 1988). A l'inverse, lorsque la partielle de tête est la plus rapide, il y a élargissement du ruban de faute qui, sous fortes contraintes, conduit à la faute d'empilement étendue. Ces deux caractères s'observent le long des deux segments vis opposés d'une même demi-boucle. Le comportement asymétrique des dislocations vis, et en particulier leur aptitude à la déviation, apparaît de ce point de vue très dépendant du dopage (Kuesters et al. 1986, Rabier et Boivin déjà cités).

En dehors de ces particularités propres aux fortes contraintes, les microstructures observées par M.E.T., lorsque les partielles ne sont pas décorrélatées, paraissent très comparables dans les trois cas invoqués : intrinsèque , dopé n , dopé p ; en particulier les largeurs de dissociation sont équivalentes. Il paraît difficile d'interpréter dans ce cas les différences de mobilités induites par les différences de dopage comme la manifestation d'un simple effet de coeur. Il faut donc faire l'hypothèse d'effets électroniques associés au dopage, ainsi que cela a été suggéré au paragraphe 1.1.3 (Rabier 1989).

I.3 - LE DOPAGE ISOELECTRONIQUE A L'INDIUM

I.3.1 - Le matériau GaAs:In

La formation des dislocations dans le matériau GaAs obtenu par croissance à partir du bain fondu, et plus particulièrement par la technique de tirage Czochralski, (densités caractéristiques de l'ordre de 10^4 - 10^5 cm^{-2}), a été généralement envisagée dans le cadre de modèles thermoélastiques de contrainte critique (Jordan et al. 1980, Mil'vidsky et al.1981). Ces modèles considèrent que les dislocations sont générées dans le matériau solidifié lorsque les contraintes thermiques excèdent une certaine valeur critique généralement identifiée à la contrainte de cisaillement résolue critique (limite élastique conventionnelle ou C.R.S.S.) dans le domaine des températures avoisinant la température de fusion ($T \geq 0,8T_f$). Le succès de ces modèles a été de prévoir, par simulation, la distribution réelle des dislocations dans les lingots, telle qu'elle apparaît dans une révélation chimique de substrats orientés {001} ou {111}, ainsi que l'ordre de grandeur des contraintes préexistantes lors de cette genèse, de l'ordre de quelques MPa pour des valeurs réalistes des gradients thermiques. Cette distribution offre en outre la particularité de présenter la symétrie des contours iso-contraintes que l'on peut tracer à partir des modèles, et de suivre l'évolution radiale de ces contraintes à partir du centre des lingots (forme caractéristique en W). Ces modèles ont suggéré deux routes pour tenter de réduire, sinon d'éliminer, ces défauts (Jordan et al.1984): soit réduire fortement les gradients thermiques (Matsumoto et al.1982), soit durcir le réseau par addition d'impuretés de façon à accroître la contrainte de cisaillement résolue critique (C.R.S.S.) (Jacob et al.1983). La croissance sous très faibles contraintes thermiques, inférieures aux contraintes critiques requises pour la génération homogène de dislocations, n'a pas permis jusqu'à présent d'abaisser le seuil des densités de dislocations de croissance en-dessous de 10^3 cm^{-2} (Matsumoto et al., déjà cités). La réduction consécutive (à zero) de la densité de dislocations a été obtenue, pour le matériau semi-isolant, par dopage du matériau avec des impuretés isoélectroniques (éléments des groupes III et V), à des niveaux de l'ordre de 10^{19} à 10^{20} cm^{-3} (Jacob, 1982), c'est-à-dire environ 1% dans le solide. (Signalons que des résultats comparables sont obtenus avec un dopage de type n, à condition que les niveaux de dopage soient au moins de l'ordre de 10^{18} à 10^{19} cm^{-3} , ce qui conduit naturellement à des matériaux fortement dopés électriquement).

Dans le cas de GaAs, des lingots de diamètre deux pouces pratiquement sans dislocations et de caractère semi-isolant ont été obtenus par tirage Czochralski, dans le cas des éléments dopants indium In et antimoine Sb et pour des niveaux de dopage de l'ordre de 10^{20} cm^{-3} (Duseaux, 1982). Ces deux éléments ont des rayons atomiques plus grands que ceux du gallium et de l'arsenic. Ils ont par ailleurs un coefficient de solubilité dans GaAs

voisin de 1. Cette forte solubilité explique l'absence de microprécipités d'In ou de Sb dans GaAs, ces deux éléments ayant la propriété de se dissoudre quasiment en toute proportion dans la matrice. Il est à noter que la substitution isoélectronique par l'aluminium ou le phosphore, qui ont à l'inverse des rayons atomiques plus petits que ceux du gallium et de l'arsenic, ne conduisent pas à une réduction de la densité de dislocations. Ils n'apportent pas non plus un caractère semi-isolant au cristal.

Bien qu'assurant les deux propriétés qui sont essentielles pour la qualification du matériau GaAs comme substrat support de circuits intégrés ou d'épitaxie, à savoir l'absence de dislocations de croissance et le caractère semi-isolant, le dopage isoélectronique à l'indium (ou à l'antimoine) n'a pas eu le développement attendu au niveau du débouché industriel : le faible coefficient de ségrégation de l'indium (et de l'antimoine) dans GaAs conduit à une répartition très inhomogène de l'indium dans le lingot, ce dernier étant beaucoup plus riche en indium en tête qu'en queue. (Rappelons que ce coefficient permet de prévoir la variation de concentration d'une impureté de la tête à la queue du lingot. Il vaut 1 dans l'idéalité, c'est-à-dire pour une répartition homogène. Dans le cas de GaAs, et pour l'indium, il vaut 0,13 (Mc Guigan et al. 1986 a)). Il s'en suit généralement un lingot dont la moitié supérieure (côté tête) est monocristalline, et la moitié inférieure polycristalline car s'écartant trop des conditions stoechiométriques. Ces lingots présentent par ailleurs très fréquemment des macles de croissance (Mil'vidsky et al. 1981) dont la présence est rhédibitoire à toute exploitation finalisée du matériau massif (réalisation de substrats). L'autre aspect également rhédibitoire de l'exploitation des lingots est la grande fragilité du matériau, induite par l'ajout de l'impureté indium à fortes doses (un dopage de l'ordre de 10^{20} cm^{-3} correspond à une distance moyenne entre atomes d'indium dans la matrice de l'ordre de $80 b$ où b est le vecteur de Burgers). Cette fragilité se traduit soit par la présence fréquente de microfissures dans le volume des lingots, soit par la fissuration en cours d'usinage des plaquettes destinées à l'utilisation comme substrats. D'un point de vue industriel, ces effets cumulés conduisent à un rendement lingot/nombre de substrats exploitable trop faible, dissuasif en terme de coût. Par ailleurs, dans le cas de l'épitaxie, les couches épitaxiées sur ces substrats "contraints" sont elles-mêmes contraintes (le paramètre de réseau de GaAs est modifié par la présence de l'indium), ce qui introduit dans certains cas à l'interface substrat/couche des dislocations de désadaptation de réseau (Weyher et Van De Ven , 1988) dont la présence a pour effet de relaxer en partie les contraintes induites par les substrats mais aussi d'affecter profondément les propriétés électroniques et optiques attendues pour ce type de matériau (paragraphe 1.1.2).

D'une manière générale, les effets d'impuretés sur la densité de dislocations sont attribués à différents mécanismes de blocage de la propagation de ces dislocations. Dans le cas

du dopage isoélectronique à l'indium de GaAs(noté par la suite GaAs: In), le modèle le plus cité est celui d'Ehrenreich et Hirth (1985) qui se réfère, pour interpréter le rôle de l'indium dans la réduction de la densité de dislocations de croissance, à un mécanisme de durcissement par effet de solution solide analogue à celui observé dans les métaux. Ce modèle est basé sur l'existence d'une interaction élastique due à la différence de taille entre l'atome étranger, ici l'indium, et les atomes de la matrice. Faisant référence aux travaux antérieurs de Mikkelsen et Boyce (1983) portant sur l'étude par EXAFS des longueurs de liaison Ga-As et In-As dans la solution solide InGaAs, Ehrenreich et Hirth ont proposé de décrire cette solution solide en terme de monomère InAs_4 (défaut tétraédrique) dissout dans une matrice GaAs. Dans cette description, l'effet de taille se traduit par une dilatation locale en volume de l'ordre de 21%, très supérieure à ce qui est généralement observé dans les métaux, ce qui permet de prévoir un effet de durcissement par solution solide appréciable. Le calcul de la contrainte nécessaire pour désancrer la ligne de dislocation du défaut InAs_4 donne, dans le cas d'un dopage GaAs: 3% In, une valeur de 420 MPa à température ambiante. Ce modèle a été controversé. La valeur particulièrement élevée de 420 MPa ne devrait pas être très différente à température élevée pour ce type d'interaction. Elle est très au-dessus des valeurs expérimentales obtenues par déformation plastique dans le domaine de températures 700°C-1100°C, de l'ordre de quelques MPa (paragraphe I.3.2). Le calcul effectué par Kirby (1975) de la contrainte critique de désancrage dans l'hypothèse d'une atmosphère de Cottrell constituée d'atomes In entourant la dislocation avait également fourni une valeur élevée de cette grandeur, de l'ordre de 300 MPa à 700°C. Aucun de ces modèles basés sur la notion de solution solide n'est pleinement satisfaisant pour comprendre, et rendre compte, de la diminution du taux de dislocations en présence d'impuretés isoélectroniques. Si seul un effet de taille intervient dans cette réduction, beaucoup d'autres dopants, de rayon atomique plus grand ou plus petit que celui du gallium Ga, devraient également produire cet effet de réduction, ce qui n'est pas observé. L'effet constaté sur la contrainte de cisaillement résolue critique (C.R.S.S.)est aussi beaucoup trop faible (facteur 2 tout au plus)pour l'interpréter. De même, si l'effet de solution solide peut influencer la propagation (vitesse) et la multiplication des dislocations dans GaAs (paragraphe I.3.3), il ne peut en aucun cas interpréter leur nucléation. Il faut dès lors envisager d'autres mécanismes de formation des dislocations, susceptibles d'opérer près du point de fusion (Hobgood et al. 1986). Certains de ces mécanismes ont été récemment proposés (Lagowski et al.1984 , Tabache et al. 1986 , Blom et Woodall 1988 , Walukiewicz 1989 a et b), basés sur la condensation et l'interaction des défauts ponctuels, lacunes, interstitiels et impuretés.

Swaminathan et Copley (1975) ont les premiers suggéré la formation de "complexes" constitués de lacunes de gallium et d'atomes de silicium en site gallium, ($\text{Si}_{\text{Ga}}\text{V}_{\text{Ga}}$), pour interpréter le durcissement observé dans GaAs dopé au silicium. La formation de ces complexes signifie un couplage entre défauts natifs (lacunes, interstitiels)

et atomes d'impuretés. Ce type de couplage pourrait être aussi à l'origine de la non-nucléation des dislocations près du point de fusion (Aoyama et al. 1985). Il est reconnu qu'un des mécanismes de base de la formation des dislocations dans les solides cristallins est la condensation de défauts natifs (Schoeck et Tiller, 1960). Dans les semiconducteurs, la formation de dislocations par condensation de lacunes, ou d'interstitiels, a été aussi invoquée pour rendre compte de certaines observations (Lagowski et al. 1984, Lee et al. 1988). En particulier, dans le cas de GaAs obtenu par croissance Bridgman horizontal, Lagowski et al., déjà cités, ont mis en évidence une influence remarquable de la stoechiométrie du bain fondu et du niveau de dopage, n ou p, sur la densité de dislocations de croissance. La forte sensibilité observée de cette densité aux écarts de stoechiométrie (ces derniers traduisant un déséquilibre dans les concentrations des défauts natifs) a conduit ces auteurs à proposer un mécanisme de formation de ces dislocations via un processus de condensation lacunaire. Un tel processus se met en place dès les premiers instants du refroidissement du lingot. La sursaturation lacunaire qui s'en suit peut conduire, par coalescence, à la formation de complexes lacunaires $V_{Ga}-V_{As}$ et de boucles de dislocations, ceci en fonction de la concentration de ces lacunes et de leurs états de charge (Rappelons que dans les composés III-V, la formation de dislocations par coalescence lacunaire requiert la présence de lacunes appartenant aux deux sous-réseaux III et V). Ces états de charge, ou de façon équivalente le degré d'occupation des niveaux électroniques associés, sont contrôlés par l'énergie de Fermi du semiconducteur. Lagowski et al. ont ainsi établi une relation directe entre l'énergie de Fermi et la densité de dislocations de croissance dans le matériau GaAs dopé n ou p (Figure I-9). Dans le matériau fortement dopé n, la lacune V_{Ga} serait doublement chargée négativement, et la lacune d'arsenic serait positive ou neutre. La condensation lacunaire ne serait pas dans ce cas favorisée, à cause des interactions électrostatiques répulsives. Au contraire, dans le matériau de type p, la lacune V_{Ga} serait simplement chargée négativement, et la lacune d'arsenic chargée positivement, ce qui est une situation favorable pour la formation de complexes. Cette formation de complexes lacunaires pourrait ainsi interpréter, par l'intermédiaire de l'énergie de Fermi, la très forte dépendance de la densité de dislocations de croissance avec la stoechiométrie du bain. Dans ce modèle, la lacune de gallium apparaît jouer un rôle critique dans la formation des boucles de dislocations, son état de charge dictant son aptitude à la migration et à la coalescence avec d'autres lacunes. Le rôle de l'indium serait ici simplement de diminuer la concentration de défauts ponctuels natifs en réduisant les écarts à la stoechiométrie. Ceci est argumenté par le fait que, contrairement au matériau non dopé, la microscopie électronique n'a jamais permis de mettre en évidence des boucles de dislocations dans le matériau GaAs dopé à l'indium. Une fois ces boucles créées, elles peuvent facilement grossir en absorbant par montée d'autres défauts ponctuels. Au-delà d'une taille critique et en présence de contraintes thermiques, elles peuvent servir de sources pour la nucléation en volume et la multiplication d'autres

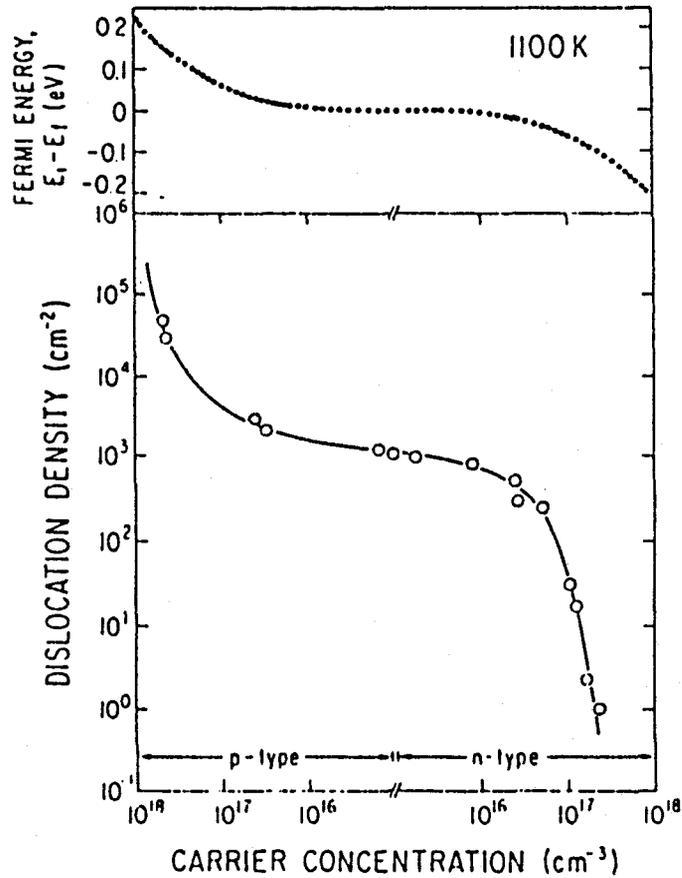


Figure 1-9

GaAs : Densité de dislocations (déterminée par comptage de piqûres d'attaque) en fonction de la concentration de porteurs libres mesurée à 300K. La courbe supérieure montre les valeurs correspondantes de l'énergie de Fermi (1100K). D'après Lagowski et al. (1984).

dislocations, conduisant ainsi par interactions au réseau cellulaire.

Un autre modèle a été proposé récemment par Walukiewicz (1989 a) également pour interpréter l'influence du dopage sur l'annihilation des dislocations de croissance dans GaAs et InP. Ce modèle est basé sur le concept de "défauts natifs amphotères" (Walukiewicz 1988 a et b) formés, dans l'exemple d'un bain riche en arsenic, par la réaction:



La condensation lacunaire se produit par la réaction:



au cours de laquelle la paire ($V_{Ga} + V_{As}$) est absorbée par la dislocation, laissant derrière elle un excès d'arsenic sous la forme d'un antisite As_{Ga} . La condition pour qu'une dislocation se forme est que les sursaturations** des deux types de défauts As_{Ga} et ($As_{Ga} + V_{As}$) dépassent certaines valeurs critiques. Ces valeurs critiques dépendent des énergies de formation de ces deux défauts, elles-mêmes fonctions de la position du niveau de Fermi, c'est-à-dire du dopage. Le modèle développé par Walukiewicz pour tenir compte de ces dépendances rend bien compte de l'expérience, en particulier le fait que dans GaAs le dopage de type p avec des atomes Zn n'a aucun effet sur la densité de dislocations alors que c'est l'impureté la plus efficace pour réduire cette densité dans le cas de InP. Cette adéquation des prévisions du modèle avec l'expérience confirme le fait que la condensation de lacunes est certainement l'un des mécanismes de base de la formation des dislocations dans les composés III-V. Le fait que la sursaturation en défauts de type lacunaire dépend de l'énergie de Fermi (et donc du dopage) rejoint les conclusions du modèle de Lagowski et al. (1984). Le fait également que des précipités riches en arsenic et des défauts non stoechiométriques, type EL2, soient observés au voisinage des dislocations de croissance est bien en accord avec les processus décrits par les réactions précédentes, qui prévoient la formation de défauts As_{Ga} en même temps que la coalescence lacunaire conduisant à la formation, ou à l'agrandissement, des boucles de dislocations.

Le concept de "défauts natifs amphotères" a été étendu par Walukiewicz (1989 b) au cas du dopage isoélectronique de GaAs par l'indium. Contrairement au dopage électriquement actif, le dopage isoélectronique n'affecte pas la position du niveau de Fermi. Il introduit cependant un champ de déformation qui peut affecter l'énergie de formation des défauts natifs. Le calcul montre dans ce cas que la déformation introduite par la distribution au hasard des impuretés dopantes dans le réseau diminue la sursaturation en lacunes, ce qui en retour empêche la formation de dislocations via le mécanisme de condensation lacunaire.

A partir d'une approche différente, basée sur une analyse thermodynamique de l'équilibre solide-liquide de GaAs en présence d'indium, Blom et Woodall (1988) ont confirmé l'influence prépondérante de l'indium (à des concentrations de l'ordre de 1%) sur la stoechiométrie du solide, via la modification apportée par cette impureté au diagramme de phase (solidus). L'extension du domaine d'existence de la solution solide GaAs induite par l'addition d'indium apparaît équivalente, au niveau du diagramme, à celle obtenue lorsque le bain fondu est très enrichi en arsenic. Les calculs indiquent que l'addition de 1% d'indium conduit à un doublement de la concentration d'antisites, la concentration de lacunes étant quant à elle peu modifiée. Un tel facteur 2 dans la concentration d'équilibre des défauts

** (On rappelle que lorsque la température du cristal est abaissée (rapidement) de T à $T - \Delta T$, la concentration de lacunes peut devenir supérieure à sa valeur d'équilibre à la température T , d'où le phénomène de sursaturation).

d'antisite serait obtenu pour une variation de 10% de la concentration d'arsenic, dans le cas d'un bain fondu non dopé. Cette approche conduit ainsi à la prédiction que les antisites constitueraient le défaut natif prédominant dans GaAs dopé isoélectroniquement. La manière dont ces antisites bloqueraient la formation des dislocations n'est toutefois pas abordée.

1.3.2 - Influence du dopage Indium sur les propriétés plastiques de GaAs

Le modèle de Ehrenreich et Hirth (1985, déjà cités), bien que très controversé, a été le point de départ d'un certain nombre d'études portant sur l'influence de l'indium sur les propriétés plastiques macroscopiques de GaAs. Ainsi que cela a été exposé plus haut, et discuté, ces études ont visé à la fois à confirmer ou à infirmer ce modèle, mais aussi à apporter une interprétation physique quantitative du rôle de l'indium sur la réduction de la densité de dislocations de croissance. Pour l'essentiel, elles ont concerné l'influence de la température et du niveau de dopage sur la limite d'élasticité du matériau, avec l'idée sous-jacente d'extrapoler au voisinage du point de fusion l'évolution de la loi $\tau(T)$ correspondante obtenue à températures plus basses, accessibles dans des expériences de déformation conventionnelles (paragraphe 1.2.1). Les premiers résultats publiés en ce sens par Tabache et al. (1986), déduits d'essais de compression à vitesse imposée sur des éprouvettes orientées pour le glissement simple (axe $\langle 123 \rangle$), rapportent une influence très faible d'un ajout d'indium ($3 \cdot 10^{19} \text{ atm.cm}^{-3}$) sur la limite élastique (C.R.S.S.) et sur l'énergie d'activation du glissement dans tout le domaine de températures 400°C - 1100°C (Figure 1-10). L'extrapolation à la température de fusion de la limite d'écoulement plastique, comparativement au cas non dopé, conduit à un facteur de l'ordre de 2, insuffisant pour interpréter, selon ces auteurs, la réduction de la densité de dislocations de croissance par un simple mécanisme de solution solide tel qu'il est proposé par Ehrenreich et Hirth (paragraphe 1.3.1).

Le fait que les courbes $\tau(T)$ se croisent (Figure 1-10) est conforme à l'évolution mesurée à température ambiante sous pression de confinement par Androussi et al. (1989), le matériau GaAs: In montrant à cette température une limite d'élasticité plus basse que celle du matériau non dopé, c'est-à-dire un comportement plus ductile, et en particulier une absence de maillage mécanique (chapitre V).

Les expériences de Tabache et al. ont été confirmées par d'autres auteurs, utilisant soit la même technique de compression à vitesse imposée (Hobgood et al. 1986, Djemel et al. 1986, 1988, Guruswamy et al. 1987), soit la technique des indentations (Guruswamy et al. 1986, Bourret et al. 1987). Si quantitativement les résultats s'accordent pour reconnaître une limite élastique très basse, de l'ordre de 1 à 3 MPa dans un domaine de températures pratiquement athermique (600°C - 1100°C), et peu influencée par le niveau de dopage (de

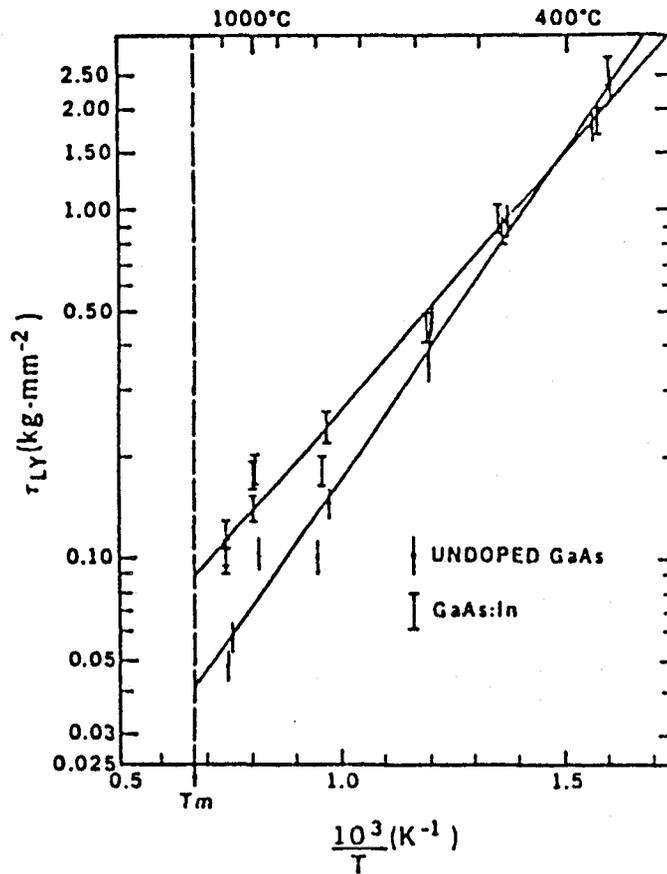


Figure 1-10

Valeurs expérimentales de la limite élastique mesurée au minimum du crochet de compression (C.R.S.S.) en fonction de l'inverse de la température dans le cas de GaAs non dopé et de GaAs:In ($3 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$). $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. D'après Tabache et al. (1986).

l'ordre de $3 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ à $4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) ou par l'orientation des éprouvettes ($\langle 123 \rangle$ pour un glissement simple ou $\langle 100 \rangle$ pour un glissement multiple), en revanche les interprétations diffèrent selon les auteurs quant à l'origine de l'effet et son influence sur la genèse des dislocations. Hobgood et al. (1986) remarquent que dans le domaine de température 250°C - 600°C , le durcissement par effet de solution solide induit par l'indium à des concentrations de l'ordre de 10^{19} - 10^{20} cm^{-3} n'est pas supérieur à celui associé à des densités de dislocations de 10^4 à 10^5 cm^{-2} présentes initialement dans le matériau non dopé [rappelons qu'un dopage de GaAs par l'indium à un niveau de 10^{19} à 10^{20} cm^{-3} élimine en principe complètement les dislocations de croissance. Le dopage critique pour lequel les dislocations de croissance réapparaissent quasi-brutalement se situe à environ $8 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (d'après Pichaud et al. 1985)]. Selon ces auteurs le résultat obtenu apparaît surprenant compte tenu des prédictions du modèle d'Ehrenreich et Hirth et suggère que le mécanisme par lequel l'indium réduit la densité de dislocations de croissance dans GaAs n'est efficace qu'à des températures proches du point de fusion. Les conclusions de ce travail rejoignent celles de

Tabache et al., à savoir un rôle spécifique que pourrait jouer l'indium sur les concentrations d'équilibre des défauts natifs, ainsi que Lagowski et al. (1984) en avaient émis l'hypothèse (paragraphe 1.3.1).

Le durcissement par solution solide dans un métal se définit comme l'accroissement de la contrainte d'écoulement plastique (C.R.S.S.) consécutif à la dissolution d'atomes étrangers dans la matrice. L'importance de l'interaction dislocation-impureté qui apparaît dans ce cas dépend fortement de la structure cristalline, qui définit elle-même l'importance du frottement de réseau que subit la dislocation au cours de son mouvement. Dans le cas des structures à frottement de réseau élevé, l'addition d'impuretés conduit généralement à un adoucissement. C'est le cas des métaux de structure cubique centrée et également de la structure diamant. Dans le cas des métaux cubiques faces centrées, le frottement de réseau est faible et il y a toujours durcissement. Les théories correspondantes montrent que ce durcissement dépend de façon critique et complexe d'un certain nombre de paramètres, entre autres de la concentration des impuretés et de leur répartition, de la nature des interactions avec les dislocations, de la température (Haasen, 1982). Expérimentalement, il se traduit par une contrainte critique d'écoulement plastique (C.R.S.S.) qui reste faible et dépend peu de la température, contrairement au cas de la structure cubique centrée. Dans le cas de GaAs:In ($1 - 2.10^{20} \text{ cm}^{-3}$), ce type de plateau a été effectivement observé dans le domaine de températures 700°C-1100°C (Guruswamy et al. 1986, 1987) et interprété par analogie avec les métaux C.F.C. En-dessous de 700°C, la forte remontée de la limite élastique à température décroissante (figure 1-11) est suggérée induite par un changement de mécanisme analogue à celui invoqué dans le cas du silicium et du germanium, à savoir un déplacement de la dislocation contrôlé par la nucléation et la propagation (en présence d'impuretés dissoutes) de doubles décrochements. Au delà de 700°C, le durcissement sensiblement athermique est interprété par un effet de taille, tel celui que pourrait induire l'entité tétraédrique InAs_4 , comme le suggère le modèle de Ehrenreich et Hirth. Cette interprétation est étayée par les observations récentes de Djemel et al. (1988) qui ont mis en évidence pour la première fois dans GaAs:In un phénomène de vieillissement statique et dynamique (effet Portevin-Le Chatelier) qui est bien relié à une interaction dislocation-impureté. Cette interaction est contrôlée par la température et par le niveau de dopage. Le vieillissement statique se manifeste par l'apparition de crochets de compression sur les courbes de déformation, généralement après arrêt de la traverse mobile. Ces crochets traduisent le désancrage des dislocations des nuages d'impuretés qui se sont formés autour d'elles par diffusion au cours de l'arrêt, dès lors que la température est suffisamment élevée pour que ces impuretés deviennent mobiles. Le vieillissement dynamique (effet Portevin-Le Chatelier) se manifeste par la présence d'instabilités (serrations) sur les courbes de déformation. Un tel effet apparaît à certaines températures et pour certains taux de dopage,

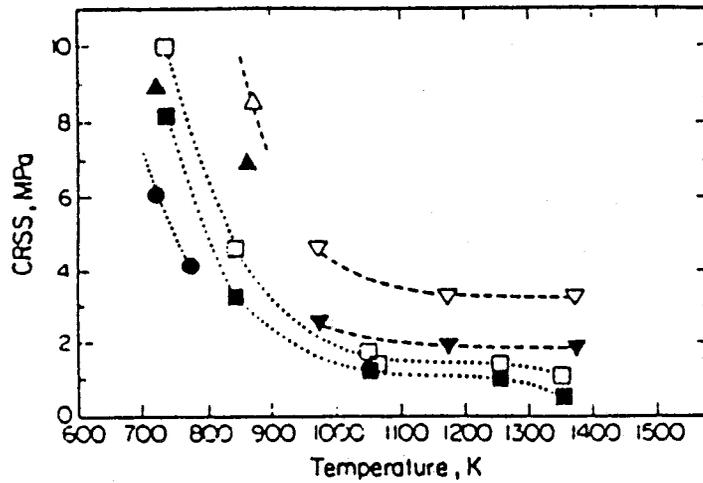


Figure I-11

Evolution de la limite élastique avec la température dans le cas du matériau GaAs dopé In (creux) et du matériau GaAs non dopé (plein). Comparaison à d'autres travaux (d'après Guruswamy et al. 1987).

(▽, ▼ Guruswamy et al. (1987). $[In] = 1-2 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$); (△, ▲ Hobgood et al. (1986). $[In] = 1-4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$); (□, ■ Tabache et al. (1986). $[In] = 3 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$); (● Swaminathan et Copley (1975) (non dopé).

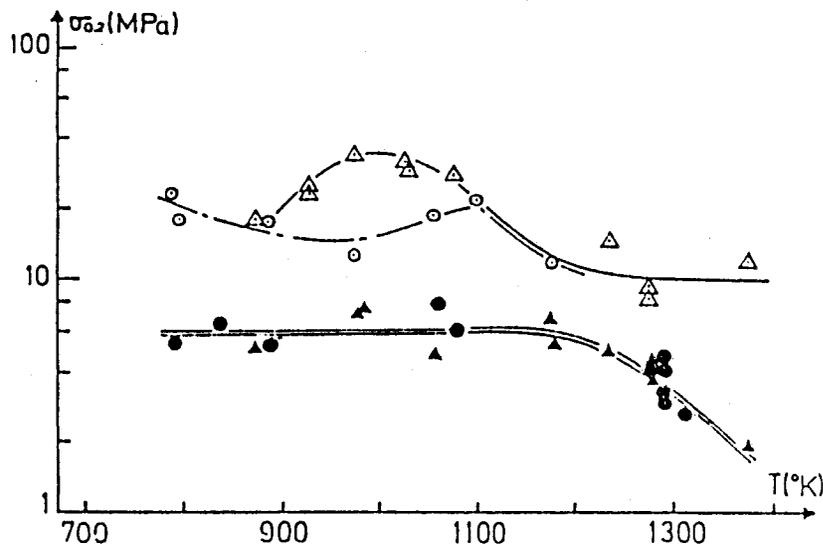


Figure I-12

Influence de la température et de la concentration d'indium sur la limite élastique conventionnelle (mesurée à 0,2% pour des éprouvettes d'axe $\langle 001 \rangle$). D'après Djemel et al. (1988). ▲, △ : matériau GaAs origine LEP: (▲) : non dopé, (△) dopé $In \cong 1-4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. ●, ○ : matériau GaAs origine Thomson : (●) : non dopé, (○) dopé $In \cong 5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$.

lorsque les mobilités des dislocations et des impuretés deviennent comparables (interactions dynamiques). La figure I-12 montre que le domaine d'existence en température du phénomène Portevin-Le Chatelier (passage par un maximum de la courbe $\sigma(T)$) est relativement étroit. Il n'apparaît marqué que pour une concentration en indium supérieure à 10^{20} cm^{-3} .

L'analyse quantitative du vieillissement statique après recuit thermique des éprouvettes au cours des relaxations de contrainte est en très bon accord avec les modèles théoriques de solution solide basés sur une interaction dislocation-impureté de nature purement élastique. Elle satisfait également à la description donnée par Ehrenreich et Hirth (1985). Globalement, ces résultats confortent ainsi l'hypothèse d'un effet intrinsèque de solution solide induit par l'indium substitutionnel sur le comportement plastique de haute température de GaAs, apparenté à celui observé dans les métaux cubiques faces centrées. Cet effet concerne un domaine de température qui se situe au-delà de 600°C , c'est-à-dire dans la partie sensiblement athermique de la réponse plastique du matériau. Peu de résultats expérimentaux portent sur le domaine des basses températures, là où les impuretés peuvent être considérées immobiles et où l'effet de durcissement par solution solide devrait être le plus efficace. Il est un fait que le durcissement observé à haute température (facteur 2 ou 3 sur la limite élastique par rapport au cas non dopé et interprété en terme de solution solide) est inattendu : le franchissement d'obstacles localisés (impuretés) par les dislocations est un processus généralement activé thermiquement. Il devrait par suite concerner le comportement de basse température du matériau (Djemel et Castaing, 1986).

Parallèlement à l'aspect "basse température", l'étude des microstructures développées par déformation dans GaAs:In a été également peu abordée. Les observations par microscopie électronique pour différents taux de dopage (Jimenez-Melendo et al. 1986, 1988) montrent des sous-structures essentiellement comparables, dans leur aspect, à celles développées dans les mêmes conditions dans le matériau non dopé, avec des densités équivalentes de dislocations α et β et des largeurs de dissociation qui ne dépendent pas non plus du caractère α ou β . Par contre, ces largeurs de dissociation semblent dépendre de la concentration d'indium: Il n'y a pas de modification par rapport au cas non dopé pour une concentration d'indium de l'ordre de $5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Un accroissement de cette largeur a été en revanche observé pour une concentration de $1 \cdot 4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, associé à une réduction de l'énergie de faute d'empilement. Cet effet d'élargissement du ruban de faute, attribué à l'interaction faute d'empilement-indium, pourrait rendre plus difficile le glissement dévié et expliquer ainsi le retard à la formation de la sous-structure cellulaire, par inhibition de la multiplication des dislocations et des déviations qui conduisent par interaction à la création de barrières de Lomer-Cottrell sur lesquelles viennent se former les cellules (Djemel et al. 1989).

1.3.3 - Influence de l'indium sur la mobilité des dislocations individuelles. Aspects microscopiques.

En parallèle aux études précédentes, l'influence de l'incorporation d'indium sur la mobilité des dislocations a été examinée à l'échelle de la dislocation individuelle, à l'aide des techniques classiques de révélation du mouvement sous contrainte des dislocations émises à partir d'une rayure, soit la technique de double figure d'attaque et la flexion trois points (Matsui et Yokoyama, 1985) ou la compression dynamique (Yonenaga et al. 1986, 1987, 1989), soit la topographie aux rayons X en transmission et la flexion encastrée (Burlendurbec et al. 1987, 1989). Les expériences de Matsui et Yokoyama n'ont révélé aucune différence dans les vitesses des dislocations α et des dislocations β dans le matériau dopé ($\cong 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) par rapport au matériau non dopé, dans une large gamme de températures (190°C à 450°C) et de contraintes (4 à 40MPa). Ces résultats n'ont pas été confirmés par Yonenaga et Sumino (1986,1987) qui ont montré qu'il existait, au contraire, des différences remarquables dans les comportements dynamiques de ces dislocations. Les caractéristiques observées entre 350°C et 750°C, pour différentes contraintes, ont fait apparaître un effet de l'indium affectant spécifiquement le comportement des dislocations α , et dans une certaine mesure celui des dislocations vis. Le comportement des dislocations β est par contre peu affecté par l'indium. L'importance de l'effet dépend toutefois du niveau de dopage, et de la température. On peut résumer les principales observations comme suit:

- La vitesse des dislocations n'est pas sensiblement modifiée par la présence de l'indium, pour des concentrations inférieures ou égales à 10^{20} cm^{-3} . Les dislocations α et β présentent de fait dans leur mouvement la même asymétrie de mobilité que dans le cas non dopé (paragraphe 1.1.2). A titre de comparaison, le dopage de GaAs par le silicium à une concentration de 10^{18} cm^{-3} réduit conjointement la vitesse des dislocations α et β d'un facteur 20.

- Il existe une contrainte critique pour la génération des dislocations α et des dislocations vis à partir de la rayure. Cette contrainte critique dépend du dopage et ne devient effective qu'au delà de 10^{20} cm^{-3} . Elle dépend également de la température. Elle n'apparaît qu'à haute température pour les dislocations β . La figure 1-13 résume cette propriété.

L'absence d'activité au voisinage des rayures en-dessous d'une certaine contrainte critique traduit vraisemblablement un blocage spécifique des dislocations α (et vis) par les impuretés In. Des expériences de vieillissement par recuit thermique prolongé à différentes températures ont confirmé cette interprétation. Les dislocations α (et vis) restent immobiles aux contraintes inférieures à une certaine valeur critique qui est du même ordre de grandeur que la contrainte précédente. Le processus de désancrage de ces dislocations est en outre thermiquement activé. A l'inverse, les dislocations β ne sont pas affectées par le recuit.

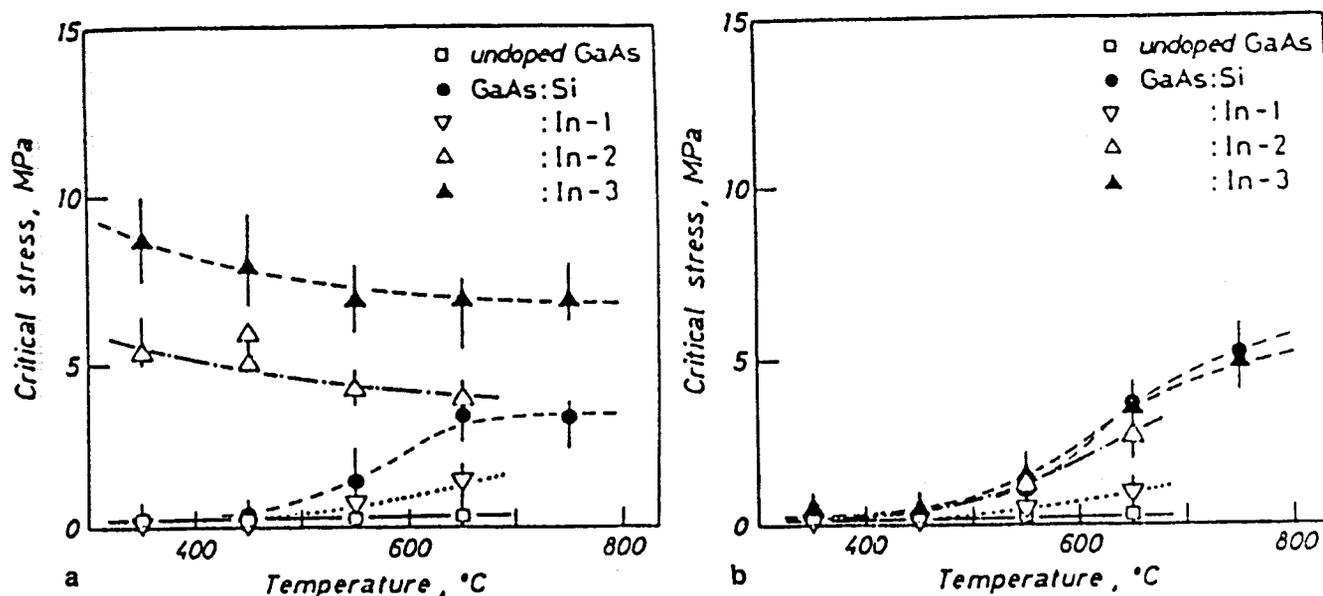


Figure 1-13

Dépendance en température de la contrainte critique pour la génération des dislocations dans GaAs:In pour différents niveaux de dopage. Comparaison au cas non dopé et au dopage au silicium. (d'après Yonenaga et Sumino, 1987). (In-1: $3 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, In-2: $1 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, In-3: $2 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$). (a : cas des dislocations α ; b : cas des dislocations β).

L'aspect quantitatif de ces résultats est en désaccord avec les prévisions du modèle d'Ehrenreich et Hirth (1985). Hormis à faibles contraintes pour les dislocations α et vis, le mouvement des dislocations n'apparaît pas modifié par la présence de l'indium. L'interaction dislocation-atome d'indium ne peut interpréter de ce point de vue la réduction de la densité de dislocations dans le cristal brut de croissance (Yonenaga et Sumino, 1987). Le fait que le blocage par l'indium (à une concentration $\geq 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) affecte préférentiellement les dislocations α et vis conduit à envisager une relation particulière entre l'impureté indium et la structure de coeur de ces dislocations, comparativement aux dislocations β . Yonenaga et Sumino déjà cités, ont suggéré en conclusion une interprétation basée sur l'interaction particulière entre l'indium substitutionnel (en site gallium) et la dislocation partielle $30^\circ\alpha$ (paragraphe 1.1.2). Celle-ci a en effet la propriété d'appartenir à la fois à la dislocation $60^\circ\alpha$ et à la dislocation vis. La même interprétation a été donnée par Burle-Durbec et al. (1987). Ces auteurs ont montré par ailleurs que le mouvement des dislocations α et des dislocations vis présentait des anomalies en-dessous d'une contrainte résolue de l'ordre de 8 MPa et aux températures supérieures à 400°C. Dans ce domaine de contraintes et de températures ($\tau \leq 8 \text{ MPa}$, $T > 400^\circ\text{C}$), la vitesse des dislocations α et vis apparaît fortement réduite par rapport au cas non dopé (facteur 10). Ce point ne semble pas avoir été noté par

Yonenaga et Sumino, tout au moins en ce qui concerne l'influence d'une température critique sur la mobilité des dislocations α et vis.

L'interaction spécifique de l'indium avec le coeur des dislocations partielles à 30° de type α a été analysée en détail, à l'échelle microscopique, par Burle-Durbec et al. (1989) et par Louchet (1988). Le modèle proposé par Burle-Durbec et al. pour interpréter la réduction de mobilité des dislocations α et vis dans le domaine précité suggère une localisation de l'atome d'indium en position interstitielle sur les sites shuffle des dislocations partielles de type α , chaque atome d'indium mettant en jeu deux électrons avec les deux atomes d'arsenic proches voisins dont ils saturent les liaisons pendantes (figure I-14 a et b). De tels sites shuffle pourraient être des obstacles efficaces au mouvement des dislocations. L'interprétation donnée par ces auteurs des deux régimes de vitesse des dislocations α (ou vis), de part et d'autre de 400°C , repose sur l'interaction dynamique des atomes d'indium en position interstitielle avec les dislocations partielles de type α , selon un mécanisme analogue à celui qui décrit le phénomène Portevin-Le Chatelier évoqué précédemment : en-dessous de 400°C , les atomes d'indium, de faible mobilité, peuvent être considérés comme immobiles par rapport aux dislocations en mouvement. A 400°C et au-delà, ces atomes deviennent mobiles. Dépendant de la contrainte, le rapport des vitesses des dislocations et des vitesses de diffusion des impuretés peut s'inverser, conduisant ainsi aux anomalies constatées. Le modèle de Louchet (1988) ne diffère pas fondamentalement du précédent. Il fait l'hypothèse d'une localisation différente, en forme de zig-zag, des ponts indium en site shuffle (figure I-14 c). La réduction importante de la densité de dislocations par dopage In est ici interprétée en termes d'intégration des atomes d'indium dans le coeur des partielles à $30^\circ\alpha$. Cette intégration se réalise par diffusion des atomes d'indium au passage des décrochements. Ce mécanisme est thermiquement activé et sa cinétique dépend de l'efficacité de cette diffusion. A fortes contraintes et basses températures, celle-ci n'est pas favorisée : on retrouve un mécanisme de durcissement par solution solide analogue à celui évoqué par Guruswamy et al. (1986, déjà cités). A faibles contraintes et à températures élevées, la diffusion est par contre favorisée et permet une incorporation progressive des atomes d'indium. Cette incorporation progressive dépend de la vitesse de diffusion. Elle permet d'interpréter le ralentissement continu des dislocations α et des dislocations vis mis en évidence par Burle-Durbec et al. (1987) à haute température. On trouvera dans l'article de Louchet une description détaillée du mécanisme d'incorporation proposé et de sa cinétique.

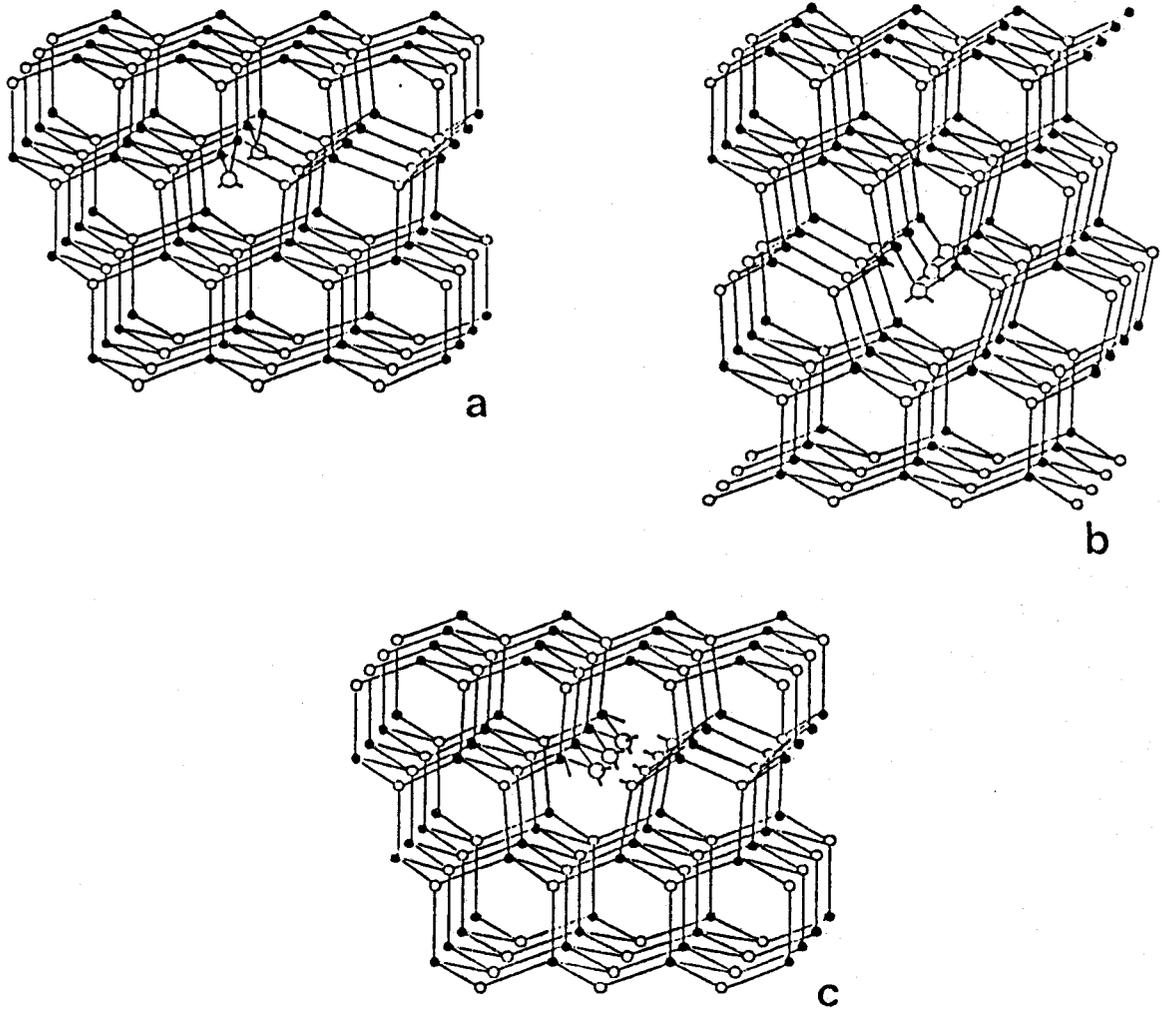


Figure I-14

Modèle de localisation de l'indium en position interstitielle dans le coeur des dislocations α (d'après Burle-Durbec et al. 1987). (a : pont As-In-As dans le coeur d'une partielle $30^\circ\alpha$. ; b : cas du coeur d'une partielle $90^\circ\alpha$; c: modèle en zig-zag).

CHAPITRE II

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1 - ORIGINE DES MONOCRISTAUX

Les monocristaux d'arséniure de gallium utilisés dans cette étude ont été obtenus par tirage Czochralski sous encapsulant liquide (L.E.C.). Ils ont été fournis par la Société THOMSON SEMICONDUCTEURS (Domaine de Corbeville, ORSAY) et par le L.E.P. (Laboratoire d'Electronique et de Physique Appliquée, Limeil-Brévannes). Leurs principales caractéristiques sont résumées dans le tableau suivant :

	dopant	concentration cm ⁻³	résistivité Ω.cm	densité de dislocation de croissance	origine
GaAs : S.I.	n.i.d.		15-1800	≅ 5.10 ⁴	Thomson
GaAs : S.I.	Cr	≅ 7.10 ¹³		10 ⁴ -10 ⁵	L.E.P.
GaAs : In	In	2.10 ²⁰	6,6 10 ⁷	< 100	Thomson
GaAs : p ⁺	Zn-In	7.10 ¹⁸ -10 ²⁰	-	< 100	L.E.P.
GaAs : n ⁺	Se	2.10 ¹⁸	-	< 100	L.E.P.

Tableau II-1

Caractéristiques des monocristaux

Ces caractéristiques sont des valeurs moyennes. On sait que les propriétés électriques du matériau GaAs (nombre de porteurs, résistivité) varient le long de l'axe de tirage [001] des lingots depuis la queue jusqu'à la tête. Cette variation accompagne généralement la variation de stoechiométrie du lingot au cours de son tirage (déficience ou excès en arsenic) et de même la distribution des impuretés. Ce point est à souligner car les propriétés mécaniques ont à l'évidence une relation directe avec les caractéristiques électriques du matériau. Ceci ajoute une difficulté supplémentaire aux tentatives de comparaison des différents résultats publiés dans la littérature. La distribution non uniforme des défauts de croissance dans les matériaux GaAs étudiés nous a conduit à repérer systématiquement, dans les tranches découpées à partir des lingots, l'emplacement de chaque éprouvette. Nous avons pu constater que les éprouvettes découpées au voisinage de la périphérie du lingot se fissaient plus facilement que les éprouvettes découpées dans la zone centrale, ces éprouvettes étant déformées par ailleurs dans les mêmes conditions. La fissuration fréquente des éprouvettes prélevées en périphérie traduit une fragilisation du matériau qui peut tirer son origine d'une répartition hétérogène du dopant ou des impuretés

dont on sait que la concentration croît fortement près des bords des lingots. Ce gradient de concentration est probablement induit par les conditions de refroidissement (gradient thermique).

II.2 - ORIENTATION ET PREPARATION DES EPROUVETTES DE DEFORMATION

L'orientation des éprouvettes de déformation a été choisie conformément à la figure II-1, dans le but de favoriser un glissement simple sur le plan (111) dans la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$.

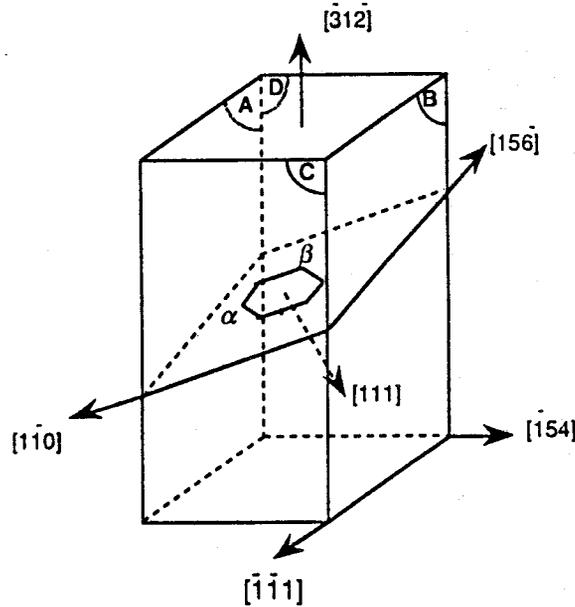


Figure II-1

Orientation des éprouvettes de déformation. Représentation des demi-boucles du système primaire émises à partir des surfaces (d'après Karmouda 1984).

Le tableau II-2 résume les facteurs de Schmid des différents plans de glissement possibles. Le système $[\bar{1}\bar{1}0]$ (111) à facteur de Schmid $\phi = 0,47$ est effectivement le plus sollicité.

plan	(111)			$(1\bar{1}\bar{1})$			$(1\bar{1}\bar{1})$		
	$\frac{1}{2} [\bar{1}\bar{1}0]$	$\frac{1}{2} [0\bar{1}1]$	$\frac{1}{2} [10\bar{1}]$	$\frac{1}{2} [110]$	$\frac{1}{2} [011]$	$\frac{1}{2} [10\bar{1}]$	$\frac{1}{2} [10\bar{1}]$	$\frac{1}{2} [0\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{2} [110]$
Vecteur de Burgers \vec{b}									
Facteur de Schmid ϕ	0,47	0,36	0,11	0,34	0,21	0,16	0,26	0,17	0,10

Tableau II-2

Facteurs de Schmid des dislocations parfaites des différents systèmes de glissement

Des éprouvettes de forme parallélépipédique et de dimensions moyennes ($3,5 \times 3,5 \times 13$) mm³ sont découpées à l'aide d'une scie S.B.T. (South-Bay Technology) à fil métallique monoboucle diamanté. Le mouillage du fil est assuré par un mélange glycérine-carborandum. La découpe est suivie d'un polissage mécanique, puis chimique, des faces. Le polissage mécanique utilise des pâtes diamantées dont les grains ont les tailles respectives 9 μm , 3 μm et 1/4 μm . Cette procédure élimine les rayures profondes et permet un dressage des surfaces qui présentent alors un poli optique parfait. Un polissage chimique léger dans une solution de 5 grammes d'oxyde de chrome Cr₂O₃ dissout dans 10 grammes d'eau désionisée + 5 ml d'acide fluorhydrique HF et 5 ml d'acide chlorhydrique HCl, à la température de 40°C élimine complètement les petites rayures superficielles qui subsistent après le polissage mécanique au 1/4 micron.

Cette procédure est identique à celle utilisée par Karmouda (1984). L'objectif du polissage chimique est l'élimination complète des sources superficielles parasites susceptibles d'activer des systèmes secondaires. L'activation précoce des systèmes secondaires perturbe l'essai de déformation en introduisant un durcissement rapide qui fausse l'estimation de la véritable limite élastique pour le glissement simple. Dans les composés semi-conducteurs III-V, les surfaces jouent un rôle essentiel dans l'amorçage de la plasticité car elles sont les sites de nucléation préférentielle des dislocations. Ceci a été bien mis en évidence dans InSb par R. Kesteloot (1981), à partir d'observations topographiques par rayons X du stade de préplasticité. Cette influence des surfaces était particulièrement marquée dans le cas de InSb, probablement parce que c'est un matériau vierge de dislocations de croissance. Dans le cas de GaAs, l'effet est sans doute pondéré par la présence d'une densité initiale de dislocations de croissance ($\cong 10^4$ - $10^5/\text{cm}^2$) qui peuvent être des germes de nucléation des dislocations de glissement.

L'attaque chimique révèle une face {111} couverte de piqûres de corrosion (face C dans les notations de la figure II-1). Cette face correspond à la surface Ga (chapitre I). D. Ferré et J.L. Farvacque (1978) ont suggéré l'idée que l'on pouvait préférentiellement introduire soit des dislocations (demi-boucles) à fronts α , soit des dislocations à fronts β , en abrasant sélectivement soit la face A, soit la face B (figure II-1). Pour un vecteur de Burgers donné, les demi-boucles émises par deux faces opposées ont en effet des fronts à 60° de types différents, α ou β (chapitre I). Les observations de R. Kesteloot (1981) dans InSb ont montré qu'en réalité une seule famille était ainsi activée, correspondant aux fronts 60° les plus mobiles. L'abrasage de la face "active" (A ou B) permet de fait l'activation d'un glissement simple dans GaAs (Karmouda, 1984). Le repérage de cette face est effectué sans ambiguïté à l'aide d'un cliché de Laue effectué sur la face C. Un abrasage mécanique léger (grain 1200) est alors effectué juste avant le démarrage de l'essai. Les observations des

traces de glissement effectuées après essai sur les trois faces polies chimiquement montrent que la déformation plastique est majoritairement assurée par le système de glissement primaire ($\phi = 0,47$).

Cette procédure est certes discutable. Si elle favorise effectivement un glissement unique et la possibilité d'observer commodément les traces de glissement après essai, en revanche elle conduit à une relative dispersion des courbes de déformation $\sigma(\epsilon)$, l'efficacité de l'abrasage mécanique manuel n'étant pas toujours reproductible d'une éprouvette à l'autre. Elle conduit de même à une hétérogénéité de la déformation, tout au moins à faibles déformations, par suite du caractère aléatoire des sources introduites en surface si l'abrasage n'est pas uniforme. Certains auteurs (Omri 1987, Boivin 1988) ont préféré un abrasage mécanique au 1/4 micron des surfaces sans polissage chimique. Outre le fait que cette procédure diminue l'importance du crochet de compression, notamment dans les basses températures, elle favorise une meilleure homogénéité de la contrainte, les systèmes secondaires activés en début de déformation apportant les ancrages nécessaires à une multiplication plus homogène et accélérée des dislocations. Ces différences sont naturellement compensées dès lors que l'essai proprement dit est précédé d'une prédéformation susceptible d'apporter un stock de dislocations mobiles suffisant pour réduire le stade de multiplication rapide requis pour accommoder la vitesse de déformation imposée (chapitre III).

Le façonnage des têtes est réalisé avec un gabarit en alumine présentant un V d'axe rigoureusement perpendiculaire aux faces de référence. Cette étape est très déterminante dans le cas des semiconducteurs, notamment dans les essais conduits à très basses températures où le défaut de planéité et de parallélisme des faces en compression conduit à une contrainte non seulement hétérogène mais aussi génératrice de fissurations précoces.

II.3 - LES ESSAIS DE DEFORMATION A VITESSE IMPOSEE

Les essais ont été réalisés en compression uniaxiale sur une machine Instron à l'aide d'un montage inversé, à une vitesse de la traverse mobile égale à 10 μm par minute. Ceci correspond à une vitesse de déformation résolue dans le plan de glissement primaire de l'ordre de $2,5-3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Ces conditions sont légèrement différentes de celles utilisées par M. Karmouda (1984) où la vitesse de déplacement de la traverse avait été choisie égale à 5 μm par minute.

Le montage de déformation utilisé a été spécialement conçu pour cette étude. Il permet de travailler sous atmosphère contrôlée jusqu'à des températures de l'ordre de

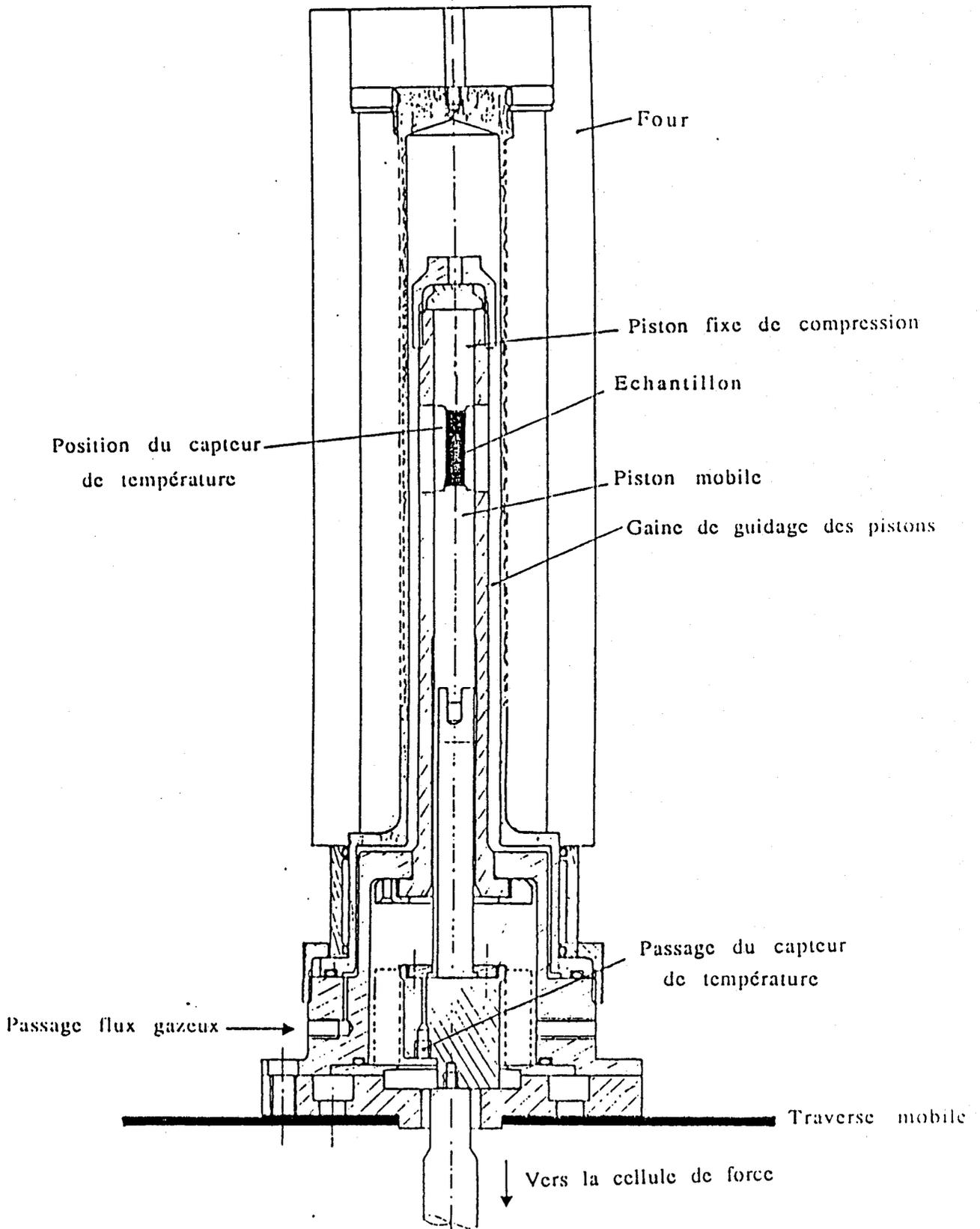


Figure II-2

Montage de déformation en compression utilisé dans cette étude.

(Réalisation: Ph. François).

900°C. Le détail du montage est présenté sur la figure II-2. La force est appliquée à l'échantillon par l'intermédiaire de deux pistons en alumine dont l'un est directement relié à la cellule de force. Le choix effectué ici est celui d'un guidage rigide du piston mobile, coulissant dans une gaine qui est commune au piston supérieur. Ceci garantit une parfaite axialité de la contrainte dans l'essai de déformation et un parallélisme rigoureux des plateaux de compression. Le fait que le piston mobile soit fortement guidé ne semble pas empêcher la mise en S, même prononcée des éprouvettes dans le stade d'écoulement plastique. De même les frottements piston/gaine gardent une valeur négligeable dans les domaines de forces et de vitesses utilisées. L'ensemble est chemisé par un four commandé par un régulateur P.I.D. Eurotherm. La température mesurée par un capteur chromel-alumel placé dans la masse du piston mobile très près de l'échantillon est régulée à mieux que le dixième de degré. L'ensemble est étanche ; un balayage d'argon ou d'azote assure la nécessaire homogénéité de la température mais aussi et surtout évite l'oxydation des surfaces aux températures supérieures à 500°C. Son rôle est aussi de minimiser la désorption de l'arsenic qui apparaît dès que la température dépasse 400°C.

La déformation de l'échantillon est mesurée par un capteur de déplacement situé sous la traverse mobile. Celui-ci intègre donc toutes les déformations de la traverse et du montage lui-même, et en particulier celles qui résultent des dilatations thermiques. C'est une sonde très sensible pour détecter l'approche de l'équilibre thermique de l'ensemble machine-montage avec l'atmosphère extérieure. A l'équilibre thermique, l'évolution du capteur suit assez fidèlement la déformation de l'échantillon. Cet équilibre thermique est atteint au bout d'une heure environ.

L'avantage de ce montage réside dans sa compacité, son caractère monobloc permettant une mise en place aisée et une bonne reproductibilité des conditions d'essais d'une série d'expériences à l'autre. Sa rigidité mesurée est de 8.300 MPa.

II.4 - LES ESSAIS DE RELAXATION DE CONTRAINTE

L'essai de relaxation de contrainte a été introduit à l'origine, et analysé, par Guiu et Pratt (1964). Il permet d'accéder directement au volume d'activation apparent V_a .

En absence d'écrouissage, ce volume apparent s'identifie au volume d'activation vrai V , caractéristique du mécanisme de déformation et l'un des paramètres essentiels de l'activation thermique (Chap. IV). L'essai consiste à arrêter la traverse mobile au cours d'un essai de déformation à vitesse imposée et à enregistrer la décroissance de la force au cours du temps (figure II-3).

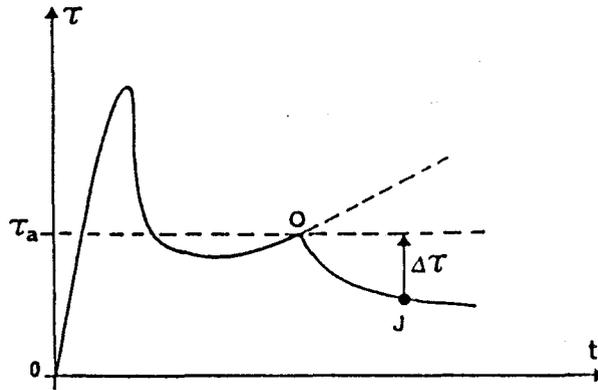


Figure 11-3

*Courbe de déformation à vitesse imposée
(principe de l'essai de relaxation)*

La déformation plastique se poursuit, sous une contrainte et avec une vitesse qui diminuent au cours du temps, compensées par la relaxation élastique de l'ensemble machine + échantillon.

De l'équation

$$\gamma_t = \gamma_p + \gamma_e \quad (2-1)$$

où γ_t est la déformation totale de l'échantillon supposée constante au cours de l'essai de relaxation, on tire

$$\dot{\gamma}_t = 0 = \dot{\gamma}_p + \dot{\gamma}_e = \dot{\gamma}_p + \frac{\dot{\tau}}{M}$$

$$\text{soit} \quad \dot{\gamma}_p + \frac{\dot{\tau}}{M} = 0 \quad (2-2)$$

où M est le module élastique de l'ensemble machine + échantillon.

L'équation (2-2) est l'équation de base de la relaxation. On résoud cette équation en effectuant un développement limité de la vitesse de déformation plastique de l'échantillon par rapport à la contrainte au voisinage de $t = 0$, temps origine de la relaxation

$$\text{Ln } \dot{\gamma}_p(t) = \text{Ln } \dot{\gamma}_{op} + \left(\frac{\partial \text{Ln } \dot{\gamma}_p}{\partial \tau_a} \right)_{T,s.s.c} \cdot \Delta\tau_a \quad (2-3)$$

où $\dot{\gamma}_{op}$ est la vitesse de déformation plastique à l'instant $t = 0$ de la relaxation.

Cette équation fait apparaître formellement, à kT près, l'expression du volume d'activation apparent qui découle du formalisme de l'activation thermique (chapitre IV).

$$V_a = kT \left(\frac{\partial \text{Ln } \dot{\gamma}_p}{\partial \tau_a} \right)_{T, s.s.c} \quad (2-4)$$

Le volume d'activation mesuré traduit la sensibilité de la vitesse de déformation plastique à la contrainte appliquée ; l'essai de relaxation de contrainte fournit de fait un accès direct à cette quantité, d'où l'intérêt de la méthode.

L'équation (2-3), développée au premier ordre ($\Delta\tau \ll \tau_a$) sous-entend de ne considérer que les premiers instants de la relaxation.

L'équation (2-4) de définition de V_a suppose par ailleurs que la sous-structure de dislocations est constante au cours de la déformation (s.s.c.) et qu'elle n'a donc pas le temps d'évoluer au cours de l'essai de relaxation, ce qui suppose aussi implicitement une mesure de V_a effectuée aux temps courts.

Moyennant ces restrictions, l'intégration de l'équation (2-3),

$$\text{Ln } \dot{\gamma}_p(t) = \text{Ln } \dot{\gamma}_{op} + \frac{V_a}{k.T} \Delta\tau$$

combinée à l'équation (2-2) conduit à l'expression classique (Guiu et Pratt, 1964) de l'équation de la relaxation :

$$\Delta\tau_a = - \frac{kT}{V_a} \text{Ln} \left(\frac{t}{c} + 1 \right) \quad (2-5)$$

avec

$$c = \frac{kT}{M.V_a.\dot{\gamma}_{op}} \quad (2-6)$$

La quantité c , homogène à un temps, est appelée constante de temps. Elle dépend de l'interaction machine-échantillon par l'intermédiaire de M .

La résolution graphique de l'équation (2-5) proposée par 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 (figure II-4). La pente de la droite d'équation

$$\Delta\tau = \lambda \text{Ln} \left(\frac{t}{c} + 1 \right) \quad (2-7)$$

fournit directement le coefficient λ , d'où

$$V_a = \frac{kT}{\lambda} \tag{2-8}$$

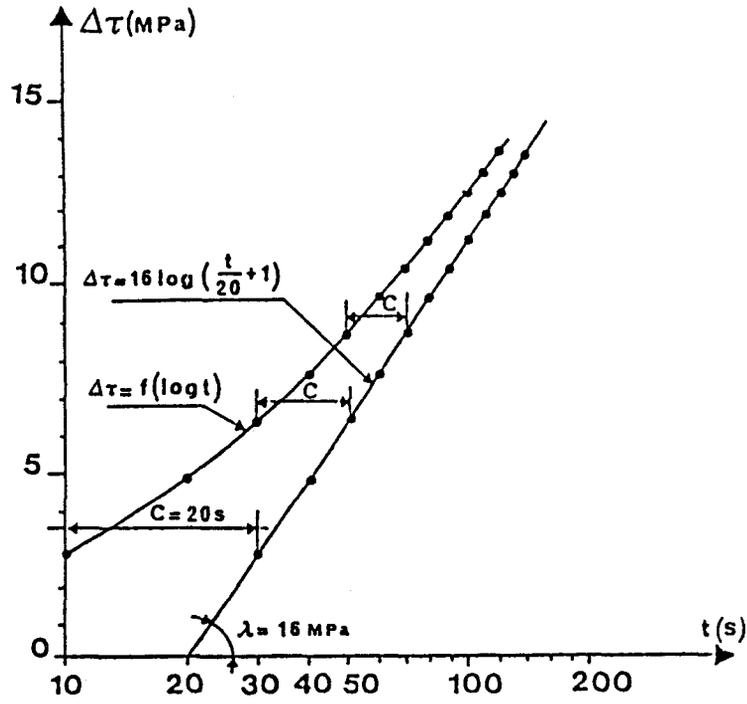


Figure II-4

Dépouillement d'un essai de relaxation de contrainte par la méthode de Guiv et Pratt (d'après Lecoq J. 1973).

L'ajustement de linéarisation fournit la constante c . Cette méthode, simple dans son principe, conduit à des résultats qu'il faut manipuler avec beaucoup de précautions car facilement erronés et peu sûrs, à cause essentiellement de l'imprécision sur la constante de temps, imprécision liée aux nombreux paramètres que cette dernière intègre. Ces points ont été discutés en détail par Karmouda (1984) et par Omri (1987).

L'équation (2-6) montre que la constante c dépend de quatre paramètres qui sont :

- La température T à laquelle est effectué l'essai.
- Le volume d'activation V_a , relié au mécanisme intrinsèque ou extrinsèque qui contrôle la déformation de l'échantillon à la température T .

- La vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_{op}$ à l'instant initial de la relaxation. Celle-ci n'est pas en général aisée à déterminer dès lors qu'une contribution élastique $\dot{\gamma}_e$ s'y ajoute, sauf au minimum du crochet de compression qui définit la limite élastique conventionnelle (chapitre III). En ce point particulier de la courbe $\tau(\gamma)$, la contribution élastique s'annule et $\dot{\gamma}_{op}$ est donnée directement par la vitesse de déformation totale $\dot{\gamma}$ imposée par la machine.

- Le facteur M, qui est le module de l'ensemble machine-échantillon (équation 2-2). Il en caractérise la raideur. Il est facile de montrer à partir de sa relation de définition

$$M = \frac{\dot{\gamma}_e}{\dot{\tau}_a} \quad (2-9)$$

qu'il est purement géométrique et fait intervenir les caractéristiques propres de l'échantillon (module d'Young E, section S_0 , longueur l_0), la dureté δ de l'ensemble machine + montage de compression, et le facteur de Schmid ϕ du système de glissement actif

$$\frac{1}{M} = \frac{1}{\phi^2} \left(\frac{S_0}{l_0 \delta} + \frac{1}{E} \right) \quad (2-10)$$

C'est un facteur qui dépend donc essentiellement des conditions d'essai, et de même le rapport $\frac{c}{\lambda}$ qui est en principe connu et constant au cours de l'essai de relaxation

$$\frac{c}{\lambda} = \frac{M^{-1}}{\dot{\gamma}_0} \quad (2-11)$$

Cette équation fournit aussi un test de validité de l'essai de relaxation, si M et $\dot{\gamma}_0$ sont connus. λ étant déterminé par le test de linéarisation qui résulte de l'ajustement de c, la précision avec laquelle on mesure V_a , par l'intermédiaire de λ (relation 2-8), repose de fait sur l'estimation correcte de la constante c.

Selon la température T de l'essai, la valeur numérique de cette constante peut varier de moins de une seconde (domaine des hautes températures) à plusieurs centaines de secondes (domaine des basses températures). La méthode graphique de Guiu et Pratt n'est clairement pas applicable dans le domaine des constantes de temps inférieures à quelques dizaines de secondes. Au-delà, à la précision près des relevés expérimentaux, elle fournit des résultats comparables aux méthodes de résolution par lissage de courbes utilisant une régression linéaire en langage calcul (Karmouda, 1984).

Indépendamment de ces difficultés inhérentes à la précision des dépouillements, le point délicat dans l'exploitation de l'essai de relaxation reste le temps effectif de la relaxation pris en compte pour la détermination de c, et la valeur comparative de ce temps par rapport à la constante elle-même.

La durée de la relaxation est généralement choisie de l'ordre de quelques minutes. Karmouda a montré qu'un ajustement acceptable entre la courbe expérimentale et la courbe théorique peut être obtenu à condition de comptabiliser une durée de relaxation au plus égale à une ou deux fois la constante de temps. A basses températures (grandes constantes de

temps), la relaxation reste très clairement logarithmique sur des temps longs (plusieurs minutes) et l'ajustement obtenu est relativement précis. A hautes températures ($T \geq 500^\circ\text{C}$ dans le cas de GaAs), pour des constantes de temps inférieures à quelques dizaines de secondes, la relaxation cesse très rapidement d'être logarithmique, ce qui traduit très vraisemblablement une évolution de la sous-structure de dislocations au cours de la relaxation. L'ajustement de la constante de temps requiert dans ces conditions de ne considérer que les tous premiers instants de la relaxation. Ceci n'est possible avec une relative précision que si les données ont été enregistrées en cours d'essai, et traitées en langage informatique (paragraphe II-6).

En résumé, l'essai de relaxation de contrainte, s'il est aisé à mettre en oeuvre, pose de délicats problèmes d'interprétation quant à la détermination de la quantité physique V_a , volume d'activation, déduite de l'estimation de la constante c . L'expérience montre que l'on peut toujours atteindre une valeur de c , avec une précision plus ou moins grande selon le domaine de température considéré. Sauf à basses températures, il n'est pas assuré que la valeur de V_a ainsi obtenue puisse être représentative de l'évènement microscopique qui contrôle la plasticité du matériau. Ceci concerne le domaine des volumes d'activation de l'ordre de la centaine de b^3 et plus (b = vecteur de Burgers). Le formalisme à la base de cette technique (relation 2-3) est très restrictif et justifie les précautions nécessaires à prendre pour interpréter les résultats (chapitre III).

II.5 - LES ESSAIS DE FLUAGE

Nous n'avons pas dans ce travail effectué une étude expérimentale approfondie de la déformation plastique par fluage des monocristaux de GaAs. Celle-ci a été limitée pour l'essentiel au cas du matériau semi-isolant et au domaine des basses températures ($T \leq 300^\circ\text{C}$). L'idée qui a guidé ce type d'approche a été la possibilité d'étudier le comportement plastique du matériau GaAs dans des domaines de basses températures où, aux vitesses minimales imposées par la traverse mobile dans l'essai de déformation standard sur machine Instron ($\cong 10^{-5} \text{ s}^{-1}$), les contraintes nécessaires pour atteindre le seuil d'écoulement plastique ne sont jamais atteintes par suite de la fissuration précoce des éprouvettes. Dans ces domaines, en absence de prédéformation (chapitre III), l'essai direct requiert une pression de confinement (Lefebvre A. et al. 1985, Rabier J. et al. 1985, Androussi Y. et al. 1986). A basse température, et pour des contraintes qui restent moyennes, le domaine des vitesses de déformation explorées en fluage se situe dans la gamme (10^{-7} - 10^{-5}) s^{-1} .

Dans une expérience de fluage, on mesure la variation au cours du temps de la déformation ε de l'éprouvette soumise à une contrainte constante $\sigma = \frac{F}{S_0}$ et maintenue à une température également constante. Dans la réalité, l'essai de fluage s'effectue à charge F constante, celle-ci étant généralement transmise par l'intermédiaire d'un poids. Dans ces conditions, la contrainte résolue peut varier au cours du temps, notamment lorsque le taux de déformation atteint est élevé, par suite de la variation de la section S_0 de l'éprouvette. A taux de déformation faible, la condition $\sigma = \text{constante}$ est assez bien respectée.

Le fluage réalisé dans nos expériences a utilisé le montage de déformation décrit au paragraphe II-3, directement placé sur la machine Instron asservie en contrainte (Load control). Ces conditions (montage + machine) ne réalisent pas à proprement parler l'appareillage standard du fluage où la charge est appliquée par l'intermédiaire d'un bras de fléau à poids et où la déformation est mesurée par un système de tiges de rappel qui élimine les dilatations thermiques du système en prenant la mesure directement au niveau de l'éprouvette.

Dans notre cas, la déformation de l'échantillon est mesurée par un capteur situé sous la traverse machine (paragraphe II-3).

L'asservissement en contrainte a pour effet de maintenir la force appliquée rigoureusement constante. Il réalise de fait des microdéplacements très rapides de la traverse, précisément pour maintenir la charge constante. Le déplacement moyen de la traverse en cours de fluage mesuré par le capteur intègre donc ces microdéplacements très rapides. A basse température, ceci ne devrait pas influencer la cinétique de déformation de l'échantillon dans la mesure où les vitesses de fluage sont très faibles. A haute température par contre, la cinétique de déformation pourrait être accélérée par ce type d'asservissement.

L'un des intérêts majeurs d'une expérience de fluage est la possibilité de réalisation d'essais différentiels, soit par sauts de contrainte, soit par sauts de température, qui permettent d'accéder directement au volume d'activation V_a et à l'enthalpie d'activation ΔH_a (chapitre IV). L'évolution des vitesses de fluage $\dot{\gamma}(t)$ avant et après le saut permet en effet la mesure de ces quantités. Ceci est bien mis en évidence sur les figures II-5 et II-6 . Ceci suppose, comme dans l'essai de relaxation, que la sous-structure de déformation reste effectivement constante au cours du saut. Cette condition est assez bien réalisée dans le saut de contrainte qui s'effectue généralement en quelques secondes. C'est beaucoup plus aléatoire dans le cas du saut de température qui requiert un retour à l'équilibre thermique de l'ensemble montage-échantillon. Celui-ci nécessite généralement une dizaine de minutes, dépendant de la valeur du saut et de l'inertie thermique des divers éléments en présence.

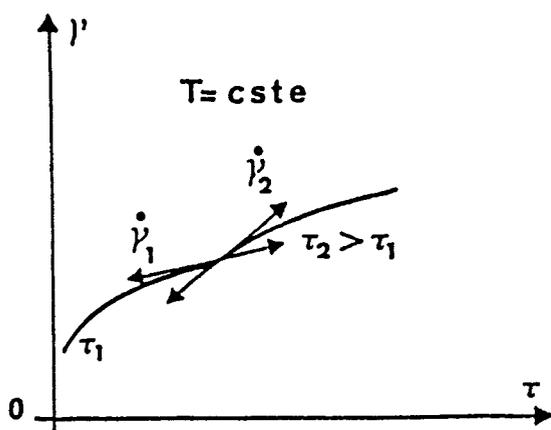


Figure II-5

Détermination différentielle
 du volume $V = k.T \left(\frac{\partial \text{Ln} \dot{\gamma}}{\partial \tau} \right)_{\text{ssc}, T}$

$$V = k.T \frac{\text{Ln} \dot{\gamma}_2 / \dot{\gamma}_1}{\Delta \tau}$$

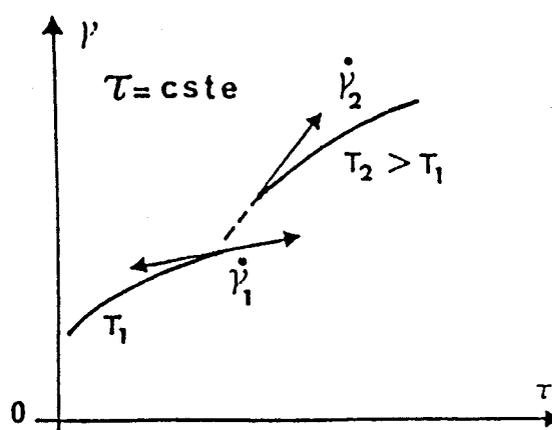


Figure II-6

Détermination différentielle
 de l'enthalpie $\Delta H = kT^2 \left(\frac{\partial \text{Ln} \dot{\gamma}}{\partial T} \right)_{\text{ssc}, \tau}$

$$\Delta H = k T_1 \cdot T_2 \frac{\text{Ln} \dot{\gamma}_2 / \dot{\gamma}_1}{\Delta T}$$

On retrouve ici l'influence prépondérante des conditions d'essai sur l'estimation des grandeurs physiques d'intérêt. La comparaison des valeurs obtenues par cette technique à celles obtenues par relaxation de contrainte (paragraphe II-4) est utile. Les résultats que cette technique nous a apportés dans le cas de GaAs semi-isolant sont reportés en annexe.

II.6 - INFORMATISATION DES ESSAIS. ACQUISITION ET TRAITEMENT DES DONNEES

Le déroulement de cette étude a fourni l'occasion d'une mise en place d'une gestion informatisée des essais sur machine Instron décrits dans les paragraphes précédents, essais à vitesse imposée, fluage, essais de relaxation. Cette gestion concerne à la fois le contrôle de la machine dans les différents types d'essais et l'acquisition et le traitement des données, données que l'on peut confronter directement aux modélisations théoriques. Le système de gestion a été pour une large part développé par Monsieur Ph. François, ingénieur CNRS du laboratoire.

L'avantage d'une gestion informatisée des essais de déformation réside avant tout dans le gain de temps considérable que procure le traitement informatique des données par rapport au dépouillement manuel, et dans la souplesse d'utilisation d'un programme d'acquisition et de stockage de données. Le traitement des données intègre les diverses corrections à apporter aux courbes brutes pour les traduire en courbes vraies directement visualisables sur écran. Nous n'entrerons pas ici dans le détail du programme développé à cet

effet. Dans le cas des essais à vitesse imposée ou de fluage, l'ordinateur effectue toutes les minutes un relevé de la force exercée sur l'échantillon et du déplacement enregistré par le capteur. La traduction en courbe $\tau(\gamma)$ résolue incluant les corrections de pente élastique et de raideur de l'ensemble montage-machine est immédiatement effectuée et la courbe correspondante affichée sur écran.

Nous avons pu vérifier l'excellente concordance des courbes obtenues par cette méthode et par un dépouillement manuel prenant soigneusement en compte ces corrections (De Meerschman, 1986).

Dans le cas des essais de relaxation, les valeurs de temps et de force sont relevées à raison d'un pointé toutes les deux secondes et stockées dans des tableaux spécifiques. L'avantage de l'acquisition rapide des données réside ici dans une meilleure définition du temps origine de la relaxation, temps très faussé par l'inertie mécanique dans l'enregistrement par plume, et dans un suivi beaucoup plus précis des premiers instants de la relaxation (paragraphe II-4).

Le problème bien connu lors du dépouillement manuel d'une courbe de relaxation est celui de la correction d'origine. En effet, à l'instant $t = 0$ de la relaxation, la réponse à l'immobilisation de la traverse n'est pas instantanée, d'où une incertitude sur l'origine exacte du début de la relaxation, amplifiée par la réponse lente de l'enregistreur. On vérifie aisément, par dépouillement manuel, que cette imprécision influence beaucoup la valeur de la constante c , notamment à moyenne et haute température. De même, le relevé manuel des faibles forces (temps inférieurs à ≈ 10 secondes) est très imprécis. Le programme de saisie automatique des données permet de corriger dans une large mesure ces deux effets.

L'ordinateur superpose directement à l'écran la courbe brute $\Delta F(t)$ enregistrée pendant l'essai de relaxation, et la courbe équivalente calculée mathématiquement à l'aide d'une régression linéaire. La comparaison visuelle des deux courbes et le degré de superposition permettent de juger de la validité du dépouillement informatisé et de la confiance que l'on peut accorder au caractère logarithmique de la relaxation. Par cette méthode, l'ordinateur calcule et affiche les valeurs de c (en secondes), de λ (en MPa) et de V_a (en b^3). L'affichage simultané des deux courbes montre que les relaxations cessent généralement d'avoir une allure logarithmique au-delà d'environ trois minutes à basse température, et bien en-dessous de cela à plus haute température (paragraphe II-4).

L'utilisation de l'ordinateur dans le dépouillement des essais de relaxation a été discutée et critiquée par Omri (1987). Nous partageons ce point de vue. Ainsi que nous l'avons explicité au paragraphe II-4, une linéarisation de la courbe $\Delta\tau = f(Lnt)$ peut toujours être obtenue par régression linéaire et conduire ainsi à une ou différentes valeurs

de c selon le nombre de points pris en compte dans la régression. Le critère de meilleur ajustement à partir d'une régression est effectivement insuffisant pour juger de la qualité du point. Des tests supplémentaires sont nécessaires pour vérifier la cohérence des valeurs obtenues (chapitre III).

II.7 - PREPARATION DE LAMES MINCES POUR LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION

La microscopie électronique en transmission a été utilisée dans ce travail, en conjonction avec les observations métallographiques de surface, pour mettre en évidence les microstructures de dislocations essentiellement dans le plan de glissement primaire (111) (figure II-1). L'observation des traces de glissement en surface permet de repérer ce plan. L'orientation exacte (111) de la lame est affinée avant découpe à l'aide d'un cliché de Laue. Le caractère polaire des faces {111} (chapitre I) nécessite de repérer l'orientation de la lame avant découpe, par rapport à l'éprouvette. Ceci est simplement obtenu par une encoche réalisée sur un bord de la face C (figure II-7). Ceci permet de conserver la direction $[\bar{1}10]$ et surtout la direction [111] de la normale au plan de la lame pendant toutes les opérations de préparation aboutissant à une lame mince.

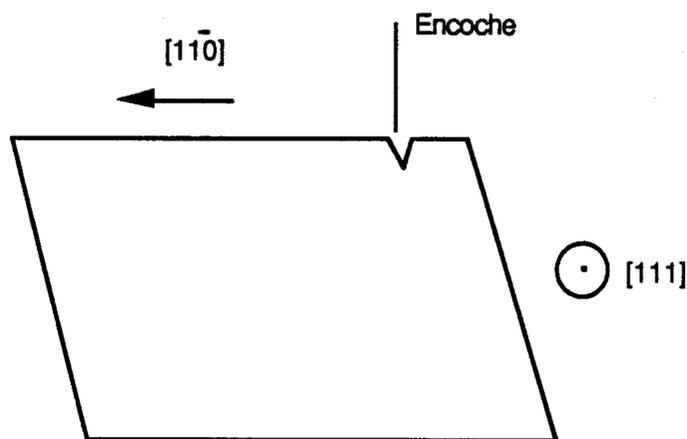


Figure II-7

Présentation d'une lame mince (111)

Les lames d'épaisseur 500 μm après découpe sont polies mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 30 μm , d'abord au papier 1200 (jusqu'à 200 μm) et 4000 pour éliminer les grosses rayures et les stries éventuelles de découpe, puis aux pâtes diamantées habituelles de granulométries respectives 9 μm , 3 μm et 1/4 μm . Ces différentes étapes sont

contrôlées par microscopie optique, et de même les épaisseurs. A la fin de cette procédure, l'état de surface doit avoir un poli miroir parfait exempt de rayures et l'épaisseur doit être parfaitement calibrée.

Les lames sont ensuite découpées en petits rectangles de dimensions 1,4 x 2,3 mm² d'orientation toujours soigneusement repérée. Ces plaquettes sont alors nettoyées dans le trichloréthylène pour éliminer toute trace résiduelle de résine ayant servi au collage des lames sur les supports. Elles sont ensuite fixées sur des grilles d'or à l'aide de deux points de résine. La normale repérée est par convention toujours dirigée vers le haut.

Deux procédures ont été alternativement utilisées pour l'amincissement final des plaquettes jusqu'à l'épaisseur requise pour l'observation en M.E.T. ($\leq 1 \mu\text{m}$), soit chimique, soit ionique.

- L'amincissement chimique a utilisé une solution d'attaque $1\text{HF} + 3\text{HNO}_3 + 2 \text{H}_2\text{O}$ (désionisée).

Les grilles sont fixées au bout d'un fil de platine avant d'être plongées dans la solution. La réaction est stoppée dès qu'un trou apparaît, par trempage dans l'eau. La lame ainsi amincie est rincée dans l'alcool pur, puis dans le benzène et séchée à l'aide d'un papier absorbant.

- L'amincissement ionique a utilisé le bombardement des surfaces par des ions Argon accélérés sous une tension de 4,5 kV, en incidence quasi-rasante ($\cong 12^\circ$), (appareil de marque GATAN).

Dans les deux cas, une observation au microscope optique en transmission permet de juger de la qualité de l'amincissement et de situer les plages qui seront transparentes aux électrons. Dans le cas de GaAs en effet, celles-ci apparaissent transparentes en lumière visible. Les observations sont effectuées sur un microscope JEOL 200 CX. L'avantage de la haute tension (200 kV) permet d'obtenir des images sur des épaisseurs relativement épaisses ($\cong 1 \mu\text{m}$) malgré le fort coefficient d'absorption du matériau GaAs. L'utilisation d'un porte-objet tilt-rotation nous a permis de caractériser, sans en faire une étude exhaustive, les microstructures de déformation créées aux différentes températures d'essai.

La technique du faisceau faible (weak-beam) a été utilisée dans quelques cas, pour mettre en évidence le caractère dissocié des dislocations, et pour en mesurer la largeur de dissociation (chapitre V).

CHAPITRE III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous présentons dans ce chapitre les résultats bruts des essais à vitesse imposée et des essais de relaxation, pour les quatre nuances étudiées (S.I., In, In-Zn, Se). Les résultats obtenus en fluage sont reportés en annexe I. Les observations en microscopie électronique en transmission sont rapportées au chapitre V (discussion). Ainsi que nous l'avons précisé en introduction, le point central de ce travail a été une étude approfondie du comportement plastique du matériau GaAs : In comparé à celui du matériau S.I dans le domaine des moyennes températures (150°C-700°C) et l'essentiel du travail expérimental a porté sur ces deux cas, chaque point en température ayant été répété de multiples fois afin de s'affranchir au mieux de la dispersion des courbes expérimentales bien connue dans ces types d'essais et notamment dans le cas des composés III-V (Karmouda 1984, Gall 1985, Quélard 1987, Omri 1987, Boivin 1988). Ce domaine de température pour le matériau GaAs: In permet des raccordements intéressants avec des expériences similaires utilisant la même technique de déformation dans deux créneaux de température adjacents : à température ambiante et sous pression de confinement d'un côté (Androussi 1988), à partir de 500°C et au-delà d'un autre côté (Djemel 1988).

L'étude des cas GaAs : Se (dopant actif Se) et GaAs: Zn-In (dopant actif Zn) est à placer dans le contexte de la comparaison S.I ↔ In. Elle n'a pas été volontairement aussi poussée et a servi simplement à étayer les arguments avancés pour interpréter le rôle de l'indium isoélectronique sur la réponse plastique de GaAs. Le rôle du dopage électriquement actif (Se,Zn) sur les propriétés mécaniques de GaAs a été étudié en détail par Boivin (1988). Ce travail constitue une référence très appropriée pour notre propre étude.

III.1 - LES COURBES DE DEFORMATION

Les Figures III-2a et b montrent les courbes brutes $\tau(\gamma)$ obtenues à différentes températures dans le cas de GaAs: S.I (2a) et dans le cas de GaAs: In (2b). Les Figures III-2c et d montrent les courbes équivalentes pour les cas GaAs: In-Zn (2c) et GaAs: Se (2d). Toutes ces courbes sont résolues en contrainte ($\tau = \frac{F}{S} \cdot \Phi$) et en déformation ($\gamma_{oc} = \frac{\Delta l}{l_{oc}} \cdot \Phi$) dans l'hypothèse d'un glissement simple sur le plan le plus contraint ($\Phi = 0,47$) (Figure II-1). Les observations métallographiques de surface et les analyses en microscopie électronique en transmission confirment que cette hypothèse est bien vérifiée.

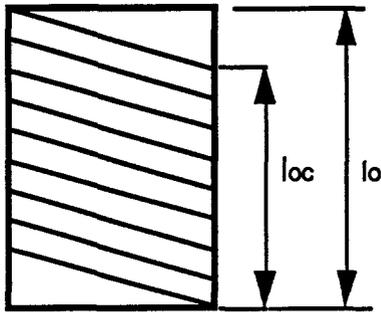


Figure III-1
Définition de l_{oc}

La déformation γ_{oc} prend en compte la longueur corrigée l_{oc} des éprouvettes (Figure III-1). L'observation des traces de glissement en surface montre en effet que la déformation est essentiellement localisée dans la zone centrale des éprouvettes, là où les traces de glissement peuvent déboucher librement à la surface.

Il existe très peu d'activité de glissement près des têtes, ce qui justifie la correction de longueur "utile" introduite par Omri (1981) dans le cas du silicium et utilisée également par Karmouda (1984). Bien que n'ayant pas d'effet sur l'allure générale des courbes de déformation $\tau(\gamma)$ dans le domaine des faibles déformations, cette correction de longueur utile l_{oc} par rapport à la longueur vraie l_0 est importante en ce qui concerne la vitesse de déformation résolue $\dot{\gamma}_0$ (Omri et al 1987). Compte-tenu des dimensions standard de nos éprouvettes ($3,5 \times 3,5 \times 13 \text{ mm}^3$), la prise en compte de cette correction modifie la valeur de la vitesse de déformation résolue $\dot{\gamma}_0$ d'un facteur proche de 1,4, soit environ une réduction de longueur utile des éprouvettes de $l_0 = 13 \text{ mm}$ à $l_{oc} \cong 9,5 \text{ mm}$. Elle n'est donc pas négligeable et sa prise en compte apparaît justifiée si on veut établir des comparaisons valables avec d'autres résultats. La vitesse de déformation plastique résolue dans le plan de glissement a ainsi pour valeur moyenne dans nos expériences : $\dot{\gamma}_p \cong 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Les courbes des Figures III-2a,b,c,d correspondent à des essais directs, sans prédéformation. Elles montrent l'allure caractéristique du crochet de compression que montrent les matériaux semiconducteurs covalents lors d'une première déformation, et plus généralement les matériaux à faible densité de dislocations initiale lorsque la vitesse des dislocations est très activée thermiquement. L'extension du crochet est effectivement d'autant plus grande que la température est plus basse. Le fait que l'existence d'un crochet est clairement due à une densité initiale de dislocations mobiles insuffisante est bien mis en évidence par l'effet remarquable d'une prédéformation, effectuée généralement à plus haute température ; une deuxième déformation effectuée à plus basse température fait disparaître ce crochet (Karmouda 1984). La deuxième courbe présente l'allure habituelle des courbes de déformation des métaux cubiques faces centrées ductiles à faible durcissement sensiblement linéaire, tout au moins dans le stade I de déformation.

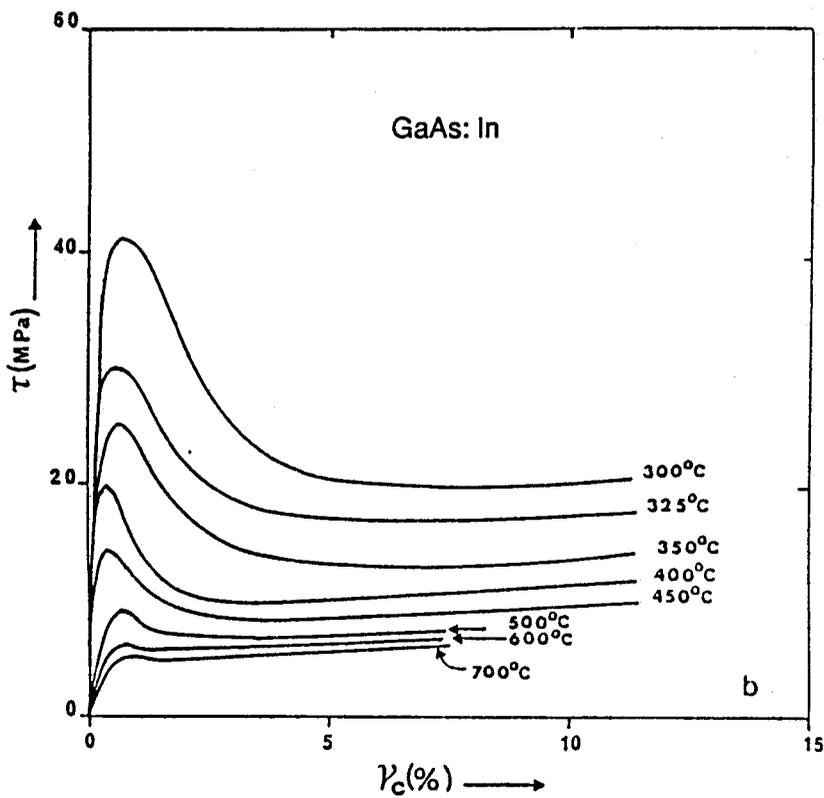
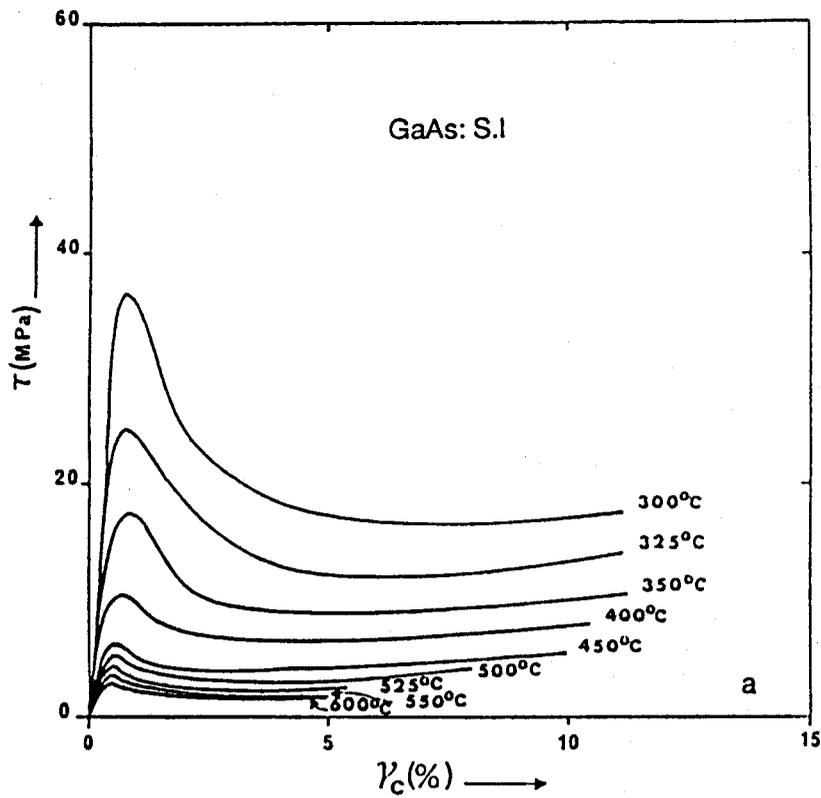


Figure III-2

Courbes de déformation $\tau(\gamma)$ à vitesse imposée en fonction de la température. Essais directs. ($\dot{\gamma} = 2,5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$). (a) GaAs: S.I. ; (b) GaAs: In

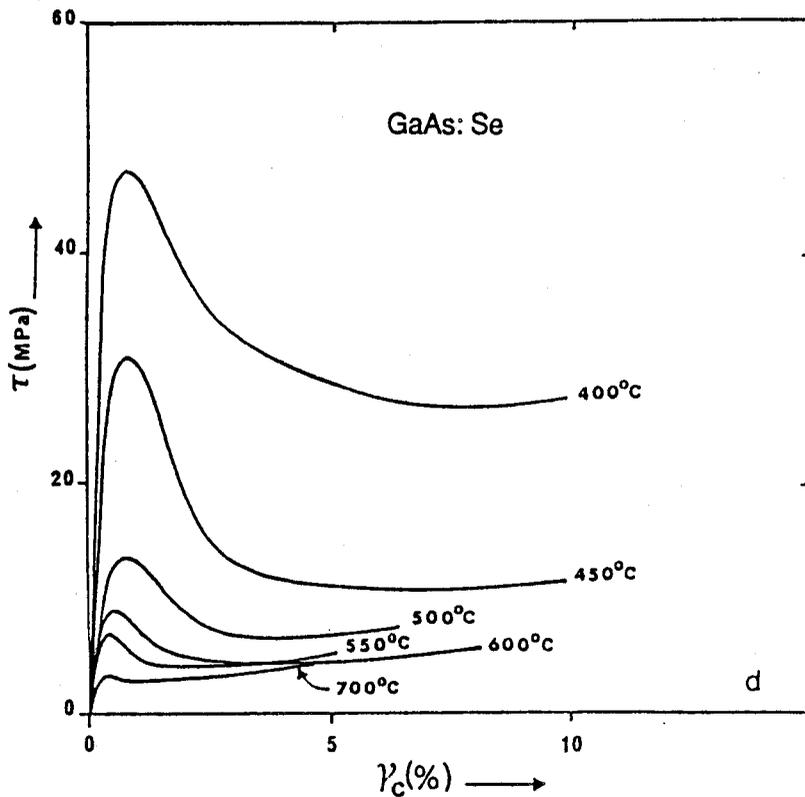
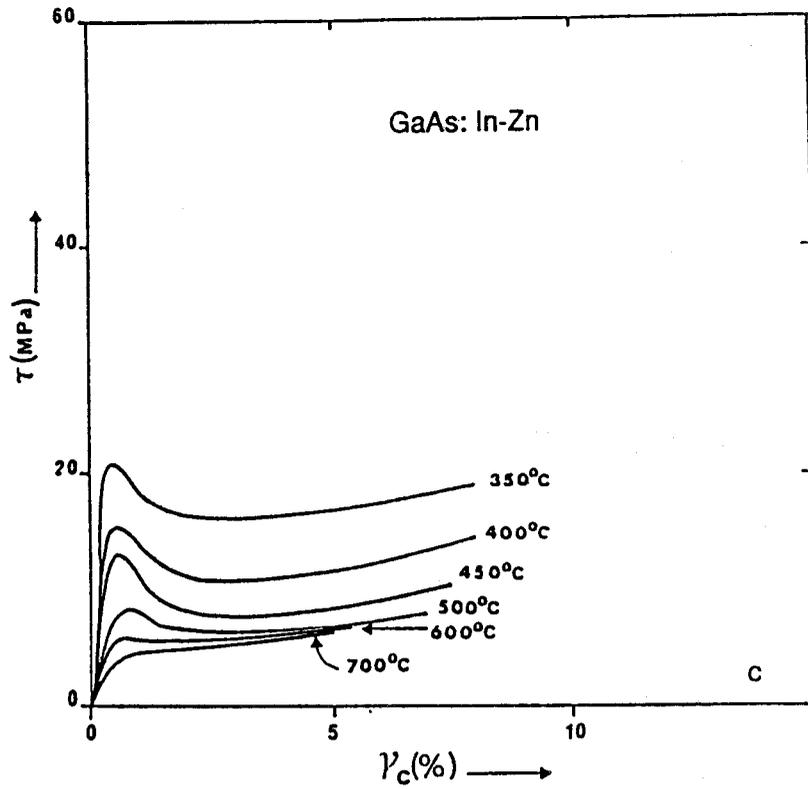


Figure III-2 (suite)

Courbes de déformation $\tau(\gamma)$ à vitesse imposée en fonction de la température. Essais directs. ($\dot{\gamma} = 2,5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$). (c) GaAs: In - Zn ; (d) GaAs: Se .

Le recours à la prédéformation répond de fait à deux objectifs :

*1 : réduire l'extension du crochet et notamment la contrainte maximale afin d'étendre l'étude du domaine d'écoulement plastique aux très basses températures. L'extension du crochet constitue en effet une véritable barrière à l'accès aux basses températures dès lors que la contrainte maximale atteint les contraintes critiques de fissuration. Dans GaAs non dopé, cette barrière se situe vers 300°C. Elle dépend sensiblement de la vitesse de déformation et du dopage (matériau plus ou moins résistant).

*2 : introduire en volume une densité de dislocations mobiles plus uniforme de façon à rendre la déformation plus homogène dans le volume de l'éprouvette, et surtout améliorer la reproductibilité des essais.

Ce deuxième point est particulièrement sensible dans le cas des composés III-V. Il a été abordé au chapitre II, paragraphe II-2.

Le manque de reproductibilité des essais de compression a été rapporté par de nombreux auteurs, que ce soit dans InSb (Karmouda 1984), dans GaAs (Karmouda 1984, Quélard 1987, Boivin 1988), dans InP (Gall 1985) ou dans GaSb (Omri 1987). Différentes origines peuvent être invoquées pour interpréter cela, et en premier lieu les conditions des surfaces. Yonenaga et al (1987) ont particulièrement bien montré, dans le cas de GaAs, la dispersion des courbes $\sigma(\epsilon)$ résultant de divers traitements de surface avant essai, mécaniques, chimiques ou mécano-chimiques. Ces observations confirment le rôle critique des sources de surface dans l'initiation de la plasticité dans ces composés. A cette origine première de la dispersion, on peut sans doute invoquer également, en dehors des problèmes d'axialité de contrainte qui peuvent être critiques pour les matériaux fragiles, l'hétérogénéité de composition des matériaux III-V massifs (dopants, impuretés, défauts natifs) dans le volume des boules (chapitre II).

Le recours à l'abrasage mécanique de toutes les faces des éprouvettes, préféré par certains auteurs, car il induit une déformation plus homogène, a pour effet de réduire sensiblement l'extension du crochet de compression, en abaissant le niveau de contrainte maximale, mais aussi en remontant le niveau de contrainte minimale qui définit la limite élastique conventionnelle (paragraphe III-3). Ceci résulte du durcissement plus marqué créé par l'activité plus précoce, dès la zone du crochet de compression, des systèmes secondaires ainsi excités (Kesteloot 1981). Outre le fait que cette procédure fausse la véritable limite élastique, il n'est pas certain qu'elle réduise notablement la dispersion des courbes $\sigma(\epsilon)$.

L'influence d'une prédéformation et le choix des conditions de prédéformation (température, taux de prédéformation) ont été discutés en détail par Omri (1981,1987),

Karmouda (1984), Boivin (1988). Il est clair qu'il faut s'assurer que ce choix n'influencera pas les courbes de déformation $\sigma(\epsilon)$ obtenues à plus basses températures, et de même les courbes de relaxation $\tau(t)$. Nous avons dans notre cas opté pour les conditions "standard" de prédéformation suivantes : $T \equiv 450^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}$, $\gamma \equiv 1\%$ mesuré à partir du niveau de contrainte minimale.

La température de 500°C se situe encore dans le domaine d'activation thermique (paragraphe III-4). Au-delà, il n'est pas exclu que la diffusion des défauts natifs ou des impuretés influence l'efficacité des sources potentielles ainsi introduites (paragraphe I.3.2).

Les courbes des Figures III-2a,b,c,d montrent qu'à la vitesse de déplacement de traverse de $10\ \mu\text{m}$ par minute ($\dot{\gamma}_{0c} \equiv 2,5 \cdot 10^{-5}\ \text{s}^{-1}$), les températures les plus basses auxquelles on peut conduire un essai direct sans fissuration se situent vers 280°C dans le cas de GaAs : S.I, 300°C dans le cas de GaAs : In, 350°C dans le cas de GaAs : In-Zn et 400°C dans le cas de GaAs : Se. Les températures critiques de 350°C (GaAs : In-Zn) et de 400°C (GaAs : Se) sont en bon accord avec celles rapportées par Boivin (1988) pour GaAs : Zn et GaAs : Se. Il ne semble donc pas que l'addition d'indium au matériau dopé p(Zn) influence cette température. Les températures critiques plus élevées notées dans le cas des ajouts In, In-Zn et Se sont en rapport avec l'effet durcissant de ces impuretés sur le comportement mécanique de GaAs (paragraphe III-3).

Les Figures III-2a,b,c,d ne mettent pas en évidence la dispersion des courbes expérimentales effectivement observée. Chaque point en température a été reproduit plusieurs fois ; les courbes de "meilleur ajustement" ont été retenues en fonction des critères de cohérence portant à la fois sur la comparaison des courbes obtenues à différentes températures, et sur le suivi d'évolution des relaxations en fonction du taux de déformation, évolution très sensible à la "qualité" de l'essai. La Figure III-3 illustre une première comparaison que l'on peut établir, à deux températures 300°C et 500°C , dans le cas des essais directs reportés sur la Figure III-2. A ces deux températures, les courbes $\sigma(\epsilon)$ du matériau dopé Indium se situent très clairement au-dessus de celles du matériau semi-insolant non dopé : ceci situe le rapport des limites élastiques : il est d'au moins un facteur 2 à 500°C . Il est à noter que l'amplitude des crochets (stade de multiplication en avalanche) est très comparable dans les deux cas. On note en comparaison l'extension particulièrement marquée du crochet dans le cas du dopage Sélénium.

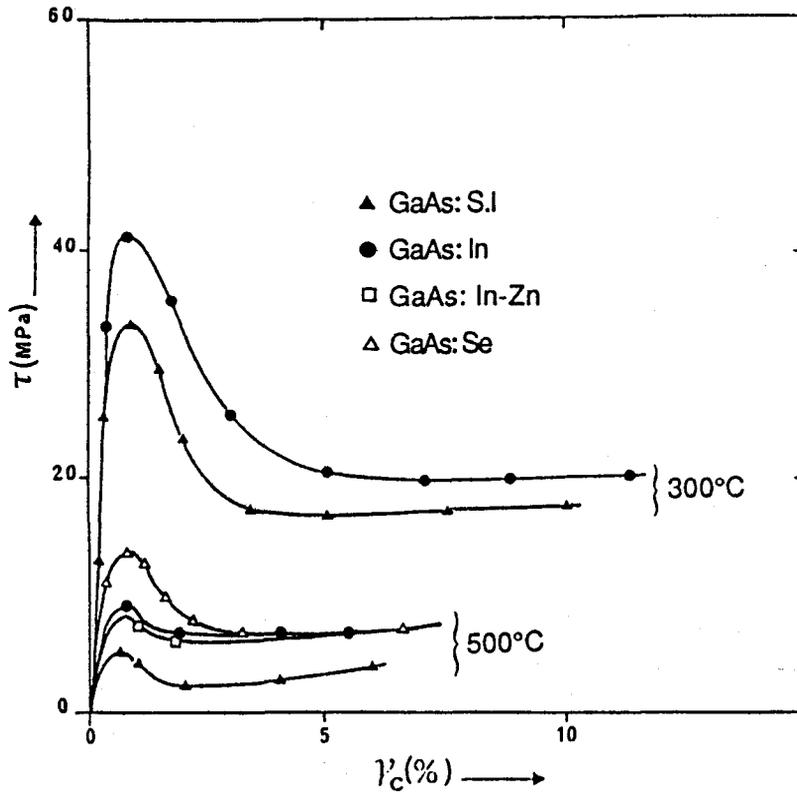


Figure III-3

Comparaison des essais directs pour les quatre nuances étudiées, à deux températures. A $\theta=300^\circ\text{C}$, seuls les essais GaAs: In et GaAs: S.I peuvent être comparés.

Le dopage de type n (Se) réduit fortement la mobilité des dislocations dans GaAs (Choi et al 1977). La relation d'Orowan de la déformation :

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

montre qu'à vitesse de déformation imposée $\dot{\gamma}$, une densité de dislocations plus grande est requise pour accommoder la déformation, ce qui requiert aussi des contraintes plus fortes pour atteindre le stade d'écoulement plastique facile. On notera qu'au-delà de quelques % de déformation à 500°C, les courbes de déformation des trois matériaux dopés se confondent sensiblement. Le codopage In-Zn de GaAs n'a jamais été étudié auparavant, à notre connaissance, sauf à température ambiante sous pression de confinement (Androussi et al. 1987), les éprouvettes étant issues du même lingot que les nôtres.

Les Figures III-4a,b,c,d montrent les courbes obtenues à basse température, après prédéformation, dans les quatre nuances mentionnées. On note la disparition effective du crochet de compression lors de la deuxième déformation. Ces courbes ont l'allure classique parabolique d'autant plus accentuée que la température est plus basse. A la vitesse de déformation de $2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, 180°C apparaît être la température la plus basse à laquelle le matériau GaAs : In accepte de se déformer par glissement (sans pression de confinement). Cette température est sensiblement plus basse dans le cas du matériau non dopé ($125^\circ\text{C}/150^\circ\text{C}$). Elle est relativement élevée et équivalente ($\cong 300^\circ\text{C}$ dans GaAs:Zn-In, $\cong 325^\circ\text{C}$ dans GaAs: Se) dans les deux autres cas. Dans le cas du sélénium, nos résultats recouvrent ceux publiés par Boivin (1988). Par contre, la température de 300°C pour Zn-

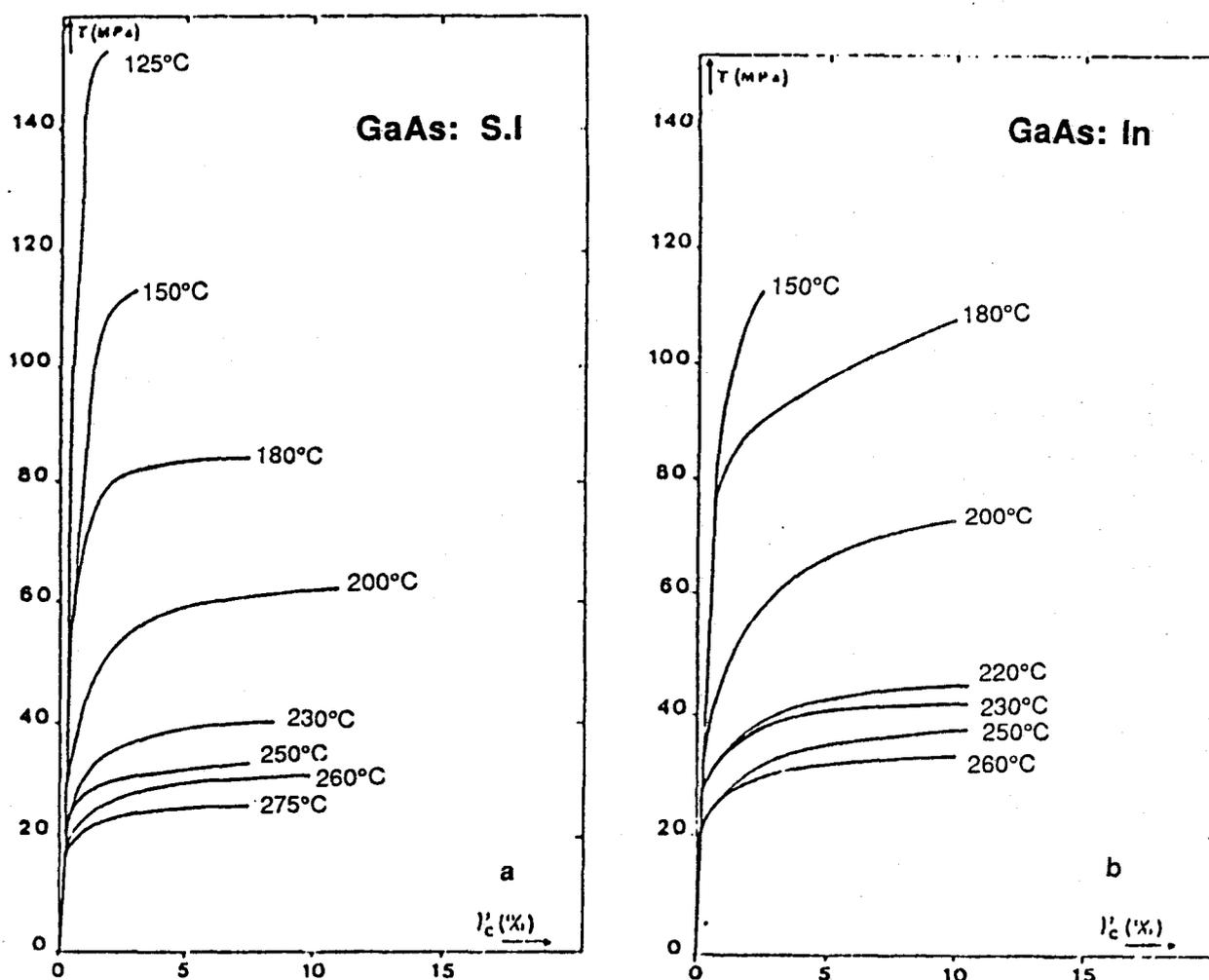


Figure III-4

Courbes de déformation $\tau(\gamma)$ en fonction de la température après prédéformation.

(a) GaAs: S.I. ; (b) GaAs: In .

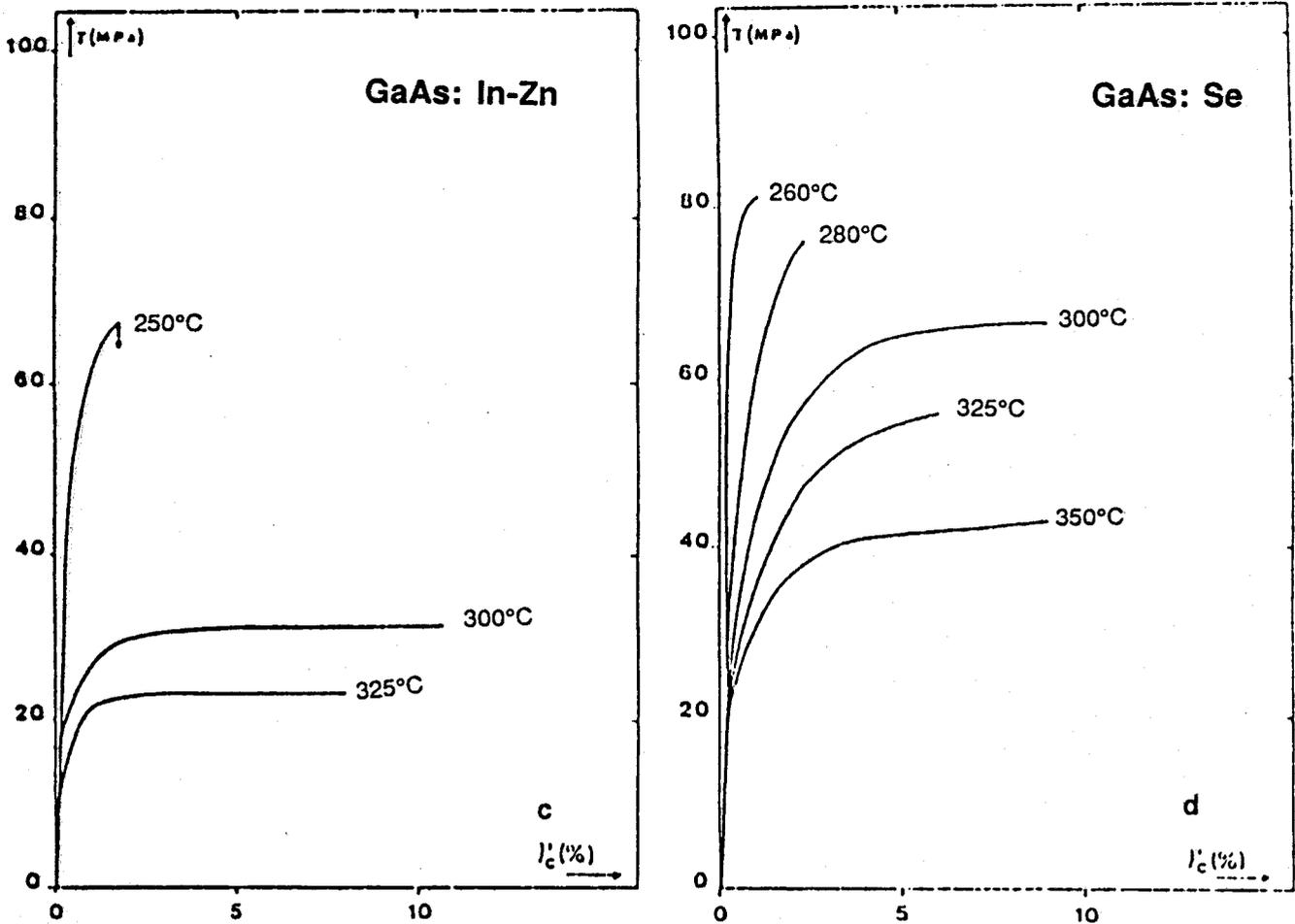


Figure III-4 (suite)

Courbes de déformation $\tau(\gamma)$ en fonction de la température après prédéformation.

(c) GaAs: In-Zn ; (d) GaAs: Se .

In est nettement supérieure à celle à laquelle le matériau simplement dopé p(Zn) accepte encore de se déformer plastiquement ($\cong 150^\circ\text{C}$). Le codopage Zn-In apparaît ici influencer fortement le comportement de basse température de GaAs.

Enfin, dans la comparaison des courbes de basse température de GaAs : S.I et In (Figures III-4a et b), on notera le durcissement beaucoup plus marqué du matériau dopé Indium dès la limite élastique franchie. L'effet apparaît d'autant plus prononcé que la température est plus basse. Il cesse d'être apparent à 200°C et au-dessus, au facteur d'échelle en limite élastique près.

III.2 - ANALYSE DES TRACES DE GLISSEMENT

Les observations par microscopie optique en contraste interférentiel Nomarski révèlent des traces de glissement essentiellement localisées sur la face A {154} (chapitre II, Figure II-1). Ceci confirme le caractère largement prédominant du système de glissement primaire induit par l'abrasage sélectif d'une face {154}. Des similitudes, mais aussi des différences, ont été mises en évidence dans les quatre nuances étudiées. Les similitudes concernent le glissement fin, homogène et très rectiligne à basse température, hétérogène et aussi très rectiligne à haute température, confiné dans des bandes étroites avec une zone de transition en température très remarquable où les déviations sont la règle, caractéristiques de toute évidence d'un glissement dévié profus qui disparaît dans un étroit domaine de température qui dépend de la nature du dopant. Les différences concernent le caractère particulièrement "froid" de la déformation dans les matériaux dopés n^+ : Se et p^+ : Zn-In aux températures où les matériaux S.I et dopés In montrent un comportement ductile "standard". Ce caractère "froid" est associé à une déformation particulièrement hétérogène. Ces différents aspects sont illustrés sur les planches I à IV. La planche I (figure III-5 a à j) montre l'évolution en fonction de la température des faciès de glissement sur les faces {154} des éprouvettes GaAs : In. Aux températures supérieures à 400°C (Figures III-5a,b,c), le glissement est extrêmement rectiligne et confiné dans des bandes très étroites dont l'hétérogénéité croît au fur et à mesure que la température croît (Figure III-5a- θ = 600°C). A 400°C (Figure III-5c), les bandes ont à peu près disparu. On observe un glissement fin généralisé, où quelques déviations commencent à apparaître. Ces déviations sont particulièrement visibles à partir de 350°C (Figure III-5d) avec un maximum d'activité entre 300°C (III-5e) et 230°C (III-5h). En-dessous de 230°C, on retrouve un glissement à nouveau très rectiligne et homogène assez comparable dans sa structure au glissement de haute température ($\theta > 400^\circ\text{C}$). Il est très clair d'après ces observations qu'il existe une zone de température ($\cong 230^\circ\text{C}-400^\circ\text{C}$) où le glissement devient très sinueux, suggérant des déviations profuses telles celles qui manifestent le glissement dévié des dislocations vis dans les structures métalliques. La Figure III-6 montre l'aspect sinueux caractéristique de ces traces de glissement à 300°C dans le cas d'un essai sans prédéformation (agrandissement de la Figure III-5e). A plus basse température, c'est-à-dire dans les essais avec prédéformation, nous avons vérifié que la structure de glissement préexistante due à la prédéformation n'influçait pas le faciès de glissement caractéristique de la basse température. C'est un point important à souligner dès lors que les deux structures peuvent se superposer à l'observation.

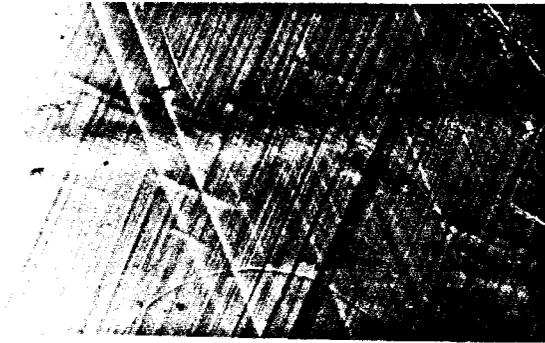
PLANCHE I : GaAs dopé Indium



$\epsilon = 3\%$ $T = 600^{\circ}\text{C}$ a



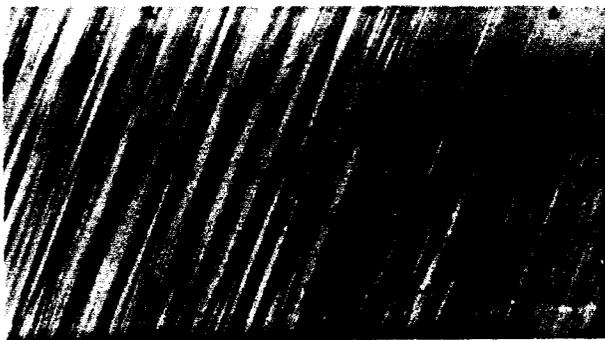
$\epsilon = 5,4\%$ $T = 500^{\circ}\text{C}$ b



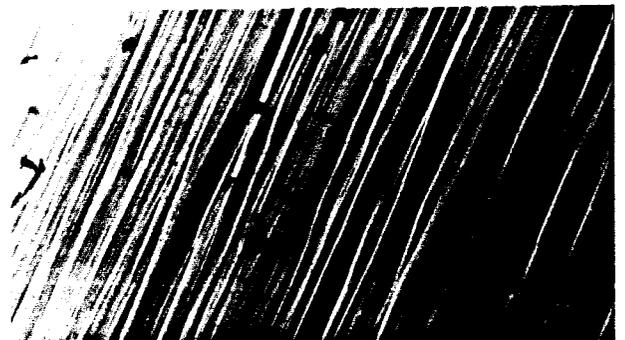
$\epsilon = 5,5\%$ $T = 400^{\circ}\text{C}$ c



$\epsilon = 4\%$ $T = 350^{\circ}\text{C}$ d



$\epsilon = 4\%$ $T = 300^{\circ}\text{C}$ e



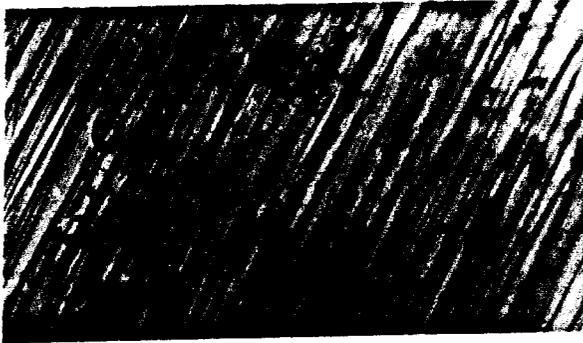
$\epsilon = 6,6\%$ $T = 260^{\circ}\text{C}$ f

Figure III-5

GaAs dopé Indium

Evolution du faciès de glissement avec la température (faces {154} observées en contraste interférentielle Nomarski). (Grandissement x 225). Suite de la séquence au verso.

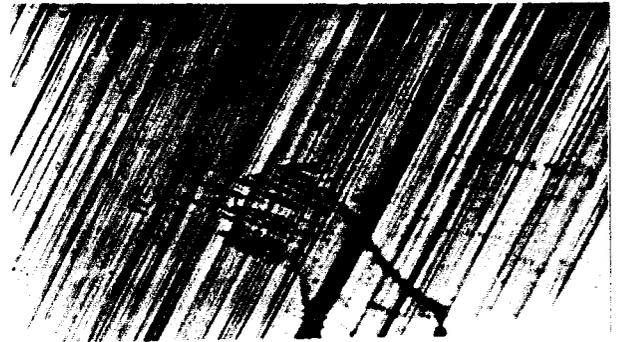
PLANCHE I (SUITE)



$\epsilon = 4\%$

$T = 250^\circ\text{C}$

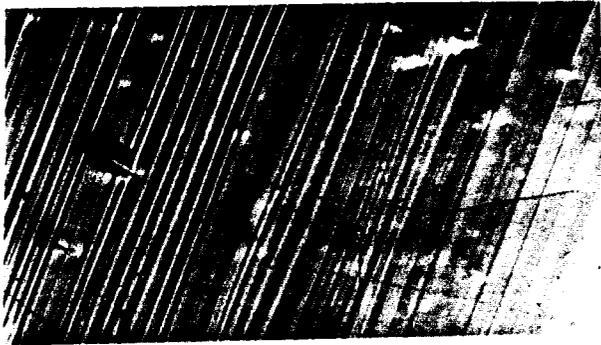
g



$\epsilon = 5,5\%$

$T = 230^\circ\text{C}$

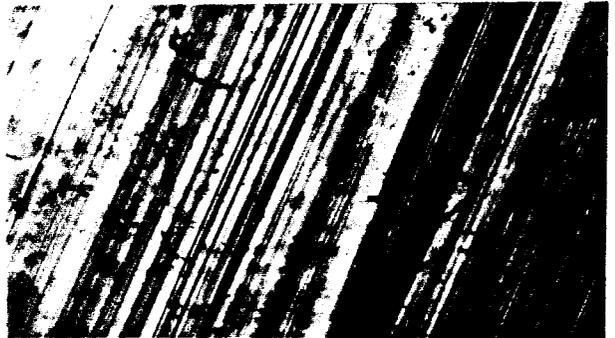
h



$\epsilon = 5,5\%$

$T = 220^\circ\text{C}$

i



$\epsilon = 3,5\%$

$T = 180^\circ\text{C}$

j

Figure III-5 (suite)

GaAs dopé Indium.

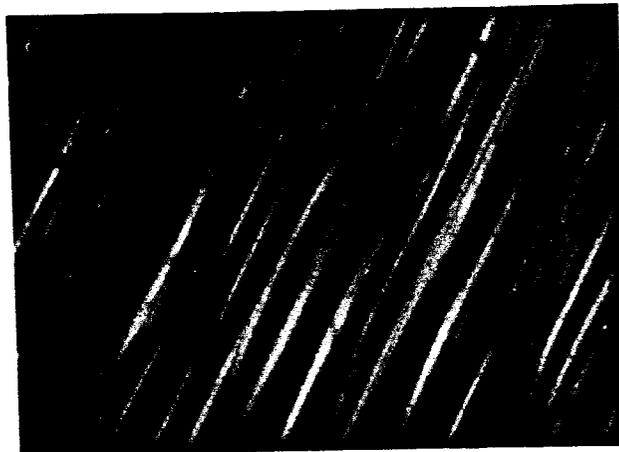


Figure III-6

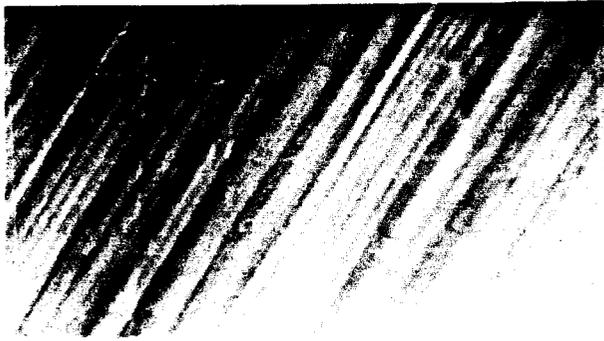
GaAs : In . Aspect sinueux particulièrement marqué des traces de glissement.(Faces{154})
Agrandissement de la figure III-5e ($\theta = 300^\circ\text{C}$).

La planche II montre l'évolution comparative en fonction de la température de la structure de glissement dans le cas du matériau semi-isolant. On retrouve essentiellement les mêmes caractéristiques que dans le cas du matériau dopé Indium, avec cependant un domaine d'activité des déviations beaucoup plus étalé, de 200°C au minimum à environ 400°C. Le maximum d'activité apparaît également à 300°C. D'une manière générale, ces déviations présentent un aspect beaucoup plus dense et fin que dans le cas du dopage à l'indium. Ceci reste toutefois approximatif car déduit d'une observation optique macroscopique. Nous y reviendrons ultérieurement. On retrouve à plus basse température un glissement qui redevient à nouveau très rectiligne et très fin (figure III-7f) comparable au matériau dopé Indium aux mêmes températures.

La planche III montre l'évolution comparative du matériau codopé Indium-zinc. Il est surprenant de constater que malgré le caractère apparemment "froid" de ce matériau (fissuration fréquente liée à la fragilisation aux températures de l'ordre de 350°C et en-dessous), les déviations présentent ici également un maximum d'activité entre 350°C et 300°C. La même remarque vaut dans le cas du dopage n(Se) (planche IV, figure III-9). Les matériaux dopés n : Se et dopés Zn-In sont très clairement fragiles, comme le montre la présence quasi-systématique de fissures aux températures de l'ordre de 400°C et en-dessous et la déformation particulièrement hétérogène mise en évidence dans ces cas, surtout à haute température. L'exploitation des résultats de plasticité, et de même la comparaison avec les résultats publiés par d'autres auteurs, nécessitent donc quelque prudence (chapitre IV).

Le matériau codopé In-Zn a été également étudié en fluage (cf annexe I). Les déviations apparaissent très clairement aux mêmes températures. Il semble donc que le domaine d'apparition des déviations dépend peu, à priori, du dopage et de sa nature, et également de la vitesse de déformation plastique, beaucoup plus lente dans le cas du fluage. Ce domaine serait donc la manifestation d'un effet contrôlé pour l'essentiel par la température (paragraphe III. 4).

PLANCHE II : GaAs non dopé Semi-Isolant



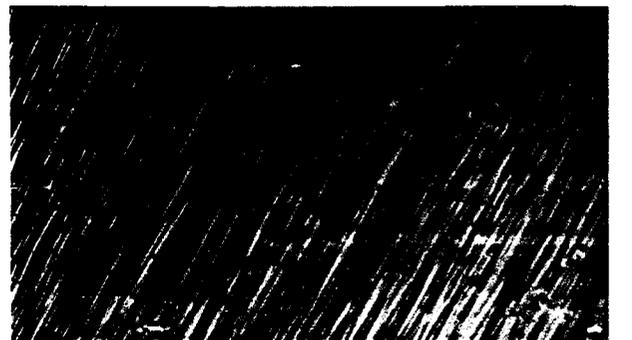
$\epsilon = 2,8\%$ $T = 550^{\circ}\text{C}$ a



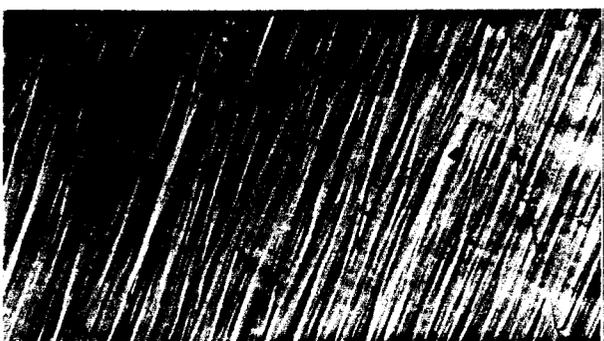
$\epsilon = 2,6\%$ $T = 400^{\circ}\text{C}$ b



$\epsilon = 2,8\%$ $T = 350^{\circ}\text{C}$ c



$\epsilon = 3,6\%$ $T = 300^{\circ}\text{C}$ d



$\epsilon = 4,6\%$ $T = 250^{\circ}\text{C}$ e



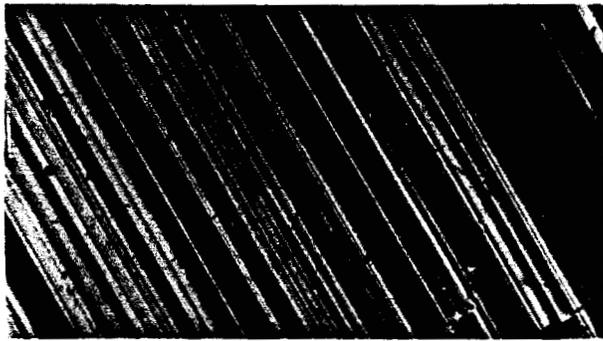
$\epsilon = 4,6\%$ $T = 200^{\circ}\text{C}$ f

Figure III-7

GaAs Semi-isolant

Evolution du faciès de glissement avec la température (faces {154}).(Grandissement x225)

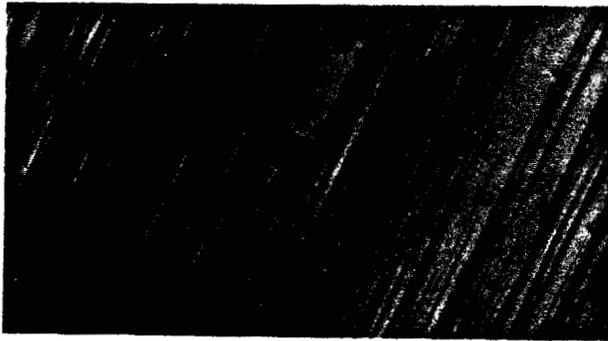
PLANCHE III : GaAs codopé Indium et Zinc



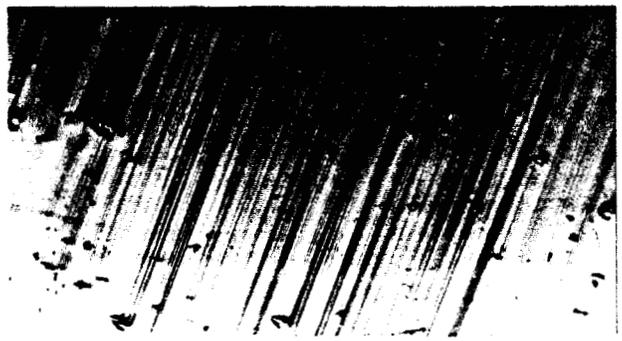
$\epsilon = 1,1\%$ $T = 550^{\circ}\text{C}$ a



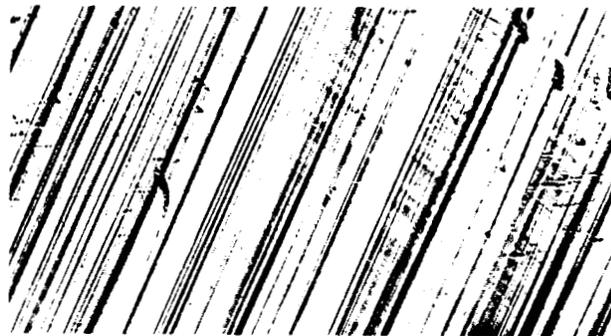
$\epsilon = 2,6\%$ $T = 450^{\circ}\text{C}$ b



$\epsilon = 3\%$ $T = 350^{\circ}\text{C}$ c



$\epsilon = 3,5\%$ $T = 300^{\circ}\text{C}$ d



$\epsilon = 3,4\%$ $T = 350^{\circ}\text{C}$ e

Figure III-8

GaAs codopé Indium et Zinc

Evolution du faciès de glissement avec la température (faces {154}).(Grandissement x225)

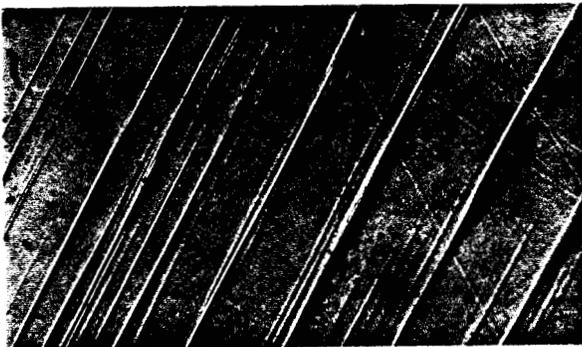
PLANCHE IV : GaAs dopé Sélénium



$\epsilon = 2\%$ $T = 400^\circ\text{C}$ a



$\epsilon = 3,5\%$ $T = 350^\circ\text{C}$ b



$\epsilon = 4\%$ $T = 350^\circ\text{C}$ c



$\epsilon = 4\%$ $T = 325^\circ\text{C}$ d

Figure III-9

GaAs dopé n (sélénium)

Evolution du faciès de glissement avec la température (faces {154}).(Grandissement x225)

III.3 - DEFINITION D'UNE LIMITE ELASTIQUE

Dans les essais directs, la présence du crochet de compression masque l'approche du seuil d'écoulement plastique (limite élastique). Dans ce cas, il est habituel de prendre pour limite élastique conventionnelle la valeur de la contrainte au minimum de la courbe $\sigma(\epsilon)$, c'est-à-dire au pied du crochet (Lower Yield Point, L.Y.P.). Ce minimum résulte d'une balance entre la multiplication en avalanche des dislocations à l'origine de la décroissance rapide de la contrainte, et le durcissement qui apparaît par suite des interactions au fur et à mesure que la déformation progresse. La véritable limite élastique est plus basse. Elle ne peut pas être extrapolée directement à partir des courbes. La même remarque vaut pour le volume d'activation V_a , caractéristique du mécanisme qui contrôle la déformation et traditionnellement mesuré au minimum du crochet de compression.

L'analyse du régime transitoire qui accompagne l'établissement d'une sous-structure de dislocations stabilisée au cours de l'essai à vitesse imposée a été effectuée en détail par Escaig et al (1982). Dans l'hypothèse d'un processus thermiquement activé (chapitre IV), l'équation d'Orowan de la déformation

$$\dot{\gamma} = \rho b v \quad (3-1)$$

permet d'établir une première équation d'état

$$\dot{\gamma}_t = \rho b v_0 \cdot e^{\frac{-\Delta G_0(T)}{kT}} \cdot e^{\frac{V \cdot \tau_e}{k \cdot T}} \quad (3-2)$$

où $\dot{\gamma}_t$ est la vitesse de déformation imposée par le déplacement de la traverse. $\dot{\gamma}_t$ s'identifie à la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$ de l'échantillon lorsque la contribution élastique $\dot{\gamma}_e$ de l'ensemble machine-échantillon devient négligeable. Ceci est vérifié au minimum du crochet de compression et au-delà, dès lors que le durcissement reste faible (Figure III-2). Dans cette relation, ρ est la densité de dislocations mobiles, b est le vecteur de Burgers, v_0 est le facteur préexponentiel qui, dans l'expression de la vitesse d'une dislocation, rend compte du processus microscopique d'avancée de la dislocation. $\Delta G_0(T)$ est l'énergie de formation totale de l'évènement élémentaire d'activation (double décrochement), V et τ_e sont respectivement le volume d'activation vrai (égal à b fois l'aire critique d'activation d'un double décrochement) et la contrainte qui agit effectivement sur le segment de dislocation activé.

Le durcissement qui accompagne la multiplication rapide des dislocations est formellement introduit par une deuxième équation d'état qui relie la contrainte appliquée τ_a à la contrainte "effective" τ_e par la relation

$$\tau_a = \tau_e + f(\rho) \quad (3-3)$$

La fonction $f(\rho)$ rend compte de ce durcissement. Elle est supposée ne dépendre que de la densité de dislocations mobiles ρ et a formellement le sens physique d'une contrainte interne (Alexander et Haasen (1968)). Escaig et al, déjà cités, ont montré qu'on pouvait relier, par combinaison des équations 3-2 et 3-3, la fonction $f(\rho)$ au volume d'activation vrai (chapitre IV)

$$V = kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}}{\partial \tau} \right)_{T,s.s.c} \quad (3-4)$$

La forme de la relation est particulièrement simple lorsqu'elle est exprimée au niveau minimal de contrainte (L.Y.P.)

$$\left(\frac{df}{d\rho} \right)_{L.Y.P.} = f(\rho)_{L.Y.P.} = \frac{kT}{V} \left(\frac{1}{\rho} \right)_{L.Y.P.} \quad (3-5)$$

τ_e et V sont donc en principe connus si on connaît les formes fonctionnelles de $f(\rho)$ et de ρ . Les hypothèses de base du modèle reposent ici sur deux équations :

$$\left| \begin{array}{l} f(\rho) = A \sqrt{\rho - \rho_c} \\ \rho = \rho_c + \left(\frac{\tau_a - \tau_e}{\mu b} \right)^2 \end{array} \right. \quad (3-6)$$

$$(3-7)$$

qui introduisent formellement une densité critique de dislocations mobiles à partir de laquelle le durcissement devient effectif, c'est-à-dire $f(\rho) = 0$ si $\rho < \rho_c$. L'équation 3-6 est tout à fait équivalente (à ρ_c près) à la forme classique de l'équation de durcissement $A\sqrt{\rho}$ introduite par Alexander et Haasen (1968) pour rendre compte de l'interaction de forêt dans les semiconducteurs tétravalents.

La combinaison des équations 3-5, 3-6, 3-7 et de la relation de définition du volume d'activation apparent (chapitre II) conduit à deux équations finales qui relient les grandeurs apparentes mesurées aux grandeurs physiques vraies recherchées, V et τ_e :

$$(V_a)_{L.Y.P.} = V \quad (3-8)$$

$$(\tau_a)_{L.Y.P.} = \tau_e + \frac{2kT}{V} \left(\frac{\rho - \rho_c}{\rho} \right)_{L.Y.P.} \quad (3-9)$$

le terme $\frac{2kT}{V} \left(\frac{\rho - \rho_c}{\rho} \right)_{L.Y.P.}$ s'identifiant à $f(\rho)$.

L'équation 3-8 montre que le volume d'activation apparent s'identifie au volume d'activation vrai à condition de le mesurer au niveau de contrainte minimale (L.Y.P.) des courbes $\sigma(\epsilon)$. L'équation 3-9 montre que la limite élastique vraie peut être effectivement déduite de la valeur de la contrainte mesurée en ce même point, à condition d'estimer la quantité $\frac{\rho - \rho_c}{\rho}$. L'hypothèse $f(\rho) = 0$ si $\rho < \rho_c$ sous-entend que ρ est nécessairement supérieur à ρ_c dans ce modèle. Il n'y a pas a priori de limite supérieure à la valeur de ρ . L'importance de la correction apportée par $f(\rho)$ dépend essentiellement de la quantité $\frac{\rho_c}{\rho}$ évaluée au minimum du crochet de compression. Dans les matériaux III-V, et dans GaAs en particulier, le durcissement reste en général très faible au cours du stade I qui suit immédiatement le passage par le minimum du crochet. La densité de dislocations mobiles devrait donc être sensiblement constante, et de même le volume d'activation apparent dont on vérifie, dans GaAs, qu'il évolue de façon relativement monotone avec la déformation (Ferré 1987), en accord avec une sous-structure de dislocations qui évolue peu au cours du temps. Ceci suggère que la quantité ρ prise au minimum du crochet ne devrait pas être très différente de ρ_c (équation 3-6). Escaig et al. (1982), Ferré (1987), ont choisi une valeur $\frac{\rho_c}{\rho} = \frac{3}{4}$ pour rendre compte au mieux des résultats obtenus sur InSb. Ceci conduit à une correction en $\frac{kT}{2V_a}$ pour la limite élastique. Cette correction a été estimée par Karmouda (1984) dans le cas de GaAs : S.I. et prise en compte par Gall (1985) dans le cas de InP. Cette correction est en général faible au niveau de contrainte minimale $\tau_{L.Y.P.}$ et s'annule aux températures élevées, ce que traduit bien l'évolution des courbes de déformation qui montrent la disparition progressive du crochet lorsque la température croît. Ainsi que l'a souligné Karmouda, cette correction ne s'identifie pas à la contrainte athermique τ_μ (chapitre IV) mesurée au palier athermique, à la température particulière pour laquelle les obstacles deviennent transparents.

Ce qui précède montre que la quantité $\frac{\rho_c}{\rho}$ peut être choisie de façon assez arbitraire, comprise entre 0 et 1 (équation 3-9). Boivin (1988) a testé la formule 3-9 dans le cas de monocristaux de GaAs intrinsèque et dopé n (Se) en comparant, à la même température, des essais directs et des essais avec prédéformation (effectués à plus haute température). La comparaison est intéressante. Elle montre qu'à la deuxième déformation, pour laquelle le crochet de compression n'apparaît pas, la contrainte d'écoulement plastique est plus basse que celle mesurée au minimum du crochet dans l'essai direct. Une bonne concordance des résultats a été obtenue dans l'hypothèse $\frac{\rho_c}{\rho} = 0$, soit une correction $\left(\frac{2kT}{V_a} \right)_{L.Y.P.}$, quatre fois

plus grande que la précédente. Ceci sous-entend un durcissement qui devient effectif dès que les premières dislocations, créées ou préexistantes, deviennent mobiles ($\rho_c = 0$). Cette hypothèse est étayée par la remarque que les monocristaux de GaAs contiennent une densité initiale de dislocations de croissance de l'ordre de $10^4/10^5 \text{ cm}^{-2}$ qui peuvent constituer les sources initiales du durcissement et également les germes de multiplication. La correction apparaît excessive, notamment à basse température. Dans le cas du dopage n (sélénium), elle est de l'ordre de 8 MPa pour une contrainte appliquée mesurée de l'ordre de 30 MPa. L'argumentation paraît par ailleurs peu justifiée dans ce cas car le dopage Se, comme le dopage In, apparaît réduire considérablement la densité de dislocations de croissance (paragraphe 1.3.1).

La Figure III-10 montre le résultat d'une expérience comparable à celle conduite par Boivin, dans le cas de GaAs : In et à la température de 260°C . En essai direct, nous mesurons une contrainte de l'ordre de 32 MPa au pied du crochet. L'essai avec prédéformation fournit par extrapolation (voir ci-dessous) une contrainte d'écoulement plastique de l'ordre de 29 MPa. L'écart de 3 MPa se compare avec la valeur $\frac{kT}{2V_{L.Y.P.}} \cong 2,75$ MPa mesurée dans le plateau.

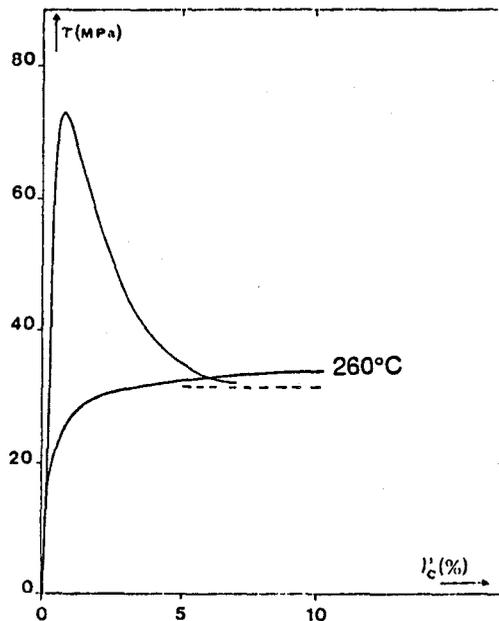


Figure III-10

*Comparaison des courbes de déformation à 260°C
essai direct, essai après prédéformation*

La Figure III-11 illustre l'importance de la correction sur la limite élastique dans le cas du matériau GaAs : In traduite dans un diagramme semi-logarithmique $\text{Ln } \tau = f\left(\frac{1}{T}\right)$ (chapitre IV).

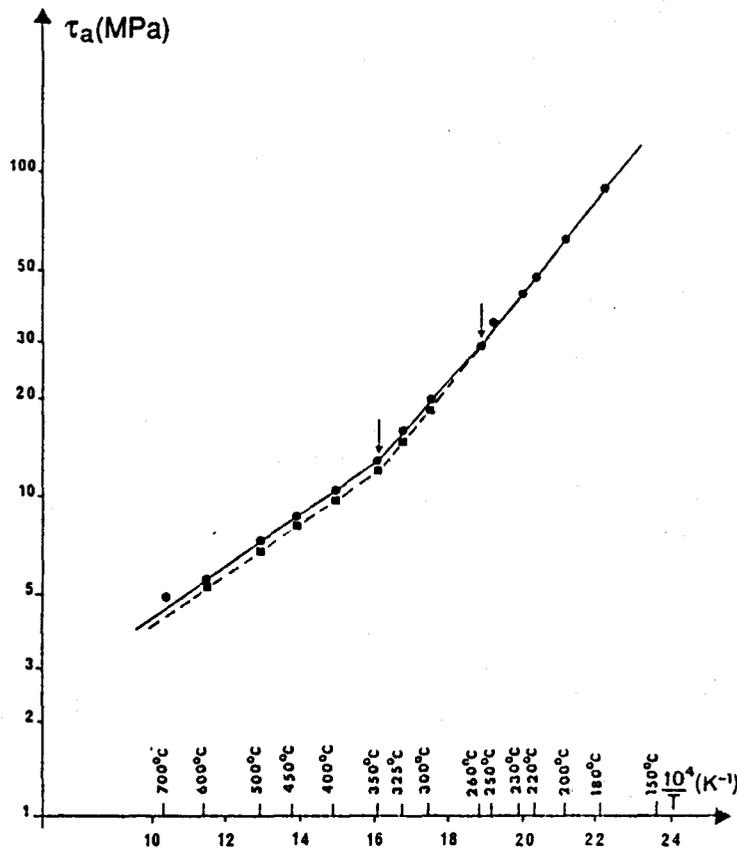


Figure III-11

Diagramme semi-logarithmique $\text{Ln } \tau_a = f\left(\frac{1}{T}\right)$: cas de GaAs : In.
Influence de la correction sur la limite élastique

On observe que les points expérimentaux bruts se distribuent selon trois portions de droites qui se raccordent par des cassures aux températures approximatives 350°C, 230°C. La correction $\frac{kT}{2V_{L.Y.P.}}$ fait disparaître la cassure à 230°C et conduit à un alignement très remarquable des points expérimentaux dans tout le domaine de basse température jusqu'à 350°C où la cassure subsiste. Une correction quatre fois plus importante exagérerait considérablement la cassure à 230°C, en inversant les pentes. L'importance de la correction de limite élastique apparaît sur cette figure dans le fait qu'elle réduit plus ou moins artificiellement les pentes. La mesure de ces pentes conduit en fait à une détermination expérimentale de l'énergie d'activation apparente ΔG_a qui est donc plus ou moins abaissée selon l'ordre de grandeur donné à cette correction.

Dans le domaine des basses températures, lorsque le recours à la prédéformation est nécessaire, l'absence d'un crochet de compression rend caduque ce type de correction. On observe dans ce cas un durcissement parabolique d'autant plus prononcé que la température est plus basse (Figure III-4). Ceci rend délicat le repérage d'une limite élastique représentative du seuil d'écoulement plastique. Différentes définitions de ce seuil ont été

proposées dans la littérature. Nous avons choisi une méthode d'extrapolation basée sur l'évolution des volumes d'activation avec le taux de déformation (Crampon et al. 1974). Sa signification physique repose sur le comportement très différent de la relaxation de contrainte de part et d'autre de la limite élastique. Nous illustrons ceci à l'aide de la figure III-12 qui montre dans le cas du dopage n : Se l'évolution simultanée de la courbe $\sigma(\epsilon)$ et du volume de relaxation $V_a(\epsilon)$. Le stade préplastique est bien associé à une variation très brutale du volume V_a qui se stabilise ensuite.

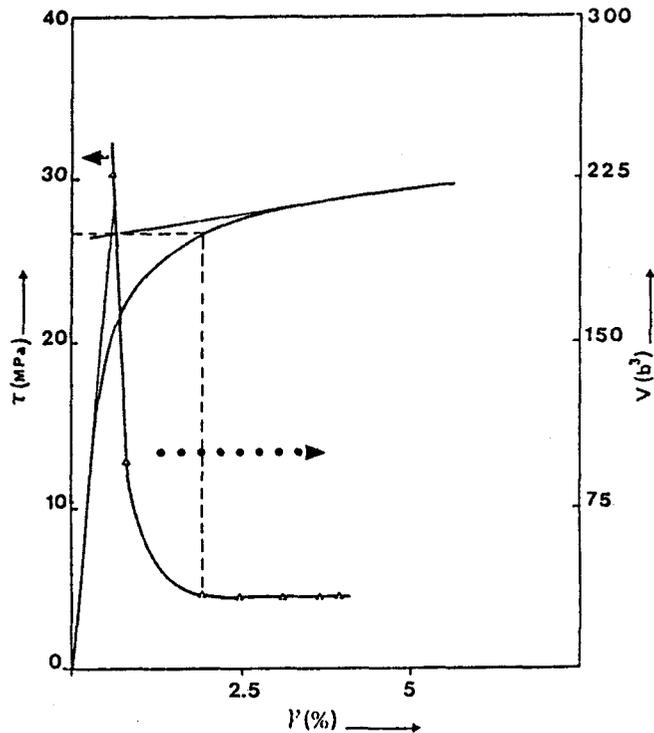


Figure III-12

Evolution simultanée de la courbe $\sigma(\epsilon)$ et du volume de relaxation $V_a(\epsilon)$. (Cas de GaAs:Se)

Le fait que le volume de relaxation devient alors indépendant de la déformation traduit très clairement la stabilisation d'une sous-structure de dislocations telle celle qui régit le stade macroplastique en régime de stade I. L'extrapolation sur la courbe $\sigma(\epsilon)$ de la valeur de la déformation pour laquelle le volume se stabilise en début de plateau conduit à une mesure du seuil d'écoulement plastique (limite élastique) dont on peut remarquer qu'elle est en très bon accord avec l'extrapolation couramment faite de l'intersection des tangentes aux pentes élastique et plastique. Cette extrapolation des pentes a été utilisée par Omri (1987) et par Boivin (1988). Par contre, Astié et al (1986) ont préféré une définition de limite élastique prise à $\gamma_p \approx 2\%$ pour toutes les températures, soit entre 4,3 % et 5,3 % si on tient compte de la prédéformation. Ceci conduit à des contraintes d'écoulement plastique systématiquement plus élevées mais dont la dépendance thermique reste sensiblement non modifiée.

L'allure des courbes de la Figure III-12 a été vérifiée être très générale quelle que soit la nature du dopant. La stabilisation du volume de relaxation dès la limite élastique franchie s'est avérée par ailleurs fournir un bon critère pour juger de la qualité d'un essai et du degré de confiance à accorder aux valeurs des paramètres d'activation expérimentaux (paragraphe III-5 et chapitre IV).

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

Les tableaux I et II rassemblent les résultats expérimentaux des limites élastiques mesurées selon les définitions données au paragraphe précédent, pour les quatre nuances étudiées, chaque point en température ayant été répété plusieurs fois pour s'affranchir au mieux des effets de la dispersion (paragraphe III-1). Les Figures III-13a,b,c,d montrent les courbes correspondantes en fonction de la température, pour les dopages Indium (a), semi-insolant (b), Indium-Zinc (c) et Sélénium (d) respectivement. La comparaison de ces courbes met en évidence le caractère unique de cette évolution, indépendant de la nature du dopant. L'allure de la variation est désormais classique pour les semiconducteurs III-V. Elle est caractéristique d'un processus de déformation par glissement très activé thermiquement. Karmouda (1984) a le premier suggéré que cette variation extrêmement rapide de la limite élastique observée dans le cas de InSb et GaAs faiblement dopés de type n pouvait se comparer à celle des métaux cubiques centrés à très basse température ($T < 0,2 T_f$), dont on sait qu'elle traduit dans ces matériaux le glissement thermiquement contrôlé des dislocations vis. La prééminence du caractère vis dans le domaine de basse température de InSb a été mise en évidence en microscopie électronique (Karmouda, déjà cité). Elle a été confirmée depuis dans InP (Gall, 1985), dans GaAs (Quélard 1987, Boivin 1988), dans GaSb (Omri 1987).

L'extrapolation linéaire du domaine d'activation thermique que l'on peut faire à partir des courbes $\tau(T)$ des Figures III-13 conduit à une température "seuil" de l'ordre de 250°C pour les nuances In, S.I. et In-Zn, et de l'ordre de 400°C pour la nuance Se. Il ne semble donc pas que l'addition d'Indium ou de Zinc modifie ce seuil. Par contre, le dopage n : Se décale très clairement ce domaine vers les hautes températures. Ces résultats sont en accord avec ceux publiés par Boivin déjà cité.

Les courbes des figures III-13 montrent par ailleurs que le palier athermique est sensiblement atteint, pour les quatre nuances étudiées, aux températures les plus élevées étudiées dans ce travail, $\cong 700^\circ\text{C}$. L'estimation de la contrainte τ_μ et de la température T_a (improprement appelée température "athermique", c'est-à-dire la température à laquelle

°C	T (K)	τ_a (MPa)	V_a (b ³)	$\frac{K.T}{2V_{L.Y.P}}$ (MPa)	τ_a (MPa)
150	423	≥ 115	< 5	/	≥ 115
180	453	88	5	/	88
200	473	62	8	/	62
220	493	49	11	/	49
230	503	42	13	/	42
250	523	34	17,5	/	34
260	533	29	21	/	29
300	573	20,2	38	1,6	18,6
325	598	16	52	1,2	14,8
350	623	13,2	70	1	12,2
400	673	10,1	110	0,7	9,4
450	723	8,4	190	0,4	8
500	773	7,2	300	0,3	6,9
600	873	5,5	650	0,2	5,3
700	973	4,9	≥ 1000	≅ 0,1	4,8

GaAs:In

125	398	≅165	<2	/	≅165
150	423	≅125	≤3	/	≅125
180	453	80	5,2	/	80
200	473	57	8	/	57
230	503	36	14	/	36
250	523	27/28	20/21	/	27/28
260	533	25	23	/	25
275	548	20,4	29	/	20,4
300	573	16,5	43	1,3	15,2
325	598	12,7	62	1,1	11,6
350	623	9,7	90	0,7	9
400	673	6,7	160	0,5	6,2
450	723	4,9	280	0,3	4,6
500	773	3,6	520	0,2	3,4
525	798	3,15	700	0,15	≅ 3
550	823	2,8	≅ 950	0,10	2,7
600	873	2,5	>1000	/	≤2,5

GaAs: S.I

Tableau I : GaAs dopé Indium et GaAs semi-isolant.

Evolution de la limite élastique avec la température (correction en $\frac{KT}{2V}$ incluse)

°C	T (K)	τ_a (MPa)	V_a (b ³)	$\frac{K.T}{2V_{L.Y.P}}$ (MPa)	τ_a (MPa)
250	523	≈ 37	≈ 9	/	≈ 37
300	573	23	26/27	/	23
325	598	20	42	≈ 1,5	18,5
350	623	16,2	62	1,1	15,1
400	673	11	130	≈ 0,5	10,5
450	723	7,9	250	0,3	7,6
500	773	6,9	380	≈ 0,2	6,7
550	823	6,4	550	≈ 0,15	≈ 6,2
600	873	5,8	740	≈ 0,1	5,7
700	973	5	≥1300	<0,1	5

GaAs:In-Zn

260	533	>80	/	/	>80
280	553	>75	/	/	>75
300	573	>65	≈ 7/8	/	>65
325	598	54	≈ 12	/	54
350	623	38,5	17/18	/	38,5
400	673	20,8	43	1,8	19
450	723	11	92	0,8	10,2
500	773	6,8	170	0,5	6,3
525	798	5,8	215	0,4	5,4
550	823	5,1	270	≈ 0,2	4,9
600	873	4,2	≈ 630	≈ 0,10	4,1
700	973	3	≈ 2000	≈ 0	3

GaAs: Se

Tableau II

GaAs codopé Indium et Zinc et GaAs dopé Sélénium
 Evolution de la limite élastique avec la température (correction en $\frac{KT}{2V}$ incluse)

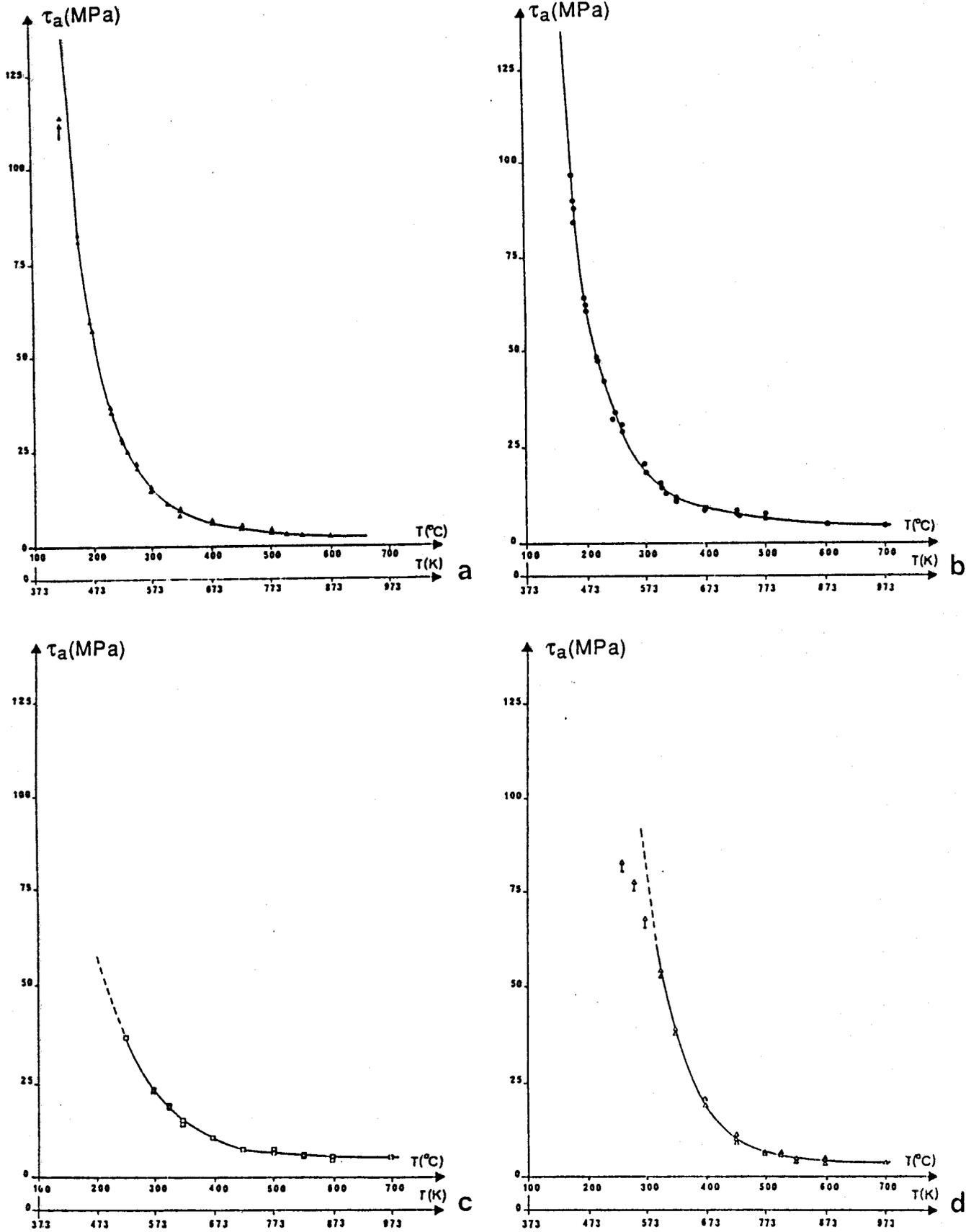


Figure III-13

Evolution de la limite élastique en fonction de la température.

(a) GaAs: S.I. ; (b) GaAs: In ; (c) GaAs: In-Zn ; (d) GaAs: Se .

la contrainte appliquée apparaît effectivement ne plus dépendre de la température) au seuil du palier athermique est utile à connaître dans le cadre de l'analyse thermodynamique de la déformation (chapitre IV). L'extrapolation de ces deux données à partir des courbes $\tau(T)$ est toujours délicate par suite des effets de dispersion. On en obtient une meilleure détermination à partir des courbes $V(T) \rightarrow T_a$ et $V(\tau) \rightarrow \tau_\mu$ (paragraphe III-5). Les valeurs mesurées sont rassemblées dans le tableau III ci-dessous).

	GaAs : In	GaAs : S.I	GaAs : In-Zn	GaAs : Se
τ_μ (MPa)	5	2,5	5	~ 3,5
T_a (K)	~ 973	~ 873	~ 973	~ 923

Tableau III

Contrainte athermique τ_μ et température "athermique" T_a déduites des courbes $\tau(T), V(T)$ et $V(\tau)$ (paragraphe III.5).

On notera le décalage en température introduit par l'addition au matériau non dopé d'un élément dopant, électriquement actif ou non. L'élément zinc n'a pas a priori influencé ce seuil dans le cas du matériau GaAs déjà dopé indium.

III.5 - EVOLUTION DU VOLUME D'ACTIVATION AVEC LA TEMPERATURE ET AVEC LA CONTRAINTE

Le principe de l'essai de relaxation de contrainte et son application à la mesure expérimentale du volume d'activation apparent V_a ont été décrits au chapitre II, paragraphe II-4. Les difficultés inhérentes à cette détermination y ont été largement commentées. Nous n'y reviendrons pas ici dans le détail. Ces difficultés concernent pour l'essentiel l'estimation correcte de la constante de temps c ; cette grandeur dépend fortement de l'interaction machine-échantillon.

Pour améliorer l'intervalle de confiance sur cette grandeur, il est essentiel de procéder à un contrôle de cohérence de sa détermination. Différentes façons de procéder sont envisageables. Toutes reposent sur le test de cohérence assujéti à la relation :

$$\frac{c}{\lambda} \cdot \dot{\gamma}_0 = M^{-1} \quad \text{(Equation 2-11, chapitre II)}$$

c et $\lambda = \frac{kT}{V_a}$ sont déterminées par le test de linéarisation de l'équation phénoménologique de la relaxation.

$$\Delta\tau = \lambda \operatorname{Ln} \left(\frac{t}{c} + 1 \right) \quad (\text{Equation 2-7, chapitre II}).$$

$\dot{\gamma}_0$, vitesse de déformation plastique à l'instant $t = 0$ de la relaxation et M , module machine-échantillon, sont en principe connus. Un contrôle simple de cohérence consiste à comparer le rapport $\frac{c}{\lambda}$ expérimental au rapport $\frac{c}{\lambda}$ "théorique" calculé à partir de la relation $\frac{c}{\lambda} = \frac{1}{M\dot{\gamma}_0}$. Dans la pratique, cette comparaison est à manipuler avec précaution car elle induit des erreurs, liées essentiellement au facteur géométrique M (Equation 2-10, chapitre II) et à $\dot{\gamma}_0$.

M est le facteur de l'interaction machine-échantillon (raideur). Son estimation "théorique" est figée dès lors que les caractéristiques de l'échantillon et de la machine (raideur) sont fixées. Dans la pratique, cette grandeur est très sensible à la "qualité" de l'essai, axialité de l'ensemble montage-échantillon, qualité de l'éprouvette, glissement simple ou multiple (par l'intermédiaire de Φ). Une mesure expérimentale est possible par l'intermédiaire de sa relation de définition : $M = \frac{\dot{\gamma}_e}{\dot{\tau}_a}$ (équation 2-9, chapitre II) où $\dot{\gamma}_e$ est la vitesse de déformation élastique de l'ensemble machine-échantillon et $\dot{\tau}_a$ la vitesse d'accroissement de la contrainte appliquée. Ceci sous-entend qu'il n'y a pas de contribution plastique à cette vitesse. Il est connu que la mesure de cette quantité effectuée en cours d'essai dans la montée élastique est peu fiable (influence des rattrapages de jeu, influence de la qualité des têtes de l'échantillon,...). On en obtient une meilleure estimation en mesurant la pente élastique à la décharge. C'est cette méthode que nous avons utilisée en pratique.

L'erreur sur $\dot{\gamma}_0$ provient essentiellement de la définition de longueur utile de l'éprouvette (paragraphe III-1) et du caractère homogène ou non de la déformation. Elle est beaucoup plus difficile à cerner et c'est très probablement ce paramètre qui est à l'origine de la grande dispersion des valeurs de la constante de temps c .

Dans notre cas, et pour chaque température d'essai, nous avons choisi un test de cohérence portant sur la valeur de M déterminée selon les trois méthodes exposées ci-dessus, à savoir $M_{\text{théorique}}$, $M_{\text{expérimental}}$ et $M_{\text{calculé}}$ à partir de $\frac{c}{\lambda} \cdot \dot{\gamma}_0$. Nous n'avons retenu que les valeurs de c et λ pour lesquelles un bon accord a été obtenu entre les trois valeurs ainsi déterminées. Dans tous les cas, nous avons pu vérifier que la bonne concordance des valeurs de M coïncidait avec des points expérimentaux en limite élastique, constante de temps et volume qui se plaçaient correctement sur les diverses courbes $\tau(T)$, $c(T)$ et $V_a(T)$. La Figure III-14 montre, dans le cas de GaAs dopé indium, l'évolution de la constante de temps avec la température. On voit que la constante de temps varie de quelques secondes à haute température ($\cong 3''$ à 700°C) jusqu'à quelques centaines de secondes à basse température ($\cong 160''$ à 200°C).

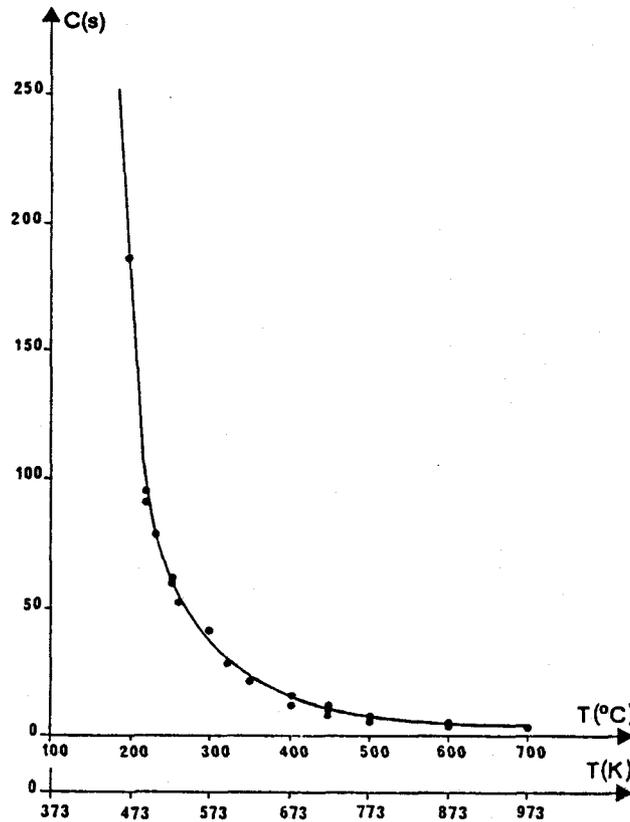


Figure III-14

GaAs dopé Indium

Evolution de la constante de temps avec la température

Des valeurs tout à fait comparables ont été obtenues dans le cas du matériau semi-isolant. Les valeurs de c sont relativement imprécises en-dessous de 10 secondes et au-delà de 200 secondes. On remarquera que le test de cohérence porte essentiellement sur le rapport $\frac{c}{\lambda}$ que l'on retient à partir d'un critère de meilleur ajustement avec la quantité $(\gamma_0 \cdot M)^{-1}$. Différentes valeurs des couples c, λ peuvent donner un même rapport et conduire ainsi à un bon ajustement "théorique". Il faut donc se méfier d'un test de cohérence portant uniquement sur ce rapport. Un test de cohérence portant sur la stricte constante de temps doit nécessairement s'y ajouter. L'évolution de la constante de temps avec la température, dont on attend à priori qu'elle soit monotone (Figure III-14), fournit un test supplémentaire.

Les volumes d'activation définis selon ces critères sont reportés dans les tableaux I et II. L'intervalle de confiance est bon (à quelques b^3 près) aux températures intermédiaires ($10'' \leq c \leq 200''$). Au-delà de 500°C, lorsque plusieurs relaxations sont effectuées au cours d'un même essai, on observe très clairement des fluctuations de la constante de temps, bien que le rapport $\frac{c}{\lambda}$ reste bon. Ceci traduit des volumes d'activation non stabilisés, en rapport

avec des sous-structures de dislocations qui évoluent (restauration, recuit). Ceci est bien en accord avec des relaxations qui cessent très vite d'être logarithmiques (Karmouda, 1984). Pour ces températures, les valeurs des volumes indiquées dans les tableaux sont de ce fait relativement approchées. Elles satisfont toutefois au critère de meilleur ajustement des valeurs de M et de l'évolution $c(T)$. A basses températures ($< 180^\circ\text{C}$ pour les matériaux GaAs : In et GaAs : S.I., $< 280^\circ\text{C}$ pour les matériaux GaAs : In-Zn et Se), l'imprécision sur les valeurs de V_a provient essentiellement du fait que les volumes ne sont pas stabilisés, soit parce que la vraie limite élastique n'est pas atteinte, soit parce qu'une microfissuration se développe.

Les Figures III-15 a,b,c,d et III-16 a,b,c,d montrent l'allure des courbes $V_a(T)$ et $V_a(\tau_a)$ respectivement, pour les quatre nuances étudiées, déduites des tableaux I et II.

On remarquera que les points expérimentaux se placent relativement bien selon des courbes d'allure monotone. L'allure des courbes $V_a(\tau_a)$ est caractéristique d'un mécanisme de franchissement de barrière aidé par l'activation thermique, analogue à celui observé dans les métaux cubiques centrés à très basse température, et interprété comme résultant de la nucléation et de la propagation de doubles décrochements. Ce mécanisme permet à une dislocation de passer d'une vallée de potentiels (Peierls) à la suivante, l'énergie apportée servant à placer le double décrochement en position de "col". La barrière à franchir est d'autant plus élevée que le frottement de réseau qui s'oppose au mouvement de la dislocation est élevé. Ce frottement de réseau est aussi d'autant plus fort que la température est basse. Ceci concerne des volumes d'activation d'au plus quelques dizaines de b^3 (b = vecteur de Burgers) dans les métaux cubiques centrés et un étroit domaine de température ($T \leq 0,2 T_f$). Dans ces conditions, le travail de la contrainte appliquée est d'autant plus grand que le volume est plus petit, en accord avec l'allure $V_a(\tau_a)$. On notera que dans le cas de GaAs (Tableaux I et II), le domaine correspondant de forte activation thermique ($V_a \leq 20b^3$) se situe en-dessous de 250°C ($0,34 T_f$) pour les matériaux dopés Indium et semi-isolant, en-dessous de 300°C ($0,38 T_f$) et 350°C ($0,41 T_f$) respectivement pour les matériaux dopés In-Zn et Se. Dans GaAs, il est donc très clairement décalé vers les hautes températures, comparativement aux métaux cubiques centrés ainsi que l'avait noté Karmouda (1984). Cette évolution des courbes $V_a(T)$ et $V_a(\tau_a)$ est tout à fait en accord avec l'évolution des courbes $\tau_a(T)$ décrite au paragraphe précédent.

A l'opposé, les fortes valeurs du volume d'activation ($\geq 1000 b^3$) sont conformes à ce que l'on attend à l'approche du palier athermique. Théoriquement, celui-ci est atteint lorsque les fluctuations thermiques seules permettent aux dislocations de se déplacer, sans l'aide de la contrainte appliquée, l'énergie fournie par la seule température étant suffisante pour "effacer" la barrière. Dans ce domaine, la contrainte d'écoulement plastique n'est plus contrôlée par le frottement de réseau, et la notion de double décrochement perd tout son sens, ce que traduit un volume d'activation qui tend vers l'infini.

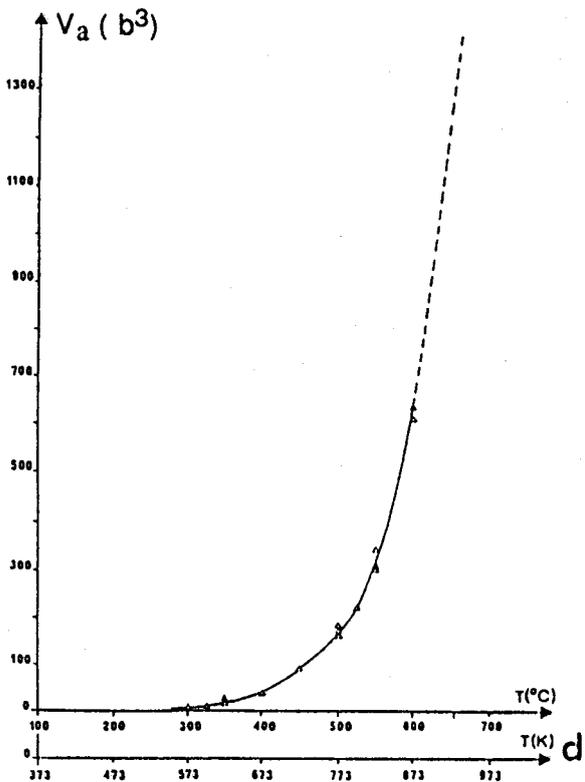
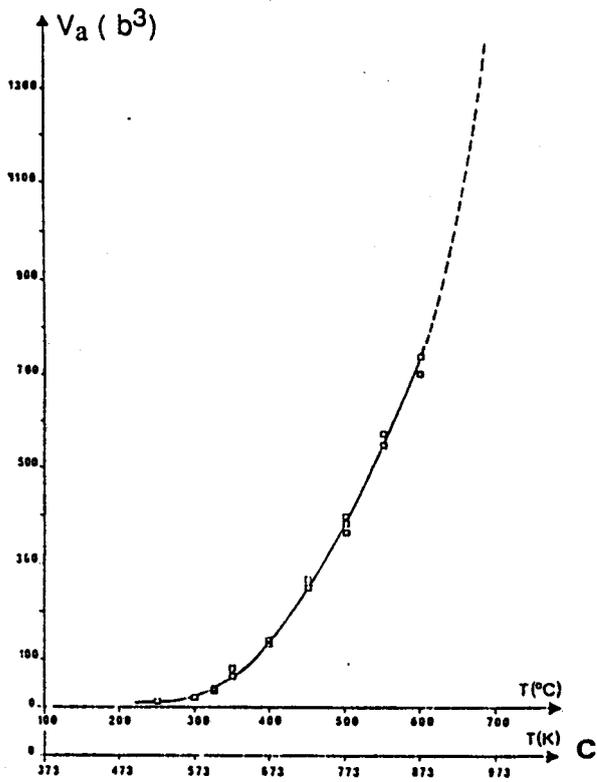
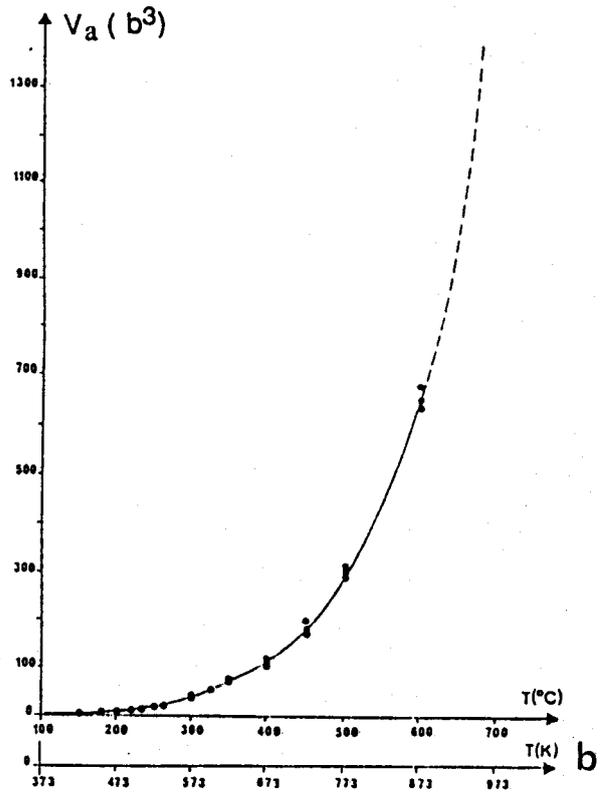
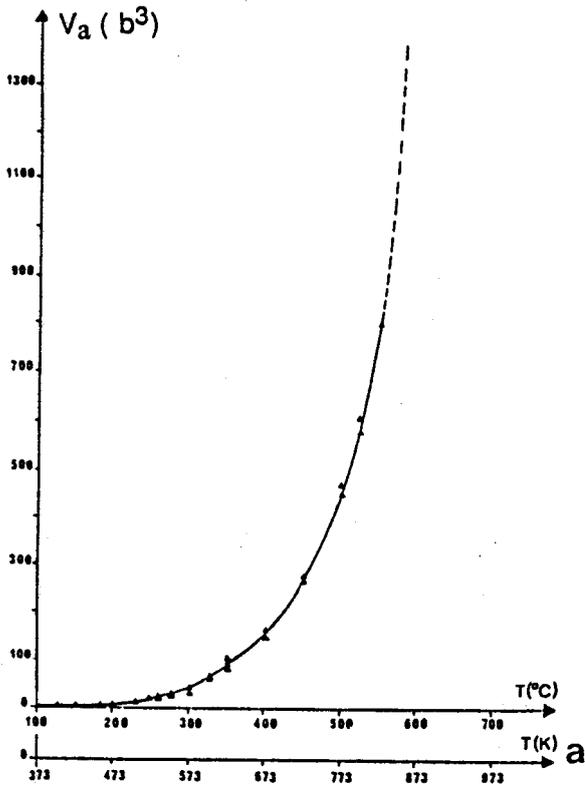


Figure III-15

Evolution du volume d'activation apparent V_a en fonction de la température T .

(a) GaAs: S.I. ; (b) GaAs: In ; (c) GaAs: In-Zn ; (d) GaAs: Se .

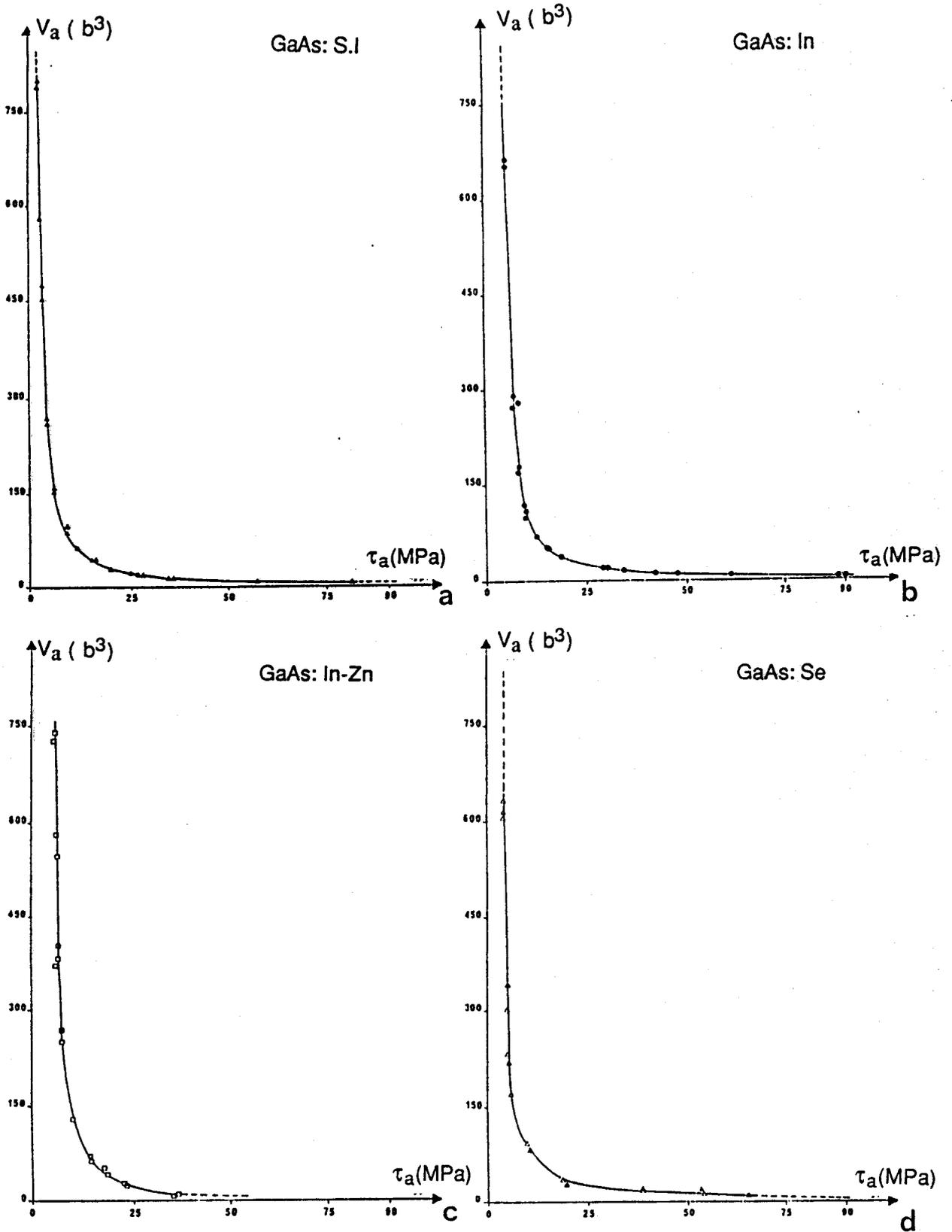


Figure III-16

Evolution du volume d'activation apparent V_a en fonction de la contrainte appliquée τ_a .

(a) GaAs: S.I. ; (b) GaAs: In ; (c) GaAs: In-Zn ; (d) GaAs: Se .

L'extrapolation asymptotique des courbes $V_a(T)$ et $V_a(\tau_a)$ lorsque V_a tend vers l'infini permet de retrouver, avec une précision relativement meilleure, les caractéristiques τ_μ et T_a du plateau athermique (paragraphe III-4). La température athermique T_a est de l'ordre de 600°C pour GaAs : S.I., \cong 650°C pour GaAs : Se, \cong 700°C pour GaAs : In et In-Zn.

Les contraintes athermiques correspondantes τ_μ sont respectivement de l'ordre de 2,5 MPa (S.I.), \cong 3,5 MPa (Se), \cong 5 MPa (In et In-Zn). Ces valeurs sont reportées sur le tableau III, page 81. Elles sont conformes à celles déduites de l'évolution de la courbe $\tau_a(T)$.

III.6 . DISCUSSION

L'étude de l'évolution de la limite élastique avec la température dans le matériau GaAs:In a été faite par différents auteurs (Chapitre I) et sa comparaison avec le cas non dopé (ou semi-isolant) a été établie dans des domaines de température, de dopage ou d'orientation qui ne recouvrent pas forcément les nôtres. L'évolution du volume d'activation avec la température et avec la contrainte est une originalité de ce travail. Il est intéressant à ce stade de discuter de nos propres résultats et de les situer par rapport à ceux qui ont été publiés.

III.6.1 Etude comparative des cas GaAs: In et GaAs: S.I

La figure III-17 montre la superposition des deux courbes donnant l'évolution de la limite élastique avec la température (figure 13 a, b) dans le domaine de température étudié. Elle confirme une évolution essentiellement comparable des limites élastiques, le facteur 2 que nous observons à haute température au niveau du palier athermique confirme la valeur annoncée par Tabache et al. (1986), pour un niveau équivalent de dopage ($\cong 3.10^{20} \text{ cm}^{-3}$), et pour la même géométrie des éprouvettes. A basse température, l'allure de nos courbes suggère également un croisement, observé à une température nettement plus basse cependant ($\cong 150^\circ\text{C}$) que celle donnée par les auteurs ($\cong 400^\circ\text{C}$ voir Chapitre I, Figure I-10). La valeur de 150°C, proche de l'ambiante, s'accorde bien avec les résultats expérimentaux de Androussi et al. (1989) qui ont montré qu'à 20°C (sous pression de confinement), le matériau GaAs: In avait un comportement plus ductile, c'est-à-dire une limite d'élasticité plus basse, que le matériau non dopé. Nous reviendrons sur ce point au chapitre V.

L'influence de l'indium sur la réponse plastique de GaAs apparaît de fait peu marquée si on se réfère à la seule limite élastique. Cette influence devrait être plus facilement traduite dans l'évolution du volume d'activation, celui-ci ayant par sa relation directe à l'aire d'activation un sens physique a priori beaucoup plus approprié pour analyser l'effet de l'indium sur l'événement élémentaire de plasticité. Les figures 18 a et b montrent que c'est

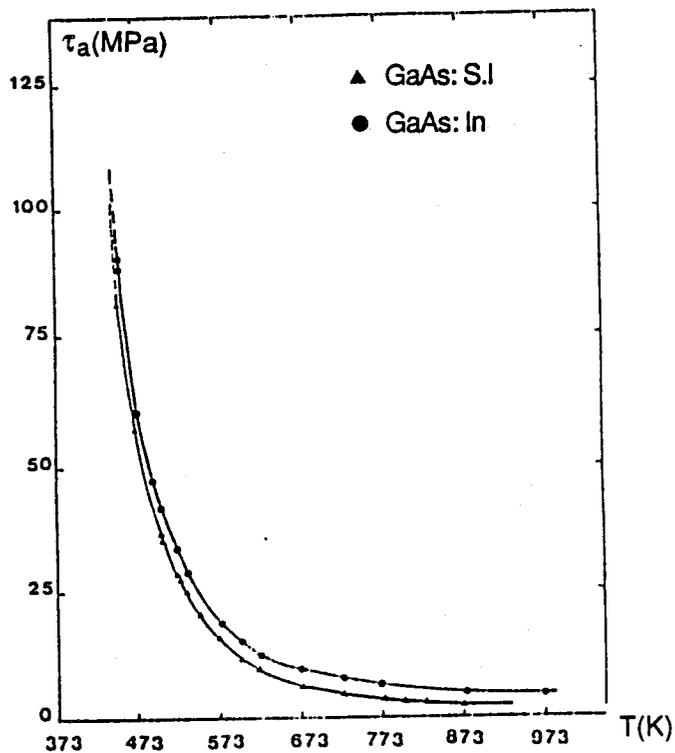


Figure III-17

Comparaison GaAs: In et GaAs: S.I Evolution de la limite élastique avec la température

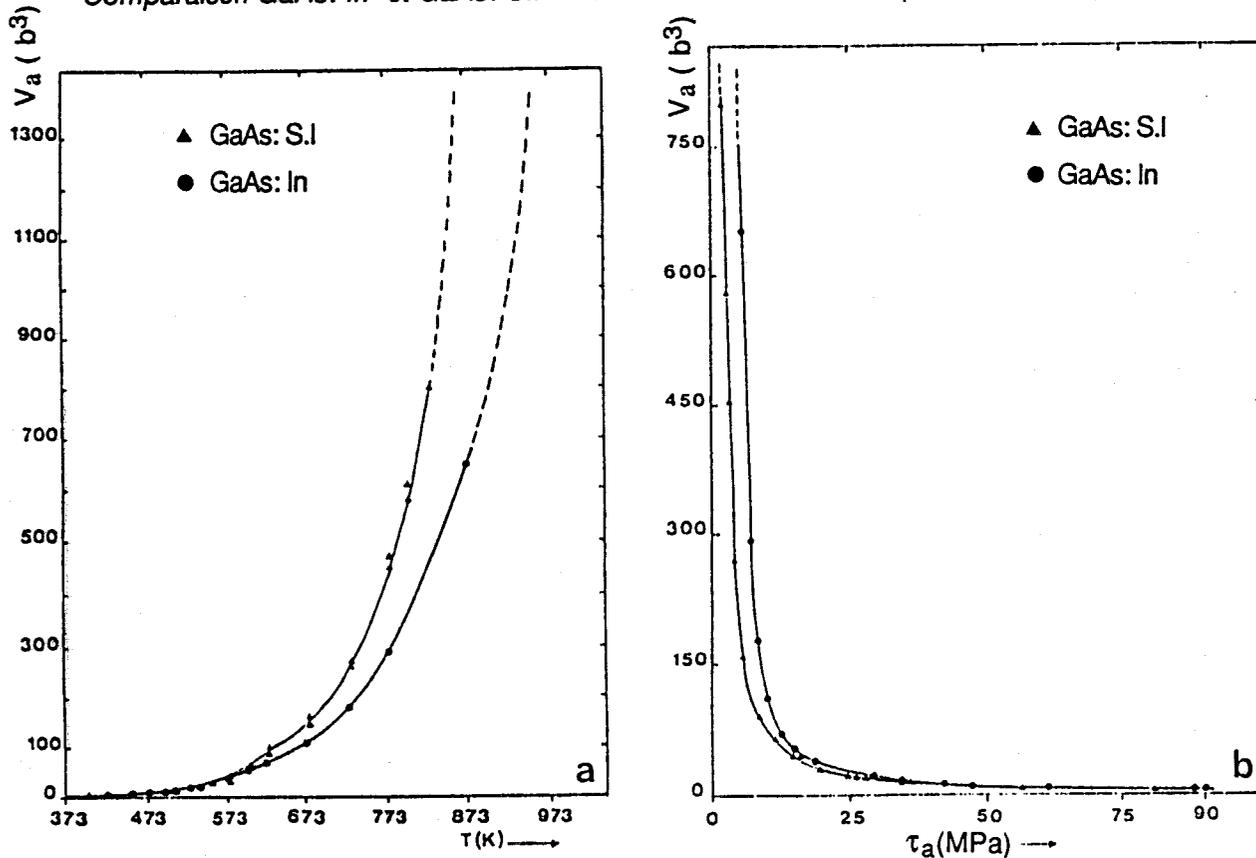


Figure III-18

Comparaison GaAs: In et GaAs: S.I Evolution du volume d'activation avec la température (a) et avec la contrainte (b).

effectivement le cas. L'effet est particulièrement visible sur les courbes $V_a(T)$ (figure 18 a). L'évolution $V_a(\tau_a)$ à haute température (figure 18 b) suit l'évolution athermique de la limite élastique dans le plateau. Sur ces deux figures, on voit clairement que les courbes sont confondues à basse température, jusqu'à 573 K environ ($\cong 300^\circ\text{C}$) d'après la courbe $V_a(T)$, un peu moins d'après la courbe $V_a(\tau_a)$, à la précision des mesures près (chapitre II). Au-delà, l'influence de l'indium va dans le sens d'une diminution du volume d'activation apparent, d'autant plus marquée que la température est plus haute, ou que la contrainte est plus basse. Cette évolution suggère l'interprétation suivante, qui sera reprise plus en détail au chapitre V : A basse température et forte contrainte, c'est-à-dire pour des aires d'activation petites, au plus de quelques b^3 , l'effet du frottement de réseau (régime de Peierls) est très prédominant. En d'autres termes, à forte contrainte, l'événement élémentaire de plasticité, en l'occurrence un double décrochement, n'est pas ou peu influencé par la présence de l'impureté indium. Rappelons qu'à la concentration de $2 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ dans GaAs, il y a un atome d'impureté tous les 1550 nm, soit $\cong 40 b$, si on suppose une solubilité parfaite dans le réseau (chapitre I). On notera que cette valeur est en bon accord avec la valeur de $38 b^3$ mesurée à 300°C dans le cas de GaAs: In (Tableau I). Ce domaine concerne essentiellement le mouvement des dislocations vis, puisqu'il est maintenant bien admis que ce sont les dislocations vis qui contrôlent la plasticité de GaAs (et des semiconducteurs en général) à basse température. A plus haute température, c'est-à-dire pour des niveaux de contrainte plus bas, l'effet de durcissement dû à l'impureté (substitutionnelle) devient compétitif avec le strict effet de réseau. On remarquera que l'écart au comportement de référence représenté par le matériau non dopé débute dans un domaine de températures (250°C à 300°C) pour lequel les observations métallographiques de surface (paragraphe III.2) montrent l'apparition de déviations attribuées au glissement dévié profus des dislocations vis. Ce domaine des déviations est étroitement corrélé à la transition dans l'activation thermique que montrent les courbes $\tau_a(T)$, c'est-à-dire à la disparition progressive de l'effet intrinsèque du réseau sur la limite élastique macroscopique. La réduction de l'aire d'activation apparente, bien corrélée à l'accroissement de la contrainte d'écoulement plastique, suggère de fait une interaction dislocation-impureté, encore activée thermiquement, qui a pris le pas sur l'interaction dislocation-réseau. A haute température, l'effet de frottement de réseau a complètement disparu (régime athermique). L'interaction dislocation-impureté est alors prépondérante (effet de taille dans le cas d'une impureté isoélectronique comme l'indium). Le détail de cette interaction fait évidemment intervenir des modèles microscopiques de localisation de l'impureté Indium dans le réseau ou dans le coeur des dislocations, et de même la diffusivité de cette impureté (chapitre I).

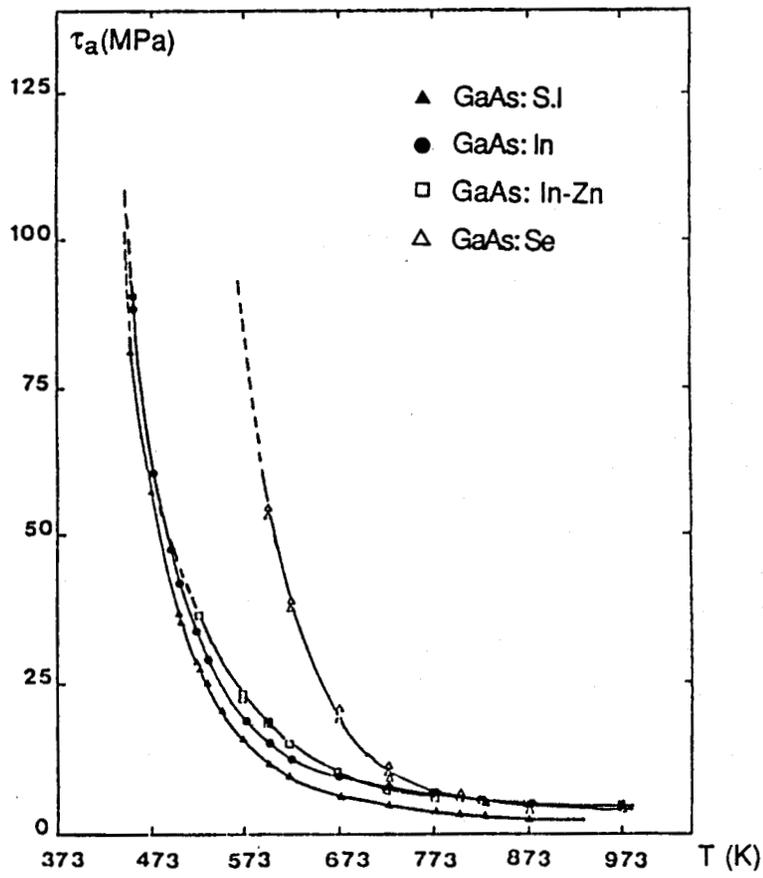
III.6.2 Le codopage Indium-Zinc et le dopage Sélénium

Il s'agit dans les deux cas d'un dopage électriquement actif. Le cas du codopage Indium-Zinc est particulièrement intéressant. Il associe en effet deux effets apparemment contradictoires, de durcissement dans le cas d'un dopant isoélectronique comme l'indium, d'adoucissement dans le cas d'un dopant p comme le zinc, la référence étant toujours le matériau non dopé. L'importance de l'effet, et de même son signe, dépend de la température comme nous l'avons vu dans le cas de l'indium (figure III-17). Nous n'avons pas spécifiquement étudié le cas d'un dopage simple de type p. Dans le cas du zinc, les observations de Boivin et al. (1990 a) montrent un effet durcissant à basse température, ce que traduit le fait que les courbes $\tau_a(T)$ se coupent également, ici vers 200°C (figure I-8), en sens inverse au cas de l'indium.

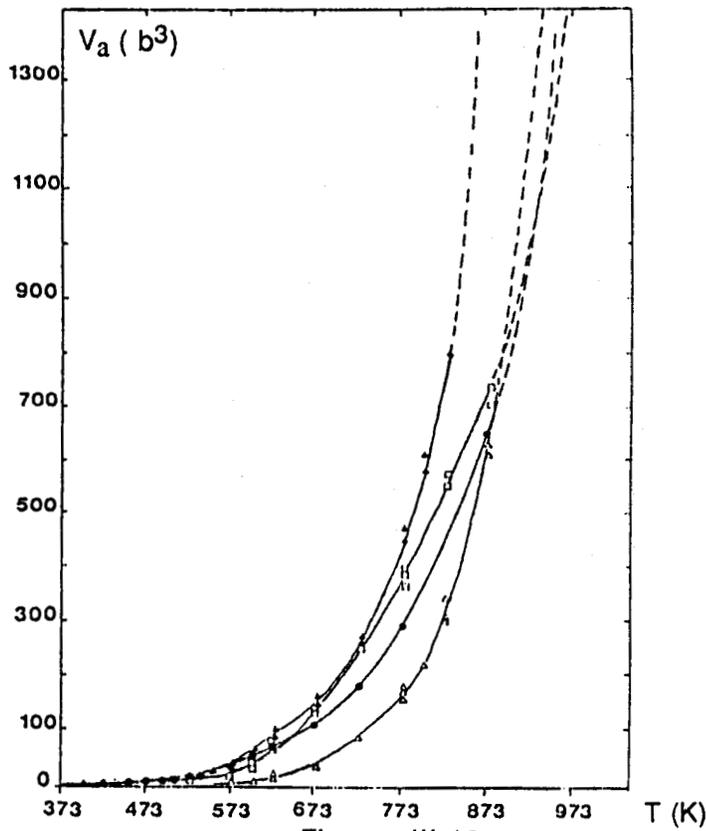
Les figures 19 a et b montrent la position relative des évolutions $\tau_a(T)$ et $V_a(T)$ du codopage p: In-Zn et du dopage n : Se, en superposition sur les courbes précédentes (figures III 17 et 18). La courbe $\tau_a(T)$ montre que l'addition du dopant p: Zn a essentiellement influencé la limite élastique de GaAs dans un domaine de température allant de 250°C à 500°C environ. Dans cet intervalle, le rôle du zinc est durcissant, par référence au cas de l'indium pur (figure 19 a). Les comportements à basse et haute température sont par contre asymptotiques : l'élément zinc apparaît n'exercer aucune influence sur la réponse plastique du matériau déjà dopé Indium dans ces domaines thermiques. Ceci est très différent du cas du matériau non dopé où l'addition de zinc conduit à un adoucissement à toute température supérieure à 200°C (Boivin et al. déjà cités). On remarquera que dans le cas du codopage In-Zn, l'effet de durcissement apparaît dans le domaine de température où se produit la transition entre le régime de basse température (Peierls) et celui de haute température (interactions de forêt). Ce domaine est aussi corrélé à l'activité de déviations attribuées aux dislocations vis (figure III-8).

L'influence d'un codopage In-Zn se vérifie également dans l'évolution thermique du volume d'activation apparent (figure III-19 b) mais de façon apparemment plus complexe. Les courbes "In" et "In-Zn" se coupent vers 350°C, l'influence du zinc sur le volume apparaissant plus marquée au-delà de 350°C et jusqu'à la température athermique qui constitue la même limite asymptotique dans les deux cas. On ne sait pas situer cette influence par référence au matériau non dopé. Il est clair que la présence de l'indium a modifié l'importance de l'effet "électrique" dans le sens d'un durcissement.

Le cas du dopage n: Se a été étudié en détail par Boivin (1988). Nous l'évoquerons ici brièvement. Les figures III 19 a et b montrent que les évolutions de la limite élastique et du volume d'activation apparent, bien corrélées entre elles, sont très parallèles à celles du matériau non dopé: le domaine d'activation thermique apparaît simplement décalé vers les



a



b

Figure III-19

Evolution avec la température de la limite élastique (a) et du volume d'activation (b).
Comparaison des quatre cas étudiés.

hautes températures. Les origines de ce décalage ont été examinées au chapitre I, paragraphe I.2.2. Elles sont attribuées à un effet spécifique du dopage électronique sur le rapport des mobilités des dislocations partielles $30^\circ \alpha$ et β , les dislocations partielles $30^\circ \beta$ étant fortement ralenties en présence du dopant n. L'effet serait ici de nature purement électrique. A haute température, la différence mesurée des seuils d'écoulement plastique (3 MPa et 2,5 MPa tableau III page 81) est très peu marquée. Il est difficile de dire si elle est significative ou non, comparativement au cas du dopage indium où la différence porte uniquement sur un facteur 2. Le rayon covalent du sélénium ($1,16 \text{ \AA}$) étant plus petit que celui de l'indium ($1,44 \text{ \AA}$), on ne devrait pas observer un effet de taille significatif dans ce cas, d'autant que le sélénium, à l'inverse de l'indium, se place en site V, à la place de l'arsenic de rayon covalent sensiblement équivalent ($1,20 \text{ \AA}$). Notre résultat est en désaccord avec celui de Boivin (figure I-8, chapitre I) qui montre au contraire un écart très important dans les plateaux athermiques, (facteur 10 à 4). La figure III-20 montre la position relative des deux courbes, pour un matériau GaAs: Se de même origine (Boivin, 1988). La différence d'allure des deux courbes mérite d'être soulignée : elle est très

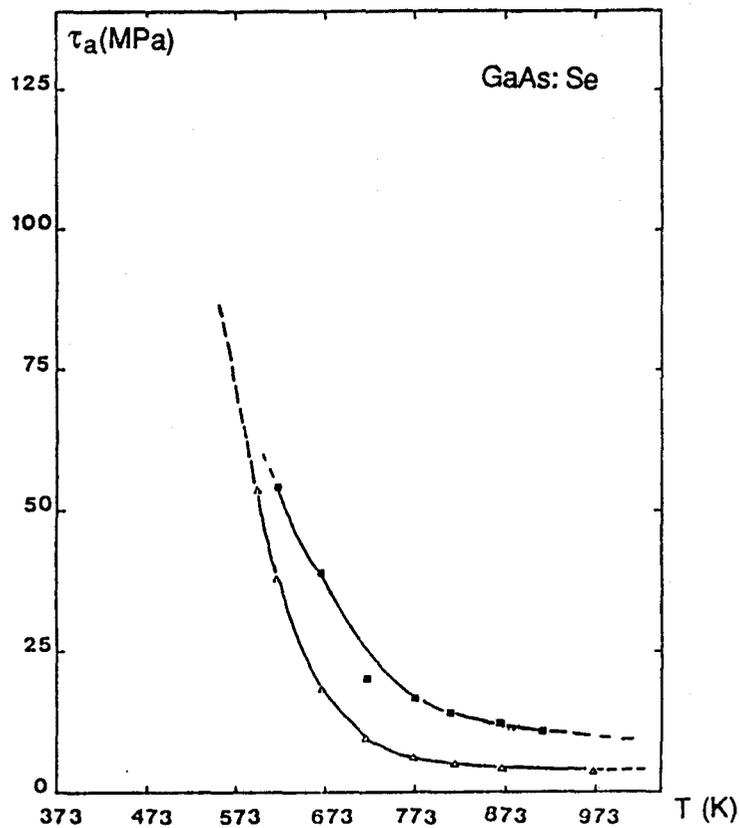


Figure III-20

Cas de GaAs: Se : Evolution comparative des limites élastiques en fonction de la température.

■ Se : d'après Boivin(1988); Δ Se : notre étude. Concentration annoncée dans les deux cas $\cong 2.10^{18} \text{ cm}^{-3}$.

clairement liée aux conditions expérimentales de l'essai de déformation (chapitre III, paragraphe III.3), ou à une hétérogénéité en dopage très marquée du matériau (prélèvement de l'échantillon en tête ou en queue de lingot par exemple). Boivin, déjà cité, a discuté l'importance d'une prédéformation dans le cas du dopage n: Se de GaAs et rapporté un adoucissement de l'ordre de 50% lorsque celle-ci précède l'essai effectué à plus basse température (comparativement à l'essai direct). Nous n'avons pas vérifié cette propriété. Par ailleurs, la correction prise en compte par cet auteur est quatre fois supérieure à la notre (paragraphe III.3), ce qui atténue encore l'écart réel qui devrait être observé sur la figure III-20.

La figure III-20 illustre la difficulté d'établir une comparaison entre différents résultats issus d'origines diverses, même lorsque la source de matériau est identique. Dans ce cas, la référence au matériau non dopé s'impose. Ici également, il faut être prudent. La figure III-21 montre la compilation des résultats de quatre sources différentes (Quélard 1987, Boivin 1988, Karmouda 1984, notre étude). Notre courbe coïncide assez bien avec

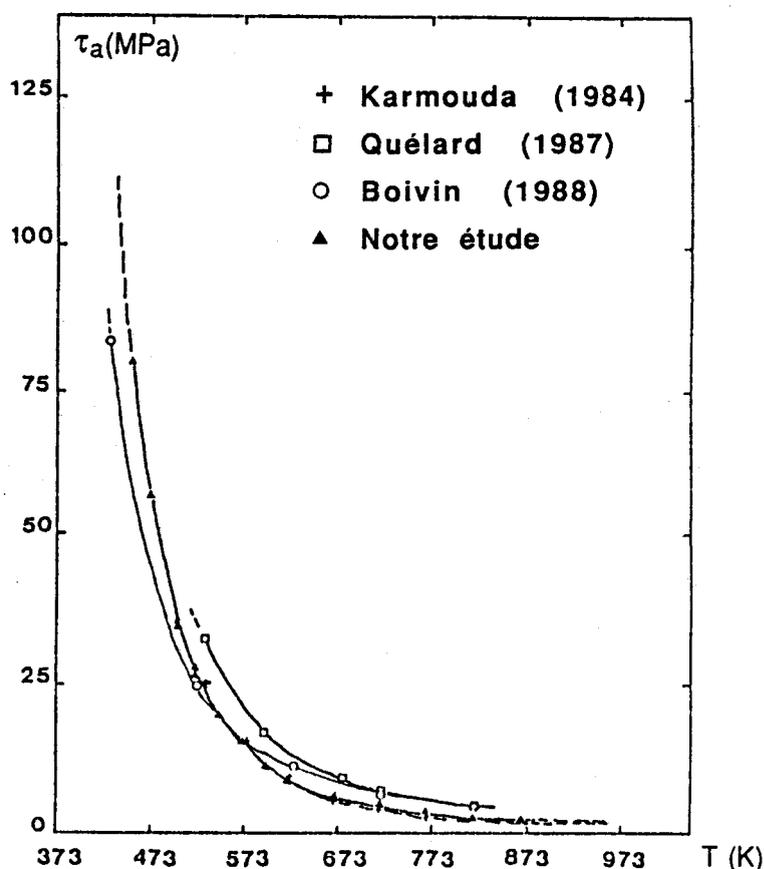


Figure III-21

GaAs non intentionnellement dopé. Allure de variation de la limite élastique avec la température (+ Karmouda (1984); □ Quélard (1987); ○ Boivin (1988); ▲ notre étude).

celle de Karmouda, bien que les montages de déformation sont complètement différents dans leur principe (paragraphe II-3). La courbe de Quélard est très parallèle à la nôtre. L'écart s'explique par le choix de limite élastique à $\gamma = 0,2\%$ fait par cet auteur, avec recours systématique à la prédéformation. L'allure de la courbe de Boivin s'écarte sensiblement de ces cas. Elle ne nous permet pas de l'utiliser comme référence afin d'étudier le rôle de l'indium dans le cas d'un codopage In-Zn par rapport à un dopage Zn simple, ainsi que nous l'avons souligné plus haut, dès lors que cette référence au matériau non dopé ne coïncide pas avec la nôtre.

La figure III 19 a et b a montré des différences significatives dans les effets dus aux différents dopants étudiés, notamment dans la dépendance thermique des volumes d'activation apparents. Les effets sont particulièrement marqués dans le cas du sélénium (dopage n). La figure III-22 regroupe nos résultats dans un diagramme $V_a(\tau_a)$. Ce diagramme est important car il conduit, par intégration directe sous la courbe, à l'énergie d'activation du glissement (chapitre IV).

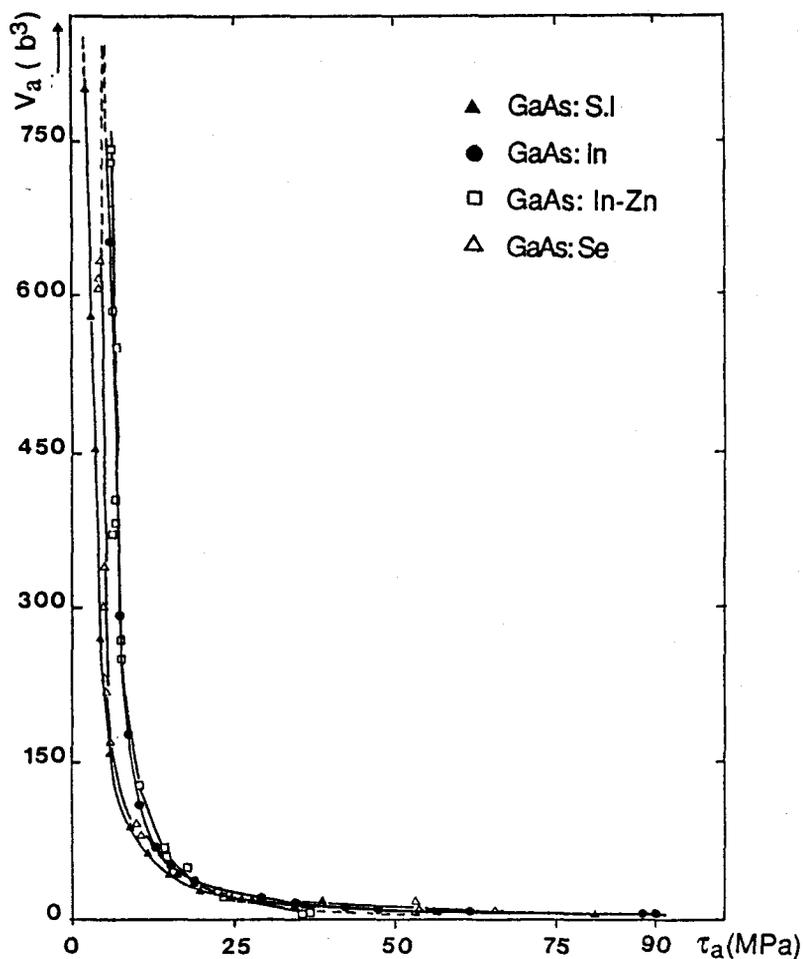


Figure III-22

Compilation des courbes $V_a(\tau_a)$ pour les 4 nuances étudiées dans ce travail.

Il montre deux domaines très différents. Dans l'un, les points représentatifs des quatre nuances étudiées se retrouvent sur une droite quasi-unique. C'est le domaine des fortes contraintes et des basses températures, qui s'étend jusqu'à 260°-300°C environ. Dans l'autre, hautes températures et faibles contraintes, les points expérimentaux configurent les plateaux athermiques.

III.6.3 Le matériau GaAs: In . Eléments de comparaison avec la littérature

La figure III-23 montre, dans un diagramme $\ln \tau = f(1/T)$, nos résultats comparés à ceux publiés par d'autres auteurs (Tabache et al. 1986, Hobgood et al. 1986, Djemel et al. 1986). A titre indicatif, nous avons fait figurer également, lorsque c'était possible, les résultats correspondant au matériau non dopé. On voit immédiatement que la dispersion dépasse largement le cadre de celles rapportées ci-dessus dans le cas du matériau non dopé (figure III-21). Les différences ne s'expliquent pas. Seules les pentes apparaissent respectées. Notre courbe pour le matériau GaAs : In présente une cassure très nette à une température de l'ordre de 350°C (chapitre IV). Une faible cassure subsiste, à cette même température, pour le matériau semi-isolant. On remarquera que la pente à haute température est identique à celle observée par Djemel et al. A basse température, elle se rapproche des pentes mesurées par Tabache et al. et par Hobgood et al. Les résultats d'Hobgood et de Djemel, dont les valeurs sont très au dessus des nôtres, peuvent en partie s'interpréter par le fait que ces auteurs ont choisi une orientation $\langle 100 \rangle$ des éprouvettes de compression, c'est-à-dire une orientation pour laquelle le glissement est multiple, favorisant ainsi un durcissement plus précoce, et ainsi une limite élastique plus élevée. Ce diagramme montre que toute comparaison avec les modèles thermoélastiques de contrainte critique basée sur le critère de limite élastique pour interpréter l'absence de dislocations de croissance (chapitre I) est illusoire, si on se réfère à l'énorme dispersion constatée. L'analyse de ce diagramme, pour ce qui concerne nos propres résultats, sera reprise plus en détail au chapitre IV.

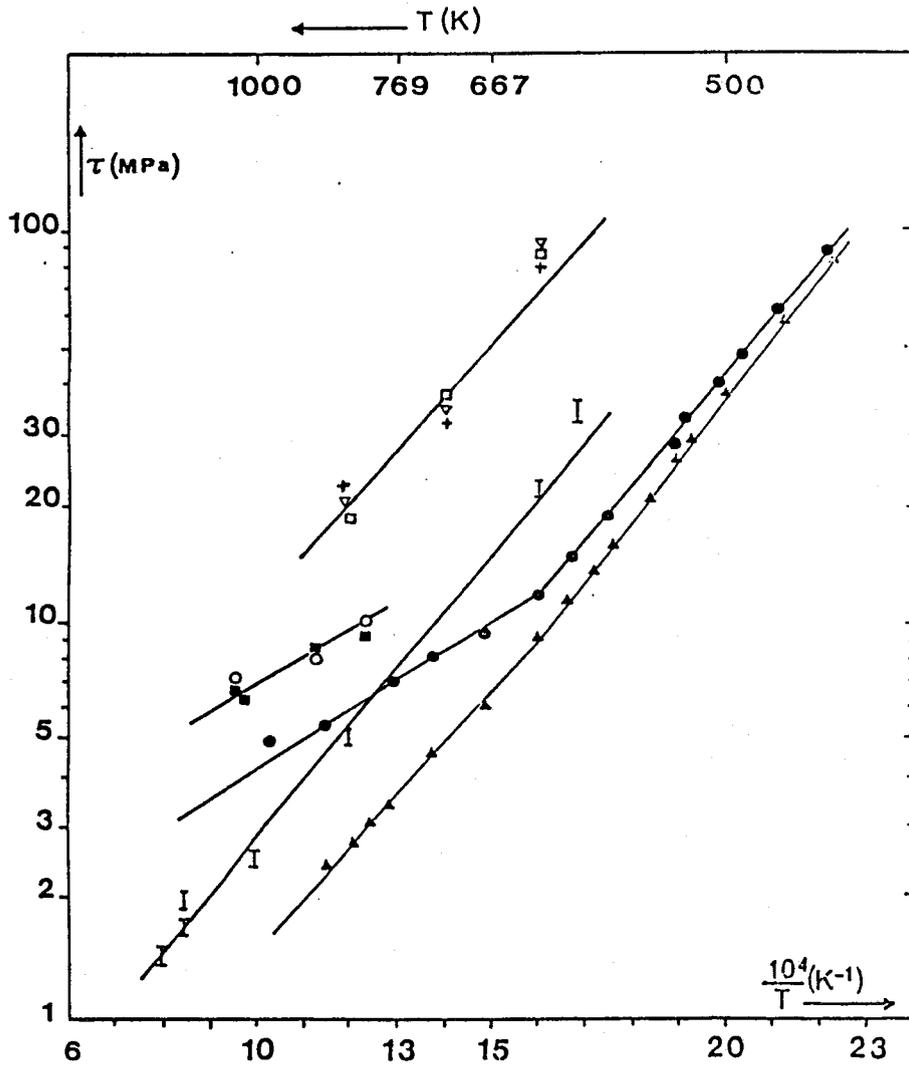


Figure III-23

Coubes $\text{Ln } \tau = f(1/T)$. Comparaison des résultats publiés par différents auteurs.

(∇ GaAs : $\text{In } 1\text{-}2 \cdot 10^{20}$; \square GaAs : $\text{In } 2\text{-}4 \cdot 10^{20}$ + GaAs non dopé d'après Hobgood et al. 1986) .

(\blacksquare GaAs : In (argon); \circ GaAs : In (B_2O_3) : $[\text{In}] \cong 5 \cdot 10^{19}$ Influence de l'environnement Djemel et al. 1986).

(I GaAs : $\text{In} \cong 2,9 \cdot 10^{19}$ Tabache et al. 1986)

(\bullet GaAs : $\text{In } 2 \cdot 10^{20}$; \blacktriangle GaAs non dopé; notre étude).

CHAPITRE IV

ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT

Nous développons dans ce chapitre l'analyse thermodynamique de la déformation basée sur l'existence d'une équation d'état :

$$f(\tau, T, \gamma, \dot{\gamma}, \text{structure}) = 0 \quad (4-1)$$

qui relie les paramètres expérimentaux entre eux, considérés comme des grandeurs d'état. Ceci sous-entend une description de l'activation thermique de la déformation par la thermodynamique des processus réversibles. C'est une approximation justifiée dans la mesure où les temps caractéristiques des relaxations structurales induites par la déformation, aux vitesses considérées dans nos essais, sont très généralement supérieurs aux temps typiques des événements élémentaires de plasticité (doubles décrochements ou franchissement d'obstacles localisés par exemple (Kocks et al. 1975)). Dans ces conditions, l'état de déformation peut être considéré comme un état de quasi-équilibre à la température T et l'application des lois de la thermodynamique se trouve justifiée. Cette description permet, à partir de la donnée des grandeurs d'état, une détermination de l'énergie d'activation caractéristique du mécanisme qui contrôle le mouvement des dislocations, dont elle en donne en principe une signature.

Deux formalismes sont couramment utilisés dans ce type d'analyse, celui de SCHOECK (1965) et celui de HAASEN (1966). Tous deux sont basés sur l'équation d'Orowan de la déformation

$$\dot{\gamma}_p = \rho_m b v \quad (4-2)$$

qui relie la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$ à la densité ρ_m de dislocations mobiles et à leur vitesse moyenne v , b étant le vecteur de Burgers. L'équation d'Orowan relie formellement l'aspect macroscopique de la déformation, qui traduit le comportement collectif d'un grand nombre de dislocations (représenté par ρ_m), à l'aspect microscopique que décrit la vitesse v d'une dislocation individuelle. Elle contient en elle-même l'aspect restrictif qui suppose un comportement moyen identique pour toutes les dislocations. Cela suppose en essence un processus unique d'avancée des dislocations, et des obstacles identiques qui en contrôlent le mouvement. Dans le cas contraire, il faut sommer les différentes contributions à $\dot{\gamma}_p$ et l'analyse devient très vite impossible à gérer.

Ces deux formalismes reposent sur des bases physiques très différentes quant à leur approche de la vitesse v d'une dislocation individuelle. Le formalisme de Schoeck repose sur une véritable analyse thermodynamique du mouvement des dislocations basée sur la notion probabiliste de franchissement d'obstacles localisés avec l'aide de la contrainte appliquée et de la température. Il permet d'accéder par la mesure expérimentale aux paramètres de l'activation thermique ΔG et V caractéristiques de l'évènement élémentaire de plasticité. Il ne décrit pas la courbe contrainte-déformation.

Le formalisme de Haasen prend pour base une équation phénoménologique de la vitesse d'une dislocation individuelle, déduite de l'expérience, et de même une loi de multiplication qui s'accorde à une loi expérimentale. Le modèle développé dans le cas des semiconducteurs tétravalents décrit correctement la courbe contrainte-déformation dans la zone du crochet de compression (ou de traction). Il conduit à une expression phénoménologique simple de l'équation de la déformation lorsqu'on exprime les variables du modèle au minimum du crochet de compression (Lower Yield Point). Le sens physique d'un certain nombre de paramètres entrant dans le modèle reste toutefois délicat à interpréter et les conditions d'application du modèle demeurent restrictives.

Nous examinons tour à tour ces deux modèles avant d'en faire l'application à nos propres résultats.

IV.1 - LE FORMALISME DE L'ACTIVATION THERMIQUE : (Schoeck, 1965)

Dans ce formalisme, le glissement thermiquement activé des dislocations s'interprète en introduisant des barrières d'énergie libre, de hauteur ΔG_0 , que la dislocation doit franchir, pour se déplacer, avec l'aide de la contrainte appliquée et de la température. L'équation qui régit ce franchissement s'écrit :

$$\Delta G_0 = \Delta W + \Delta G(\tau, T) \quad (4-3)$$

où ΔW est le travail fourni à la dislocation par les forces "extérieures" appliquées et ΔG représente la contribution d'origine thermique au franchissement des barrières, ou énergie d'activation.

Ces barrières d'énergie sont caractéristiques des obstacles que les dislocations rencontrent au cours de leur mouvement. Ces obstacles sont, a priori, de deux types :

- soit ils correspondent à des interactions à grande distance. Ils peuvent alors être physiquement représentés par des barrières de grande amplitude mais de faible hauteur. C'est le cas des contraintes dites "internes".



- soit ils correspondent à des interactions à courte distance. La barrière d'énergie est alors localisée. C'est le cas des défauts (défauts ponctuels, impuretés, dislocations sécantes) mais aussi des forces périodiques dues au réseau lui-même (collines de Peierls) dont la période est de l'ordre de b (b = vecteur de Burgers).

L'activation thermique est fournie par les modes vibratoires de la ligne de dislocation. Le franchissement d'un obstacle par activation thermique nécessite le mouvement coordonné des atomes le long de la ligne. On conçoit aisément que ceci ne peut s'opérer que dans un domaine très localisé au voisinage du défaut, au plus de l'ordre de quelques centaines de b^3 . C'est de fait le caractère très localisé de l'interaction qui rend aisée l'activation thermique du mouvement. A l'opposé, le franchissement des barrières de grande amplitude ne peut pas être activé thermiquement.

Le franchissement d'obstacles localisés par la dislocation requiert que l'activation thermique fournisse l'énergie libre (au sens de Gibbs) minimale nécessaire pour amener une partie de la dislocation (la longueur d'activation) en position de col. Cette énergie est fournie par la température et la contrainte. Dans le formalisme de la thermodynamique des processus réversibles, elle s'identifie à la grandeur ΔG , énergie libre de Gibbs, fonction des variables d'état τ et T . On peut formellement écrire sa variation :

$$d(\Delta G) = \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T} \right)_{\tau, s.s.c} dT + \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} \right)_{T, s.s.c} d\tau \quad (4-4)$$

où le terme s.s.c. signifie que la sous-structure de dislocations reste constante (équation d'état 4-1).

Les dérivées partielles de ΔG s'identifient respectivement à une entropie d'activation ΔS et à un volume d'activation V .

$$\Delta S = - \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T} \right)_{\tau, s.s.c} \quad (4-5a)$$

$$V = - \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} \right)_{T, s.s.c} \quad (4-5b)$$

L'accroissement d'entropie ΔS résulte du désordre de position des atomes introduit par la fluctuation.

Le volume V reflète l'extension spatiale de la zone d'activation. C'est physiquement le nombre d'atomes impliqué dans les fluctuations thermiques cohérentes requises pour le franchissement de l'obstacle.

Dans les matériaux semiconducteurs, à basse température, et plus généralement dans les matériaux à potentiel de Peierls élevé, où la barrière d'énergie est due pour

l'essentiel au frottement de réseau, il est communément admis que l'avancée de la dislocation se fait par création et propagation latérale de doubles décrochements en des sites répartis de façon aléatoire le long de la ligne. Le volume d'activation représente alors, à b près, l'aire d'activation d'un double décrochement élémentaire sur la dislocation, depuis sa position d'équilibre (vallée de Peierls) jusqu'à sa position de col (colline).

Le caractère a priori statistiquement indépendant des événements d'activation le long d'une ligne de dislocation permet de postuler que la probabilité pour que l'activation thermique fournisse l'énergie ΔG minimale nécessaire au franchissement d'une barrière est donnée par une loi d'Arrhénius : pour un processus thermiquement activé unique constitué d'obstacles tous identiques, l'équation d'Orowan de la déformation (4-1) permet d'exprimer la vitesse de déformation plastique sous la forme :

$$\dot{\gamma}_p = \dot{\gamma}_0 \cdot e^{-\frac{\Delta G(\tau, T)}{kT}} \quad (4-6)$$

Le terme $\dot{\gamma}_0$, appelé facteur de fréquence, représente une sommation sur tous les sites d'activation. Il est caractéristique de la structure de dislocations par l'intermédiaire de ρ_m et de la distance l entre les sites d'activation. Il est supposé ne dépendre que faiblement de la contrainte et de la température.

Dans l'équation (4-6), le terme τ correspond à la composante thermiquement activée de la contrainte, c'est-à-dire la contrainte effectivement disponible lors du franchissement de l'obstacle localisé. Il ne s'identifie pas en toute rigueur à la contrainte appliquée τ_a . Il faut tenir compte de l'effet des contraintes internes résultant des interactions élastiques à longue portée qui s'exercent sur la dislocation.

$$\tau_a = \tau_{\text{eff}}(T, \dot{\gamma}) + \tau_i \quad (4-7)$$

Le terme τ_i traduit l'histoire thermo-mécanique du matériau car relié aux autres défauts (volumiques ou de surface) hérités des traitements antérieurs (dislocations de croissance, dislocations générées par déformation). S'agissant d'interactions à longue portée, on admet que sa dépendance en température est très faible, essentiellement reliée à celle du module de cisaillement. On remarquera dans l'équation 4-7 que la contrainte interne τ_i est physiquement la contrainte minimale qu'il faut appliquer à l'échantillon pour que la dislocation ait la possibilité de se propager (auquel cas $\tau_{\text{eff}} = 0$).

La notion de contrainte interne permet de définir le travail des forces extérieures appliquées (équation 4-3) lors du processus de franchissement.

On montre facilement (Schoeck 1965) qu'il s'exprime en fonction de la contrainte de cisaillement τ_{eff} appliquée sur la dislocation et du volume d'activation V

$$\Delta W = \tau_{\text{eff}} \cdot V \quad (4-8)$$

On retrouve ce résultat et l'équation 4-3 en considérant un développement limité de $\Delta G(T, \tau)$ autour de $\tau = 0$, limité au premier ordre en τ .

$$\Delta G(T, \tau) = \Delta G(T, 0) + \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} \right)_{T, \text{SSC}} \Delta \tau$$

soit $\Delta G(T, \tau) = \Delta G(T, 0) - V \cdot \tau$ d'après (4-5b)

où $\Delta G(T, 0)$ est la hauteur de barrière à contrainte effective nulle. Elle s'identifie à ΔG_0 de l'équation (4-3). Il a été montré que cette barrière ne dépendait de la température que par l'intermédiaire du module de cisaillement (Surek et al. 1973).

Les équations 4-3, 4-6 et 4-8 conduisent à :

$$\Delta G(\tau_{\text{eff}}, T) = kT \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_p} = \Delta G_0(T) - \tau_{\text{eff}} \cdot V(T, \tau_{\text{eff}}) \quad (4-9)$$

La quantité $\ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_p}$ peut être estimée. Dans la plupart des situations physiques correspondant aux essais standard, et pour la plupart des matériaux, elle varie peu et peut être considérée comme une constante de l'essai de déformation. Elle dépend en effet assez peu de la température, de la contrainte ou de la vitesse de déformation en raison de sa forme logarithmique. Dans les métaux, sa valeur estimée est de l'ordre de 25.

L'équation 4-9 montre ainsi que l'énergie d'activation ΔG est proportionnelle à la température, et dépend de la contrainte uniquement au travers du terme $\tau_{\text{eff}} \cdot V$.

L'équation $\Delta G_0(T) = \tau_{\text{eff}} \cdot V + kT \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_p}$ (4-10)

est l'équation fondamentale de l'activation thermique. Elle suppose essentiellement un mécanisme unique qui contrôle le mouvement des dislocations.

Pour une barrière ΔG_0 fixée, l'efficacité de l'activation thermique sera fonction du poids relatif des quantités $\tau_{\text{eff}} \cdot V$ et $kT \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_p}$. Il y aura activation thermique efficace si ces deux quantités sont au moins du même ordre de grandeur. Une forte activation thermique correspondra de même à de faibles volumes d'activation, en accord avec les observations expérimentales.

L'équation 4-10 montre qu'à contrainte effective nulle, il existe une température T_a , ou température athermique, au-delà de laquelle l'énergie thermique seule suffit à surmonter la barrière. ΔG_0 , définie par :

$$\Delta G_0 = k T_a \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_p} \quad (4-11)$$

représente ainsi le travail maximum requis pour surmonter la barrière d'énergie à contrainte effective nulle. Elle est par suite caractéristique du mécanisme intrinsèque qui contrôle la vitesse de la dislocation (et la déformation plastique si toutes les dislocations vont à la même vitesse).

La température T_a est de ce fait une donnée expérimentale importante à obtenir (chapitre III).

L'équation 4-7 montre qu'à contrainte effective nulle également, $\tau_a = \tau_i$. Cela identifie, dans ce formalisme, la contrainte interne à la contrainte athermique τ_μ (paragraphe III.4) définie comme la valeur de la contrainte au plateau athermique atteint à la température T_a .

IV.2 - LE FORMALISME DE HAASEN (1966)

Ce formalisme a été initialement introduit pour rendre compte des particularités des courbes de fluage en régime stationnaire des cristaux covalents (Haasen 1966). Il s'est inspiré d'un modèle ancien de Johnston et Gilman (1959) décrivant de façon phénoménologique la courbe contrainte-déformation (présence d'un crochet de compression) de monocristaux de LiF. Un développement complet et argumenté du formalisme de Haasen a été publié en 1968 (Alexander et Haasen, 1968). Cette publication sert toujours de référence aux nombreuses études entreprises depuis lors sur la plasticité des semiconducteurs et plus généralement des cristaux à frottement de réseau élevé. Ce modèle a été aussi très discuté (Schröter et al. 1983, Karmouda 1984, Rabier et George 1987, Oueldennaoua et al. 1988). Nous n'en ferons ici qu'un bref rappel.

Comme dans le modèle de Johnston et Gilman, le modèle de Haasen prend pour base l'équation d'Orowan (4-2)

$$\dot{\gamma}_{\text{plast.}} = \rho_m b v \quad (4-2')$$

les quantités ρ_m et v étant extrapolées à partir d'une loi de vitesse $v(\tau, \rho_m)$ (équation 4-12) et d'une loi de multiplication $\rho_m(\tau, \dot{\gamma})$ (équation 4-13), toutes deux déduites de l'expérience:

$$v = B(T) \cdot \tau_{\text{eff}}^m \quad (4-12)$$

$$\dot{\rho}_m = \frac{d\rho_m}{dt} = K \cdot \rho_m \cdot v \cdot \tau_{\text{eff}} \quad (4-13)$$

Ces deux lois décrivent le comportement de dislocations individuelles. Elles ont été vérifiées dans le LiF, mais aussi dans Si, Ge, InSb, par des mesures directes de vitesses utilisant la technique de la double figure d'attaque et le comptage des points d'émergence des dislocations. La dépendance thermique de la vitesse v décrite par le terme $B(T)$ dans l'équation (4-12) est observée suivre assez bien une loi d'Arrhénius, avec une énergie d'activation Q relativement indépendante de la contrainte τ (Haasen 1966, 1967). L'équation

$$v = v_0 \cdot \left(\frac{\tau_{\text{eff}}}{\tau_0} \right)^m \cdot e^{-Q/kT} \quad (4-12')$$

rend bien compte de l'expérience tout au moins dans les domaines limités de température ou de contrainte où elle a été testée, le coefficient m étant de l'ordre de 1 à 2.

L'extrapolation des équations "microscopiques" (4-12) ou (4-12') et (4-13) à la description du comportement macroscopique représenté par l'équation d'Orowan (4-2') repose sur au moins deux hypothèses que l'expérience ne vérifie que dans certaines conditions car elles sont restrictives :

1 : la déformation est homogène

2 : la densité de dislocations mobiles ρ_m s'identifie à la densité de dislocations totale ρ_t ; autrement dit, toutes les dislocations participent à la déformation. Il faut par ailleurs ajouter à l'hypothèse 2 le fait que toutes les dislocations sont supposées se déplacer à la même vitesse moyenne v .

L'expérience montre que la déformation des semiconducteurs est rarement homogène, surtout à basse température où elle se concentre dans des bandes étroites, avant de se propager à la manière des bandes de Lüders des métaux. L'hypothèse $\rho_m = \rho_{\text{total}}$ est le point discutable, et discuté du modèle. Il est vrai qu'elle est sensiblement vérifiée aux faibles déformations, lorsque les dislocations nouvellement créées sont encore en nombre limité et restent confinées pour la plupart dans leur plan de glissement d'origine (plan primaire). C'est précisément le cas de figure des mesures de vitesses individuelles. A plus forte déformation, lorsque cette densité augmente, l'activation de systèmes secondaires, ou même de déviations à partir du plan primaire, crée par interaction ou réaction de nouvelles entités, dipôles et multipôles, dont le caractère plus ou moins sessile va bloquer la propagation des dislocations "mobiles". Dans ces conditions la densité ρ_m devrait être

inférieure à la densité totale ρ_t , la différence représentant la densité des dislocations "immobilisées", arbres, dipôles,.... .

Le modèle d'Alexander et Haasen (1968) repose en outre sur l'hypothèse d'une densité de dislocations initiale faible, mais non nulle, ρ_0 . Le caractère non nul est requis pour qu'il y ait effectivement début de multiplication. Une faible densité est une condition nécessaire pour que cette multiplication soit efficace, c'est-à-dire pour qu'un crochet (de traction ou de compression) soit effectivement observé. De fait, le modèle cesse d'être applicable lorsque l'essai est précédé d'une prédéformation (chapitre III) dont le but est d'introduire une densité des dislocations initiale importante, dans les cas où la multiplication est précisément peu efficace (cas des basses températures par exemple). Une faible densité initiale satisfait également aux hypothèses du modèle dans la mesure où toutes les dislocations créées pendant la déformation le sont à partir d'un petit nombre de sources : elles ont donc a priori les mêmes caractéristiques, donc les mêmes vitesses.

Dans les équations 4-12' et 4-13, τ_{eff} représente la contrainte qui agit effectivement sur la dislocation mobile. τ_{eff} a le même sens physique que dans l'équation 4-7: elle n'est égale à la contrainte appliquée τ_a qu'en absence de contrainte interne. C'est la situation qui prévaut dans le domaine des faibles déformations. La contrainte interne τ_i naît des interactions entre dislocations présentes; elle croît au fur et à mesure que la déformation augmente. Par analogie avec les métaux où le calcul repose sur l'interaction élastique entre dislocations-coins, Haasen pose pour expression de la contrainte interne

$$\tau_i = A\sqrt{\rho_i} \quad (4-14)$$

avec $A = \frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)}$ dans le cas de dislocations coins pures.

Dans cette équation, la quantité ρ_i représente la densité de dislocations en interaction. Dans la logique du modèle, cette quantité est identifiée à la densité totale ρ_t , c'est-à-dire finalement à ρ_m (c.f hypothèse 2). La grandeur moyenne $\tau_i = A\sqrt{\rho_m}$, qui représente en réalité une fonction de durcissement, permet d'exprimer τ_{eff} dans le repère macroscopique de la déformation :

$$\tau_{eff} = \tau_a - A\sqrt{\rho_m} \quad (4-15)$$

Les équations (4-13) et (4-15) sont les postulats de base du modèle. La relation entre τ_a et ρ_m , densité de dislocations mobiles, détermine le durcissement. La relation entre $\dot{\gamma}$ et ρ_m

détermine la multiplication* des dislocations. La combinaison de ces deux relations avec l'équation d'Orowan détermine une fonction implicite $f(\gamma, \dot{\gamma}, \tau_a) = 0$, c'est-à-dire finalement l'équation de la courbe de déformation, soit $\gamma(\dot{\gamma}, \tau_a)$ pour le fluage, soit $\tau_a(\gamma, \dot{\gamma})$ pour les essais à vitesse imposée. L'existence d'une inflexion dans la courbe de fluage ou d'un crochet sur les courbes de traction ou de compression est la manifestation du caractère compétitif de la multiplication en avalanche et du durcissement dans le domaine des faibles déformations (zone du crochet). Les poids relatifs de ces mécanismes s'équilibrent au minimum du crochet de compression, ou de façon équivalente au point d'inflexion de la courbe de fluage. L'équation de la courbe de déformation prend précisément une forme analytique simple en exprimant les différentes grandeurs qui y interviennent au minimum du crochet ou au point d'inflexion, points en lesquels il est admis qu'un régime stationnaire est établi, à la fois pour la densité de dislocations, et pour la contrainte effective. Au minimum du crochet, la condition $(\frac{\partial \tau_a}{\partial \rho_m})_{\dot{\gamma}} = 0$, ou de façon équivalente

$$\left(\frac{\partial \tau_a}{\partial \gamma}\right)_{\dot{\gamma}} = 0 \quad (4-16)$$

car $(\frac{\partial \rho_m}{\partial \gamma})_{\dot{\gamma}} > 0$ d'après les hypothèses du modèle, conduit dans le cas de l'essai à vitesse imposée aux équations suivantes (c.f chapitre I, paragraphe I.2-1)

$$\tau_{ly} = C \cdot \dot{\gamma}^{\frac{1}{m+2}} \cdot \exp\left(\frac{Q}{(m+2)kT}\right) \quad (4-17)$$

* Dans le modèle original (Haasen, 1966), il est fait référence à une loi de multiplication de forme exponentielle, seule capable d'interpréter les mesures expérimentales donnant l'évolution de la densité de dislocations avec la déformation. Il n'est pas spécifié la façon dont la multiplication opère. La forme exponentielle exclut toutefois le mécanisme de Frank-Read. L'expérience conduit de fait à postuler une dépendance:

$$d\rho_m = K \cdot \frac{\tau}{b} d\varepsilon \quad (\text{Haasen, 1966})$$

De $\varepsilon = \rho_m b l$ où l est distance parcourue par les dislocations, on déduit par dérivation :
 $\dot{\varepsilon} = \rho_m b \dot{l} + \dot{\rho}_m b l = \rho_m b v + \dot{\rho}_m b l$. Si on néglige le terme $\dot{\rho}_m b l$, ce qui paraît justifié compte-tenu des distances réellement parcourues par les dislocations, on retrouve bien l'équation (13) : $\dot{\rho}_m = K \rho_m v \tau_{eff}$. Ainsi que l'ont fait remarquer Rabier et George (1987), si la dépendance $\frac{d\rho}{dt} = K' \cdot \rho$ paraît intuitive, en revanche la dépendance linéaire avec v , vitesse moyenne, n'est ni évidente, ni justifiée.

où C est une constante qui ne dépend que de A (équation 4-14) et de m (équation 4-12) et τ_{ly} la valeur de la contrainte appliquée τ_a mesurée au minimum du crochet. Cette équation décrit formellement la dépendance thermique de la limite élastique conventionnelle (chapitre III). De même :

$$\rho_{ly} = \left(\frac{2}{m+2}\right)^2 \cdot \frac{\tau_{ly}}{A^2} \quad (4-18)$$

$$\tau_{eff} = \tau_{ly} \cdot \frac{m}{2+m} \quad (4-19)$$

L'inversion de l'équation 4-17 conduit à l'équation du fluage, valable au point d'inflexion:

$$\dot{\gamma}_{fl} = C' \cdot \tau_{fl}^{(2+m)} \cdot e^{-Q/kT} \quad (4-20)$$

τ_{fl} étant la contrainte appliquée dans l'essai de fluage statique. L'avantage de ces formes analytiques simples est qu'elles permettent un calcul direct des quantités τ_{ly} , ρ_{ly} et τ_{eff} à partir de données connues par ailleurs. Une confrontation avec l'expérience permet de tester la validité du modèle.

Les hypothèses du modèle, et en particulier celles qui concernent la densité de dislocations mobiles, ont été étudiées en détail par Oueldennaoua (1983,1988) et par Allem (1986,1989) dans le cas du silicium monocristallin déformé dans la zone du crochet de compression jusqu'à la limite élastique inférieure. Les observations systématiques par microscopie électronique en transmission des microstructures de déformation et de leur évolution ont permis à ces auteurs de montrer d'une part que les densités ρ_m et ρ_{totale} évoluaient beaucoup dans la zone du crochet, à cause du phénomène de multiplication en avalanche et de la naissance des interactions, mais aussi que ces densités n'étaient pas égales, l'écart étant d'autant plus marqué que la température est élevée. A haute température en particulier (faibles contraintes), la densité ρ_m n'est plus qu'une faible fraction de la densité totale ρ_t , la majorité des dislocations étant engagées dans des dipôles et des écheveaux, ou dans des systèmes secondaires. Les équations 4-17, 4-18 et 4-19 ont été de même soigneusement testées. Le modèle de Haasen apparaît rendre bien compte quantitativement de τ_{ly} en ordre de grandeur (équation 4-17), pour des valeurs réalistes du coefficient m ($\cong 1,2$) et de l'énergie d'activation Q ($\cong 2,2\text{eV}$) obtenues à partir des mesures indépendantes de vitesses de dislocations individuelles (George, 1977), conformément à l'équation 4-12'. En revanche, le modèle surestime ρ_m , d'un facteur 10 en moyenne (équation 4-18), et surtout il sous-estime τ_{eff} . L'équation 4-19 montre que τ_{eff} dépend pour l'essentiel du coefficient m, de nature physique indéterminée mais dont la valeur expérimentale est généralement comprise entre 1 et 2. Cela conduit à une valeur particulièrement faible de τ_{eff} par rapport

à τ_{ly} , de l'ordre de 0,3 à 0,5 τ_{ly} , ce qui implique une contrainte interne τ_i particulièrement élevée au minimum du crochet. L'écart entre valeur théorique et valeur expérimentale τ_{ly} résulte pour une part, comme l'ont souligné ces auteurs, de la difficulté de repérer, sur les clichés de microscopie électronique, les dislocations effectivement libres de celles qui sont immobilisées. C'est vrai en particulier lorsque celles-ci ont quitté les vallées de Peierls $\langle 110 \rangle$. La mesure de τ_{eff} , effectuée à partir de la mesure des rayons de courbure à l'équilibre des dislocations isolées, conduit par contre à une valeur très proche de τ_{ly} , de l'ordre de 0,9 τ_{ly} . Cela signifie une contrainte effective peu différente de la contrainte appliquée, c'est-à-dire une contrainte interne faible. Ceci est en bon accord avec l'estimation d'une contrainte interne assimilée à la contrainte athermique τ_μ de l'ordre de quelques MPa (chapitre III), comme le suggère le formalisme de Schoeck décrit dans le paragraphe précédent. L'inadéquation des équations 4-18 et 4-19 à rendre compte quantitativement de l'expérience constitue le point faible du modèle de Haasen. Il n'y a pas actuellement d'interprétation claire et justifiée des différences observées. Il est évident d'après ce qui précède que le paramètre densité ρ joue un rôle central dans les modélisations, tout comme dans l'équation d'Orowan de la déformation. C'est aussi le paramètre le plus difficile à cerner expérimentalement et à contrôler.

Une approche assez semblable à celle de Haasen a été proposée par Sumino pour rendre compte du comportement dynamique des dislocations dans le germanium (Sumino, 1974). Le modèle de Sumino reprend en essence les équations de base du modèle de Haasen. Il diffère dans l'appréciation de la contribution à la contrainte interne τ_i . Sumino distingue dans la contrainte interne τ_i la contribution τ_o^i due à l'interaction entre les dislocations mobiles et celle associée au durcissement, notée τ_h . La quantité τ_o^i s'identifie à l'équation 4-14 de Haasen, c'est-à-dire

$$\tau_o^i = A\sqrt{\rho_m}$$

τ_h est supposée être une fonction linéaire de la vitesse de durcissement. L'équation de Haasen qui définit le minimum du crochet, et qui n'est valable qu'en ce minimum (équation 4-16)

$$\left(\frac{\partial \tau_a}{\partial \rho_m} \right) \dot{\gamma} = \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial \dot{\gamma}} \right) \dot{\gamma} \cdot \left(\frac{\partial \dot{\gamma}}{\partial \rho_m} \right) \dot{\gamma} = 0 \quad (4-16')$$

définit une densité de dislocations mobiles $\rho_m = \rho_{total}$ (équation 4-18) et une contrainte effective τ_{eff} (équation 4-19) qui n'ont de valeur effective qu'en ce point (régime transitoire de déformation). Sumino remplace l'équation 4-16' par la condition :

$$\left(\frac{\partial (\tau_{\text{eff}} + \tau_o^i)}{\partial \rho_m} \right) \dot{\gamma} = 0 \quad (4-21)$$

Le sens physique de cette expression est très différent, dans l'esprit, de celui décrit par l'équation 4-16'. Sumino postule en effet qu'au cours de la déformation, un régime stationnaire s'établit, au cours duquel la contrainte agissant sur les dislocations mobiles, $\tau_{\text{eff}} + \tau_o^i$, s'ajuste à une valeur minimale suffisante pour maintenir la vitesse de déformation imposée mais qui maintient constantes et optimales à la fois la densité de dislocations mobiles ρ_m et la contrainte effective τ_{eff} . Contrairement au modèle de Haasen, ce régime stationnaire est obtenu à toute déformation. L'équation 4-21 est satisfaite pour une valeur de ρ_m , de τ_{eff} et de τ_o^i qui ne dépend, dans chaque cas, que de la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$. Ces quantités sont donc sensiblement constantes au cours du stade I de déformation où le durcissement est généralement faible. Le minimum du crochet ne joue pas de rôle particulier dans le modèle; il n'apparaît pas comme une singularité de la courbe de déformation mais plutôt comme un état transitoire de la déformation. Le modèle prévoit un rapport

$$\frac{\tau_o^i}{\tau_{\text{eff}}} = \frac{4}{3} \quad (4-22)$$

qui ne dépend ni des conditions de déformation (par l'intermédiaire de ρ_o par exemple), ni de la déformation γ . Ce rapport permet d'atteindre τ_o^i si τ_{eff} est déterminée expérimentalement. Les résultats de Sumino dans le cas du germanium confirment effectivement une valeur constante de τ_{eff} dans tout le domaine de déformation en stade I. Cette valeur est faible, en ordre de grandeur équivalente à celle que prédit le modèle de Haasen. La méthode expérimentale de mesure de τ_{eff} proposée par Sumino repose sur le principe du saut de vitesse effectué en différents points de la courbe de déformation. L'hypothèse avancée est celle d'un saut de vitesse suffisamment rapide pour que la densité de dislocations mobiles ρ_m n'ait pas le temps de varier au cours du saut. Les équations du modèle, à ρ_m fixé, permettent d'établir :

$$\frac{\dot{\gamma}_2}{\dot{\gamma}_1} = \left[\frac{\tau_{\text{eff},1} - \Delta \tau}{\tau_{\text{eff},1}} \right]^m \quad (4-23)$$

où $\Delta \tau$ représente l'écart de contrainte mesuré lors du saut et $\tau_{\text{eff},1}$ est la valeur de la contrainte effective avant le saut. L'équation 4-23 dans laquelle les quantités $\dot{\gamma}_1$, $\dot{\gamma}_2$ et $\Delta \tau$ sont mesurables permet d'atteindre τ_{eff} si m est connu. L'idée sous-jacente, qui permet d'éliminer τ_i dans le calcul, est que si le saut est rapide, la sous-structure de déformation n'a pas le temps d'évoluer lors du changement brusque de vitesse, ce qui suppose que ρ_{total} et τ_i sont invariants dans l'opération (Yonenaga et al. 1987). Cette méthode est très discutable,

car il est connu, notamment dans les essais de fluage, que le saut de vitesse n'est jamais instantané, pour diverses raisons, d'inertie entre autre, ni reproductible. La densité ρ_m a en réalité le temps d'évoluer, ce qui rend sujette à caution la détermination expérimentale de τ_{eff} basée sur l'équation 4-23. Nous avons précisément testé cette technique dans le cas de GaAs: In . Les résultats sont reportés en annexe II. Ils confirment bien les critiques que nous évoquons dans ce paragraphe.

IV.3 - DETERMINATION EXPERIMENTALE DE L'ENERGIE D'ACTIVATION

Le formalisme de Schoeck (paragraphe IV.1) se prête relativement bien à une détermination expérimentale directe de l'énergie d'activation ΔG , dans le cadre bien entendu où les conditions du formalisme s'applique. Deux méthodes sont généralement utilisées, l'une basée sur la mesure de l'enthalpie d'activation ΔH , l'autre sur l'intégration du travail plastique $d\tau_{eff}.V$ (équation 4-8). Ces méthodes sont indépendantes. Une bonne concordance entre les valeurs obtenues par ces deux routes est une condition nécessaire qui garantit une bonne fiabilité de la mesure et permet de confronter théorie et expérience sur des bases relativement solides, indépendamment de tout paramètre supplémentaire à ajuster (Karmouda, 1984). A l'inverse, le formalisme de Haasen conduit à une détermination indirecte de ΔH par l'intermédiaire du coefficient m (équation 4-17). Ce coefficient n'a pas d'interprétation théorique évidente. Introduit de façon purement phénoménologique, il n'est accessible en toute rigueur que par des mesures sur les déplacements de dislocations individuelles, hors de tout effet d'interaction (équation 4-12'). Dans tous les cas, l'énergie d'activation que l'on mesure est une énergie d'activation "apparente". Tout comme le volume d'activation mesuré par relaxation de contrainte (paragraphe II.4), elle ne s'identifie à la grandeur ΔG (équation 4-3) que si les hypothèses restrictives du modèle sont vérifiées et satisfaites. Kocks et al. (1975) ont appelé "opérationnelles" ces grandeurs mesurées afin de les distinguer de celles entrant dans les modèles et définies comme les grandeurs vraies. A partir des variables "externes" τ_a , $\dot{\gamma}$ et T , l'expérience donne accès à deux informations:

_ . La sensibilité de la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$ à la température, soit

$$\left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}_p}{\partial T} \right)_{\tau_a}$$

_ . La sensibilité de la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$ à la contrainte, soit

$$\left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}_p}{\partial \tau_a} \right)_T$$

Ces quantités sont mesurées directement, en toute rigueur, dans un essai de fluage (paragraphe II.5) ou dans un essai de relaxation de contrainte. Cela suppose que la contribution purement élastique à la vitesse de déformation totale $\dot{\gamma}_t = \dot{\gamma}_{el} + \dot{\gamma}_{pl}$ est ou négligeable (cas du minimum du crochet) ou parfaitement mesurable. Par analogie avec les grandeurs équivalentes déduites du modèle de l'activation thermique (équation 4-6) on vérifie facilement que ces deux quantités s'identifient respectivement à une enthalpie d'activation apparente ΔH_a et à un volume d'activation apparent V_a :

$$\Delta H_a = kT^2 \left(\frac{\partial \text{Ln} \dot{\gamma}_{pl}}{\partial T} \right)_{\tau_a, \text{struct.}} \quad (4-24)$$

$$V_a = kT \left(\frac{\partial \text{Ln} \dot{\gamma}_{pl}}{\partial \tau_a} \right)_{T, \text{struct.}} \quad (4-25)$$

Le terme "struct" signifie "à microstructure constante", c'est-à-dire $\tau_i = \text{constante}$. Cette condition est essentielle pour que les quantités ainsi définies puissent s'identifier aux grandeurs théoriques. Elle fixe également le cadre restrictif de la méthode opératoire qui impose que la mesure expérimentale soit faite dans les conditions qui garantissent une microstructure qui n'évolue pas, ou peu, au cours de la prise de mesure (c.f la méthode de Sumino pour déterminer la contrainte effective, annexe II).

L'équation fondamentale du formalisme de Schoeck (équation 4-6), exprimée sous sa forme la plus générale, c'est-à-dire incluant une dépendance a priori du terme préexponentiel $\dot{\gamma}_0$ avec la température et avec la contrainte s'écrit :

$$\dot{\gamma}_{pl} = \dot{\gamma}_0(\tau_{eff}, T) \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G(T, \tau_{eff})}{kT}\right) \quad (4-26)$$

Elle relie les grandeurs apparentes définies ci-dessus aux grandeurs vraies. L'équation 4-26 conduit en effet par dérivation, avec l'aide des équations 4-24 et 4-25, et l'équation 4-5, aux relations suivantes:

$$\Delta H_a = kT^2 \left(\frac{\partial \text{Ln} \dot{\gamma}_0}{\partial T} \right)_{\tau_a, \text{struct.}} + \Delta G + T \cdot \Delta S \quad (4-27)$$

$$V_a = kT \left(\frac{\partial \text{Ln} \dot{\gamma}_0}{\partial \tau_a} \right)_{T, \text{struct.}} + V \quad (4-28)$$

C'est par le fait que τ_i est admis constant que l'on peut, dans la dérivation, confondre τ_{eff} et τ_i . On voit que si le terme préexponentiel est une vraie constante, on peut identifier les grandeurs mesurées aux grandeurs vraies:

$$\Delta H_a = \Delta G + T.\Delta S = \Delta H \quad (4-27')$$

$$V_a = V \quad (4-28')$$

L'équation 4-27' montre que l'expérience ne permet pas d'atteindre directement ΔG , à cause de ΔS , mais ΔH .

L'analyse thermodynamique des résultats expérimentaux consiste dès lors à s'assurer que dans les conditions des essais, c'est-à-dire pour l'ensemble du domaine de températures, contraintes et vitesses de déformation choisies, les quantités négligées dans les équations (4-27') et (4-28') sont effectivement négligeables, ou constantes. Ceci concerne essentiellement le terme $\dot{\gamma}_0$, quantité liée au phénomène élémentaire de plasticité, et la microstructure, c'est-à-dire la densité de dislocations mobiles. Cette analyse a été discutée de façon très détaillée par Kocks, Argon et Ashby (1975). Le terme $\dot{\gamma}_0$ dépend en général peu de la température. De fait, l'importance de sa variation avec la température est tout à fait négligeable devant ΔH (équation 4-27). Il s'en suit que l'expérience fournit directement une mesure de ΔH (équation 4-27'). Cela revient à dire que la dépendance thermique de $\dot{\gamma}_p$ se trouve essentiellement dans l'exponentielle.

La dépendance en contrainte de $\dot{\gamma}_0$ (équation 4-28) est plus difficile à évaluer. Dans le modèle de Haasen (paragraphe IV.3), l'influence de la contrainte est reportée dans le terme préexponentiel, ce qui conduit ici à considérer une dépendance de $\dot{\gamma}_0$ de la forme $(\tau_a - \tau_i)^n$. L'équation 4-28 devient alors:

$$V_a = \frac{nkT}{\tau_a - \tau_i} + V \quad (4-29)$$

Si tel est le cas, le volume apparent ne s'identifie jamais au volume vrai, sauf si $\tau_a \gg \tau_i$, c'est-à-dire à basse température, ou si n est petit. A l'approche du palier athermique au contraire, $\tau_a \rightarrow \tau_i$ de sorte que le terme $\frac{nkT}{\tau_a - \tau_i}$ peut devenir prépondérant et masquer ainsi

le vrai volume. Dans le modèle de Schoeck, la dépendance en contrainte est reportée pour l'essentiel dans le travail de la force appliquée, $\tau_{\text{eff}}.V$, c'est-à-dire dans l'exponentielle. On voit que l'appréciation de la dépendance de $\dot{\gamma}_p$ avec la contrainte peut devenir ambiguë selon que l'on considère une loi puissance, ou une loi exponentielle. Dans le cas de l'exponentielle, lorsque τ_a tend vers τ_i , soit $\tau_{\text{eff}} \rightarrow 0$, le travail de la contrainte appliquée tend vers 0. Dans ces conditions, les probabilités de saut en arrière des dislocations ne peuvent plus être

négligées, ce qui oblige à remplacer l'exponentielle par un sinus hyperbolique (Escaig, 1982; Lefebvre 1982). L'expression du volume d'activation apparent prend alors la forme simple

$$V_a = \frac{kT}{\tau_a - \tau_i} \quad (4-30)$$

Cette condition est sensiblement remplie au palier athermique (paragraphe III.5) atteint pour $T = T_a$. Le volume V_a tend alors vers l'infini car $\tau_a = \tau_i$ à cette température, ce qui signifie que l'énergie fournie par la contrainte n'est plus nécessaire pour franchir les obstacles. L'équation (4-29) peut laisser supposer que le volume V vrai devient négligeable dans ces conditions. L'équation (4-30) montre qu'en réalité, à l'approche du palier athermique, ce volume n'a plus de sens physique. En clair, l'analyse de l'activation thermique utilisant le formalisme thermodynamique cesse d'être justifiée à ce niveau.

L'équation de la thermodynamique

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (4-31)$$

montre que ΔG est accessible à partir de ΔH si on connaît ΔS . Cette quantité est en général difficile à évaluer. En terme de variation, la contribution la plus importante est celle du module de cisaillement μ , de par sa variation avec la température. Sa contribution à l'entropie a été évaluée par Cagnon (1973)

$$\Delta S = - \frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dT} [\Delta G + \tau_a \cdot V] \quad (4-32)$$

La combinaison des équations 4-31 et 4-32 conduit à :

$$\Delta G = \frac{\Delta H + \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT} \tau_a \cdot V}{1 - \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}} \quad (4-33)$$

Dans les composés III-V, la dépendance du module μ avec la température est faible, dans les domaines de températures moyennes concernés par l'activation thermique (Karmouda 1984, Omri 1987) de sorte que le deuxième terme dans l'équation 4-33 est petit. L'erreur commise en assimilant ΔG à ΔH est faible.

L'équation 4-33 est relative aux grandeurs thermodynamiques vraies. Dans l'hypothèse où $\dot{\gamma}_0$ ne dépend ni de la température, ni de la contrainte, on peut écrire (équations 4-27' et 28')

$$\Delta G = \frac{\Delta H_a + \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT} \tau_a \cdot V_a}{1 - \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}} \quad (4-34)$$

Le passage des grandeurs vraies (équation 4-33) aux grandeurs apparentes 4-34 affecte peu le calcul de ΔG . On a vu en effet que la contribution thermique à $\dot{\gamma}_0$ étant négligeable dans ΔH , la relation $\Delta H_a = \Delta H$ est une bonne approximation. De même, l'incertitude sur V_a affecte un terme petit, presque négligeable. La détermination de ΔH_a par l'équation 4-24 est immédiate dans le cas d'un essai de fluage. Dans le cas de l'essai à vitesse imposée $\dot{\gamma}_p$, la contrainte appliquée τ_a au seuil d'écoulement plastique est fonction de T (chapitre III). Dans le cas où il existe une équation d'état liant ces trois variables, et à condition de supposer $\tau_i = \text{constante}$, on peut écrire:

$$d(\text{Ln}\dot{\gamma}_p) = \left(\frac{\partial(\text{Ln}\dot{\gamma}_p)}{\partial T}\right)_{\tau_a, \tau_i} dT + \left(\frac{\partial(\text{Ln}\dot{\gamma}_p)}{\partial \tau_a}\right)_{T, \tau_i} d\tau_a = 0$$

Soit, en introduisant les équations 4-24 et 4-25

$$\Delta H_a = -T V_a \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}_p, \tau_i} \quad (4-35)$$

τ_a étant la valeur de la limite élastique conventionnelle à la température T et V_a le volume d'activation apparent. Ces deux quantités mesurées permettent ainsi de remonter à l'énergie d'activation ΔG . On remarquera dans l'équation 4-35 que la condition $\tau_i = \text{constante}$ implique que ΔH_a doit être mesurée dans des conditions d'états structuraux comparables. V_a et la limite élastique τ_a étant des fonctions de la température T , cette condition n'est jamais réalisée dans la pratique. Dans le régime de très forte activation thermique des semiconducteurs, la microstructure évolue rapidement avec la température et de même l'état de déformation représenté par la variable γ . L'équation 4-35 n'est de fait valable en toute rigueur que dans des domaines restreints de température.

Une route indépendante pour déterminer ΔG consiste à partir de l'équation 4-5b:

$$\left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau}\right)_{T, \text{struct.}} = -V$$

Dans la mesure où le volume d'activation vrai V est égal au volume apparent V_a (c.f. l'hypothèse restrictive de l'équation 4-28), l'énergie d'activation ΔG peut être obtenue par simple intégration de la courbe $V_a(\tau_a)$, soit :

$$\Delta G \cong - \int_{\tau_a(T)}^{\tau_a(0)} V_a d\tau_a \quad (4-36)$$

où $\tau_a(T)$ est la contrainte d'écoulement plastique appliquée à la température T . L'intégration directe de la relation 4-36 n'est pas simple car ΔG est aussi une fonction de la température. C'est en réalité une fonction à deux variables T et τ_a ; la constante d'intégration est nécessairement une fonction de T . Cagnon (1974) a contourné la difficulté en proposant une méthode de calcul basée sur la fonction à une seule variable :

$$\Lambda = \frac{\mu_0}{\mu(T)} \tau_a, \quad \Delta\Gamma(\tau_a) = \frac{\mu_0}{\mu(T)} \Delta G(\tau_a - \tau_i, T) \quad (4-37)$$

où μ_0 est le module de cisaillement à 0K.

Λ et $\Delta\Gamma$ ont ici le sens de variables réduites. On vérifie aisément que l'écriture (4-37) conduit à une équation donnant directement ΔG :

$$\Delta G = \frac{\mu(T)}{\mu_0} \int_{\Lambda}^{\Lambda_0} V_a(\Lambda) \cdot d\Lambda, \quad \Lambda = \frac{\mu_0}{\mu(T)} \tau_a \quad (4-38)$$

où ΔG est une fonction qui ne dépend plus que de Λ . L'introduction de la dépendance thermique de μ , qui concerne essentiellement la hauteur de barrière $\Delta G_0(T)$ (équation 4-9), conduit en effet aux relations suivantes, vérifiées par $\Delta\Gamma$:

$$\left(\frac{\partial \Delta\Gamma}{\partial T}\right)_{\Lambda} = 0, \quad \left(\frac{\partial \Delta\Gamma}{\partial \Lambda}\right)_T = -V \quad (4-39)$$

La condition $V = V_a$ reste évidemment essentielle pour que cette procédure puisse être utilisée dans le calcul de ΔG .

L'équation 4-38 détermine pour chaque valeur de Λ , c'est-à-dire de T , une valeur de ΔG . L'intégration graphique suppose connue la valeur $\Lambda_0 = \tau_a^0$, c'est-à-dire la valeur de la limite élastique à 0 Kelvin. Cette valeur n'est obtenue que par extrapolation. Elle est donc mal connue. On peut utiliser deux méthodes pour s'affranchir de cette borne imprécise:

— soit décomposer l'intégrale 4-38 de la façon suivante (Porzucek, 1988):

$$\Delta G(T) = \frac{\mu(T)}{\mu_0} \int_{\Lambda}^{\Lambda(T_i)} V_a(\Lambda) \cdot d\Lambda + \frac{\mu(T)}{\mu_0} \int_{\Lambda(T_i)}^{\Lambda_0} V_a(\Lambda) \cdot d\Lambda$$

où T_i représente une température intermédiaire, généralement choisie égale à la température minimale à laquelle l'essai a pu être conduit. La première intégrale peut être calculée directement par intégration sous la courbe de T à T_i . La deuxième a pour valeur $\Delta G(T_i)$. C'est la valeur de ΔG pour $T = T_i$ que l'on peut déduire à partir de $\Delta H(T_i)$ déterminé

par la méthode précédente. L'inconvénient de cette procédure est qu'elle mélange les deux routes à un moment du calcul, ce qui ne permet plus un test d'autocoherence des résultats par deux chemins indépendants.

_ . soit remonter à l'équation générale de la déformation (équation 4-6), en l'inversant:

$$\Delta G(\tau_a - \tau_i, T) = kT \ln \frac{\dot{\gamma}_o}{\dot{\gamma}_p} \quad (4-40)$$

Le logarithme étant peu sensible aux variations du paramètre $\dot{\gamma}_o$, à $\dot{\gamma}_p$ fixé, on ne commet pas une grande erreur en postulant une dépendance linéaire de ΔG avec T, soit

$$\Delta G = \alpha kT \quad (4-40')$$

La combinaison des équations 4-38 et 4-40 permet alors d'écrire (Karmouda, 1984):

$$\Delta G(\tau_{eff}, T) - \Delta G(\tau_{eff}, T_i) = \alpha k(T - T_i) =$$

$$\frac{\mu(T)}{\mu_o} \int_T^0 V_a(\Lambda) \cdot d\Lambda - \frac{\mu(T_i)}{\mu_o} \int_{T_i}^0 V_a(\Lambda) \cdot d\Lambda$$

où T_i a le même sens physique que ci-dessus.

L'intégrale $\Delta G(\tau_{eff}, T_i)$ est dans ces conditions une constante qui ne dépend que du paramètre T_i . On peut ajuster sa valeur de façon à ce que la courbe $\Delta G(T)$ passe par l'origine. L'avantage de cette procédure est qu'elle fournit ici une méthode totalement indépendante de la détermination de ΔG par l'équation 4-34. Le calcul conduit directement à:

$$\Delta G(\tau_a - \tau_i, T) = \frac{T}{\frac{\mu_o}{\mu(T)} T - \frac{\mu_o}{\mu(T_i)} T_i} \int_T^{T_i} V_a \cdot d\Lambda(T') \quad (4-41)$$

$$\text{avec } \Lambda(T') = \frac{\mu_o}{\mu(T')} \tau_a(T')$$

Il faut alors intégrer graphiquement la courbe $V_a(\Lambda)$ pour chaque valeur de Λ .

Le fait que les points expérimentaux s'alignent selon une droite unique passant par l'origine, conformément à l'équation $\Delta G = \alpha kT$, permet de s'assurer que le seuil d'écoulement plastique est contrôlé par un processus de déformation plastique unique

représenté par une valeur de $\dot{\gamma}_p$, en accord avec l'équation 4-6. $\Delta G(\tau_a - \tau_i, T)$ peut alors être rattachée en confiance à un mécanisme unique, caractéristique de l'évènement élémentaire de plasticité.

La bonne concordance des valeurs de ΔG obtenues par les deux routes est d'un autre côté primordiale pour que la signification physique de V_a comme paramètre d'activation puisse être garantie. Dans ces conditions, on peut affirmer que le facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_0$ ne dépend pas de la contrainte et que l'influence de celle-ci sur $\dot{\gamma}_p$ est bien reportée dans l'exponentielle, ainsi que cela a été discuté précédemment. On se rappellera en effet que l'approximation $\Delta H = \Delta H_a$ conduisant à l'équation 4-34 ne présuppose en rien une égalité $V_a = V$. Au contraire, cette égalité est essentielle pour l'établissement de ΔG par la méthode intégrale (équation 4-36).

L'application à GaAs du calcul de ΔH par l'équation 4-35 a été faite par Karmouda (1984). L'expression de ΔH , directement exprimée en eV, a pour valeur:

$$\Delta H_{\text{eV}} = -4 \cdot 10^{-4} T \cdot V_a (b^3) \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T} \right) \dot{\gamma}_p, \tau_i \quad (4-42)$$

La précision sur le calcul de ΔH repose sur la précision et la confiance avec lesquelles le volume d'activation apparent V_a est estimé à partir de l'essai de relaxation de contrainte (paragraphe III.5) ou du saut de contrainte dans l'essai de fluage (annexe I). Elle repose également sur l'estimation d'une pente en différents points de la courbe $\tau_a(T)$ (figure III-13). Cette estimation est d'autant moins bonne que cette pente est faible, c'est-à-dire que la température est élevée. Cette limitation en précision va dans le même sens que la limite d'applicabilité du formalisme thermodynamique évoquée précédemment, lorsque la valeur de la contrainte effective tend vers 0. On remarquera que les quantités V_a et $\frac{\partial \tau_a}{\partial T}$ varient en sens inverse lorsque la température croît. En accord avec l'équation 4-40', l'expérience devrait confirmer que le produit de ces deux quantités reste sensiblement constant, si on néglige la contribution thermique du module de cisaillement (équation 4-34).

La dépendance en température du module de cisaillement μ a été calculée par Karmouda (1984), à partir des données des constantes élastiques connues à deux températures, 77K et 300K (Blakemore, 1982). L'extrapolation linéaire entre ces deux températures conduit à :

$$\mu(T) = -1,26T + 4,91 \cdot 10^4 \text{ (MPa)}$$

Nous admettons que cette loi linéaire est valable dans tout le domaine de température. L'extrapolation à 0K de cette loi fournit en particulier :

$$\mu_0 = 4,91 \cdot 10^4 \text{ (MPa)} \quad (T=0\text{K})$$

La correction en $\frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dT}$ est faible. A la température moyenne de 623K (350°C), elle a pour valeur:

$$\frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dT} \cong -2,6 \cdot 10^{-5}$$

Elle est parfaitement négligeable dans tout le domaine de température étudié (150°C - 700°C). D'un autre côté l'assimilation de ΔG à ΔH_a dans l'équation 4-34 dépend en toute rigueur de l'importance du produit $T \cdot \tau_a \cdot V_a$. Dans certains matériaux (cas du LiF par exemple), ou dans certains domaines de température, ce produit peut prendre des valeurs non négligeables. On vérifie aisément que ce n'est pas le cas pour GaAs dopé ou non. On posera donc dans ce qui suit

$$\Delta G = \Delta H_a$$

IV.4 - RESULTATS ET DISCUSSION

La figure IV-1 montre l'application des deux méthodes de détermination de ΔG au cas du matériau GaAs semi-insolant choisi comme référence (figure IV-1a) et au cas du matériau GaAs: In (figure IV-1b). Les données numériques utilisées sont celles du tableau I, chapitre III. Le calcul de ΔH par l'équation 4-42 cumule les erreurs commises dans la détermination expérimentale du volume d'activation (chapitre III, paragraphe III.5) et dans la mesure des pentes en chaque point à la courbe $\tau_{lyp}(T)$ (figure III-13). Ces erreurs ne se compensent pas dans un produit. Cette méthode est relativement imprécise, surtout à haute température où l'imprécision cumulée sur les grands volumes et les très faibles pentes peut dépasser largement les 100%. Toutefois, chaque mesure de ΔH est a priori statistiquement indépendante des autres mesures. Si la régression linéaire effectuée sur les points expérimentaux de basse température (pour lesquels la précision des mesures est meilleure) passe par l'origine, comme nous le vérifions, on peut accorder un bon crédit à la validité de la détermination. La détermination de ΔG par la méthode intégrale (équation 4-41) est dans son principe beaucoup plus précise car elle consiste à mesurer des surfaces. Elle souffre cependant du fait que dans les sommations, chaque mesure intègre les mesures précédentes de sorte que les imprécisions se répercutent de façon liée sur toutes les mesures. Il faut donc être prudent dans la comparaison des deux méthodes.

On peut dans l'équation 4-42 qui est à la base de la détermination de ΔH éviter la mesure des pentes à la courbe $\tau_a(T)$, et ainsi améliorer la précision des pointés $\Delta H(T)$, en remarquant que la dérivée $(\frac{\partial \tau_a}{\partial T})_{\dot{\gamma}, \tau_i}$ peut s'exprimer sous la forme

$$\left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}, \tau_i} = -\frac{\tau_a}{T^2} \left(\frac{\partial \ln \tau_a}{\partial (1/T)}\right)_{\dot{\gamma}, \tau_i}$$

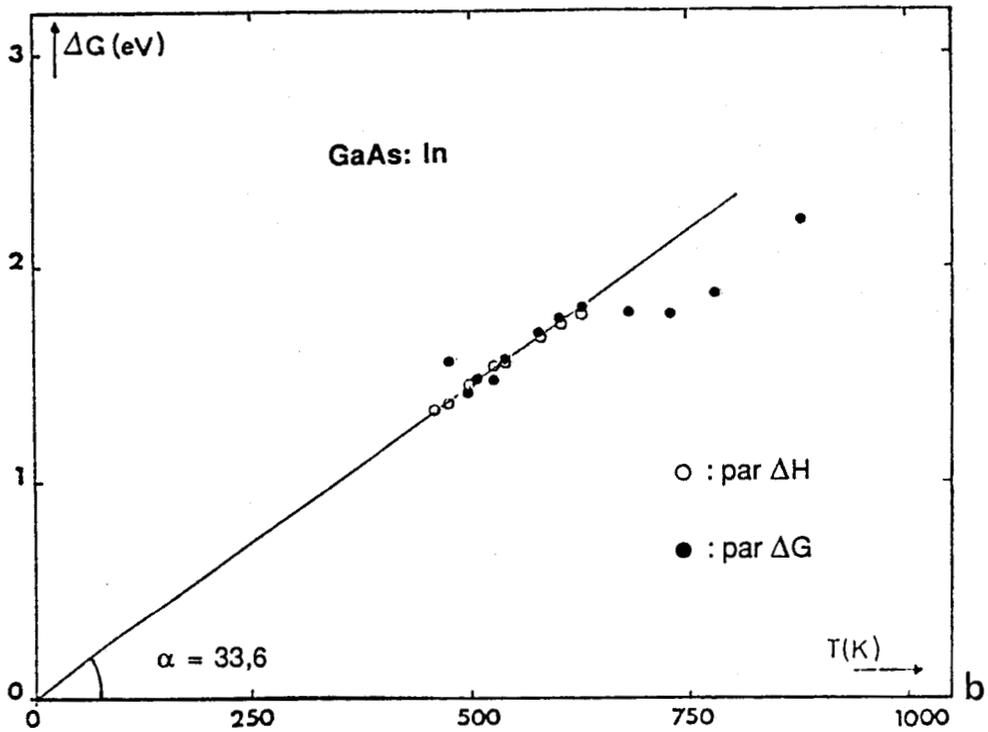
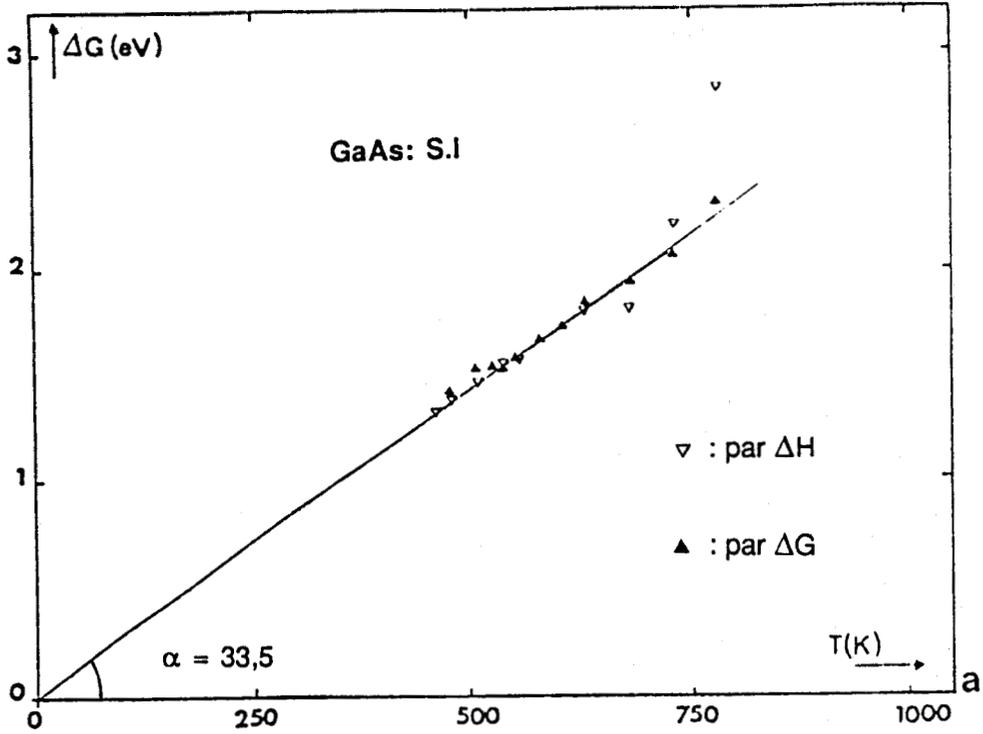


Figure IV-1

Comparaison des méthodes de détermination de l'énergie d'activation ΔG

a: cas du matériau GaAs semi-isolant.

b: cas du matériau GaAs dopé Indium

soit :

$$\Delta G \equiv \Delta H_a = +k \frac{\tau_a V_a}{kT} \left(\frac{\partial \ln \tau_a}{\partial (1/T)} \right)_{\dot{\gamma}, \tau_i} \quad (4-43)$$

Cette équation est intéressante : la quantité $\left(\frac{\partial \ln \tau_a}{\partial (1/T)} \right)_{\dot{\gamma}, \tau_i}$ est à la base de la détermination de l'énergie d'activation par le modèle de Haasen (équation 4-17). Rappelons que ce modèle est argumenté par le fait que la loi expérimentale $\tau_a(T)$ généralement observée dans beaucoup de matériaux est une droite lorsqu'elle est exprimée dans le diagramme $\ln \tau_a = f(1/T)$. Dans le modèle de Haasen, la quantité $\left(\frac{\partial \ln \tau_a}{\partial (1/T)} \right)_{\dot{\gamma}, \tau_i}$ qui mesure la pente à cette droite, est identifiée à l'énergie d'activation, au facteur $2+m$ près (équation 4-17). C'est une constante lorsque la loi linéaire $\ln \tau_a = f(1/T)$ est vérifiée. La figure IV-2 montre que c'est effectivement le cas pour les deux matériaux GaAs:S.I et GaAs:In considérés.

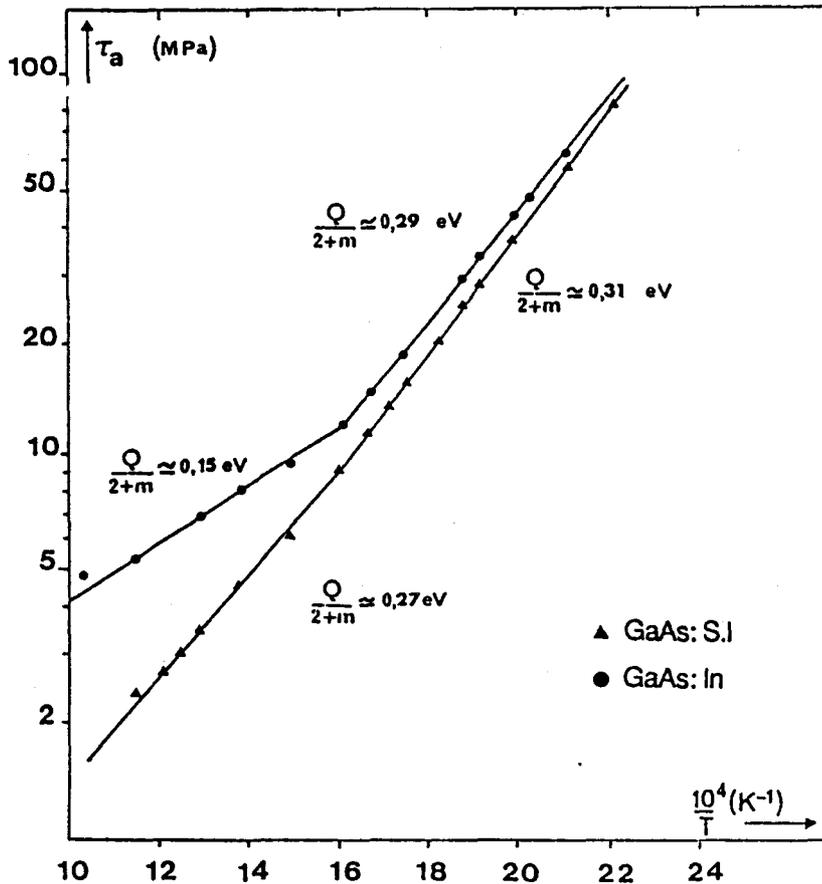


Figure IV-2

Evolution de la limite élastique avec la température exprimée dans un diagramme $\ln \tau = f(1/T)$. Cas de GaAs semi-isolant et dopé Indium.

On observe en réalité, dans les deux cas, une cassure dans l'évolution $\ln \tau_a = f(1/T)$ séparant deux portions linéaires. La rupture de pente est beaucoup plus marquée dans le cas du

matériau dopé indium. Elle se produit dans les deux matériaux à la même température (350°C). Nous reviendrons ultérieurement sur son interprétation. Le fait que la quantité $\frac{\partial \text{Ln}\tau_a}{\partial (1/T)}$ a une valeur constante et mesurable dans des domaines restreints mais définis de températures permet de voir, d'après l'équation 4-43, que l'énergie d'activation ΔG (par l'intermédiaire de ΔH_a) est directement mesurée, à cette constante près, par la quantité $\frac{\tau_a V_a}{kT}$. Cette quantité se déduit directement de l'expérience, sans passage par des fonctions dérivées ou intégrales. Comme l'énergie d'activation ΔG est en principe une fonction linéaire de T ($\Delta G = \alpha kT$) d'après l'équation fondamentale de la déformation 4-40, on doit s'attendre à ce que le rapport $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ soit lui-même une fonction linéaire de T, dans les domaines de température et de contrainte où le formalisme de l'activation thermique s'applique. C'est à l'inverse une quantité expérimentale facile à obtenir qui permet de tester rapidement si les hypothèses qui délimitent le domaine d'applicabilité du formalisme sont satisfaites ou non. Cette quantité avait été primitivement considérée par Karmouda (1984) pour essayer de relier entre eux les formalismes de Schoeck et de Haasen par l'intermédiaire du volume d'activation apparent V_a . Le modèle de Haasen (paragraphe IV.2) ne fait pas intervenir explicitement la notion de volume d'activation. La relation de définition du volume d'activation (équation 4-25) permet toutefois à partir de l'équation de Haasen (équation 4-20) de définir une relation fonctionnelle

$$\frac{\tau_{lyp} \cdot V_{lyp}}{kT} = 2 + m \quad (4-44)$$

qui associe formellement les deux formalismes. Dans le modèle de Haasen, l'exposant de contrainte m est supposé indépendant de la température. Ceci conduit à supposer logiquement que le rapport $\frac{\tau_{lyp} \cdot V_{lyp}}{kT}$ est une constante dans les domaines de température où le formalisme de Haasen s'applique. La relation directe de $\frac{\tau_a \cdot V_a}{kT}$ à l'énergie d'activation ΔG , par l'équation 4-43 ci-dessus, dans la mesure où l'expérience vérifie une loi linéaire $\text{Ln}\tau_a(1/T)$, tend à signifier que cette quantité dépend linéairement de T. Il y a donc a priori une incompatibilité entre les deux approches. Omri (1987) a fait remarquer que l'équation 4-44 n'était pas mathématiquement compatible avec l'équation 4-6 de la déformation qui est à la base du formalisme de Schoeck. Cela revient en effet à considérer que l'énergie d'activation ΔG n'est plus une fonction de la contrainte. C'est effectivement postulé ainsi dans le formalisme de Haasen, la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation étant reportée dans le terme préexponentiel. C'est au contraire l'un des fondements du formalisme de Schoeck, appuyé sur la notion de travail de la contrainte effective.

De fait, le fait de vérifier si la quantité $\frac{\tau_a \cdot V_a}{kT}$ est une vraie constante ou non, dépend de T ou non, de façon linéaire ou non, pose un problème ambigu dans le formalisme de Schoeck. Dans ce modèle, la seule vraie grandeur définie, et ayant un sens physique précis, en-dehors de la barrière $\Delta G_o(T)$, est la quantité $\tau_{eff} \cdot V$, satisfaisant à l'équation 4-10 développée au début de ce chapitre:

$$\Delta G(T, \tau_{eff}) = \Delta G_o(T) - \tau_{eff} \cdot V = \alpha kT$$

on tire aisément

$$\tau_{eff} \cdot V = \Delta G_o(T) - \alpha kT \quad (4-45)$$

où $\Delta G_o(T)$ ne dépend de la température que par l'intermédiaire du module de cisaillement, soit:

$$\Delta G_o(T) = \frac{\mu(T)}{\mu_o} \Delta G_o(0)$$

$\Delta G_o(0)$ est la hauteur de la barrière d'énergie au zéro absolu. La quantité $\Delta G_o(T)$ dépend donc en réalité peu de T. A 700°C, au seuil athermique pour GaAs: In, on calcule aisément :

$$\Delta G_o(973 \text{ K}) \cong 0,975 \Delta G_o(0)$$

L'équation 4-45 montre que dans le cadre du modèle, lorsqu'un seul mécanisme est thermiquement activé, la quantité $\tau_{eff} \cdot V$ est une fonction linéaire décroissante, à la dépendance thermique de $\Delta G_o(T)$ près. Si on introduit les grandeurs apparentes, en faisant l'hypothèse $V = V_a$, on devrait vérifier:

$$\frac{(\tau_a - \tau_i) \cdot V_a}{kT} = \frac{\mu(T)}{\mu_o} \frac{\Delta G_o(0)}{kT} - \alpha = f(1/T)$$

Soit encore, si on assimile τ_i à τ_μ , contrainte "athermique":

$$(\tau_a - \tau_\mu) \cdot V_a = \frac{\mu(T)}{\mu_o} \Delta G_o(0) - \alpha kT \quad (4-46)$$

La figure IV-3 montre la représentation géométrique de l'équation 4-45 : (cas d'une barrière unique).

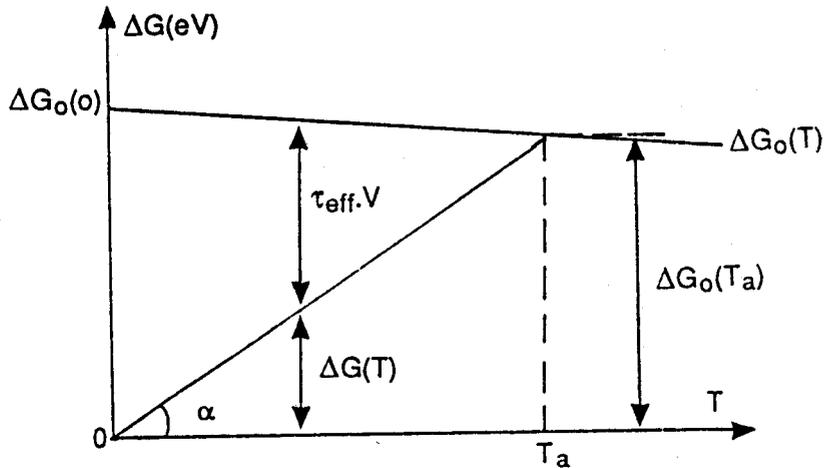


Figure IV-3

Diagramme synoptique de l'équation 4-45

On retrouve sur ce diagramme le fait que le travail de la contrainte effective tend vers 0 dès lors que l'énergie thermique seule suffit pour franchir la barrière de hauteur $\Delta G_0(T_a)$. La figure IV-4 montre la courbe expérimentale $(\tau_a - \tau_\mu) \cdot V_a = f(kT)$ tracée dans les cas GaAs : S.I et GaAs : In.

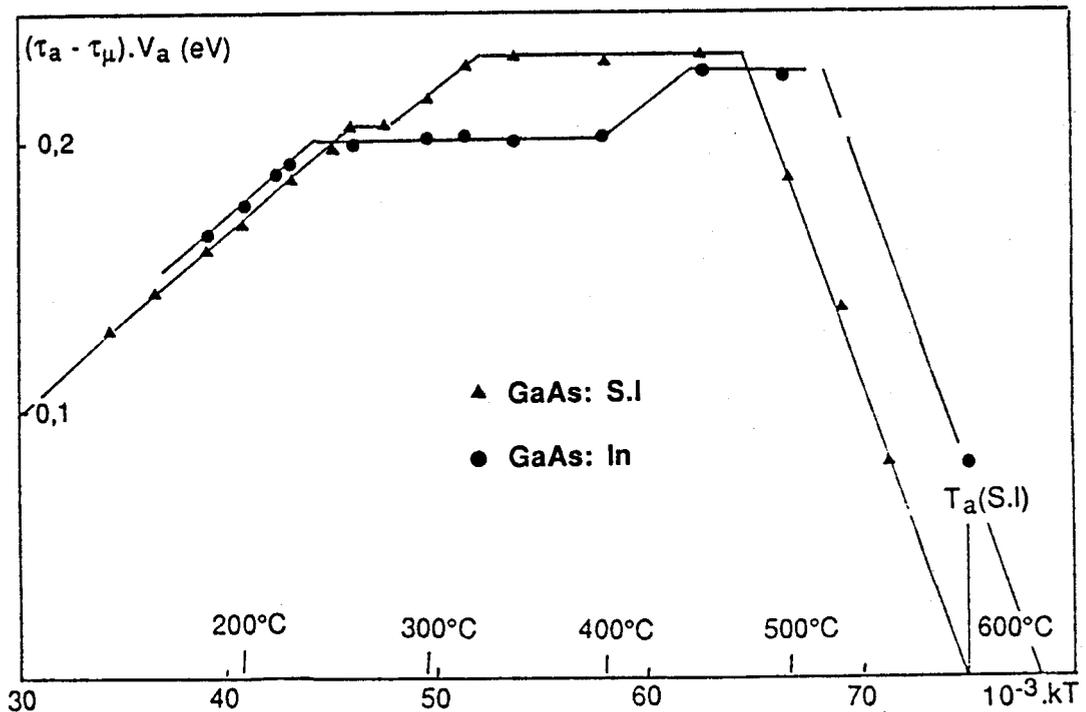


Figure IV-4

Evolution avec la température du travail de la contrainte effective, dans l'hypothèse où la contrainte interne τ_i s'identifie à τ_μ .

Elle montre un comportement tout à fait inattendu dans les deux cas, assez comparable l'un à l'autre, mais totalement en dehors des caractéristiques prévues par le modèle. On notera que le travail de la contrainte appliquée reste faible ($\approx 0,2$ eV) par comparaison à la hauteur de barrière dans GaAs rapportée par les auteurs déjà cités, de l'ordre de 2 eV et plus. Dans le domaine d'activation du glissement des dislocations dans GaAs, l'essentiel de l'apport d'énergie est donc fourni par la température.

Les courbes de la figure IV-4 nécessitent quelques commentaires. On notera tout d'abord la présence de deux plateaux dans l'évolution de la quantité $(\tau_a - \tau_\mu) \cdot V_a$, le long desquels celle-ci ne dépend plus, ou très peu, de T. La longueur différente des paliers dans les deux cas suggère que l'effet est intrinsèque au matériau, par exemple une microstructure qui évolue spécifiquement avec la température. Le fait expérimental que $(\tau_a - \tau_\mu) \cdot V_a$ croît avec la température de façon quasi-linéaire n'entre pas dans le cadre du formalisme de Schoeck. Cela peut indiquer une influence prépondérante du terme préexponentiel sur la contrainte, comme le suggère l'équation 4-29 si on suppose que $\dot{\gamma}_0$ dépend de τ_{eff} , ce qui conduit également à écrire une équation phénoménologique du type Haasen (équation 4-20). Cela peut indiquer également une contrainte interne τ_i qui, à basse température, ne s'identifie pas à τ_μ . On vérifie en effet que cette allure de variation concerne essentiellement le domaine de basse température, en-dessous de 260°C (533K), température à laquelle apparaît le premier plateau. Cette température est d'ailleurs aussi celle à laquelle les deux méthodes de détermination de ΔG deviennent cohérentes entre elles.

La figure IV-5 montre l'évolution du volume d'activation apparent V_a en fonction de la quantité $\frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}$, conformément à l'équation 4-29 :

$$V_a = V + \frac{nkT}{\tau_a - \tau_i}$$

(4-29 bis)

$$\tau_i = \tau_\mu$$

où V est le volume d'activation vrai. L'agrandissement montré en encart de cette évolution confirme à la fois le caractère linéaire avec une droite qui passe par l'origine à la précision du tracé près, et des cassures bien mises en évidence dans les deux nuances. Cette évolution confirme les tendances de la figure IV-4. La courbe $V_a \left(\frac{kT}{\tau_{eff}} \right)$ pour le matériau semi-isolant

présente une première anomalie à 350°C, et une deuxième au-delà de 450°C. Pour GaAs :In, la première anomalie se situe vers 275°C, la deuxième au-delà de 500°C. A basse

température, les deux courbes sont strictement superposées. La mesure de la pente fournit la valeur $n \cong 4,4$

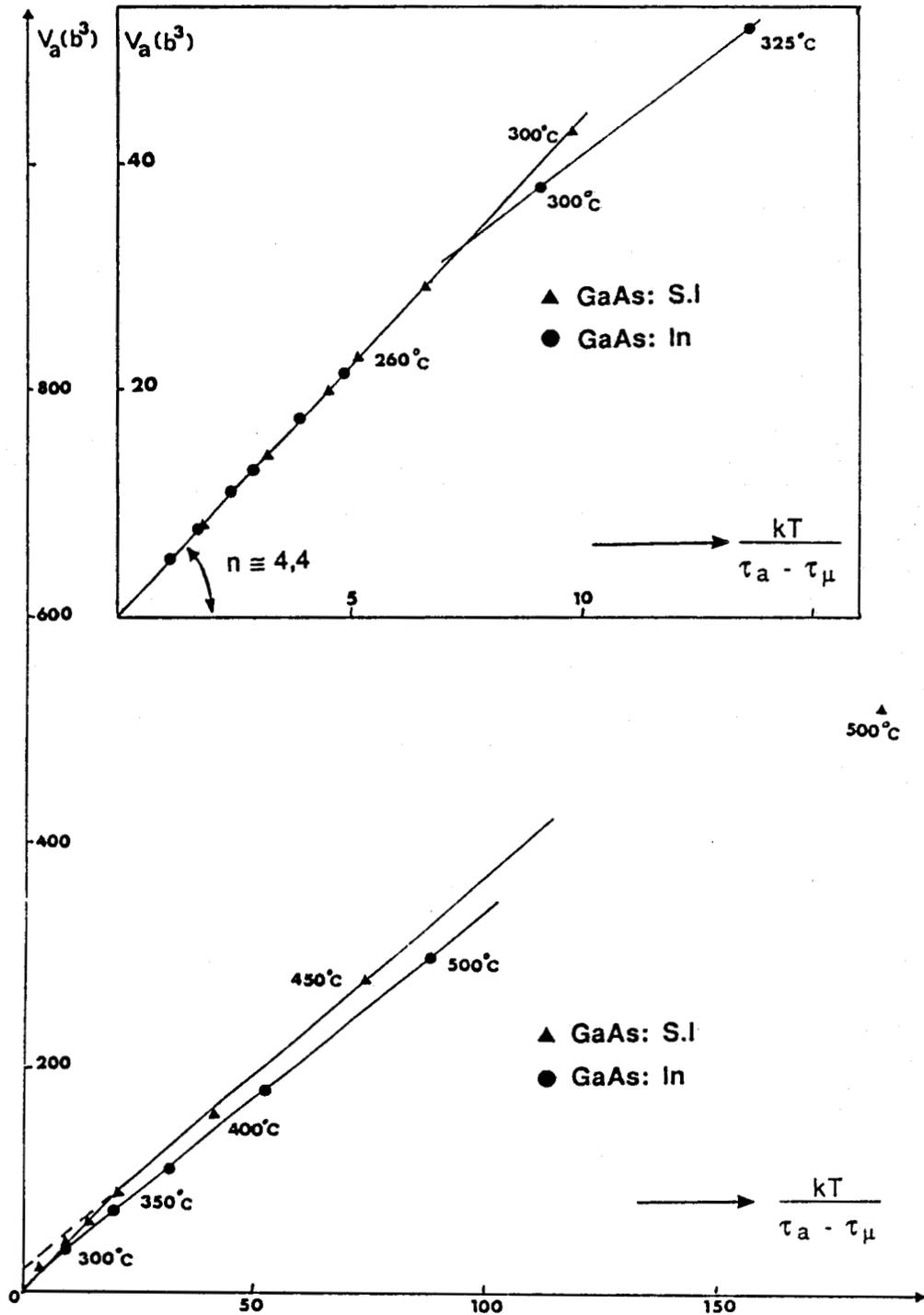


Figure IV-5

Evolution du volume d'activation apparent V_a en fonction de $\frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}$. Cas de GaAs: S.I et

GaAs: In. En encart: Agrandissement du diagramme au voisinage de l'origine.

Cette valeur est plus faible que celle rapportée par Boivin (1988), soit $n \cong 5,5$. Elle est de même ordre que celle obtenue par Karmouda ($\cong 4,5$). La relation de ce résultat à l'équation 4-29 est ambiguë. La valeur $n = 4,4$ particulièrement élevée et le fait que la courbe "semble" passer par l'origine ne permet pas de conclure quant à la validité de l'équation 4-29 pour définir un volume d'activation vrai V . L'importance du terme en $\frac{nkT}{\tau_a - \tau_\mu}$ à basse température, bien que la quantité τ_μ soit négligeable devant τ_a , peut suggérer que le volume réel V est beaucoup plus petit que ne le laisse supposer V_a . Nous reviendrons sur ce point au chapitre V.

On remarquera que la valeur de n ainsi obtenue est du même ordre de grandeur que celle du coefficient m^* de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte appliquée ($\cong 4$ à 5) obtenu en fluage (Annexe I). Le fait de considérer τ_μ au lieu de τ_i dans le tracé des courbes $V_a = f\left(\frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}\right)$ peut apparaître tout à fait arbitraire, en absence d'une meilleure connaissance de τ_i . Il faut noter à ce propos que la valeur de n maximale que l'on peut obtenir correspond précisément à $\tau_i = \tau_\mu$, c'est-à-dire à la barrière athermique. S'il existe dans le matériau des barrières plus énergétiques, la valeur de n caractéristique de la barrière devrait donc être réduite.

L'équation phénoménologique

$$V_a = \frac{nkT}{\tau_a - \tau_i} \quad (+V?) \quad (4-47)$$

apparaît ainsi être bien vérifiée par l'expérience dans le domaine des fortes contraintes ou en tout cas loin d'une barrière d'énergie (auquel cas l'équation diverge). Cela signifie une influence prépondérante d'un terme préexponentiel de type $(\tau_a - \tau_i)^n$, analogue à celui de l'équation phénoménologique proposée par Haasen.

La digression qui précède permet de revenir à l'évolution de la quantité $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ (équation 4-43). Cette quantité fait uniquement référence aux grandeurs mesurées. Sa dépendance avec la température n'est pas directement modélisable. Dans les domaines où l'équation 4-47 s'applique, on peut déduire :

$$\frac{\tau_a V_a}{kT} = n + \frac{\tau_i V_a}{kT} \quad (4-48)$$

Cette équation est curieuse. Elle suggère une valeur minimale du rapport $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ égale à n . A 200°C, dans le matériau semi-isolant, nous mesurons une valeur $\frac{\tau_a V_a}{kT} = 4,46$. La valeur $\frac{\tau_i V_a}{kT}$ estimée pour $\tau_i = \tau_\mu = 2,5$ MPa est de l'ordre de 0,16. L'équation 4-48 n'est donc pas réellement vérifiée pour la valeur de n précitée, c'est-à-dire pour l'hypothèse $\tau_i = \tau_\mu$. Il est de fait tentant de considérer l'équation 4-48 comme une relation qui lie les quantités n et τ_i , les grandeurs τ_a et V_a étant des quantités mesurées. La trop grande dispersion dans la détermination de ces grandeurs mesurées (chapitre III) exclut en fait toute approche quantitative de cette relation. Les quantités incriminées ont par ailleurs des valeurs numériques faibles, que le domaine d'incertitude peut facilement recouvrir en partie. La figure IV-6 montre l'évolution du rapport $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ avec la température, déduite des données du tableau I, page 78, à partir desquelles ont été déduites également les figures IV-4 et IV-5 dans l'hypothèse $\tau_i = \tau_\mu$. On constate un alignement quasi-parfait des points expérimentaux selon des droites qui passent par l'origine. L'alignement est assez remarquable dans le cas GaAs: In. Il est plus dispersé dans le cas de GaAs: S.I, notamment en-dessous de 180°C où les essais deviennent aléatoires à cause des fissurations. Le matériau GaAs: In n'a pas accepté de se déformer en-dessous de 180°C. A cette température, le rapport $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ a pour valeur 4,55 dans le cas GaAs: In et 4,25 dans le cas GaAs: S.I. La courbe $\tau_a(T)$ pour GaAs: S.I présente de fait des anomalies en-dessous de cette température (chapitre V). Nous n'avons pas d'interprétation physique au fait que la quantité expérimentale $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ croît linéairement avec la température, conformément à l'équation 4-43. La figure IV-6 montre également que cette quantité diverge au-delà de 350°C environ, dans les deux cas, GaAs: S.I et GaAs: In. L'écart à la linéarité est en partie associé aux ruptures de pente observées sur les courbes $\ln \tau_a = f(1/T)$ (figure IV-2).

L'exploitation des courbes $\frac{\tau_a V_a}{kT}(T)$ et $\ln \tau_a = f(1/T)$ permet ainsi de calculer directement ΔG par l'équation 4-43. Nous avons vérifié dans les deux cas semi-isolant et dopé indium que les évolutions déduites des mesures des pentes $\frac{\partial \tau_a}{\partial T}$ (équation 4-42) et du calcul de $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ (équation 4-43) étaient essentiellement comparables, la dispersion des points expérimentaux étant évidemment réduite dans le cas du calcul. C'est cette méthode de détermination de ΔH qui a été utilisée pour le report des points sur la figure IV-1. La figure IV-1 montre qu'il n'y a bonne concordance entre les deux méthodes de détermination de ΔG que dans un domaine étroit de température, typiquement de 260°C à 350°C environ, à la précision des points expérimentaux près. Ce domaine de coïncidence est étroit. Il est identique dans les deux nuances considérées. Il est à noter que l'utilisation de l'équation 4-41

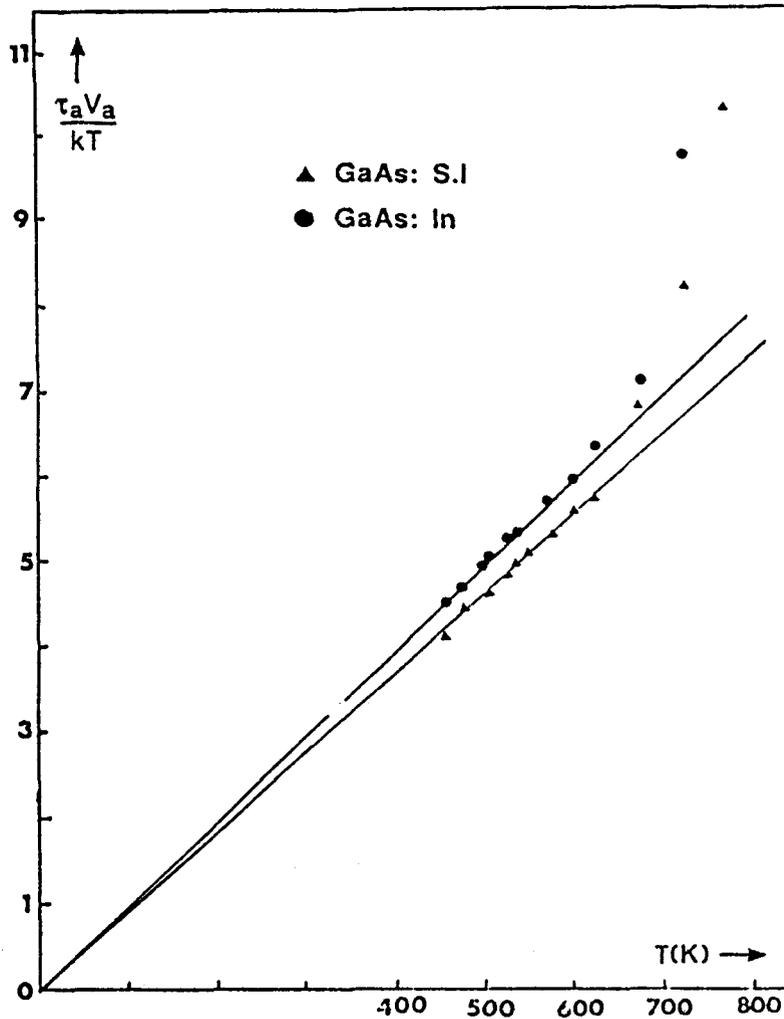


Figure IV-6

Evolution de la quantité $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ avec la température. Cas des matériaux GaAs: S.I et GaAs: In.

pour déterminer ΔG par la méthode intégrale n'a fait appel à aucune constante particulière pour ajuster la droite de façon à ce qu'elle passe par l'origine des températures. Le fait que l'accord entre les deux méthodes est bon dans le domaine 260°C - 350°C fournit en principe un bon test de cohérence interne des résultats expérimentaux dans cet intervalle de température. La pente α mesurée, de l'ordre de 33,5, est identique dans les deux cas. Ce résultat confirme le rôle faiblement perturbateur de l'impureté indium sur la plasticité de GaAs à moyenne température. La valeur 33,5 est plus faible que celle mesurée par Karmouda (1984) et Quélar (1987), de l'ordre de 40. Elle est par contre identique à celle rapportée par Boivin (1988), de l'ordre de 34 pour le matériau semi-isolant.

Remarque: L'allure des courbes $\frac{\tau_a V_a}{kT}(T)$ reportées sur la figure IV-6 apparaît peu perturbée par l'existence des cassures sur les droites $\text{Ln}\tau(1/T)$. Le calcul de ΔH par l'équation 4-43 montre par contre que la quantité apparente ΔH_a doit être affectée par ces ruptures de pente. La figure IV-7 ci-dessous illustre ce point dans le cas GaAs: In, pour lequel la rupture de pente apparaît plus marquée.

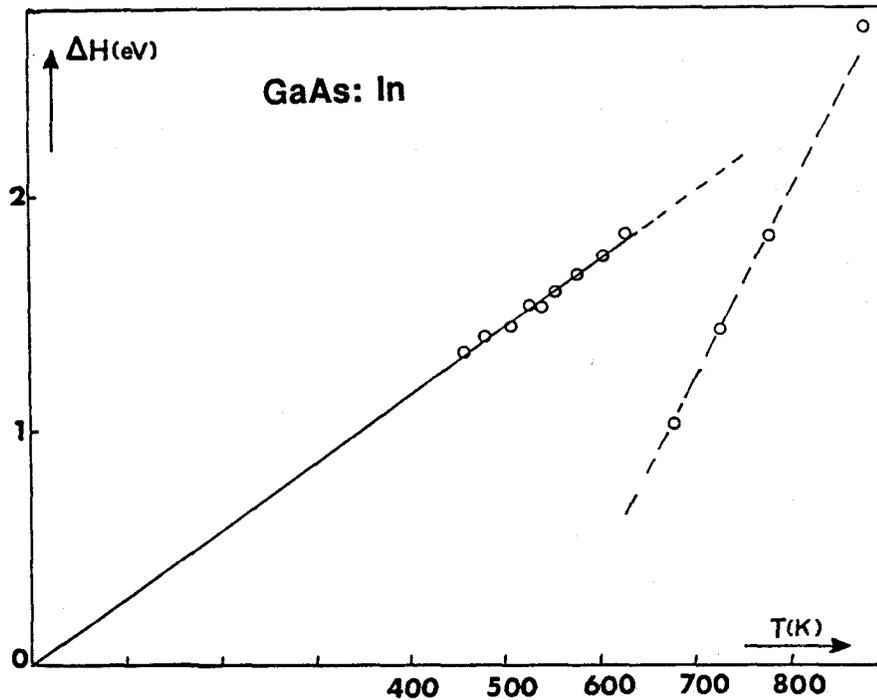


Figure IV-7

Cas GaAs: In. Calcul brut de ΔH par l'équation 4-43.

On note de fait une discontinuité brutale de ΔH , qui existe également lorsqu'on mesure les pentes géométriques. Ces discontinuités n'ont pas de réalité physique et restent attachées aux grandeurs apparentes. Dans ce domaine de températures, comme le montre la figure IV-1, le formalisme thermodynamique qui est à la base de ces déterminations cesse d'être applicable. Ceci rend caduque toute représentation des grandeurs thermodynamiques qui l'utiliseraient. L'existence de cassures sur les courbes $\tau_a(T)$ est probablement liée à des modifications structurales des matériaux. Sur la figure IV-1, les valeurs de ΔH reportées ont considéré la pente $\frac{\partial \text{Ln}\tau_a}{\partial (1/T)}$ de basse température, extrapolée à haute température.

La figure IV-8 montre la loi $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$ observée dans le cas du dopage sélénium et du codopage indium-zinc. Elle confirme une évolution linéaire de part et d'autre de cassures déjà observées précédemment (figure IV-2). La figure IV-9 montre l'évolution

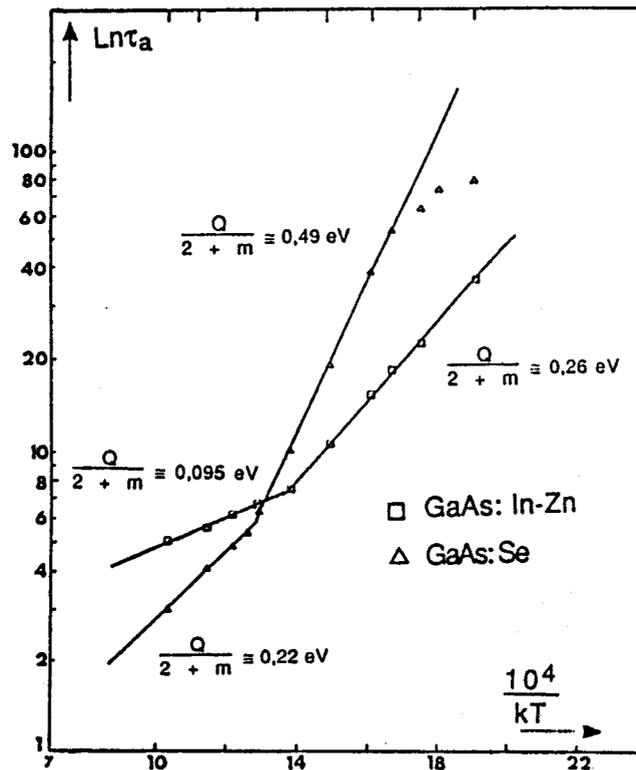


Figure IV-8

Evolution de la limite élastique avec la température exprimée dans un diagramme $\text{Ln}\tau = f(1/T)$. Cas de GaAs:In-Zn et GaAs:Se.

correspondante du rapport $\frac{\tau_a V_a}{kT}$. Dans le cas du dopage sélénium, on retrouve un comportement similaire aux cas précédents, à savoir une linéarisation selon une droite qui passe par l'origine. De façon surprenante, l'allure de la courbe $\frac{\tau_a V_a}{kT}(T)$ pour le codopage indium-zinc, bien que linéaire sur un domaine conséquent de température, n'est pas conforme à ce qui est attendu. Ces allures de variation se retrouvent naturellement sur les courbes $\Delta G(T)$ représentées sur la figure IV-10.

Dans le cas GaAs:Se, nous observons une évolution très comparable à celle de GaAs:In, avec un domaine de cohérence entre les deux déterminations relativement étroit, ici également d'une centaine de degrés. Les points sont plus dispersés dans le cas de la méthode intégrale, au-delà de 400°C. On observe une sorte de plateau analogue à celui que montre la courbe $\Delta G(T)$ pour GaAs:In. La position en énergie de ce plateau est relativement élevée, de l'ordre de 3,3 eV. De même, la pente à l'origine est très forte: $\cong 47$. Elle est très supérieure à la valeur 34 rapportée par Boivin (1988) et trouvée identique à celle du matériau semi-insolant. La différence est surprenante, pour des matériaux de même origine (chapitre II). Elle est en rapport avec des courbes $\tau_a(T)$ très différentes que nous avons illustrées au chapitre III, page 92.

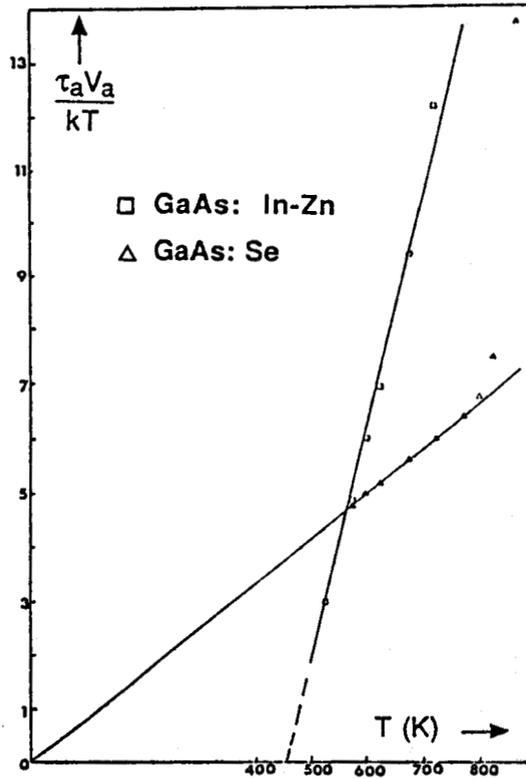


Figure IV-9

Evolution de la quantité $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ avec la température . Cas des matériaux GaAs: In-Zn et GaAs: Se

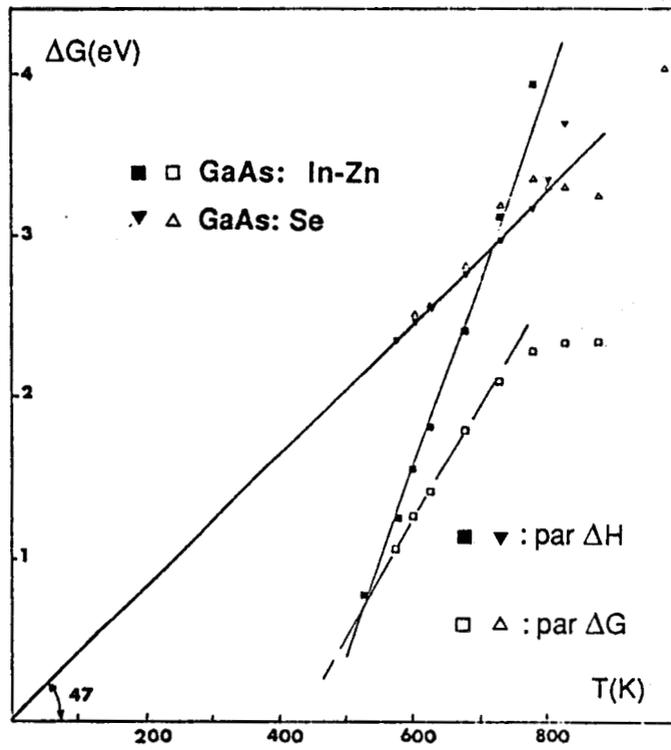


Figure IV-10

Détermination de l'énergie d'activation ΔG par les deux méthodes.

Cas des matériaux GaAs: In-Zn et GaAs: Se.

Dans le cas GaAs: In-Zn, le résultat est tout à fait curieux. Il est clair que l'analyse ne marche pas, à la fois parce que les deux déterminations ne coïncident pas, mais aussi parce que la loi $\Delta G = \alpha kT$ n'est pas vérifiée. L'allure de la courbe $\Delta H(T)$ déduite des pentes à la courbe $\tau_a(T)$ suit celle du rapport $\frac{\tau_a V_a}{kT}$. La figure IV-11 montre, comme dans le cas de la figure IV-5, l'évolution de V_a avec $\frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}$ dans l'hypothèse $\tau_a = \tau_\mu$, les valeurs de τ_μ ayant

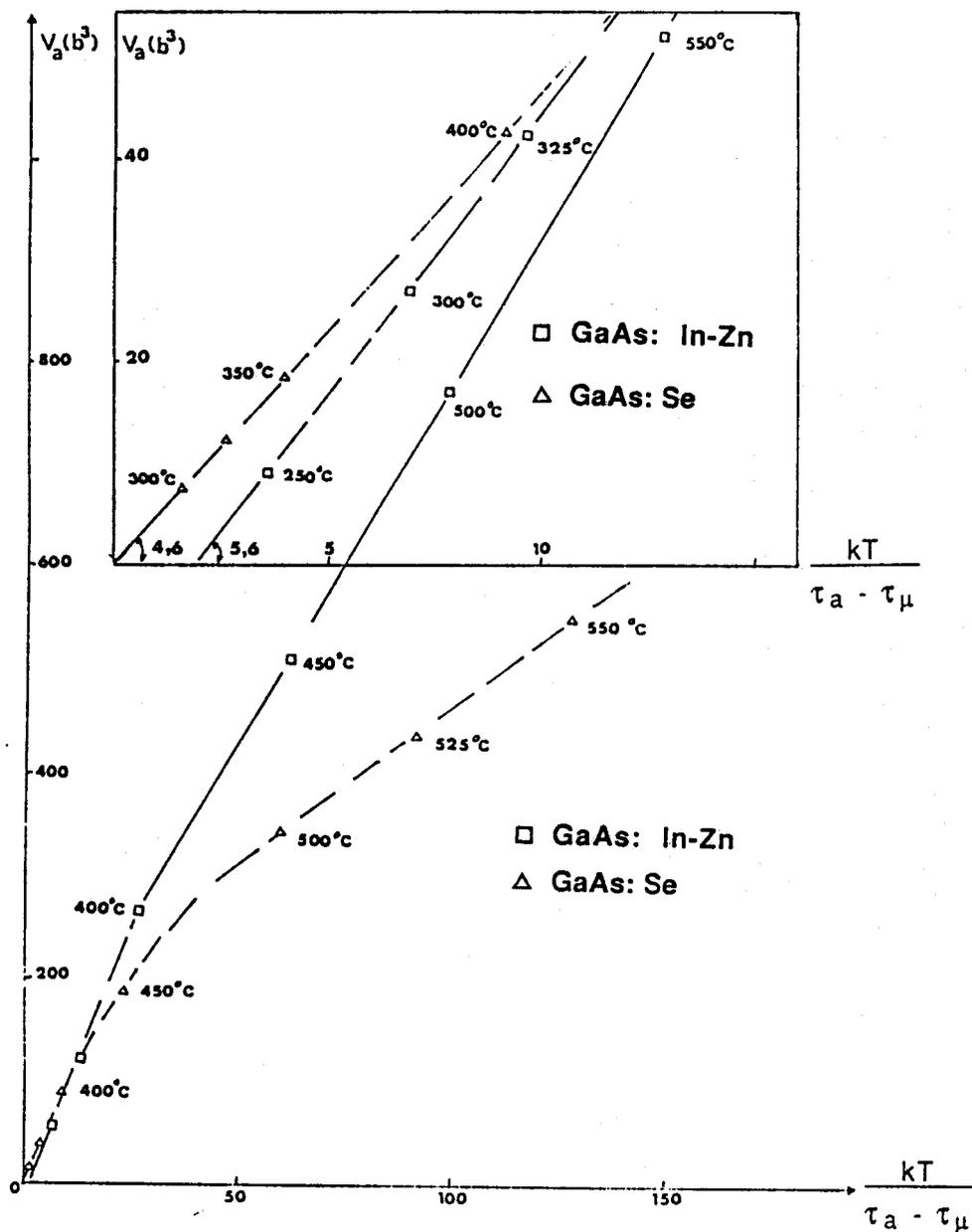


Figure IV-11

Evolution du volume d'activation apparent V_a en fonction de $\frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}$. Cas de GaAs: Se et de

GaAs: In-Zn. En encart, agrandissement du diagramme au voisinage de l'origine.

été déterminées par ailleurs (chapitre III). L'analyse est conforme à l'équation 4-47 dans le cas du dopage Se. La valeur $n = 4,6$ est en ordre de grandeur comparable à celle du matériau semi-isolant. La figure IV-10 suggère deux régimes, ce que montraient également les cas S.I et In. La transition entre les deux régimes se situe vers 450°C . La pente pour le deuxième régime ($500^{\circ}\text{C} \rightarrow 550^{\circ}\text{C} \rightarrow ?$) a pour valeur $n = 1,5$.

Il lui correspond une loi du type

$$V_a(b^3) = V_0 + \frac{n k T}{\tau_a - \tau_{\mu}} \quad (4-49)$$

avec $V_0 \cong 80b^3$, sans qu'il y ait a priori de relation directe avec l'équation (4-29bis) page 123, c'est-à-dire un volume d'activation vrai identifié à V_0 .

La courbe $V_a\left(\frac{kT}{\tau_a - \tau_{\mu}}\right)$ tracée pour $\tau_{\mu} = 5\text{MPa}$ dans le cas du codopage In-Zn n'est pas

conforme. Ceci peut interpréter l'anomalie sur la loi $\frac{\tau_a V_a}{kT}$, et par suite sur ΔG . L'un des paramètres utilisés dans l'analyse n'est donc pas correct. Ceci n'incrimine pas la contrainte τ_{μ} car ce facteur n'entre pas dans l'expression de $\frac{\tau_a V_a}{kT}$. Il faut par suite faire l'hypothèse d'une évaluation erronée de V_a ou de τ_a . Le sens physique de cet écart échappe à l'analyse, d'autant que les lois de comportement restent linéaires. Ceci concerne le domaine de basse température, dans lequel le matériau a montré un comportement curieusement fragile, en rapport avec une limite élastique qui est effectivement un peu plus élevée que dans le cas dopé uniquement indium. La comparaison des volumes d'activation apparents V_a aux mêmes températures dans le cas In et In-Zn (tables I et II, pages 78 et 79) montre par contre des volumes anormalement petits dans le cas In-Zn, précisément dans le domaine d'activation thermique. Il est vraisemblable que ce sont les mesures des volumes d'activation apparents qui posent problème à basse température, probablement parce que les relaxations ne sont pas stabilisées, ce qui traduirait une sous-structure de déformation qui n'atteint jamais l'équilibre dès lors que la température est insuffisante. A haute température, au-delà de 400°C , on observe un deuxième régime correspondant à l'équation 4-49 avec $V_0 = 40 b^3$, $n = 3,5$ pour $\tau_{\mu} = 5\text{MPa}$, avec les remarques appropriées concernant le sens de V_0 (voir ci dessus).

La détermination de la hauteur de la barrière d'énergie dans le modèle de Schoeck, $\Delta G_0(T_a)$, suppose en essence un mécanisme unique qui contrôle le glissement des dislocations dans tout le domaine de température, c'est-à-dire une barrière d'un type donné, caractérisée par T_a (figure IV-3). Avec les données de ce chapitre, dans l'hypothèse où les températures athermiques définies au chapitre III représentent bien les températures caractéristiques, on détermine:

	GaAs: S.I	GaAs: In	GaAs: Se
α	33,5	33,5	47
$T_a(K)$	873	$\cong 973$	$\cong 923$
$\Delta G_0(T_a)$ eV	$\cong 2,5$	$\cong 2,8$	$\cong 3,74$

Tableau IV-1 : Hauteur des barrières d'énergie dans GaAs dans l'hypothèse $\Delta G = \alpha kT$.

T_a = température athermique.

Ces valeurs sont excessives. On peut incriminer à la fois T_a , qui peut ne pas représenter la barrière physique réelle, ou la quantité α . Karmouda (1984) a défini une température critique de l'ordre de 350°C dans GaAs, très inférieure à la température athermique T_a et interprétée comme la température à laquelle il y a disparition du frottement de réseau sur les dislocations (vis). Avec la valeur de α indiquée dans le présent tableau, nous trouvons ainsi une énergie d'activation de l'ordre de 1,8 eV. C'est l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation rapportée par Boivin (1988), soit 1,7 eV, mesurée cependant à $\tau_a = 10$ MPa. La quantité α apparait forte dans le cas GaAs: Se. Rappelons que cette quantité fait intervenir, dans l'équation cinétique de la déformation (équation 4-6 ou 4-40) le logarithme du facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_0$. Une fluctuation d'un facteur 2 sur α correspond à une variation de $\dot{\gamma}_0$ d'un facteur 7.10^{10} environ!! Ce terme inclut la microstructure de déformation, et en particulier la densité de dislocations mobiles. Une valeur élevée de α n'est donc pas acceptable comme telle, et laisse supposer une difficulté dans l'approche du matériau GaAs dopé Se.

La figure IV-12 montre l'évolution de l'énergie d'activation ΔG avec la contrainte, dans les cas S.I et In. Elle montre une évolution effective de ΔG avec la contrainte, en accord

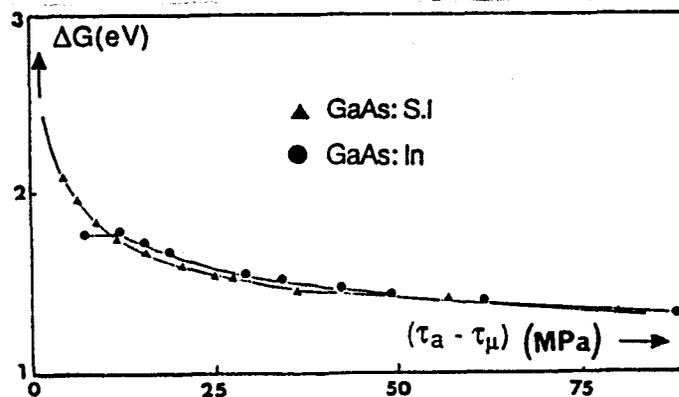


Figure IV-12

Evolution de l'énergie d'activation avec la contrainte effective $(\tau_a - \tau_\mu)$.

(▲ : GaAs: S.I $\tau_\mu \cong 2,5$ MPa; ● : GaAs: In $\tau_\mu \cong 5$ MPa)

avec la dépendance thermique de la limite élastique, comme l'illustrent les diagrammes en croix que l'on peut tracer à partir du jeu de variables $\Delta G, \tau_a, T$ (Quélard 1987, Boivin 1988). Les deux courbes se superposent pratiquement à forte contrainte, c'est-à-dire à basse température. La valeur asymptotique mesurée pour ΔG dans ces conditions se situe vers 1,3eV. A faible contrainte, respectivement haute température, l'écart provient surtout de la présence d'un plateau dans la courbe GaAs: In. Un tel plateau avait été observé par Karmouda (1984) dans le cas de InSb et de GaAs, à la température critique de 350°C déjà évoquée pour GaAs. Le fait qu'il n'apparaît pas dans le cas GaAs: S.I. laisse perplexé, dans la mesure où les deux analyses ont été traitées en parallèle. Le plateau apparaît dans la méthode intégrale de détermination de ΔG (figure IV-1b). Sa position à $\approx 1,75$ eV est curieusement du bon ordre de grandeur par rapport aux valeurs publiées, ou par rapport au cas semi-isolant si on admet une température "athermique" de 350°C comme indiqué précédemment. Ce résultat peut être également pure coïncidence.

La détermination de l'énergie d'activation par le modèle de Haasen est basée sur le caractère linéaire des courbes $\text{Ln}\tau = f(1/T)$ dont on tire la quantité $\frac{Q}{2+m}$, où Q s'identifie à l'enthalpie ΔH du formalisme de Schoeck. Le tableau ci-dessous résume les valeurs obtenues, déduites des figures IV-2 et IV-8 .

Nuance	Basse température	Haute température	température seuil
GaAs: S.I	0,31 eV	0,27 eV	350°C
GaAs: In	0,29 eV	0,15 eV	350°C
GaAs: In-Zn	0,264 eV	0,095 eV	$\approx 450^\circ\text{C}$
GaAs: Se	0,49eV	0,22 eV	$\approx 510^\circ\text{C}$

Tableau IV - 2: valeurs de $\frac{Q}{2+m}$ déduites des courbes $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$

Dans ce tableau, nous avons fait la distinction entre les portions de droite représentant l'évolution de la limite élastique de part et d'autre des points de cassure (température seuil). On obtient l'énergie d'activation Q si le facteur (2+m) est connu. Nous avons évoqué cette quantité dans l'équation 4-44. Ici également l'interprétation est ambiguë. Si l'équation 4-43 qui permet la mesure de ΔH lorsque la courbe $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$ est une droite, est recevable, alors la quantité 2+m s'identifie à $\frac{\tau_a V_a}{kT}$, ainsi que l'exprime l'équation 4-44, c'est-à-dire que m est une fonction (linéaire) de T, ce que ne postule pas le modèle de Haasen. Cette question est sans doute un faux débat, et l'interprétation ci-dessus mal amenée. Sans revenir sur les hypothèses restrictives du modèle de Haasen (paragraphe IV-2), on peut simplement remarquer que si l'expérience vérifie une équation du type

$$V_a = \frac{n k T}{\tau_a - \tau_\mu} \quad (4-50)$$

celà sous-entend une vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$ qui dépend de la contrainte en $(\tau_a - \tau_\mu)^n$, c'est-à-dire formellement une loi phénoménologique de type Haasen. Les valeurs de n sont alors celles que l'on déduit des figures IV-5 et IV-11. Ce sont des constantes. Les valeurs des énergies d'activation Q que l'on obtient ainsi sont rassemblées dans le tableau ci-dessous:

	GaAs: S.I	GaAs: In	GaAs: In-Zn	GaAs: Se
n	4,4	4,4	/	4,6
$Q(\text{eV})$	$\cong 1,36$	1,3	/	2,25

Tableau IV-3: Valeurs des énergies d'activation déduites de la table IV-2, dans l'hypothèse d'une loi expérimentale représentée par l'équation 4-50.

Les points de haute température n'ont pas de signification physique propre ainsi que nous l'examinons au chapitre V.

Les valeurs de Q ainsi déterminées sont particulièrement basses dans les cas S.I et In. Elles sont de l'ordre de grandeur, pour ce qui concerne le matériau semi-isolant, de celles déduites des mesures de vitesses des dislocations individuelles (Choi et Mihara 1977, Warren et Roberts 1986). Il reste toutefois à les interpréter dans le cadre du formalisme de Schoeck largement commenté dans ce chapitre. On notera en particulier à ce sujet que les valeurs obtenues pour GaAs: S.I et GaAs: In sont compatibles avec la valeur asymptotique de 1,3 eV que nous avons déduite du tracé $\Delta G(\tau_a - \tau_\mu)$ de la figure IV-12.

CHAPITRE V

DISCUSSION

Nous avons dans le chapitre précédent tenté d'exploiter les résultats bruts du chapitre III en les traitant dans le cadre des formalismes de l'activation thermique classiquement utilisés dans ce type d'approche. Ainsi que nous le constatons, aucun des deux formalismes n'est pleinement satisfaisant. La raison profonde vient essentiellement du fait que ces formalismes sont bâtis à partir de modèles qui, pour être transposables à l'expérience, sont habillés d'hypothèses que celle-ci ne vérifie que dans des domaines extrêmement étroits de contraintes, de températures ou de vitesses de déformation plastique. On peut sans aucun problème traiter l'ensemble du spectre des points expérimentaux en restant à un stade purement phénoménologique de l'analyse, sans référence aucune aux hypothèses précitées. On trouve ainsi des lois expérimentales qui paraissent acquises, soit parce qu'elles sont linéaires et qu'il est toujours satisfaisant pour l'esprit d'observer des lois linéaires car elles sont facilement extrapolables, ou faciles à mettre en équation, soit parce qu'elles sont conformes à ce que la théorie prévoit, moyennant un oubli des hypothèses dont celle-ci a besoin pour s'affirmer. Ces hypothèses sont pourtant fondamentales et ne peuvent pas être contournées si on veut sortir du cadre strictement phénoménologique de l'analyse : c'est par exemple le cas de la microstructure de déformation et son évolution au fur et à mesure que la déformation progresse; c'est aussi le cas de la contrainte interne τ_i . Ces deux paramètres peuvent être évidemment corrélés entre eux mais ce n'est pas une relation absolue. La contrainte interne τ_i peut avoir d'autres origines que la stricte microstructure. Lorsque cette dernière ne participe au champ de contrainte qu'à travers les interactions à grande distance, on pose simplement $\tau_i = \tau_\mu$. Le fait que ces deux paramètres, microstructure et contrainte interne, soient identifiés et supposés constants lors de la prise de mesure d'un paramètre expérimental (contrainte, volume, vitesse de déformation plastique...) est essentiel pour que le point expérimental soit recevable et pour que, mathématiquement, la dérivée partielle que le ou les formalismes font apparaître à travers ce point ait un sens, mathématique et physique. L'observation, par microscopie électronique en transmission ou autre, de l'état et de l'évolution de la microstructure est de ce point de vue essentielle en soi et une information obligée qu'il est nécessaire de resituer ensuite dans le cadre de l'activation thermique. S'il est aisé de décrire une microstructure et ses particularités, il est beaucoup moins aisé d'en tirer une information quantitative précise sur l'évènement élémentaire de plasticité qui, traduit en terme de hauteur de barrière d'énergie que l'activation thermique a permis ou non de franchir, est à l'origine ou interprète la microstructure observée. C'est à ce niveau que se situe l'importance de prendre en considération la contrainte interne si on veut aller "plus loin" dans l'analyse. Ainsi, comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, lorsque la contrainte appliquée τ_a tend

vers la contrainte interne, ce que l'on traduit en disant que la contrainte effective tend vers zéro, le volume d'activation apparent tend vers l'infini. Ce type d'évolution manifeste la présence d'une barrière d'énergie qui s'efface, obstacle, changement de mécanisme, changement de nature d'une interaction,... . La contrainte interne $\tau_{a,i}$ et la température "athermique" $T_{a,i}$ correspondantes constituent la signature de l'évènement. On connaît bien, et le chapitre précédent le montre, la signature "haute température" de GaAs lorsque l'obstacle "restant" est constitué par les contraintes à longue distance représentées par τ_{μ} , la température "athermique" T_a étant repérée par le début du plateau athermique de la courbe $\tau(T)$. Il est évident que cette barrière n'est probablement pas la seule et l'histoire thermomécanique du matériau est vraisemblablement jalonnée d'un certain nombre d'obstacles (barrières) que température et contrainte, séparément ou conjointement, aident à franchir. L'évolution avec la température et la contrainte de la microstructure de déformation depuis le zéro absolu pris comme référence de microstructure (c'est-à-dire représentative d'une équation d'état $f(\tau_0, \dot{\gamma}_p) = 0$ à $T = 0$), devrait constituer un marqueur de ces barrières, de la même façon et avec la même importance que l'équation d'état $f(\tau_a - \tau_i, T, \dot{\gamma}_p) = 0$. C'est en général cette dernière que l'on considère d'abord dans l'analyse thermodynamique de la déformation, et en réalité $f(\tau_a, T, \dot{\gamma}_p) = 0$ en absence de données sur τ_i , ou encore $f(\tau_a - \tau_{\mu}, T, \dot{\gamma}_p) = 0$ comme nous l'avons fait dans le chapitre précédent. Au niveau de l'analyse phénoménologique, une difficulté supplémentaire provient de l'existence possible de plusieurs mécanismes compétitifs, en série ou en parallèle, dont l'activité en simultané ou non n'est pas toujours perceptible, ni les poids respectifs facilement séparables et donc mesurables. Dans tous les cas, l'expérience donne un résultat, que l'on peut toujours intégrer dans des lois phénoménologiques appropriées. Le sens physique des grandeurs mesurées échappe malheureusement le plus souvent à l'analyse et c'est sans doute l'aspect le plus frustrant de l'approche thermodynamique de la déformation. L'exemple le plus marquant est celui de la détermination de l'énergie d'activation ΔG , dont on ne sait à la fois ni garantir la validité par les méthodes utilisées, ni relier la grandeur obtenue à un mécanisme physique précis, répertorié ou modélisable.

Dans le présent chapitre, nous revenons sur les résultats du chapitre précédent en essayant d'en faire une synthèse et surtout d'en prolonger l'analyse dans le sens de ce qui précède, notamment à travers l'évolution de la microstructure. C'est en dernier ressort celle-ci qui interprète et gouverne le comportement macroscopique. Cette discussion permet également de revenir de façon plus approfondie sur la comparaison semi-isolant, dopage isoélectronique qui constituait le principal objectif de ce travail, et d'aborder le rôle spécifique de l'impureté indium sur la plasticité de GaAs.

V.I-LE DOMAINE D'ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT DANS GaAs

L'exploitation des résultats expérimentaux décrite au chapitre précédent a fait apparaître un certain nombre de propriétés "apparentes", lois de comportement ou grandeurs physiques, qu'il est nécessaire de réexaminer dans leur globalité. Nous résumons les points essentiels, en prenant pour référence le matériau semi-isolant, pour lequel le domaine thermique analysé a été le plus conséquent :

1: Les deux méthodes de détermination de ΔG , par ΔH (dérivée de $\frac{\partial \tau_a}{\partial T}$) et par la méthode intégrale n'apparaissent cohérentes que dans un domaine très étroit de températures, compris entre 250°C environ et 350°C, soit au plus 100 degrés. C'est très peu en regard de l'étendue du domaine thermique, et "fragile" en terme de cohérence compte-tenu de l'imprécision des relevés expérimentaux et de l'imprécision des calculs de pentes et de surfaces. Ce résultat n'a été rapporté par aucun autre auteur. Karmouda (1984) avait montré qu'il y avait désaccord entre les deux méthodes au-delà de 350°C, la méthode intégrale conduisant à un plateau en ΔG à 350°C. Cette observation a été contredite par Quélard (1987) et par Boivin (1988) qui ont montré au contraire que les lois $\Delta H(T)$ ou $\Delta G(T)$ étaient linéaires jusqu'à 600°C et au-delà. Les expériences de Karmouda, limitées à 260°C, n'avaient pas permis de tirer de conclusion sur la borne inférieure du domaine de cohérence.

2: Cette faible étendue du domaine de cohérence est confirmée dans le cas du dopage indium (figure IV-1 b), avec les mêmes réserves sur le degré de précision à accorder aux deux méthodes de détermination. On trouve également un domaine de cohérence dans le cas GaAs: Se (également d'une centaine de degrés). Dans les trois cas, la relation $\Delta G = \alpha kT$ est vérifiée, à savoir que les points expérimentaux s'alignent bien selon une droite qui passe par l'origine. Dans le cas du codopage In-Zn, l'analyse n'est absolument pas cohérente, ni en ΔG , ni en αkT (figure IV-10).

3: Les valeurs des pentes α obtenues sont relativement élevées, et identiques, dans le cas de GaAs: S.I et GaAs: In, de l'ordre de 33,5. C'est encore acceptable bien que ceci représente un facteur multiplicatif d'environ $5 \cdot 10^3$ dans le facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_0$ par rapport à la valeur standard 25 attendue (chapitre IV). Par contre, la valeur 47 obtenue dans le cas GaAs: Se n'est pas acceptable. Ainsi que nous l'avons vu, le facteur multiplicatif correspondant serait de $\approx 7 \cdot 10^{10}$!! .

4: La sensibilité de la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$ à la contrainte pose un problème délicat d'interprétation. Ce problème est lié au fait de savoir, et de trancher, si l'influence de la contrainte sur cette quantité porte sur le facteur préexponentiel, ou sur l'exponentielle, ou sur les deux à la fois. Formellement, cette quantité s'identifie au volume d'activation apparent, à kT près, par la relation 4-25, que nous réécrivons:

$$V_a = kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}_p}{\partial \tau_a} \right)_{T, \text{ struct.}} \quad (5-1)$$

L'extrapolation de cette relation, et les conclusions, diffèrent selon le formalisme utilisé. Dans le formalisme de Schoeck, sous sa forme la plus générale, cette relation s'écrit (équation 4-29)

$$V_a = \frac{n kT}{\tau_a - \tau_j} + V \quad (5-2)$$

dans l'hypothèse où $\dot{\gamma}_0$ dépend de la contrainte effective sous une forme posée égale à $(\tau_a - \tau_j)^n$.

Dans le formalisme de Haasen, si nous négligeons l'aspect "minimum de contrainte" car celui-ci n'affecte pas vraiment l'allure de la loi phénoménologique que l'expérience vérifie souvent et que nous réécrivons également sous la forme générale:

$$\dot{\gamma}_p = \text{Constante} \cdot \tau^n \cdot e^{-Q/kT} \quad (5-3)$$

celle-ci s'identifie également à un volume d'activation que nous posons sous la forme:

$$V_a = \frac{n kT}{\tau} \quad (5-4)$$

où τ a dans le modèle de Haasen le sens physique de la contrainte appliquée mesurée au minimum du crochet (τ_{lyp}). Dans le chapitre précédent, dans le but de préfigurer une contrainte effective, nous l'avons référée à la quantité:

$$V_a = \frac{n kT}{\tau_a - \tau_\mu} \quad (5-5)$$

Comme l'expérience vérifie presque toujours des lois linéaires*, il est difficile de déduire laquelle de ces formulations est bonne et quelle information en tirer sur les mécanismes élémentaires de plasticité. L'exemple traité dans le chapitre précédent de la dépendance linéaire de V_a avec la quantité $\frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}$ ne permet pas de ce point de vue de conclure sur la validité d'une équation de type 5-2 si $\tau_i = \tau_\mu$ ou de type 5-5. De même, dans l'équation 5-2, le fait de vérifier une relation linéaire ne permet pas de déduire V aisément. En toute rigueur, selon cette équation, le volume vrai n'est égal au volume apparent mesuré qu'extrapolé au zéro absolu. Pourtant l'égalité $V_a = V$ est essentielle pour que le formalisme de l'activation thermique s'applique (chapitre IV). Il est donc nécessaire que la quantité $\frac{n kT}{\tau_a - \tau_i}$ soit négligeable devant V . Mais comment déterminer V et s'assurer qu'il en est bien ainsi? L'expérience montre au contraire que le terme $\frac{n kT}{\tau_a - \tau_i}$ est loin d'être négligeable, avec n de l'ordre de 4 à 5, dans l'hypothèse la plus pessimiste cependant, c'est-à-dire $\tau_i = \tau_\mu$. Cette analyse cesse de toute façon d'être vraie lorsque la contrainte appliquée tend vers une contrainte interne. Mais y-a-t'il une ou des contraintes internes, c'est-à-dire différentes signatures d'obstacles dans l'ensemble du domaine thermique?

5: Les différents tracés de courbes font apparaître des lois phénoménologiques "linéaires" (voir remarque en bas de page). Ces lois doivent être considérées comme des tendances, aussi longtemps qu'une modélisation n'est pas venue en confirmer l'allure. L'exemple de la loi linéaire $\ln \tau_a = f(1/T)$ est de ce point de vue caractéristique. Confirmer-t'elle pour autant le formalisme de Haasen, à savoir que l'énergie d'activation ne dépend pas de la contrainte? L'allure de la figure IV-12 n'est d'ailleurs pas à notre sens une preuve de la dépendance de ΔG avec la contrainte (appliquée ou effective) mais plutôt celle de la dépendance de la contrainte appliquée ou effective avec la température, comme le montrent de fait les diagrammes en croix utilisés pour illustrer cette dépendance (Boivin 1988). En effet, l'équation d'état $f(T, \tau_a, \dot{\gamma}_p) = 0$ montre qu'à $\dot{\gamma}_p$ fixé (cas des essais à vitesse imposée avec un stade I presque plat), la contrainte appliquée est une grandeur dépendante de T au sens thermodynamique du terme. On est donc loin des conditions du formalisme thermodynamique qui postule que ΔG est une fonction d'état à deux variables indépendantes T et τ (équation 4-4). Ainsi qu'il est généralement admis, (Schröter et al. 1983), la loi

* Le fait que l'expérience vérifie effectivement des lois linéaires ne doit pas laisser abuser sur la loi physique proprement dite qui peut être de formulation mathématique très différente. Il y a deux aspects à cette remarque: à la fois une dispersion expérimentale très grande des points de mesure qui veut qu'on utilise des régressions linéaires pour rationaliser l'évolution et d'un autre côté le fait tout à fait plausible de lois physiques qui, localement, parce que les vitesses de variation sont lentes, peuvent être assimilées à des droites. Il faut prendre garde dans ce cas aux extrapolations qui peuvent être hasardeuses.

linéaire $\ln \tau_a = f(1/T)$ est "assez bien vérifiée" dans des domaines limités de température et de contrainte, comme nous le vérifions également.

Dans le même ordre d'idées, le fait d'observer des lois "linéaires" de type $\frac{\tau_a V_a}{kT}(T)$, ou $(\tau_a - \tau_\mu) \cdot V_a(T)$, ou même des plateaux, laisse perplexe quant au sens physique à leur accorder. Nous avons vu que la quantité $\frac{\tau_a V_a}{kT}$ s'intégrait dans l'expression de l'énergie d'activation ΔG . La quantité $(\tau_a - \tau_\mu) \cdot V_a$, ou plus généralement $(\tau_a - \tau_i) \cdot V_a$, a un sens physique plus précis car elle s'identifie au travail de la contrainte effective à la température T , au sens mécanique du terme. Nos résultats bruts montrent qu'elle apparaît être une fonction ou croissante, ou stationnaire, ou décroissante, selon T . La signification physique de cette quantité voudrait qu'elle soit une fonction linéaire, modérément décroissante de T (figure IV-3). Toutes ces remarques montrent par conséquent qu'il faut examiner les résultats bruts avec beaucoup de prudence avant de leur attacher une quelconque valeur physique.

6: Dans le contexte de ce qui précède, les valeurs des énergies d'activation ΔG que nous donnons doivent être considérées comme des repères. Que ce soit par la détermination thermodynamique au sens de Gibbs ou par le formalisme de type Haasen, les valeurs obtenues n'ont de sens que si il est montré qu'elles caractérisent un phénomène physique soigneusement élucidé.

Dans ce qui suit, nous prenons pour base physique de notre discussion les équations suivantes, déjà rencontrées au chapitre IV:

$$\Delta G(T, \tau_{\text{eff}}) = \Delta G_0(T) - \tau_{\text{eff}} \cdot V = \alpha kT \quad (5-6)$$

$$\tau_{\text{eff}} = \tau_a - \tau_i \quad (5-7)$$

$\Delta G_0(T)$ et V sont définis comme les grandeurs caractéristiques du mécanisme élémentaire de plasticité qui contrôle la déformation. Déterminer ces grandeurs physiques vraies suppose de connaître la contrainte interne τ_i , comme le montrent ces deux équations. τ_i est en réalité la grandeur incontournable dans l'analyse. Identifier τ_i à τ_μ est une façon rapide de résoudre la difficulté. En retour, τ_μ est une grandeur parfaitement mesurable et surtout de sens physique bien établi: c'est la contrainte appliquée résiduelle "athermique" minimale qu'il faut encore appliquer au cristal, au-delà de T_a , pour que celui-ci continue à se déformer à la vitesse imposée par la machine. De fait, dans ce stade "athermique", la contrainte effective est nulle car les seules fluctuations thermiques suffisent à fournir l'énergie nécessaire au mouvement. Le sens physique de τ_i est ici clair: c'est la contrainte interne induite par les

interactions élastiques à longue distance dues au réseau de dislocations, mobiles ou non, sur la ou les dislocations en mouvement à la vitesse moyenne v . Le système d'équations:

$$\begin{aligned} \tau_i &= \tau_\mu & (T=T_a) \\ \tau_{\text{eff}, \mu} &= 0 \end{aligned} \tag{5-8}$$

décrit ce type de barrière. Les paramètres τ_μ et T_a en définissent les caractéristiques. La relation $\Delta G = \alpha k T_a$ en définit la hauteur.

L'équation 5-8 définit la barrière de haute température qui est bien répertoriée dans le cas de GaAs (Karmouda, 1984). La question est de savoir s'il existe d'autres températures "athermiques" auxquelles, à température plus basse, d'autres barrières sont susceptibles de s'effacer et pour lesquelles on peut écrire, par référence à l'équation 5-8:

$$\tau_{i,j} = \tau_{a,i} \quad (T = T_{a,i}) \tag{5-9}$$

i repérant une barrière particulière et la condition $\tau_{\text{eff},i} = 0$ étant incluse dans cette équation.

La méthode classique d'extrapolation de la courbe $V_a(T)$ ou de la courbe $\tau_a(T)$ au seuil du plateau est peu précise pour déterminer une température athermique (chapitre III). Cette méthode conduit d'ailleurs invariablement aux coordonnées (τ_μ, T_a) . Il a été montré récemment dans le cas de polymères (Porzucek et al. 1989 a et b) l'existence de plusieurs températures caractéristiques, véritables températures "athermiques" clairement reliées à des évolutions microstructurales, et révélées par des singularités sur les courbes $V_a(T)$. Ces singularités ont été aussi mises en évidence dans l'évolution avec la température du rapport $\lambda = \frac{kT}{V_a}$ (Cottu et al. 1971, Escaig 1982). $\lambda(T)$ représente en toute rigueur la sensibilité de la contrainte d'écoulement plastique à la vitesse de déformation $\dot{\gamma}_p$:

$$\lambda = \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial \ln \dot{\gamma}_p} \right)_{T, \tau_i} = \frac{kT}{V_a} \tag{5-10}$$

λ est ici un paramètre important à considérer. Son intérêt est double:

- il ne dépend que de grandeurs mesurées, hors de toute hypothèse particulière.
- son évolution avec la température a un sens physique concret.

L'évolution $\lambda(T)$ est schématisée sur la figure V-1 (Peyrade, 1978). A basse température, le volume d'activation varie très peu (figure III-15). Le terme kT est alors prépondérant dans l'équation 5-10 et l'évolution de λ avec T est sensiblement linéaire.

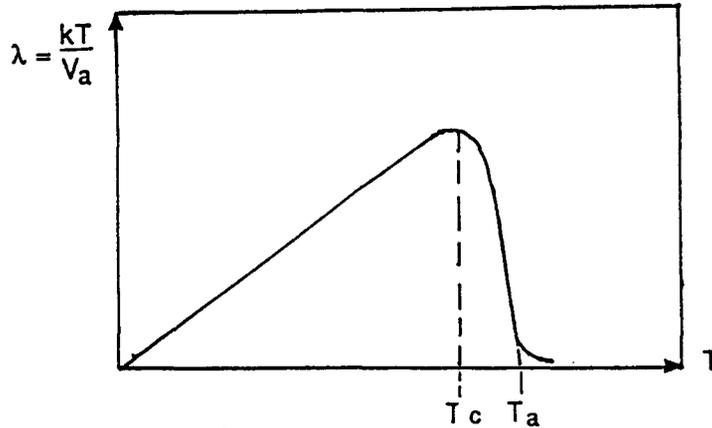


Figure V-1
Evolution de la quantité $\lambda = \frac{kT}{V_a}$ avec la température (schématique).

A température plus élevée, lorsque le volume d'activation apparent commence à croître fortement avec T , le dénominateur devient prépondérant et λ chute. L'extrapolation à zéro de $\lambda(T)$ dans la descente correspond à un volume d'activation apparent qui devient infini. Ceci définit une température athermique T_a de manière plus précise en principe que par extrapolation directe asymptotique de la courbe $V_a(T)$.

La figure V-2 montre le résultat obtenu dans le cas des matériaux GaAs: S.I et GaAs: In. L'allure observée suggère que la courbe expérimentale obtenue est une courbe enveloppe, qui résulte de la convolution de plusieurs courbes $\lambda(T)$.

La figure V-3 schématise cette situation, lorsque plusieurs phénomènes physiques se chevauchent, chaque courbe $\lambda(T)$ étant représentative d'un phénomène physique particulier, caractérisé par sa température "athermique" $T_{a,i}$. Ainsi que nous le confirmons ci-après, l'extrapolation à zéro des courbes de la figure V-2 définit en réalité trois températures qui sont de véritables températures "athermiques", au sens défini plus haut d'un volume d'activation apparent qui tend dans ce cas vers l'infini.

On retrouve ce résultat en considérant l'évolution de l'inverse du volume d'activation apparent, $\frac{1}{V_a}$, avec la contrainte appliquée τ_a . Il a été montré (Kocks et al. 1975) que l'inverse de l'aire d'activation apparente, en présence d'obstacles localisés et d'un frottement de réseau, devait être proportionnelle à la contrainte d'écoulement plastique (loi de Cottrell-Stokes). Celle-ci doit vérifier la relation:

$$\frac{1}{V_a} = A.(\tau_a - \tau_i) \tag{5-11}$$

où A est une vraie constante si la relation à vérifier est linéaire. L'équation 5-11 est aussi en accord avec le sens physique d'un volume d'activation apparent qui tend vers l'infini

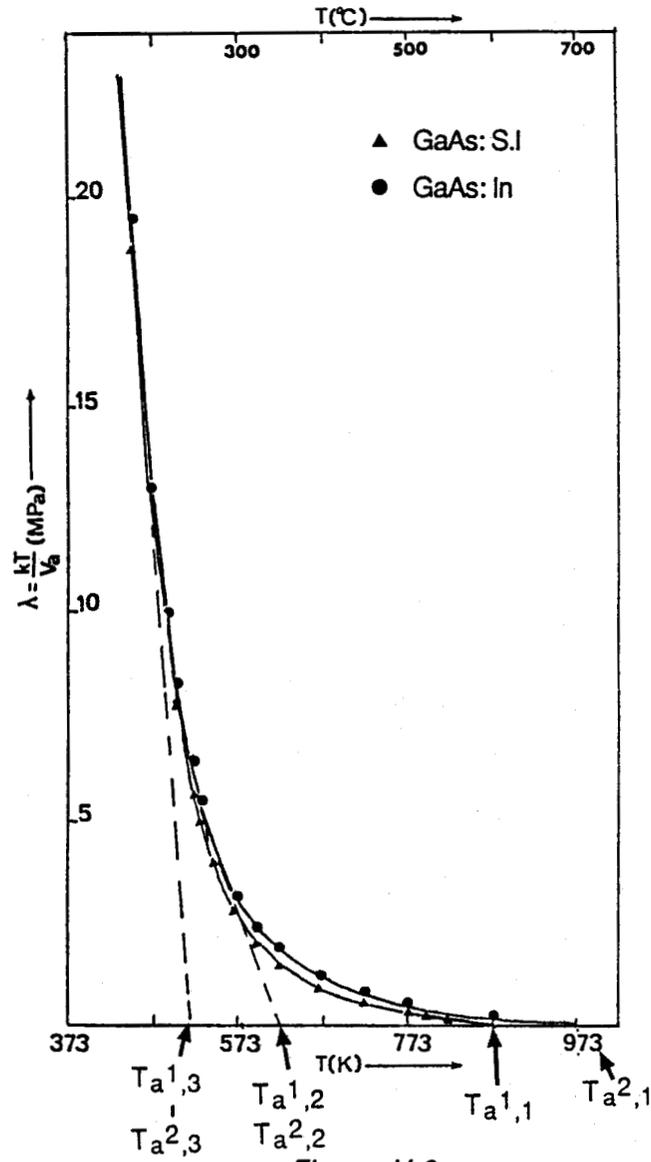


Figure V-2

Evolution du rapport $\lambda = \frac{kT}{V_a}$ avec la température. Cas GaAs: S.I et GaAs: In.

(L'indice 1 est relatif à GaAs: S.I; L'indice 2 est relatif à GaAs: In)

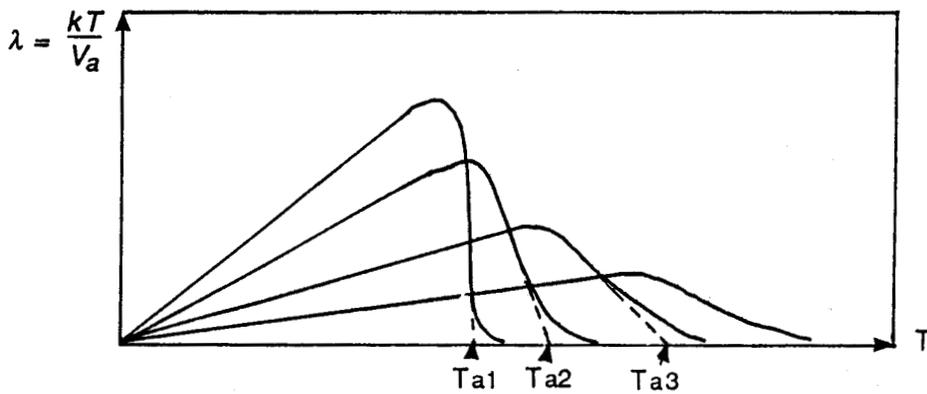


Figure V-3

Evolution de la quantité $\lambda = \frac{kT}{V_a}$ lorsque plusieurs mécanismes se superposent (schématique)

lorsque $\tau_a = \tau_i$ (équation 5-9), c'est-à-dire lorsque le travail de la contrainte effective tend vers zéro, dès lors que les fluctuations thermiques seules suffisent à pourvoir l'énergie nécessaire pour franchir ou effacer l'obstacle.

La figure V-4 a et b montre le tracé de l'évolution $\frac{1}{V_a} = f(\tau_a)$. Comme pour le rapport $\lambda = \frac{kT}{V_a}$, ce tracé ne fait appel qu'à des grandeurs mesurées, sans référence à aucune hypothèse à caractère restrictif. Nous vérifions que cette évolution est effectivement linéaire. L'extrapolation à zéro de $\frac{1}{V_a}$ (V_a infini) fournit τ_i , en accord avec l'équation 5-11.

L'ensemble du diagramme se décompose, tout au moins dans le cas GaAs: S.I, en trois portions droites de pentes différentes, définissant ainsi trois contraintes internes "athermiques" $\tau_{a,i}$ au sens défini par l'équation 5-9. A la précision des tracés près, les valeurs suivantes sont lues sur les courbes:

$$\begin{aligned} \text{GaAs: S.I} & : \tau_{a,1} = 2,5\text{MPa}, \quad \tau_{a,2} = 8,5\text{MPa}, \quad \tau_{a,3} \cong 27\text{MPa} \\ \text{GaAs: In} & : \tau_{a,1} = 5\text{MPa}, \quad \tau_{a,2} \cong 12\text{MPa}, \quad \tau_{a,3} = ? \end{aligned}$$

En se reportant au tableau III-1, page 78, on lit les valeurs suivantes des températures "athermiques" qui correspondent à ces contraintes. Les résultats sont rassemblés dans la table V-1:

	Barrière 1	Barrière 2	Barrière 3
GaAs: S.I	600°C	$\cong 350^\circ\text{C}$	$\cong 250^\circ\text{C}$
GaAs: In	700°C	$\cong 350^\circ\text{C}$	$\cong 250^\circ\text{C}?$

Table V-1

Températures athermiques $T_{a,i}$ déduites du tableau III-1 à partir des données de la figure V-4 a et b .

Ils sont cohérents avec ceux déduits de l'évolution $\lambda(T)$. Ils sont aussi plus précis. Comme ces valeurs se recouvrent à travers deux routes totalement indépendantes, cela signifie également une bonne cohérence interne de l'analyse à ce niveau. Trois barrières d'énergie sont par conséquent mises en évidence dans GaAs, au sens donné par Schoeck (1965) à ces barrières. Ceci conforte a posteriori le tracé schématisé de la figure V-3 et le postulat qu'il sous-tend, à savoir des signatures indépendantes repérées par les couples $(\tau_{a,i}, T_{a,i})$ "d'obstacles" qui contrôlent la plasticité de GaAs dans l'étendue du domaine thermique considéré.

La barrière 1 est bien identifiée dans les deux cas au couple (τ_μ, T_a) caractéristique du début du domaine de haute température et auquel nous avons fréquemment fait référence

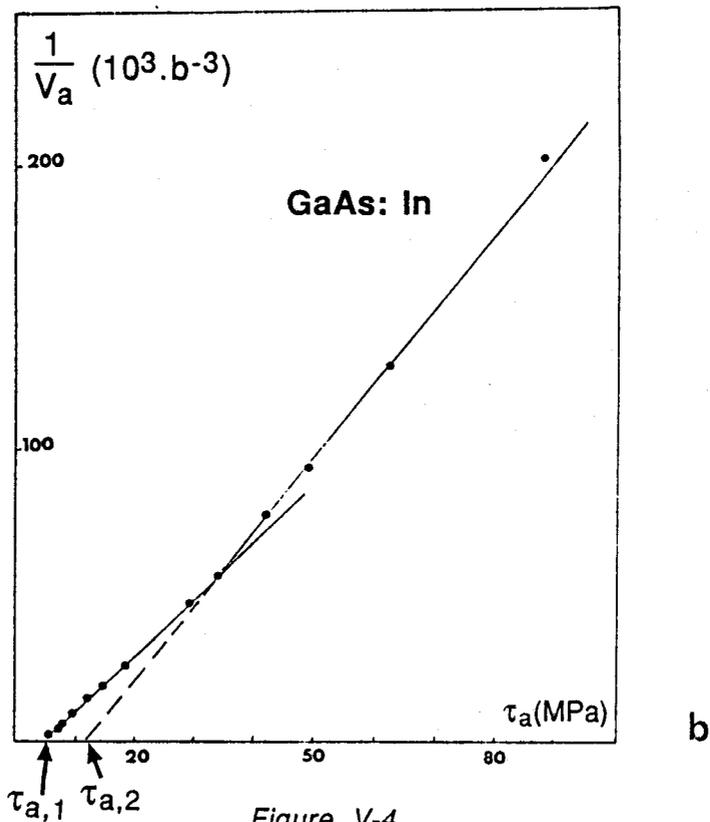
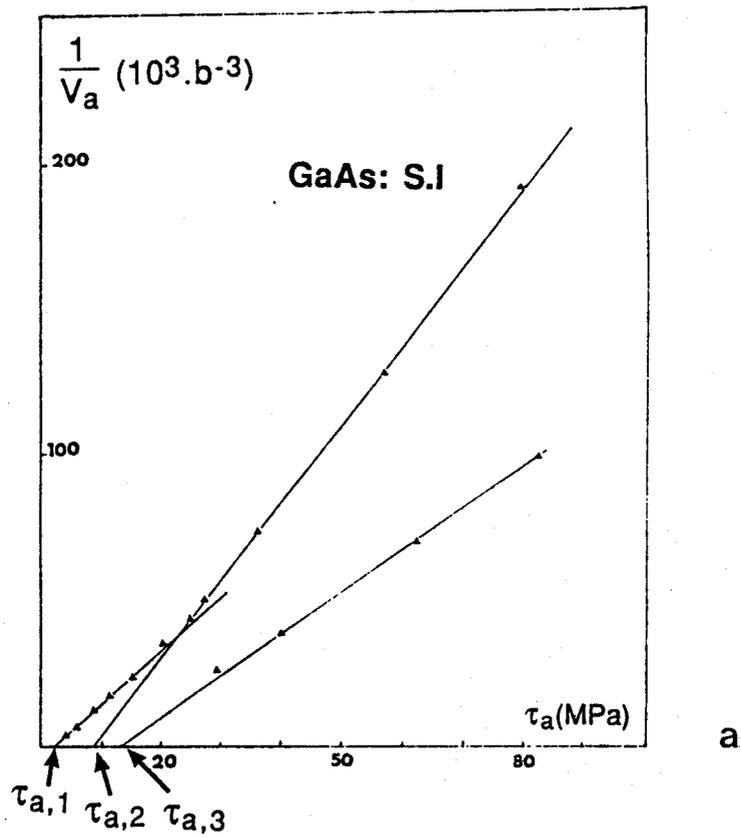


Figure V-4

Evolution de la quantité $\frac{1}{V_a}$ (inverse du volume d'activation apparent) avec la contrainte appliquée. [a: cas GaAs: S.I; b: cas GaAs:In (deux échelles en $\frac{1}{V_a}$ et en τ_a sont superposées sur la courbe a)].

dans ce qui précède (équation 5-8). Ceci confirme de façon décisive l'évolution asymptotique de la contrainte d'écoulement plastique aux températures élevées.

La barrière 2 se localise à la même température dans les deux nuances S.I et In ($\cong 350^\circ\text{C}$), ce qui est à souligner. La contrainte interne $\tau_{a,2}$ plus élevée dans le cas GaAs: In ($\cong 12\text{MPa}$) est en rapport avec le niveau également plus élevé de la barrière 1 ($\cong 5\text{MPa}$). Cette barrière avait été identifiée par Karmouda (1984), uniquement à partir de la loi d'évolution $\lambda(T)$, dans le cas de GaAs non intentionnellement dopé. Le caractère réellement "athermique" de cette température n'avait toutefois pas été remarqué car les essais n'avaient pas été conduits à températures assez basses. Il avait cependant montré qu'elle était associée à la disparition du caractère vis des microstructures de déformation. Nous y reviendrons ci-dessous.

La barrière 3 observée dans GaAs: S.I. (250°C , 27MPa) est tout à fait inattendue. Le fait de ne pas l'observer dans le cas GaAs dopé indium ne signifie pas en soi qu'elle n'existe pas. Simplement, l'analyse n'a pas pu être poussée assez bas en température, par suite des fissurations répétées des éprouvettes. Il serait surprenant que cette barrière n'existe pas dans GaAs: In, les deux nuances ayant des propriétés très comparables (figure V-2). Dans les polymères, le schéma suivant a été proposé pour rendre compte de la possibilité d'existence de plusieurs températures athermiques au sein d'un même matériau (Porzucek 1988, déjà citée). Ce schéma concerne l'évolution $V_a(T)$ du volume d'activation apparent (figure V-5).

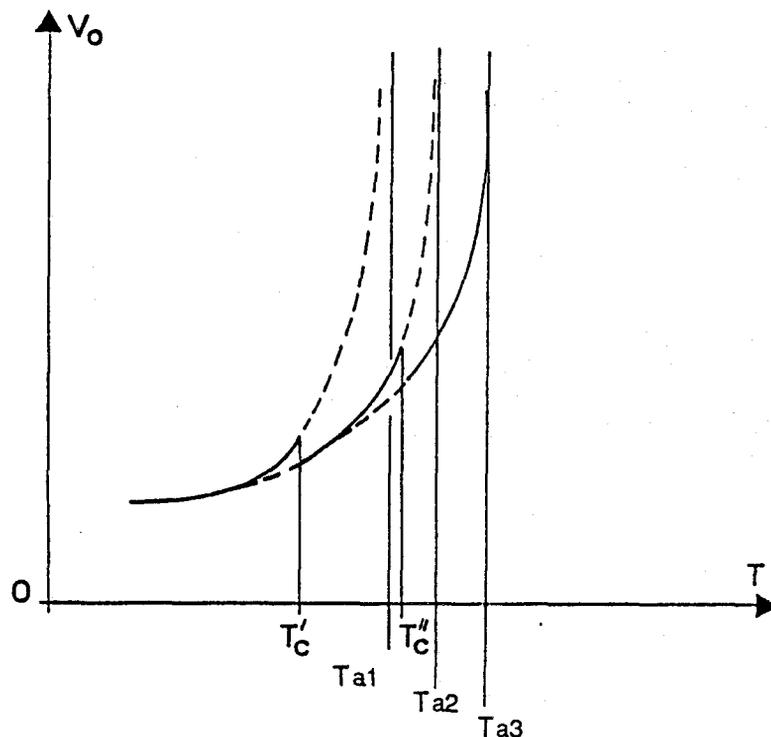


Figure V-5

Evolution schématique du volume d'activation apparent avec la température
(d'après K. Porzucek, 1988)

C'est la présence d'un mécanisme "athermique" de signature $T_{a,1}$ qui empêche les volumes d'activation apparents de diverger à l'approche des températures athermiques asymptotiques T_{a3} et T_{a2} . Ceci entraîne la formation de "discontinuités" sur la courbe $V_a(T)$ relative au mécanisme 1, c'est-à-dire celui pour lequel il y a observation effective d'un volume d'activation apparent qui diverge. Pour interpréter trois températures athermiques, deux discontinuités sont nécessaires, correctement situées par rapport à ces asymptotes. Dans le cas des polymères (Porzucek et al. 1989 a et b), elles ont été effectivement mises en évidence par la présence de singularités, à ces températures, sur les courbes expérimentales $V_a(T)$. Ces singularités ont été attribuées à des discontinuités brutales de la contrainte interne τ_i consécutives à des modifications structurales au sein des matériaux. Les températures critiques T_c correspondantes sont les véritables températures physiques d'intérêt. Parmi les températures athermiques, seule la température $T_{a,1}$ est exprimée. Cela signifie en principe qu'il n'y a plus d'autres températures critiques au-delà de T_c .

Dans le cas de GaAs, il est difficile de dire si des singularités du type observé dans le cas des polymères existent sur les courbes $V_a(T)$. De telles singularités sont probablement trop peu marquées pour être extraites des limites de dispersion (figures III-15). Au niveau expérimental, les dispersions effectivement constatées dans ce domaine de température ont surtout été attribuées à la fragilité du matériau et à l'hétérogénéité de la déformation à basse température. Par contre, des singularités ont été clairement observées sur les courbes $\tau_a(T)$.

La figure IV-2, exprimée dans un diagramme $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$, a montré que les caractéristiques étaient linéaires de part et d'autre de cassures dans les deux nuances, S.I. et In, à la même température de 350°C. Ceci apparaît être en rapport avec les caractéristiques de la barrière 2 définie ci-dessus. A plus basse température cependant, et en dessous de 180°C dans le cas GaAs: S.I, le seul cas qui a pu être analysé dans ce domaine, la courbe expérimentale s'écarte de la linéarité, comme le montre la figure V-6. L'applatissage de la courbe $\tau_a(T)$ dans un diagramme semi-logarithmique ne signifie pas qu'il y a adoucissement du matériau. Au contraire, il y a accroissement accéléré de la contrainte appliquée. Cette observation contredit la remarque de Boivin (1988) concernant un infléchissement de la contrainte d'écoulement plastique à basse température (Friedel, 1964) mis en évidence sur les courbes $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$ lors d'essais sous pression de confinement. Nos propres expériences montrent qu'en réalité la loi phénoménologique $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$ n'est pas vérifiée dans GaAs à basse température.

La figure V-7 montre dans un diagramme simple $\tau_a(T)$ l'évolution de la contrainte d'écoulement plastique déduite du tableau III-1, page 78, limitée au domaine thermique 200°C-125°C. Nous avons reporté également sur cette figure les résultats obtenus indépendamment dans le laboratoire dans le cas GaAs: S.I déformé sous pression de confine-

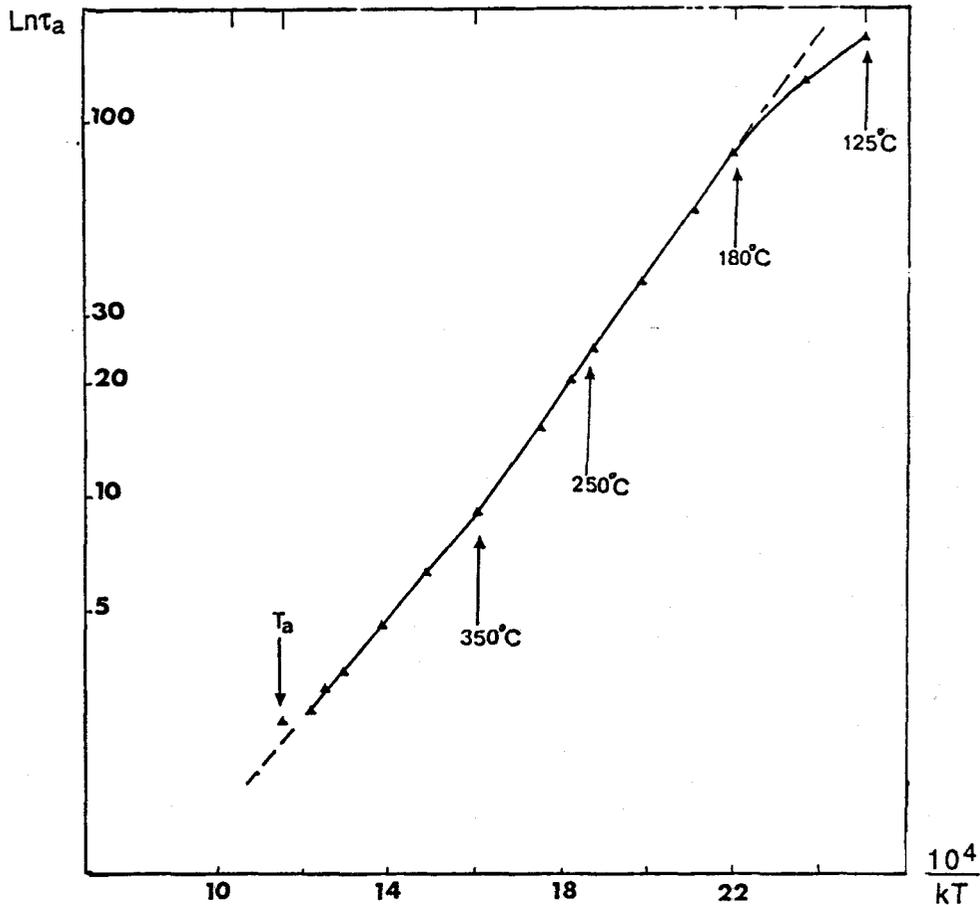


Figure V-6

GaAs Semi-Insolant. Températures "critiques" mises en évidence sur la courbe $Lnt_a = f(1/T)$. T_a = température "athermique" au seuil du plateau.

ment dans la gamme de températures 20°C-110°C (Lazergui et Garriga-Majo, 1988). A l'intérêt évident de relier entre eux les essais de basse température sous pression de confinement et les essais conventionnels à pression atmosphérique (Boivin 1988) afin d'en déduire une influence éventuelle de la pression hydrostatique sur la cinétique de la déformation s'ajoute celui d'étudier le comportement des dislocations parfaites ou partielles dans le régime des très fortes contraintes (Lefebvre et al. 1985, Rabier et al. 1985). L'allure de la courbe $\tau_a(T)$ est très intéressante. D'une part, nous constatons un comportement quasi-linéaire de la contrainte d'écoulement plastique τ_a avec la température T en-dessous de 125°C environ. Cette évolution directement linéaire avec T n'avait pas été perçue par les auteurs cités en référence. Ceci suggère un volume d'activation qui devient constant en-dessous de cette température (paragraphe V-2). D'autre part, la courbe de basse température sous pression de confinement se raccorde directement à la nôtre, à 125°C. Cette circonstance heureuse peut revêtir un caractère fortuit et il faudra probablement la

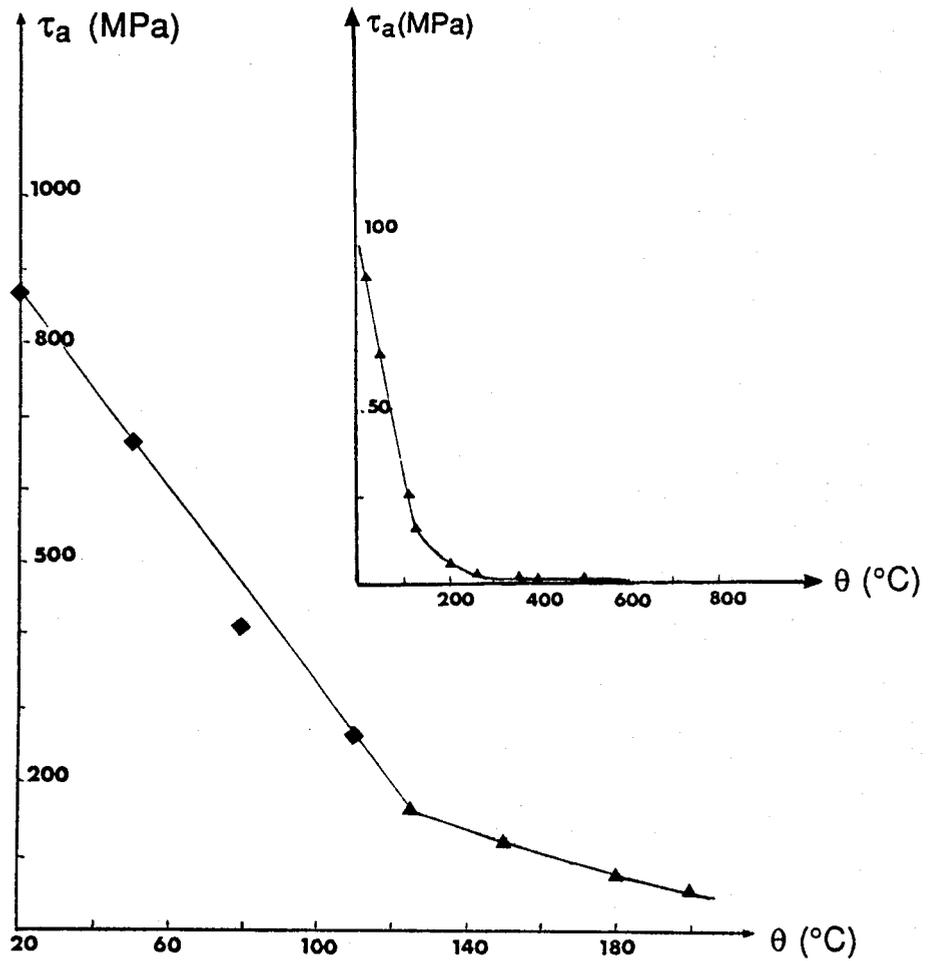


Figure V-7

Courbe $\tau_a(T)$ dans le domaine thermique 20°C-200°C. Cas de GaAs: S.I.

◆ : Mesures sous pression de confinement (Lazergui, Garriga-Majo 1988).

▲ : Notre étude (tableau I , page 78).

En encart: Allure générale de la courbe $\tau_a(T)$ dans l'ensemble du domaine thermique au-dessus de l'ambiante.

confirmer par la suite. C'est pour le moment un fait expérimental constaté. Le point important est l'existence à 125°C d'une cassure dans l'évolution $\tau_a(T)$. Un deuxième changement est observé vers 180°C. Aucune cassure n'est réellement mise en évidence aux environs de 250°C (figure V-6). L'encart montré sur la figure V-7 confirme le très net accroissement de la contrainte d'écoulement plastique au voisinage de la température ambiante. Si on admet une variation linéaire de cette contrainte jusqu'au zéro absolu, en extrapolant la loi observée au-dessus de la température ambiante, nous calculons aisément la contrainte d'écoulement plastique dans GaAs: S.I au zéro absolu:

$$\tau_0 \cong 2800 \text{ MPa}$$

soit environ $\frac{\mu_0}{18}$. Cette valeur n'est pas déraisonnable, comparativement au cas bien connu des métaux.

Les résultats obtenus dans les cas GaAs: Se et GaAs: In-Zn sont moins probants car le domaine thermique étudié a été restreint, les matériaux étant beaucoup plus fragiles. La tendance générale est cependant conservée. Les figures V-8 et V-9 montrent les évolutions respectives des quantités $\lambda(T) = \frac{kT}{V_a}$ et $\frac{1}{V_a} = f(\tau_a)$. L'extrapolation à zéro des courbes permet ici également de définir des couples "athermiques" $(\tau_{a,i}, T_{a,i})$ que nous résumons dans le tableau V-2.

On retrouve bien les caractéristiques de la barrière 1 au seuil du plateau athermique. La barrière 2 est curieusement proche en contrainte de la barrière 1. Le fait

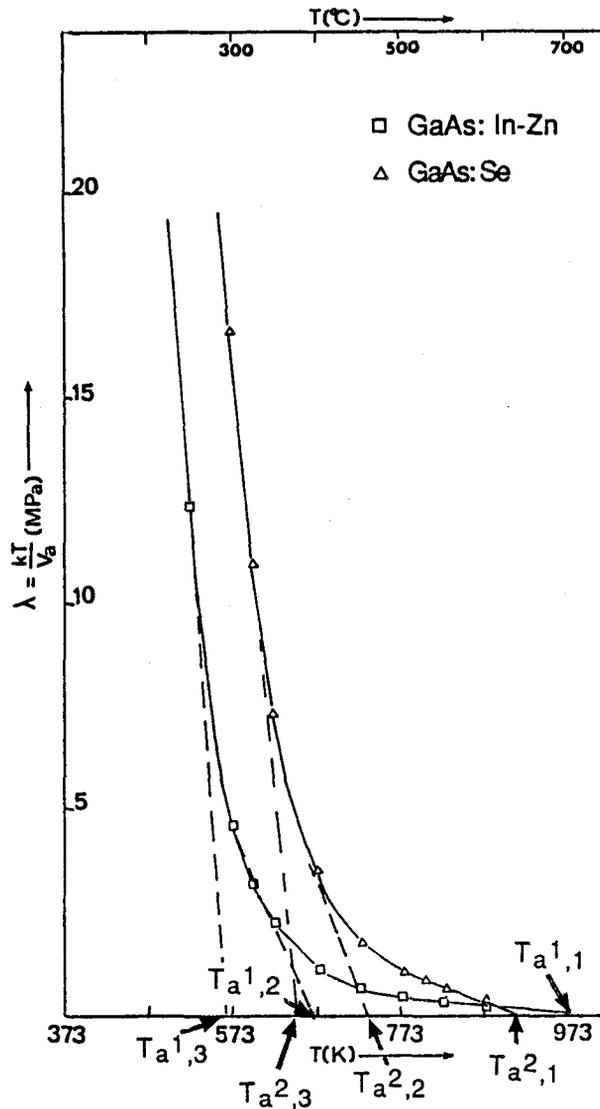


Figure V-8

Evolution du rapport $\lambda = \frac{kT}{V_a}$ avec la température. Cas GaAs: Se et GaAs: In-Zn

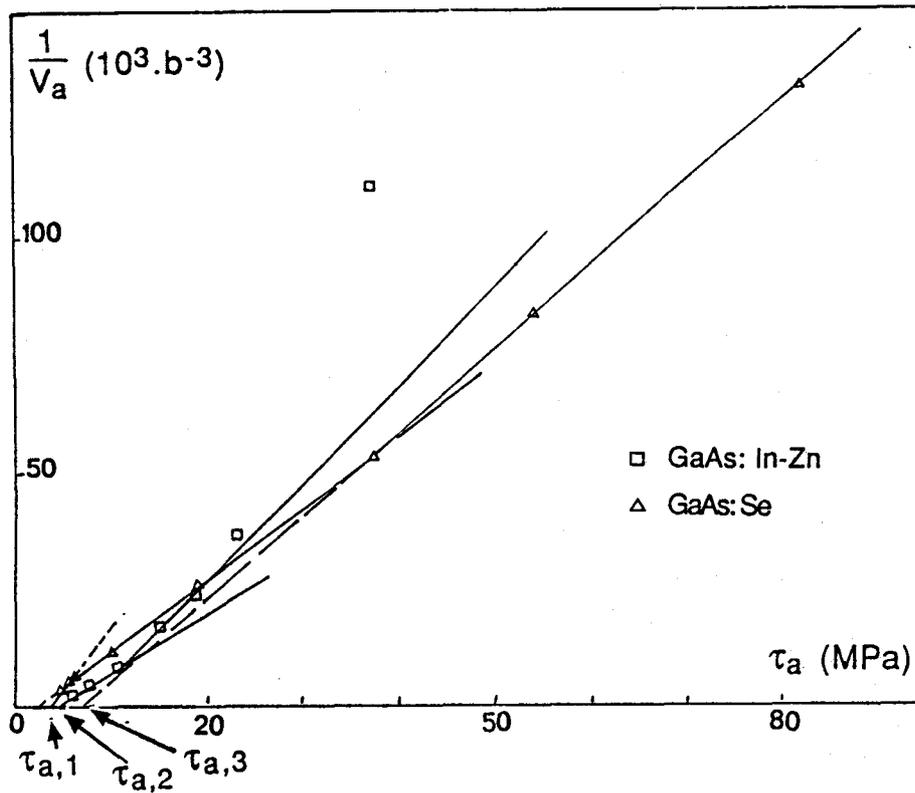


Figure V-9

Evolution de la quantité $\frac{1}{V_a}$ avec la contrainte appliquée dans le cas GaAs: Se (Δ) et GaAs: In- Zn (\square).

	Barrière 1	Barrière 2	Barrière 3
GaAs: Se	650°C ≅ 3,5 MPa	≅ 485°C ≅ 7,5 MPa	≅ 375°C ≅ 26 MPa
GaAs: In-Zn	700°C 5 MPa	≅ 450°C ≅ 7,5 MPa	≅ 290°C ≅ 25 MPa

Table V-2

Températures "athermiques" $T_{a,i}$ et contraintes athermiques $\tau_{a,i}$ déduites par extrapolation des figures V-8 et V-9, et du tableau III-2 page 79.

d'observer la même valeur de $\tau_{a,2}$ dans les deux cas est peut-être fortuit. Elle est cependant proche de celle observée dans le matériau semi-isolant (table V-3). Les extrapolations des températures $T_{a,2}$ sont difficiles à déduire de la figure V-8. Elles l'ont été à partir du tableau III-2, page 79. Le report "à l'envers" sur la figure V-8 des droites d'extrapolation correspondantes montre un positionnement à peu près conforme à la convolution attendue. La figure V-8 suggère deux barrières à plus basse température qui seraient situées

respectivement à $\cong 375^{\circ}\text{C}$ (GaAs: Se) et $\cong 290^{\circ}\text{C}$ (GaAs: In-Zn). La table V-2 leur associe les contraintes athermiques respectives: 26 MPa (GaAs: Se) et 25 MPa (GaAs: In-Zn). Ces contraintes ne sont pas décelables sur la figure V-9. Comme dans le cas GaAs: In, et à l'inverse du cas GaAs: S.I, les essais n'ont pas pu être conduits à température suffisamment basse: les barrières 3 extrapolées correspondent très vraisemblablement, comme dans GaAs: S.I, aux limites d'un domaine thermique situé en-dessous de 200°C environ, pour lequel nous n'avons aucun point expérimental.

La table V-3 ci-dessous récapitule l'ensemble de ces résultats ($\tau_{a,i}$ en MPa et $\theta_{a,i}$ en degrés Celsius).

	Barrière 1		Barrière 2		Barrière 3		Barrière 4	
	$\tau_{a,1}$	$\theta_{a,1}(^{\circ}\text{C})$	$\tau_{a,2}$	$\theta_{a,2}(^{\circ}\text{C})$	$\tau_{a,3}$	$\theta_{a,3}(^{\circ}\text{C})$	$\tau_{a,4}$	$\theta_{a,4}(^{\circ}\text{C})$
GaAs: S.I	2,5	600	8,5	350	27	250	165	125
GaAs: In	5	700	12	350	34	$\cong 250$	/	/
GaAs: Se	$\cong 3,5$	$\cong 650$	$\cong 7,5$	485	26	$\cong 375$	/	/
GaAs: In-Zn	$\cong 5$	$\cong 700$	$\cong 7,5$	450	25	$\cong 290$	/	/

Table V-3

Caractéristiques des " barrières" athermiques dans GaAs. Récapitulatif.

La barrière 1 est relativement bien caractérisée. Les résultats sont cohérents avec les autres méthodes de détermination de cette barrière (chapitre III). C'est la seule barrière que nous observons en pratique: elle définit le seuil du domaine de plasticité de haute température dans GaAs.

La question se pose quant à la nature des autres barrières, et des températures critiques qu'elles présupposent (figure V-5). On notera que les barrières 2 et 3 ont sensiblement les mêmes caractéristiques en contrainte quel que soit le dopant, sauf dans le cas indium. La barrière 2 est associée à des cassures sur les courbes $\tau_a(T)$ et $V_a(T)$. La figure V-10 est une compilation des courbes $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$ déjà présentées par ailleurs. On retrouve les cassures déjà évoquées sur les courbes $\tau_a(V_a)$ mais à des températures légèrement différentes (figure V-11 en coordonnées double-logarithme).

Nous résumons dans la table V-4 les valeurs des températures aux points singuliers, extraites de ces figures.

Les légères différences constatées suggèrent que des singularités pourraient ainsi également exister dans l'évolution $V_a(T)$. Ces singularités pourraient de fait correspondre aux températures critiques T_c évoquées précédemment (figure V-5).

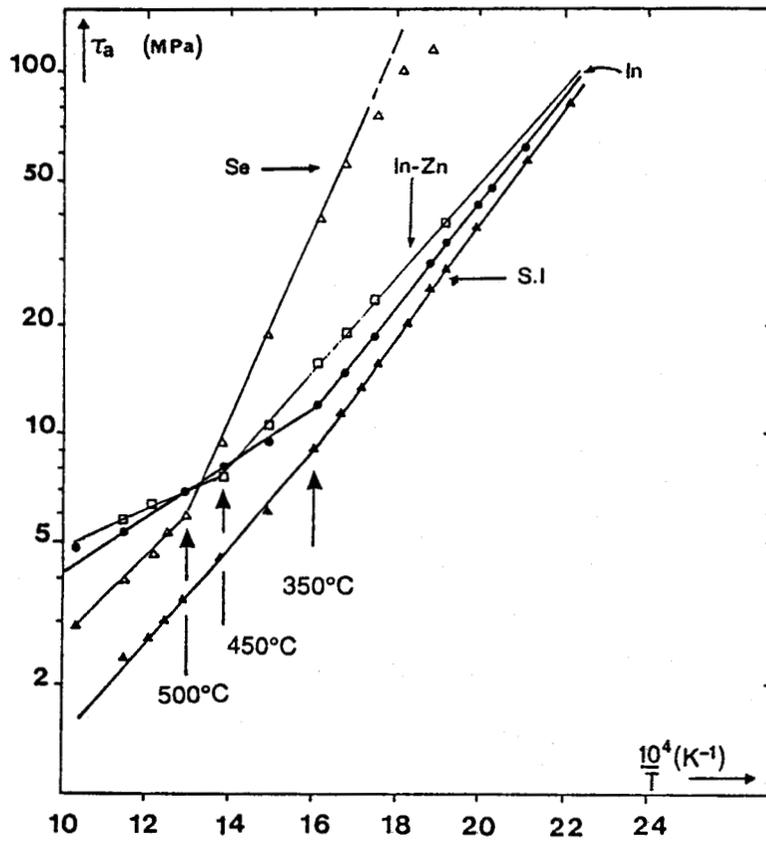


Figure V-10

Positions relatives des courbes $\text{Ln} \tau_a = f(1/T)$ pour les 4 nuances étudiées. Noter la présence de ruptures de pente sur les courbes expérimentales.

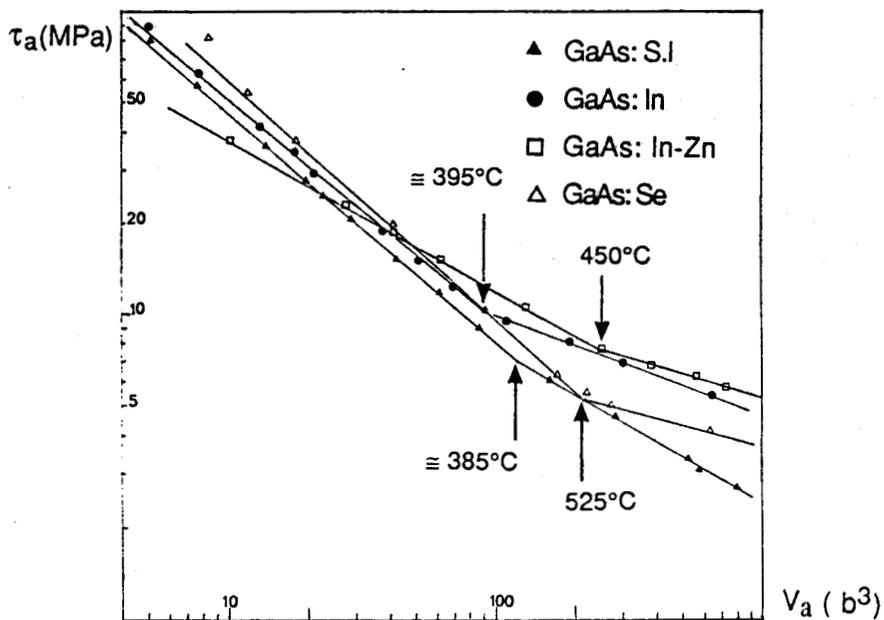


Figure V-11

Positions relatives des courbes $\tau_a(V_a)$ en coordonnées double logarithmique. Les ruptures de pente sont observées à des températures différentes par rapport à la figure V-10.

	GaAs: S.I	GaAs: In	GaAs: Se	GaAs: In-Zn
$\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$	350°C	350°C	500°C	≅ 450°C
$\text{Ln}\tau_a = f(\text{Ln}V_a)$	385°C	≅ 395°C	525°C	≅ 450°C

Table V-4

*Températures mesurées aux points singuliers sur les courbes $\text{Ln}\tau_a(1/T)$ et $\text{Ln}\tau_a = f(\text{Ln}V_a)$.
(D'après les figures V-10 et V-11).*

La comparaison des tables V-3 et V-4 montre que la barrière 2 est très visiblement attachée aux anomalies des courbes $\tau_a(T)$. La barrière 3 n'est à l'inverse apparemment rattachée à aucune singularité sur les courbes expérimentales $\tau_a(T)$ (figure V-10). Dans le cas GaAs: S.I cependant, une dispersion importante des résultats en τ_a et V_a aux alentours de 260°C avait conduit à répéter ces essais, sans que cette dispersion puisse être réduite. Le point de meilleur ajustement avait finalement été choisi (chapitre III).

Il est difficile de préciser la nature de la "barrière" 4 : elle n'est peut-être pas athermique. On ne peut pas en juger simplement dans la mesure où nos expériences n'ont pas permis d'atteindre des volumes d'activation en-dessous de cette température. Seuls des volumes de relaxation mesurés dans des essais sous pression de confinement permettraient par extrapolation son identification. Elle pourrait toutefois correspondre à la température T_c attachée à l'une des barrières (figure V-5).

Ainsi que nous l'avons souligné précédemment, les discontinuités T'_c et T''_c (figure V-5) peuvent s'interpréter comme des singularités sur la courbe $V_a^1(T)$ qui représente l'évolution du volume d'activation apparent attaché à la barrière 1, pour laquelle $\tau_i = \tau_\mu$. C'est la seule barrière effectivement observée. De telles singularités pourraient être plus facilement mises en évidence sur la courbe $V_a(\frac{1}{\tau_a - \tau_\mu})$, par exemple par des ruptures de pente comme on les observe sur la figure V-4. La figure V-12 montre le résultat dans les cas GaAs: S.I et GaAs: In. Elles confirment des portions rectilignes encadrant des points singuliers. Les caractéristiques de ces points singuliers sont répertoriées dans la table V-5. Les volumes d'activation apparents correspondants sont directement déduits de la figure V-12:

Dans le cas GaAs: S.I, la valeur la plus élevée (≅ 265°C), notée T''_c , est attachée à la barrière 1, c'est-à-dire à la barrière de haute température (≅ 600°C). Ceci est compréhensible si on se réfère à la courbe $\lambda(T)$ (figure V-3) où elle génère un épaulement sur la courbe relative à la barrière 2. Le fait qu'elle se situe entre les deux températures $T_{a,3}$ et $T_{a,2}$ (table V-3) est en accord avec la modélisation attendue de la figure V-5 qui impose qu'elle soit nécessairement située avant $T_{a,2}$. Elle est en réalité très proche de $T_{a,3}$ et peut en partie masquer cette dernière, ou lui être physiquement reliée.

	T' _c	V' _{a,c}	T'' _c	V'' _{a,c}
GaAs: S.I	≅ 160°C ou inférieur	≅ 4 b ³ ou inférieur	≅ 265°C	≅ 25b ³
GaAs: In	? (<180°C)	/	≅ 240°C	14b ³

Table V-5

Récapitulatif des données extraites des courbes $\frac{1}{V_a} = f(\tau_a - \tau_i)$ (figure V-12).

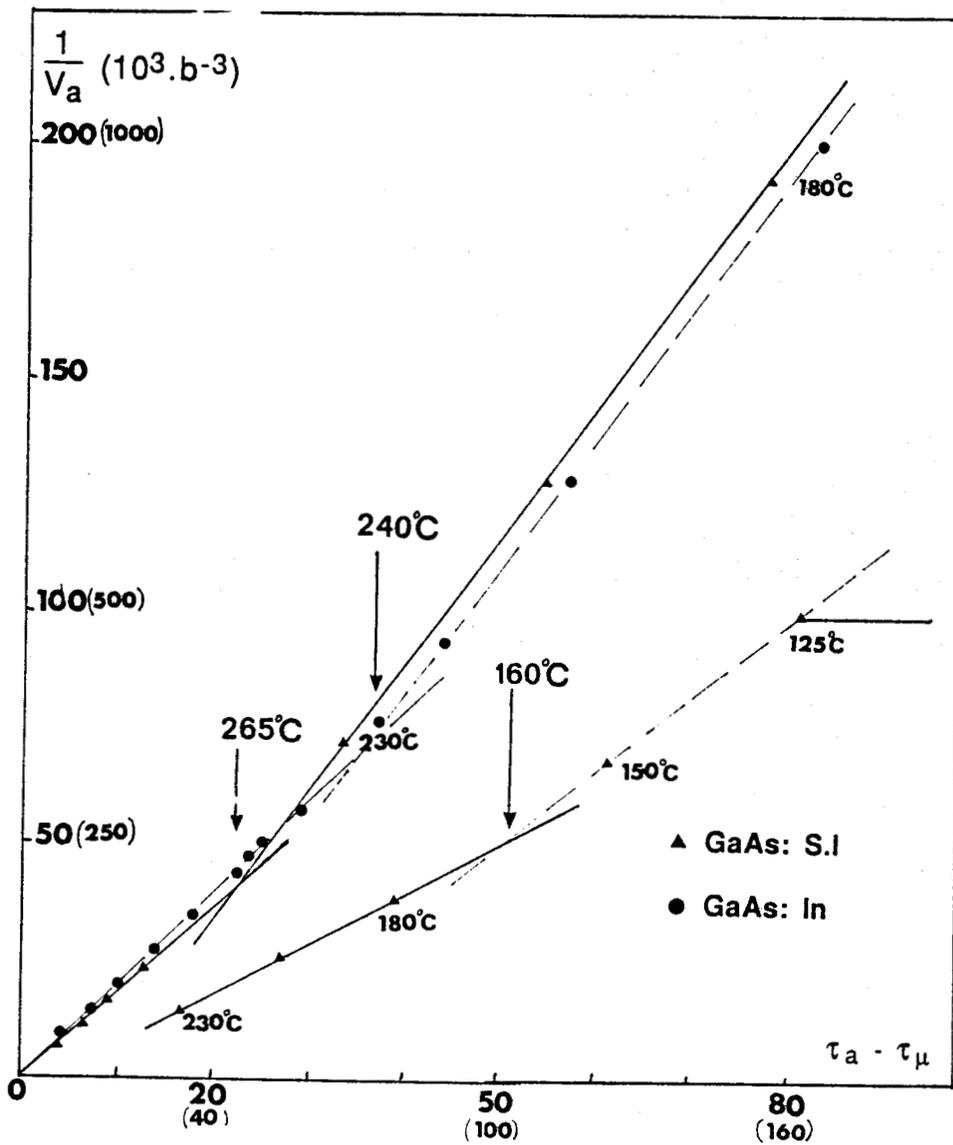


Figure V-12

Courbes $\frac{1}{V_a} = f(\tau_a - \tau_\mu)$ dans les cas GaAs: S.I et GaAs: In. Détermination des températures critiques. Deux échelles sont superposées dans cette figure.

La valeur la plus faible ($\cong 160^\circ\text{C}$), notée T'_c , est très approximative mais bien située par rapport à la barrière $T_{a,2}$ à laquelle elle est attachée. Elle est également correctement positionnée par rapport à la barrière $T_{a,3}$. Comme le montre la figure V-12, l'approximation provient de la linéarisation effectuée uniquement sur les deux points de basse température (150°C et 125°C) qui ont pu être exploités dans les essais conventionnels. La proximité de la température de 125°C à laquelle la courbe $\tau_a(T)$ présente une singularité (figure V-7) ne permet pas de trancher. Il serait aussi acceptable de choisir la température de 180°C comme étant la bonne température critique à considérer. La courbe $\tau_a(T)$ présente en effet aussi une singularité au voisinage de cette température. Dans le même ordre d'idée, mais ceci n'est pas justifié, il est tentant d'attribuer à la barrière 4 (125°C) le sens d'une température critique attachée à la barrière 3 (250°C). Nous la noterons T_c .

Dans le cas GaAs: In, la seule valeur accessible ($\cong 240^\circ\text{C}$) est pratiquement confondue avec la barrière $T_{a,3}$, comme dans le cas GaAs: S.I. Ceci n'est donc pas nécessairement fortuit et pourrait signifier que l'origine des températures critiques est à rechercher dans un changement de mécanisme, nécessairement induit ou provoqué par la disparition d'un autre mécanisme (puisqu'il y a barrière et qu'elle est athermique) pour qu'il ait changement. On peut comprendre dès lors la proximité des deux températures, bien qu'elles soient rattachées à des mécanismes physiques très différents.

La comparaison avec le cas semi-isolant montre que l'écart entre les températures critiques ($\cong 25^\circ\text{C}$) est très faible, peut-être non significatif compte-tenu des incertitudes expérimentales. Comme il résulte d'extrapolations linéaires, donc déjà moyennées, on peut toutefois lui accorder un certain degré de confiance. Cet écart ne se retrouve pas au niveau des températures athermiques $T_{a,1}$ des barrières correspondantes ($\cong 100^\circ\text{C}$).

On notera, et ceci est intéressant, que les deux portions rectilignes qui se situent au-delà de la température critique T'_c dans les cas GaAs: S.I et GaAs: In (figure V-12) sont strictement parallèles. Ceci concerne le domaine de basse température. Elles se distinguent en-deçà. Ceci est conforme au fait que l'impureté isoélectronique In apparaît affecter plus spécifiquement le comportement mécanique de haute température de GaAs (chapitre I et III).

Il est difficile d'attribuer aux volumes d'activation apparents mesurés (table V-5) une signification physique précise, s'ils en ont une!. On peut toutefois faire deux remarques à ce propos, déduites de ces résultats, et qui sont importantes:

1: les valeurs $25 b^3$ dans le cas GaAs: S.I et $14 b^3$ dans le cas GaAs: In ne sont pas très éloignées des extrapolations à $T = 0$ que l'on peut faire à partir des courbes $V_a\left(\frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}\right)$ que nous avons tracées dans le chapitre précédent (figure IV-5). Nous avons appelé V_0 les valeurs extrapolées, satisfaisant à l'équation (4-29 bis) que nous réécrivons:

$$V_a = V_0 + \frac{nkT}{\tau_a - \tau_\mu} \quad (5-12)$$

Les valeurs correspondantes, lues sur la figure IV-5 page 124, sont de l'ordre de 20 (GaAs: S.I) et 10 (GaAs: In), avec un choix d'échelle peu adapté dans cette portion des courbes pour que la précision de lecture soit bonne. Elles sont curieusement proches des valeurs mesurées aux températures critiques pour lesquelles il y a changement de mécanisme. La quantité V_0 pourrait donc bien avoir le sens physique d'un volume d'activation vrai. Les valeurs 25 b^3 et 14 b^3 mesurées aux températures critiques précitées (table V-5), et attachées aux températures athermiques $T_{a,1}$, pour lesquelles $\tau_i = \tau_\mu$, pourraient dans cette logique être identifiées aux tailles des germes critiques d'activation des mécanismes physiques correspondants, doubles décrochements ou autres. La relation 5-12 serait ainsi valable et vérifiée dans tout le domaine thermique depuis la température critique T_c (où nous mesurons le volume d'activation vrai V_0) jusqu'à la température athermique $T_{a,1}$. Le terme $\frac{nkT}{\tau_a - \tau_\mu}$ décrit bien l'évolution expérimentale constatée du volume d'activation apparent, qui diverge à l'approche de $T_{a,1}$, alors que le volume d'activation vrai garde une valeur constante V_0 .

La même remarque vaut probablement pour les températures critiques T_c et T'_c , et leurs températures athermiques correspondantes $T_{a,3}$ et $T_{a,2}$ (table V-3).

2: Dans l'hypothèse où la transition affecte d'une façon ou d'une autre la formation d'un double décrochement, cela signifie que la présence de l'indium réduit d'un facteur sensiblement égal à 2 la longueur de l'arc critique d'activation.

La table V-6 regroupe les caractéristiques propres à ces barrières.

V.2-ENERGIE D'ACTIVATION ET EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE

Le développement qui précède a réintroduit le concept de barrière d'énergie à partir de la notion simple du volume d'activation apparent qui tend vers l'infini lorsqu'un obstacle est franchi, ou est sur le point d'être franchi. Si ces obstacles peuvent être physiquement représentés par des barrières d'énergie ayant une certaine hauteur, il importe maintenant de déterminer ces hauteurs, et de revenir par suite sur l'énergie d'activation elle-même et sa détermination (chapitre IV). Il existe apparemment une bonne corrélation entre les domaines étroits en température où les deux méthodes de détermination de ΔG coïncident

	GaAs: S.I.	GaAs: In
Barrière 1	$T_{a,1}$ $\tau_{i,1} = \tau_{\mu}$ T''_c $V_{a,c} = V_{o,1}$ $\tau_{a^1,c}$	600°C $2,5 \text{ MPa}$ $\cong 265^{\circ}\text{C}$ 25 b^3 23 MPa
Barrière 2	$T_{a,2}$ $\tau_{i,2} = \tau_{a,2}$ T'_c $V_{a,c} = V_{o,2}$ $\tau_{a^2,c}$	700°C 5 MPa $\cong 240^{\circ}\text{C}$ 15 b^3 $\cong 37 \text{ MPa}$
Barrière 3	$T_{a,3}$ $\tau_{i,3} = \tau_{a,3}$ T_c $V_{a,c} = V_{o,3}$ $\tau_{a^3,c}$	350°C $8,5 \text{ MPa}$ $160^{\circ}\text{C}?$ $\cong 4\text{b}^3$ 110 MPa
	250°C 27 MPa $125^{\circ}\text{C}?$ $2\text{b}^3 \text{ ou } <2\text{b}^3$ $\cong 165 \text{ MPa}$	350°C 12 MPa $?$ $/$ $/$
	250°C 34 MPa $/$ $/$ $/$	250°C 34 MPa $/$ $/$ $/$

Table V-6

Dérivation des coordonnées "critiques" d'activation dans GaAs. Cas de GaAs: S.I et de GaAs: In. $V_{a,c}$ et $\tau_{a,c}$ sont les grandeurs mesurées attachées à la température critique correspondante.

Certaines caractéristiques des barrières 2 et 3 n'ont pu être déterminées par les essais conventionnels à pression atmosphérique.

(figure IV-1 et IV-10) et la position en température des "barrières" répertoriées ci-dessus. Ceci concerne pour l'essentiel les barrières 2 et 3 (table V-3). Dans les cas GaAs: S.I et In, on vérifie que l'écart entre ces barrières est de 100 degrés et qu'il coïncide très exactement avec celui mis en évidence sur les courbes $\Delta G(T)$, dans la partie précisément linéaire. Cela justifie en principe une relation $\Delta G = \alpha kT$ vérifiée sur cette portion de courbe. Il n'y a pas cohérence des analyses dans les cas GaAs: Se et GaAs: In-Zn. Les développements qui précèdent, ainsi que ceux effectués au chapitre précédent, ne permettent pas d'interpréter les anomalies sur ces deux cas, et en particulier le codopage In-Zn (figure IV-10). Il est très vraisemblable que la microstructure a influencé ce type de comportement "hors norme".

Si on se reporte à la figure V-5, toujours dans l'hypothèse où l'analyse du paragraphe précédent est recevable, on voit qu'au minimum deux mécanismes distincts sont en principe thermiquement activés dans ce domaine de température (250°C - 350°C), l'un dont la signature est la barrière 2 et qui va précisément s'effacer à 350°C, l'autre qui monte "en puissance" et qui sera seul thermiquement activé au-delà de 350°C si la barrière $T_{a,1}$ est la dernière barrière "athermique" avant fusion. La relation $\Delta G = \alpha kT$ qui suppose intrinsèquement un seul mécanisme qui contrôle la plasticité, c'est-à-dire une seule contribution à $\dot{\gamma}_p$ (paragraphe IV-1), pourrait donc ici être mise en défaut, bien qu'apparemment linéaire. Cela pourrait interpréter un coefficient α élevé. Nous faisons à ce propos deux remarques:

Remarque 1: Dans ce travail, nous avons mesuré une valeur $\alpha = 33,5$, la même dans les deux cas S.I et In. Rappelons que $\Delta G = kT \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_p} = \alpha kT$ définit $\alpha = \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_p}$, en principe de l'ordre de 25. La quantité $\dot{\gamma}_0$ peut être grossièrement estimée. Elle dépend pour l'essentiel de la densité de dislocations mobiles ρ_m par l'intermédiaire de l'équation d'Orowan $\dot{\gamma}_p = \rho_m b v$. Si la densité ρ_m croît rapidement avec la contrainte τ_a , $\dot{\gamma}_p$ augmentera avec elle d'autant plus vite que le volume d'activation apparent

$$V_a = kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}_p}{\partial \tau_a} \right)_{T, \tau_i}$$

est supérieur au volume d'activation vrai $V = - \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_{eff}} \right)_{T, \tau_i}$

On peut ainsi écrire:

$$V_a = - \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_{eff}} \right)_{T, \tau_i} + kT \left(\frac{\partial \ln \rho_m}{\partial \tau_a} \right)_{T, \tau_i} = V + kT \cdot \theta$$

si nous posons $\theta = \left(\frac{\partial \text{Ln} \rho_m}{\partial \tau_a}\right)_{T, \tau_i}$

L'équation $V_a = V + kT \cdot \theta$ n'est pas sans rappeler l'équation 4-29 bis:

$$V_a = V + \frac{nkT}{\tau_a - \tau_i} \quad (4-29 \text{ bis})$$

qui identifierait ainsi $\left(\frac{\partial \text{Ln} \rho_m}{\partial \tau_a}\right)_{T, \tau_i}$ à $\frac{n}{\tau_a - \tau_i}$, soit $\rho_m = A \cdot (\tau_a - \tau_i)^n$. Le coefficient n élevé dans le cas de GaAs ($n \cong 4 - 5$) traduirait ainsi la forte sensibilité de ρ_m à la contrainte, c'est-à-dire rendrait compte d'une multiplication efficace dans ce matériau. Par ailleurs, le terme θ intervient dans la variation de l'énergie d'activation apparente avec la température:

$$\left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}, s.s.c} = k \text{Ln} \frac{C \cdot \rho_m}{\dot{\gamma}_p} + kT \theta \cdot \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}, s.s.c} \quad (5-12)$$

où C est une vraie constante. La quantité $\text{Ln} \frac{C \cdot \rho_m}{\dot{\gamma}_p}$ définit précisément α . Le deuxième terme disparaît si on suppose que la sous-structure est effectivement constante. Dans le cas contraire, le terme $kT \theta \cdot \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}, s.s.c}$ apporte une contribution réelle, ce qui revient à ajouter à α un terme supplémentaire $\theta \cdot \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}, s.s.c}$. Le terme $\left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}, s.s.c}$ étant négatif, l'équation 5-12 prévoit une diminution de la pente réelle de ΔG , dès lors que la sous-structure n'est pas stabilisée. Le sens de cette variation dépend en réalité du signe de θ , c'est-à-dire finalement de l'évolution de la densité de dislocations mobiles tout au long de l'essai. On conçoit aisément des situations où la densité ρ_m pourrait baisser, à haute température par exemple lorsque la vitesse v devient grande ou quand les dislocations s'incorporent de plus en plus dans des écheveaux, ou dans des parois, comme le montre la microscopie électronique en transmission (Oueldennaoua et al. 1988), ou à l'approche d'une contrainte athermique, lorsque la contrainte effective tend vers zéro..

Remarque 2: Le facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_0$ a pour définition usuelle

$$\dot{\gamma}_0 = \rho_m b v_0$$

Il a le sens physique d'un facteur de fréquence (équation 4-6), que l'on peut mettre sous la forme (Friedel, 1964)

$$\dot{\gamma}_0 = N \cdot \mathcal{A} \cdot b \cdot \nu_l \quad (5-13)$$

où N est le nombre de sites d'activation par unité de volume, \mathcal{A} est l'aire balayée par la dislocation après une activation réussie, b est le vecteur de Burgers et ν_l est la fréquence de saut pour une ligne de dislocation de longueur l entre deux sites d'activation. Ces sites d'activation peuvent être des doubles décrochements, ou des obstacles localisés, arbres, impuretés ou autres. Prenant $N = \frac{\rho}{l}$, $\mathcal{A} \cong b/\sqrt{\rho}$ et $\nu_l = \nu_D \cdot \frac{b}{l}$, où ν_D est la fréquence caractéristique de Debye ($\nu_D \cong 7,5 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$ pour GaAs), on obtient

$$\dot{\gamma}_0 \cong \sqrt{\rho} \cdot \nu_D \cdot \frac{b^3}{l^2} \quad (5-14)$$

Avec typiquement : $\rho \cong 10^7 \text{ cm/cm}^3$

$$\nu_D \cong 7,5 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$$

$$l \cong 100b \rightarrow (V \cong \frac{1}{2} l b^2 \cong 50b^3)$$

$$\dot{\gamma}_p \cong 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$$

On obtient un ordre de grandeur de $\alpha \cong 22$ dans GaAs pour l choisi égal à 100b, soit un volume d'activation vrai de l'ordre de $50b^3$. On vérifie aisément que la valeur de α dépend peu en réalité des variations de ρ ou de l. Avec $l \cong 10b$ ($V \cong 5b^3$), on trouve $\alpha \cong 26,7$. Avec $l = 2b$ ($V \cong b^3$), on trouve $\alpha \cong 30,6$. On est donc encore loin de la valeur expérimentale que nous avons obtenue dans le cas GaAs: S.I ou In, soit $\alpha \cong 33,5$. Cette valeur ne peut donc pas être interprétée par des arguments classiques. Elle n'est explicable que dans les deux éventualités suivantes:

- Soit la coïncidence entre les deux méthodes de détermination est fortuite, auquel cas la relation $\Delta G = \alpha kT$ ne s'applique pas et la valeur numérique de α n'a aucune signification physique concrète. Différentes raisons peuvent interpréter un tel échec, entre autres celles explicitées à la fin de la remarque 1 mais aussi l'existence de plusieurs mécanismes simultanément activés.

- Soit il faut prendre en compte le deuxième terme dans l'équation 5-12 et l'énergie d'activation mesurée devient réellement apparente. Elle ne s'identifie pas à l'énergie d'activation vraie. Dans ce cas, la valeur α apparente mesurée ($\cong 33,5 > 20$ à 25) nécessite que la quantité θ soit négative, c'est-à-dire que la densité de dislocations mobiles diminue dans le domaine de température où le mécanisme physique qui contrôle cette mobilité est encore thermiquement activé. Cette deuxième interprétation pourrait de fait décrire la situation physique réelle entre les températures T_{a3} et T_{a2} , c'est-à-dire entre 250°C et 350°C dans GaAs: S.I. ou In.

Il est intéressant, et instructif, de chiffrer l'ordre de grandeur du deuxième terme dans l'équation 5-12 qui définit la sensibilité de l'énergie d'activation ΔG à la température.

Dans cette équation, la quantité $T \cdot \theta \cdot \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right) \dot{\gamma}$ apparaît comme un terme correctif au paramètre α . Cette quantité peut être aisément déterminée si on pose

$$\rho_m = A(\tau_a - \tau_i)^n \quad (5-15)$$

Dans ces conditions, on identifie θ à $\frac{n}{\tau_a - \tau_i}$ comme nous l'avons suggéré précédemment (remarque 1). La relation 5-15 prend ici tout son sens dans la mesure où l'ensemble de nos résultats est cohérent avec l'expression (4-29 bis) du volume d'activation apparent V_a .

La valeur de τ_i est ici effectivement posée égale à τ_μ car le mécanisme activé thermiquement dans le domaine de température au-delà de 250°C correspond à la barrière $T_{a,1}$, de température critique T''_c (table V-6). La valeur de n est dans ce cas parfaitement déterminée (figure IV-5), soit $n \cong 4,4$.

$\theta(^{\circ}\text{C})$	250	260	275	300	325	350
$T \cdot \theta \cdot \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right) \dot{\gamma}$	33,3	32,9	32,9	33	33,8	35,2

Table V-7

Evaluation numérique du deuxième membre dans l'équation 5-12 (en dehors de α)

Le tableau ci-dessus donne l'évaluation de la quantité $T \cdot \theta \cdot \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right) \dot{\gamma}$ déduite de ces données. La pente $\theta \cdot \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T}\right) \dot{\gamma}$ a été évaluée à partir de la courbe $\text{Ln} \tau_a = f(1/T)$ (figure IV-2).

Nous retrouvons très exactement la pente mesurée que nous avons identifiée à α . Ce résultat est tout à fait en accord avec les conclusions du paragraphe précédent, et d'une certaine façon avec le formalisme de Schoeck: il confirme d'une part que l'analyse en $\Delta G = \alpha kT$ ne peut être utilisée car plusieurs mécanismes sont effectivement opérationnels dans ce domaine thermique. Il n'y a donc pas de sens physique à poser $\alpha \cong 33,5$ comme nous l'avons fait au chapitre IV. Il confirme d'autre part le rôle essentiel joué par la densité de dislocations mobiles ρ_m , c'est-à-dire par la microstructure de déformation et son évolution avec la contrainte et avec la température, dans l'évaluation des paramètres vrais de l'activation thermique.

Les deux remarques qui précèdent montrent ainsi qu'on ne peut pas facilement décorréler le problème de l'énergie d'activation apparente que l'on mesure de celui de la microstructure qui évolue tout au long du domaine d'activation thermique. L'exemple du domaine de "cohérence" en ΔG (250°C - 350°C) est de ce point de vue intéressant à

analyser, dans le contexte de ces remarques. Il est facile de constater que ce domaine est lié à une évolution particulière de la microstructure, associée aux nombreuses déviations observées sur les surfaces des éprouvettes déformées, et que nous avons attribuées au glissement dévié profus des dislocations vis dans ce domaine de température (planche I à planche IV. Chapitre III). La corrélation est quasi parfaite pour GaAs: In (planche I). Les micrographies optiques (pages 65 et 66) montrent clairement que l'aspect sinueux n'apparaît pas encore à 220°C. Cette température pourrait de fait correspondre à la température critique T'_c manquante de la table V-6. Cela associerait la barrière 2, dont la signature est $T_{a,2}$, à la germination d'un mécanisme élémentaire de plasticité associé au glissement dévié profus des dislocations.

La corrélation est peut-être moins bonne pour GaAs: S.I qui montre que des sinuosités sont toujours visibles à 400°C (planche II, figure b). Ceci est à confirmer. En revanche, des déviations sont encore présentes à 200°C, et probablement en-dessous, en accord avec les données de la table V-6 dans l'hypothèse où la barrière 2 est effectivement associée à la déviation des dislocations vis. Des observations micrographiques nous manquent pour étayer cette hypothèse dans le cas GaAs: S.I. La corrélation est également bonne pour GaAs: In-Zn et Se (planches III et IV) bien que l'analyse thermodynamique ne paraît pas cohérente dans ces deux cas.

La microscopie électronique en transmission (Karmouda 1984, Astié et al. 1986, Kuesters et al. 1986, Boivin et al. 1990 a et b) est un marqueur beaucoup plus précis de cette évolution de la microstructure. En particulier, elle a permis de mettre en évidence le rôle privilégié joué par les dislocations vis sur la plasticité de basse et moyenne température de GaAs, indépendamment du caractère dopé ou non dopé du matériau. Toutes les observations s'accordent pour confirmer la disparition quasi complète du caractère vis aux environs de 350°C dans le matériau non intentionnellement dopé ou semi-isolant. A basse température, le caractère vis est largement prépondérant. L'activation du glissement dévié dans ce matériau a été mise en évidence et soigneusement analysée par Boivin et al. (1988, 1990 a et b). La présence d'un glissement dévié est a priori peu attendue dans les éprouvettes d'orientation $\langle 123 \rangle$ car le plan de déviation pour le système primaire est l'une des faces $\{111\}$ des éprouvettes (figure II-1, page 40). Il est donc non contraint. Boivin et al., déjà cités, ont suggéré que la contrainte nécessaire à la déviation pouvait être fournie par les interactions élastiques entre dislocations vis glissant sur des plans parallèles. L'évaluation des interactions élastiques entre les bras de longs dipôles vis a permis, compte tenu de la largeur de ces dipôles, d'estimer des contraintes comprises entre 15 et 30 MPa, susceptibles de provoquer des déviations. Une évaluation plus précise de l'aptitude au glissement dévié des dislocations vis dans GaAs a été faite par Rabier et Boivin (1990 c) en prenant pour référence le modèle d'Escaig (1968). A faible contrainte, la barrière d'énergie apparaît trop élevée pour qu'un tel mécanisme puisse opérer (≈ 6 eV à 10 MPa). Celui-ci

peut par contre devenir compétitif avec le glissement pur à basse température, sous fortes contraintes, où à haute température où il peut induire des processus de restauration efficaces de la sous-structure de déformation car c'est un processus très activé thermiquement. A moyenne température, et sous faible contrainte, il est par contre difficile à activer. Il est toujours délicat d'établir des repères pour spécifier ce que l'on entend par "basse", "moyenne", ou "haute" température. La même remarque s'applique à la contrainte. Concrètement, nos observations de surface confirment un glissement dévié profus des dislocations vis entre les températures $\cong 160^\circ\text{C}$ ou plus, et 350°C . Le glissement dévié est le mécanisme le plus efficace pour conduire à l'annihilation de ces dernières, ce qui peut en partie interpréter leur disparition quasi-complète vers 350°C .

La température $T_{a,2}$ pourrait ainsi correspondre à la fin de l'activation thermique sur les dislocations vis, en tant qu'objets contrôlant par leur mouvement la vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}_p$. La contrainte interne τ_i correspondante, notée $\tau_{a,2}$ à $T = T_{a,2}$ est encore élevée à cette température, de l'ordre de 8,5 MPa dans GaAs: S.I et de 12 MPa dans GaAs: In (table V-3). Elle pourrait refléter "l'état" du frottement de réseau dans GaAs au moment où la densité ρ_m vis chute vers zéro. Selon cette interprétation, la contrainte interne τ_i pourrait être encore thermiquement activée, et tendre vers τ_μ à $T = T_{a,1}$, ici véritable température athermique pour laquelle GaAs a un comportement complètement ductile, avec une microstructure de déformation qui devient caractéristique de la structure cubique faces centrées. Il n'est pas envisageable de préciser ici la nature de ce frottement de réseau résiduel. Le fait qu'il soit encore thermiquement activé suggère qu'une certaine localisation "d'obstacles" subsiste. Il peut concerner des mouvements de crans dans le cas de doubles décrochements de grande amplitude, ou des défauts localisés, impuretés, défauts ponctuels ou défauts de stoechiométrie (chapitre I).

La plasticité de basse température de GaAs ($\leq 200^\circ\text{C}$) est très clairement contrôlée par la propagation des dislocations vis. L'étude par microscopie électronique en transmission du domaine $20^\circ\text{C} \cong 200^\circ\text{C}$ s'est montrée de ce point de vue très enrichissante (Androussi 1988, Boivin 1988). Dans le matériau GaAs: S.I en particulier, à température ambiante, deux mécanismes de déformation ont été mis en évidence, l'un attaché au glissement de dislocations parfaites, l'autre attaché au glissement de dislocations partielles, avec génération de fautes d'empilement et de micromacles. Le fait intéressant est l'observation d'un caractère compétitif entre glissement pur et maclage à température suffisamment basse. Cette compétition dépend fortement du dopage par l'intermédiaire des mobilités relatives des différentes partielles, fortement influencées par la nature de l'élément dopant (chapitre I). Boivin (1988) a ainsi mis en évidence une inversion de l'influence du dopage électronique en-dessous de $\cong 200^\circ\text{C}$. Lazergui et Garriga-Majo (1988) ont cherché à mettre en évidence l'influence de la température sur la transition maclage-glissement dans GaAs

semi-isolant. On sait en effet que le maclage n'est jamais observé dans les essais conventionnels, c'est-à-dire à 150°C et au-delà, comme nous avons pu le constater nous-mêmes, soit à travers les observations micrographiques de surface, soit par M.E.T dans le cas du fluage (annexe I). Les observations par M.E.T de Lazergui et Garriga-Majo ont montré que le maclage restait un mode de déformation très présent à 110°C. Ceci suggère que la température critique T_c de 125°C (barrière 3, table V-6) pourrait être associée à cette transition, c'est-à-dire à la disparition d'un mécanisme de déplacement de particules décorrélées. Cette température critique T_c est associée à la barrière 3, dont la signature est $T_{a,3}$. L'interprétation physique de cette barrière doit prendre en considération la taille du germe critique d'activation, de l'ordre de $2b^3$, que fait apparaître nos résultats (table V-6). Ceci concerne au plus quelques atomes, par exemple un double-décrochement de taille quasi-monoatomique (Louchet et Thibault-Desseaux 1987, Androussi 1988). L'étude d'un mécanisme de ce type sort du cadre du présent travail. L'interprétation suggérée ici de cette barrière reste toutefois à confirmer.

Les caractéristiques des barrières reportées dans la table V-6 montrent qu'un mécanisme unique pourrait être activé thermiquement en-dessous de la température $T_c = 125^\circ\text{C}$, température la plus basse à laquelle nous présumons qu'il y a modification de mécanisme ou apparition d'un nouveau mécanisme. Dans ces conditions, le formalisme de Schoeck peut s'appliquer. La relation 5-6 s'écrit alors

$$\tau_{\text{eff}}.V = \frac{\mu(T)}{\mu_0} \Delta G_0(0) - \alpha kT \quad (5-16)$$

avec $\Delta G_0(T) = \frac{\mu(T)}{\mu_0} \Delta G_0(0)$ et $\tau_{\text{eff}} = \tau_a - \tau_i$

Si nous négligeons, pour simplifier, la dépendance thermique de $\Delta G_0(T)$, l'équation 5-16 s'écrit:

$$\tau_a - \tau_i = \frac{\Delta G_0(0)}{V} - \frac{\alpha}{V} kT \quad (5-17)$$

τ_i étant une donnée caractéristique d'une barrière, nous voyons que la relation expérimentale linéaire trouvée par Lazergui et Garriga-Majo, déjà cités, suggère ou implique que le volume d'activation soit constant dans tout le domaine thermique où cette relation est vérifiée. Cela sous-entend un volume d'activation au plus égal à $V_{0,3}$ (table V-6), c'est-à-dire une taille "critique" d'activation d'au plus $2b^3$. La pente de la droite $\tau_a(T)$ fournit $\frac{\alpha}{V}$. L'extrapolation de l'équation 5-17 donne la barrière d'énergie $\Delta G_0(0)$ à température nulle:

$$\Delta G_0(0) = (\tau_0 - \tau_i).V \quad (5-18)$$

où τ_0 est la contrainte appliquée à 0K, que nous avons déterminée précédemment ($\cong 2800\text{MPa}$) dans l'hypothèse où l'extrapolation linéaire de $\tau_a(T)$ est valable jusqu'à 0K). τ_i n'est pas une donnée connue dans ce calcul. Si on prend pour τ_i la valeur $\tau_a^3 c$ (table V-6) on obtient

$$\alpha \cong 30,65 b^3 \quad (5-19)$$

Ceci correspond très exactement à la valeur calculée de façon totalement indépendante dans la remarque 2!! ($\alpha = 30,6$ pour $V = b^3$, soit une longueur d'activation de l'ordre de $2b$). La coïncidence des deux valeurs est fortuite et tout à fait étonnante.

Ce calcul confirmerait ainsi que dans le domaine thermique pour lequel on observe une relation $\tau_a(T)$ linéaire au voisinage de l'ambiante, le volume critique d'activation serait de l'ordre de b^3 .

On en déduit la hauteur de la barrière d'énergie $\Delta G_0(0)$ au zéro absolu, soit

$$\Delta G_0(0) \cong 1,05 \text{ eV}$$

Elle est relativement faible. Elle ne devrait varier avec la température qu'à travers $\frac{\mu(T)}{\mu_0}$.

C'est sensiblement la valeur de l'énergie d'activation mesurée pour les dislocations à 60° de type α (de l'ordre de $1,1 \text{ eV}$, Choi et al. 1977).

La bonne cohérence de ce calcul a reposé sur l'hypothèse $\tau_a = \tau_a^3 c$ pour cette barrière, c'est-à-dire une contrainte athermique pour un mécanisme élémentaire de plasticité correspondant à la température critique T_c de la barrière 3, soit 125°C . Cette température T_c serait ainsi la température athermique correspondant à une autre barrière que nous appellerons barrière 4 (table V-3). La température de 125°C apparaît ainsi, de la même façon que la température de $\cong 250^\circ\text{C}$, comme une véritable température de transition entre un mécanisme élémentaire qui devient athermique à cette température et un autre mécanisme qui prend le relais, pour lequel elle devient la température critique. Il reste aussi à identifier la nature exacte de cette barrière. Nous avons de bonnes raisons de penser que la température critique correspondante se situerait vers 70°C (343K).

V.3 - LE ROLE SPECIFIQUE DE L'INDIUM SUR LA PLASTICITE DE GaAs

L'effet inattendu de l'indium sur la réduction de la densité de dislocations de croissance dans GaAs et les nombreuses tentatives d'interprétation, par les modèles thermoélastiques ou autres, ont été exposés et largement commentés au chapitre I. Les modélisations qui ont été proposées par le biais d'un rôle spécifique de l'impureté indium sur

les propriétés plastiques du matériau GaAs y ont été aussi abordées, de même les résultats expérimentaux qui vont dans le sens, ou contredisent, le modèle de solution solide auquel, naturellement, on est amené à faire référence dès lors que l'impureté isoélectronique indium n'interagit a priori avec le réseau que par un simple effet de taille, ainsi que l'ont suggéré, les premiers, Ehrenreich et Hirth (1985).

Dans ce travail, nous avons surtout cherché à mettre en parallèle, pour mieux en percevoir les différences, le matériau GaAs: In et le matériau semi-isolant choisi comme référence. Dans ce qui suit, nous ne reviendrons pas sur les détails de cette comparaison. Chaque fois que possible, celle-ci a été faite à travers le suivi d'évolution des courbes expérimentales (chapitre III). Nous essayons dans ce paragraphe de dégager les aspects essentiels de ces différences. Il est naturel de les resituer par rapport à d'autres travaux dont nous avons fait une revue bibliographique brève au chapitre I. En dernier ressort, c'est l'aspect microscopique qui est le support essentiel à la compréhension du mécanisme physique réel de l'interaction indium-dislocation ou indium-réseau. Ceci fournit l'occasion de revisiter les modèles microscopiques évoqués au chapitre I (Yonénaga et al. 1987, Djemel et al. 1988, Louchet 1988, Burle-durbec et al. 1989) à la lumière de nos derniers résultats.

Les aspects macroscopiques de l'influence de l'indium sur les propriétés plastiques de GaAs ne sont décelables qu'à travers l'évolution des grandeurs macroscopiques mesurables que sont la contrainte d'écoulement plastique τ_a et le volume de relaxation V_a . Cette influence n'est évidemment quantifiable que si cette évolution est simultanément comparée à une référence appropriée, ainsi que nous l'avons fait. Il est très clair, et nos résultats le prouvent, que c'est le couple (τ_a, V_a) qui apporte l'information essentielle à la compréhension de l'effet. S'y ajoute naturellement l'information sur l'évolution des microstructures de déformation qu'apporte la microscopie électronique en transmission. L'utilisation de la technique de relaxation de contrainte appliquée au matériau GaAs: In est ici originale.

L'exploitation des données (τ_a, V_a) qui a été faite tout au long des chapitres III et IV permet de conclure à une similitude quasi-exacte des comportements plastiques de GaAs: In et GaAs: S.I dans tout le domaine thermique exploré (180°C - 700°C). Cette similitude est strictement respectée pour les coefficients " α " $\cong 33,5$ des pentes $\Delta G(kT)$ (figure IV-1) et $n \cong 4,4$ des courbes $V_a = \frac{kT}{\tau_a - \tau_\mu}$ (figure IV-5). Nous avons eu aussi l'occasion de souligner le parallélisme des comportements $\frac{1}{V_a}(\tau_a - \tau_\mu)$ en-dessous de 250°C environ lorsqu'on rapporte la contrainte appliquée à la contrainte athermique τ_μ (figure V-12).

La microscopie électronique en transmission confirme également le parallélisme des évolutions. La figure V-13 montre l'évolution avec la température de la microstructure de déformation dans GaAs: In depuis 180°C jusqu'à 600°C. Ces observations sont originales. A notre connaissance, seules quelques observations de ce type ont été rapportées dans la littérature, à 500°C et au-delà, par Jimenez-Melendo et al. (1986, 1988) et à température ambiante par Androussi et al. (1989). Ces évolutions sont classiques et ne font pas apparaître de singularités décelables par rapport au cas semi-isolant maintenant bien connu (Astié et al. 1986, Boivin et al. 1990 a et b); on vérifie bien que le caractère vis est encore très présent à 300°C mais qu'il est en totale régression à 350°C. A 400°C, il a totalement disparu. A l'inverse, à 180°C, il est omniprésent et dense, comme le confirment la plupart des observations effectuées à plus basses températures dans GaAs: S.I, ou même dans GaAs: In à température ambiante (Androussi et al. déjà cités).

L'énergie de faute d'empilement γ dans GaAs: In dopé $5.10^{19} \text{ cm}^{-3}$ a été déterminée par Jimenez-Melendo et al.(1986) dans la gamme de températures 500°C - 800°C, à partir de mesures de largeurs de dissociation. Les valeurs mesurées, de l'ordre de 30 A° pour les vis et 70 A° pour les coins, correspondent à une énergie de faute $\gamma \cong 45 \text{ mJ/m}^2$, tout à fait équivalente à celle mesurée par Tanaka et Jouffrey (1984) et Gomez et Hirsch (1978) dans le cas GaAs: S.I. Ces mêmes auteurs (Jimenez-Melendo et al. 1988) ont montré qu'au contraire, à concentrations d'indium plus élevées ($\cong 1 \text{ à } 4.10^{20} \text{ cm}^{-3}$), toujours dans la gamme de température (500°C-1100°C), l'énergie de faute d'empilement était considérablement réduite ($\gamma \cong 27 \text{ mJ/m}^2$), en relation avec des largeurs de dissociation beaucoup plus grandes, de l'ordre de 90 A° à 120 A°, indépendantes de la température de déformation. Selon ces auteurs, cette faible énergie de faute est en relation directe avec la présence des impuretés In. Par ailleurs, la grande largeur de dissociation constatée peut expliquer la forte réduction de la densité de dislocations de croissance, en inhibant ou en rendant plus difficiles les processus de glissement dévié ou de montée nécessaires à la mise en forme et à l'homogénéisation de la structure cellulaire.

La figure V-14 montre la dissociation des dislocations vis mise en évidence à 180°C dans notre cas ($\cong 2.10^{20} \text{ cm}^{-3}$) par la technique du faisceau faible en mode $(\vec{g}, 3\vec{g})$. La largeur de dissociation moyenne mesurée est de l'ordre de 30A°. Elle recoupe la valeur mesurée par Jimenez-Melendo (1986) pour une concentration de $5.10^{19} \text{ cm}^{-3}$ et suggère de ce fait que la concentration d'indium affecte peu, ou pas, la largeur de dissociation dans GaAs: In contrairement à ce que ces auteurs ont publié par la suite (1988). Cette observation d'une largeur de dissociation faible dans GaAs: In est également en accord avec les observations à température ambiante de Androussi et al. (1989) qui ont montré que, contrairement au cas semi-isolant ou dopé p (Zn ou In-Zn), la déformation dans GaAs: In (même origine d'échantillons que les nôtres) résultait exclusivement d'un glissement de



600°C



300°C



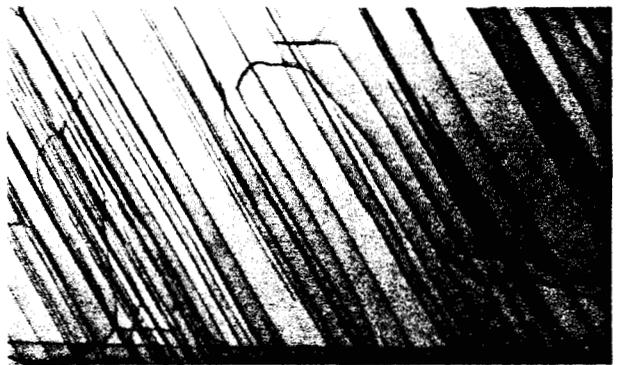
400°C



230°C



350°C



180°C

Figure V-13

GaAs dopé indium. Evolution de la microstructure de déformation en fonction de la température . (clichés M.E.T par A. Lefebvre).

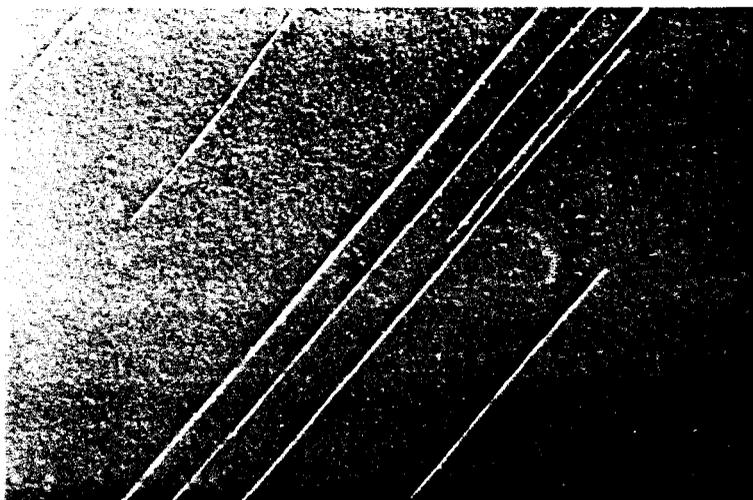


Figure V-14

GaAs: In. Mise en évidence en faisceau faible (weak-beam) de la dissociation des dislocations $\theta = 180^\circ\text{C}$. [g,3g]. .Cliché A Lefebvre.

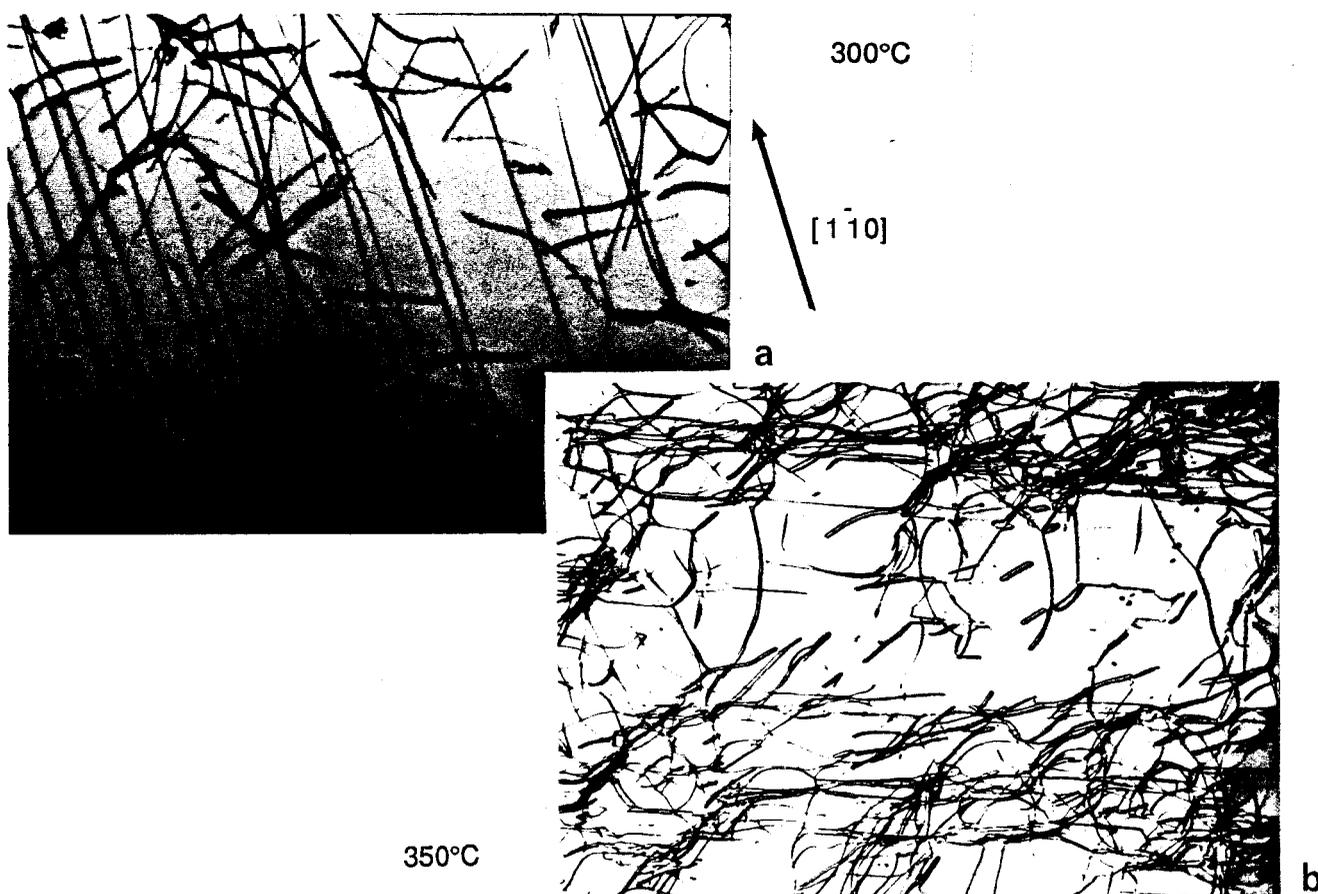


Figure V-15

GaAs codopé In-Zn. Observation par M.E.T de l'évolution de la microstructure à deux températures. (a): $\theta = 300^\circ\text{C}$ (b): $\theta = 350^\circ\text{C}$ (cliché A. Lefebvre).

dislocations parfaites, c'est-à-dire sans formation de fautes d'empilement étendues ou de micromacles, ce qui sous-entend dans ce cas un mouvement corrélé de dislocations partielles séparées par une faute faiblement étendue.

La figure V-15 montre l'exemple caractéristique du codopage In-Zn, à deux températures $\theta = 300^\circ\text{C}$ et 350°C . Rappelons que l'analyse thermodynamique traditionnelle appliquée à ce cas (chapitre IV) a conduit à des résultats incohérents. Par comparaison avec le cas strictement dopé In et par référence à l'évolution de la courbe $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$ qui associe à la cassure de haute température ($\cong 350^\circ\text{C}$ dans GaAs: In ou S.I., $\cong 450^\circ\text{C}$ dans le cas GaAs: In-Zn, voir figure V-10) la disparition du caractère vis et le passage à une plasticité de haute température, nous observons des structures beaucoup plus inédites. A 300°C , le caractère vis reste dominant mais de nombreux dipôles sont déjà présents, ce qui suggère des interactions déjà nombreuses à cette température. Ceci est extrêmement amplifié à 350°C où une structure cellulaire en écheveaux est en cours de formation, et où le caractère vis a pratiquement disparu, en contradiction apparente avec l'évolution $\text{Ln}\tau_a = f(1/T)$. A température ambiante sous pression de confinement (Androussi et al.1987), ce matériau codopé a montré presque exclusivement un micromaclage, et par rapport au cas semi-insolant, un durcissement analogue à celui du zinc, c'est-à-dire une inversion des comportements basse et haute température comme dans le cas du dopage p-Zn (Rabier et al. 1985, voir figure I-8). Une telle structure en écheveaux est en général observée à bien plus haute température dans GaAs: S.I. (Karmouda 1984, Astié et al. 1986, toutefois sans caractère directionnel $\langle 110 \rangle$ alors qu'ici il reste très marqué. Ces observations apportent la confirmation d'une influence de la "microstructure" de déformation sur le comportement des paramètres expérimentaux dans GaAs: In-Zn (chapitre IV paragraphe IV-4). Nous pensons que cette microstructure traduit l'influence conflictuelle des deux impuretés électroniques dans ce domaine intermédiaire de température: On remarquera en effet que la contrainte athermique τ_μ obtenue au plateau athermique dans le cas du codopage In-Zn, de l'ordre de 5MPa (tableau III, page 81), et de même la température athermique $\theta_a = 700^\circ\text{C}$, sont identiques à celles du dopage strictement indium. Cela signifie en clair qu'à haute ou basse température, c'est le comportement spécifique de l'élément durcissant qui est prédominant et qui est de fait "vu", l'indium à haute température et le zinc à basse température. Cette interprétation est cohérente avec l'ensemble des observations et des commentaires rapportés ci-dessus. Ceci est également cohérent avec le fait que les monocristaux de GaAs codopés In-Zn ne contiennent pas de dislocations de croissance (Abbas et Di Persio, résultats non publiés). Cette propriété est celle du matériau GaAs: In. Elle n'est pas vérifiée dans le cas du matériau GaAs: Zn obtenu par tirage Czochralski ou Bridgman ($\cong 10^4 - 10^5 \text{ cm}^{-2}$).

Une interprétation plus exacte de l'influence croisée ou non des impuretés électroniques In et Zn, couvrant l'ensemble du domaine de température, nécessite de

considérer l'aspect microscopique de l'interaction impureté-dislocations partielles qui apparaît précisément très spécifique dans le cas d'un dopage In et d'un dopage Zn de GaAs (Androussi et al. 1987, 1989).

Un tel comportement "anormal" des microstructures n'existe pas dans le cas d'un monodopage de type n (Se) (Boivin et al. 1990 a et b). Bien que le coefficient " α " \cong 47 obtenu soit effectivement "anormal", l'analyse thermodynamique ne révèle pas de singularités par rapport aux cas GaAs: S.I ou GaAs: In, en particulier le coefficient n \cong 4,6 est bien en rapport avec la valeur 4,4 obtenue pour les matériaux précités.

La figure V-16 résume les microstructures observées par M.E.T à 300°C dans les quatre nuances étudiées. Des observations de ce type nous manquent pour étayer plus avant les comparaisons rapportées dans ce travail.

Si nous revenons à l'aspect très technique des courbes expérimentales (chapitre III), nous voyons que l'essentiel des différences porte sur les ruptures de pente des courbes $\tau_a(T)$ et $V_a(\tau_a)$ vues à travers les coordonnées logarithmiques (figures IV-2 et 8 ou V-10 et 11). Ces anomalies (faibles) ne sont pas directement décelées sur les courbes exprimées en coordonnées normales. L'utilisation de diagrammes logarithmiques dans les comparaisons $\tau_a(T)$ (figures IV-2 ou IV-10) ou $V_a(\tau_a)$ (figure V-11) amplifie exagérément les différences, notamment dans le domaine de "haute température" délimité par les cassures observées sur les courbes à 350°C dans le cas GaAs: S.I et GaAs: In. La figure V-17 montre comment se rationalisent les courbes $V_a(\tau_a)$ lorsqu'on retranche arbitrairement à τ_a une certaine contrainte "à ajuster" selon une méthode analogue à celle qui consiste à considérer $\tau_a - \tau_i$ ou $\tau_a - \tau_\mu$. Appelons τ_h ces contraintes "d'ajustement". Nous voyons aisément que les courbes $\tau_a(V_a)$ en coordonnées double-logarithme pour GaAs: In et GaAs: S.I. deviennent strictement parallèles depuis 180°C jusqu'à 400°C environ pour les valeurs suivantes des contraintes τ_h :

$$\text{GaAs: S.I} \rightarrow \tau_h \cong 2\text{MPa}$$

$$\text{GaAs: In} \rightarrow \tau_h \cong 3\text{MPa}$$

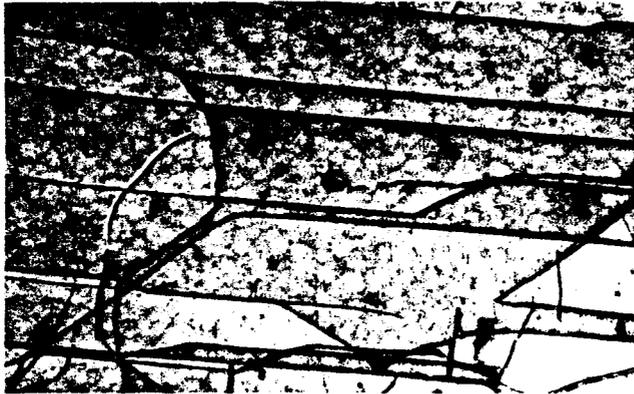
Ces valeurs ne sont pas à confondre avec celles de τ_μ précédemment déterminées (\cong 2,5MPa et 5MPa). Les différences sont au contraire significatives.

Si nous retraçons la courbe $\text{Ln } \tau_a = f(1/T)$ dans le cas de GaAs: S.I (figure IV-2) en retranchant à τ_a la valeur $\tau_\mu - \tau_h = 0,5\text{MPa}$, la (faible) cassure observée à 350°C disparaît. Il en est de même lorsque nous retranchons 3MPa à τ_a dans le cas GaAs: In. La précision dans la linéarisation logarithmique étant de l'ordre de 0,1MPa, les écarts observés ont nécessairement une signification physique. l'hypothèse la plus réaliste est que les cassures



GaAs: S.I

a



GaAs: In

b



GaAs: In-Zn

c



GaAs: Se

d

Figure V-16

$\theta = 300^{\circ}\text{C}$: Comparaison des microstructures de déformation observées par M.E.T
(clichés A. Lefebvre)

(a): GaAs: S.I. , (b): GaAs: In , (c): GaAs: In-Zn , (d): GaAs: Se.

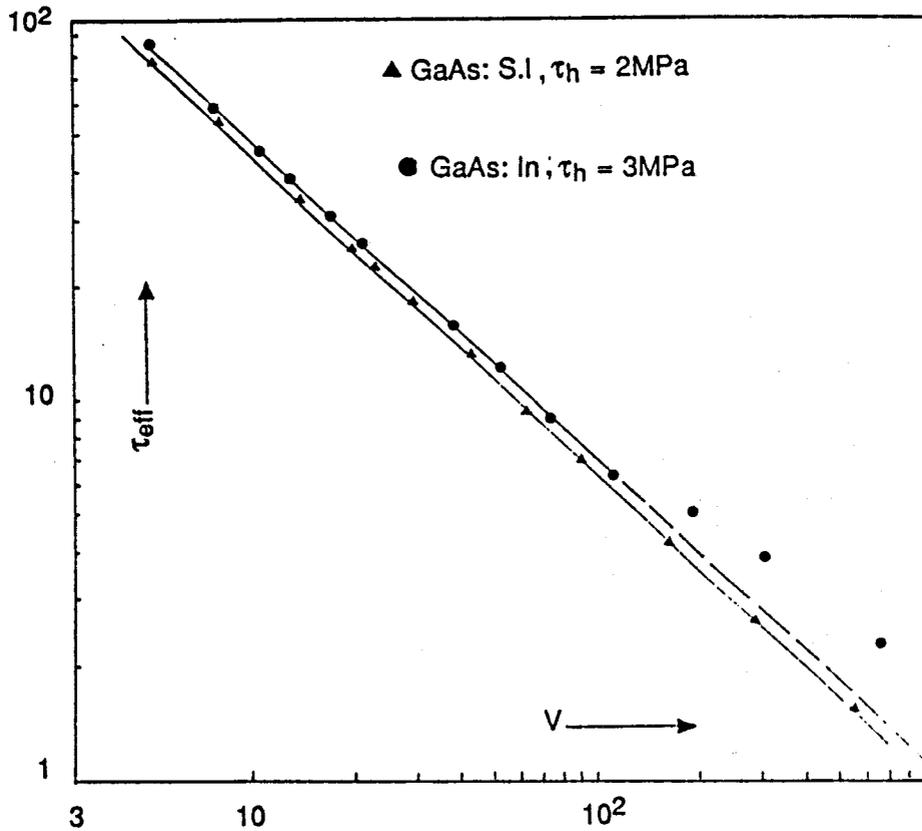


Figure V-17

Courbes $\tau_{eff}(V)$ de meilleur ajustement dans la comparaison GaAs: S.I. et GaAs: In en coordonnées double-logarithme.

à 350°C (ou au-dessus pour les nuances GaAs: Se et GaAs: In-Zn) sont probablement associées à des effets d'impuretés. La valeur 0,5MPa qui linéarise à la fois la courbe $V_a(\tau_a)$ et la courbe $\ln \tau_a = f(1/T)$ dans le cas GaAs: S.I montre que l'effet porte ici exclusivement sur la contrainte appliquée. La valeur différente observée dans GaAs: In (2MPa <--> 3MPa) suggère un effet qui porte à la fois sur la contrainte τ_a et sur le volume d'activation V_a .

La température de 400°C à laquelle la courbe rationalisée $V_a(\tau_a)$ pour GaAs: In se sépare de la courbe de référence GaAs: S.I. rappelle l'anomalie constatée à cette température sur les vitesses des dislocations $60^\circ\alpha$ et vis, en-dessous d'une contrainte de l'ordre de 8 MPa (Burle-Durbec et al. 1987, 1989). Ces résultats ont été décrits au paragraphe I.3-3. Louchet (1988) a de son côté appelé régime I le domaine des faibles contraintes et des températures élevées ($\sigma_c \leq 10\text{MPa}$, $T \geq 400^\circ\text{C}$), domaine qu'il attribue à un régime diffusionnel particulier de saut des atomes d'indium dans les coeurs des dislocations partielles à 30° lorsque celles-ci passent dans leur voisinage (chapitre I). Un régime

diffusionnel de l'indium rend compte également des effets de vieillissement statique et dynamique observés dans GaAs: In dès 400°C et au-delà (Yonenaga et al. 1987, Djemel et al. 1988). A ces températures, les impuretés In deviennent suffisamment mobiles pour ségréger dans le coeur des dislocations, ce qui a pour effet soit de ralentir ces dernières, soit même de les immobiliser si la contrainte n'est pas assez forte. Ceci interprète les contraintes critiques de désancrage des dislocations mises en évidence après recuit dans GaAs (Yonenaga et al.1987), et de même les pics de contrainte caractéristiques observés à la recharge après essai de relaxation. Nous avons observé de tels pics dans les trois nuances dopées étudiées, dès 500°C et au-delà. La figure V-18 montre l'exemple de GaAs: Se déformé à 700°C. On remarque que l'amplitude du pic est d'autant plus marquée et pointue que le temps de maintien du matériau à la température T de l'essai est grand, ce qui revient à effectuer un recuit prolongé. Aucun pic décelable de ce type n'a été observé dans GaAs semi-insolant, dans tout le domaine thermique étudié (jusqu'à la température athermique de 600°C).

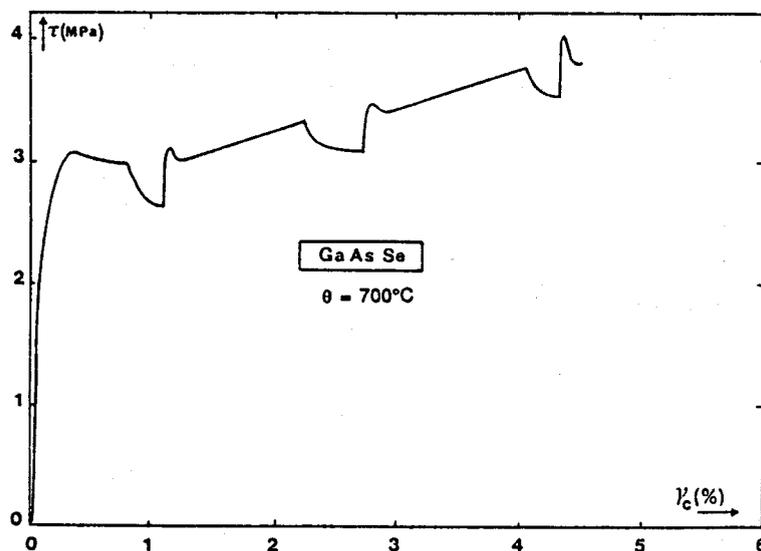


Figure V-18

Pics de contrainte caractéristiques observés après essais de relaxation dans GaAs dopé sélénium. $\theta = 700^\circ\text{C}$.

L'interprétation suggérée à l'origine par Yonenaga et Sumino (1987) et développée par Burle-Durbec et al.(1987, 1989) et par Louchet (1988) d'une interaction dynamique spécifique de l'indium avec la dislocation partielle $30^\circ\alpha^*$ au delà de 400°C peut effectivement rendre compte de nos résultats, l'effet apparaissant porter sur le volume d'activation apparent V_a (figure V-17) et traduisant le fait que les atomes d'indium

*La partielle $30^\circ\alpha$ appartient à la fois aux dislocations $60^\circ\alpha$ et aux dislocations vis. Seuls ces deux types de dislocations apparaissent affectés dans leur mouvement par la présence de l'indium (paragraphe I.3-3).

deviennent probablement mobiles dans le réseau à cette température. Louchet (1988, déjà cité) a appelé régime II le comportement de basse température ($\theta < 400^\circ\text{C}$, $\tau > 10\text{MPa}$) lorsque le mécanisme diffusionnel ne peut opérer, ce qui revient à considérer un effet de solution solide analogue à celui proposé par Guruswamy et al. (1986) et supposé induit par l'effet de taille des atomes d'indium immobilisés sur les sites gallium dans le réseau. La relaxation de contrainte, et par suite le temps d'immobilisation de la dislocation au contact de l'impureté In, seraient différents selon la nature α ou β du coeur de la dislocation. Cette relaxation serait ainsi beaucoup plus grande dans le cas des dislocations partielles $30^\circ\alpha$, le coeur de ces dernières impliquant surtout le sous-réseau arsenic (Louchet et Thibault-Desseaux, 1987). Cette interprétation portant sur une interaction impureté-coeur de dislocation est très différente de celle qui consiste à considérer un effet dislocation-réseau se réduisant à un strict effet de taille de l'ordre de 21% en dilatation (Ehrenreich et Hirth, 1985). Les ordres de grandeur des effets calculés sont aussi très différents (Louchet 1988, déjà cité).

Les valeurs de 0,5MPa et 3MPa que l'on retranche à τ_μ pour rationaliser les courbes $V_a(\tau_a)$ et $\text{Ln } \tau_a = f(1/T)$ font apparaître une grandeur commune de 2MPa qui pourrait constituer la véritable contrainte athermique du matériau GaAs intrinsèque, c'est-à-dire strictement représentative du champ de contrainte interne à grande distance, soit:

$$\tau_\mu^i = 2\text{MPa}$$

La valeur de 3MPa apparaît ainsi comme l'effet net de la contribution de l'impureté indium (en concentration de $2.10^{20} \text{ cm}^{-3}$) au durcissement du matériau. L'effet est faible. L'allure de la courbe $\tau_a(T)$, et de même l'effet faiblement durcissant de l'impureté neutre dans le domaine athermique, présentent de grandes similitudes avec le cas des métaux cubiques centrés. Dans le fer pur par exemple, l'addition de certains éléments de substitution conduit systématiquement à un adoucissement du matériau à basse température et à un durcissement à haute température (Cottu et al. 1978, Chomel et Cottu 1982). Il a été montré par ces auteurs qu'un tel effet était de nature intrinsèque et ne pouvait s'interpréter que dans l'hypothèse d'une nucléation plus aisée d'un double décrochement au voisinage des atomes d'impureté. Les données de la table V-6, bien qu'incomplètes en ce qui concerne GaAs: In, suggèrent que cette interprétation peut aussi s'appliquer au cas de l'indium dans GaAs. La comparaison avec le cas intrinsèque (semi-isolant dans notre cas) ne peut être faite que pour la barrière 1. Elle montre que la taille du germe critique d'activation à $\cong 240^\circ\text{C}$ est effectivement plus petite dans le cas GaAs: In ($\cong 15 \text{ b}^3$) que dans le cas GaAs: S.I. ($\cong 25 \text{ b}^3$). Il est peut-être hasardeux d'extrapoler à température plus basse mais la grande similitude de comportement plastique à

basse température des deux matériaux suggère que cette propriété devrait être vérifiée pour les barrières 2 et 3 (table V-6) et peut-être 4 (paragraphe V-1). Ceci est corroboré par l'effet d'adoucissement effectivement mis en évidence dans GaAs: In par Androussi et al. (1989) à température ambiante sous pression de confinement, et évoqué un peu plus haut dans le texte à propos de la microstructure de glissement pur de dislocations parfaites exclusivement observé dans ce cas. Cet effet a été attribué par ces auteurs à une différence entre les forces de frottement agissant sur les partielles en mouvement (chapitre I). Cette différence des forces de frottement a été analysée en termes de nucléation et de propagation de doubles décrochements sur les dislocations partielles. Dans le cas de GaAs: In, l'absence de maclage, c'est-à-dire de décorrélation dans le mouvement des partielles, n'a pas permis de classer l'ordre de grandeur des frottements de réseau agissant sur les partielles $30^\circ\alpha$ ou $30^\circ\beta$ prises isolément. On peut raisonnablement penser, par référence aux observations "microscopiques" de Burle-Durbec et al. déjà cités, et à l'analyse de Louchet, que le frottement de réseau en présence de l'indium est fortement accentué sur la partielle $30^\circ\alpha$ et pratiquement inchangé sur la partielle $30^\circ\beta$ (le coeur est configuré dans le sous-réseau de l'élément III) par rapport au cas non dopé. On retrouve dans cette interprétation la notion d'aire "critique" d'activation fortement influencée par l'indium, que suggère la table V-6, à travers des barrières dont l'interprétation physique reste certes, pour certaines d'entre elles et notamment dans le cas GaAs: In, à élucider mais qui pourraient être associées aux mouvements individuels des dislocations partielles dans GaAs.

CONCLUSION

Ce travail a eu pour objectif premier de réexaminer de façon quantitative, par le biais de la déformation plastique contrôlée, les divers arguments avancés pour comprendre et interpréter l'effet remarquable du dopage isoélectronique à l'indium sur les propriétés plastiques de GaAs, en particulier la forte réduction, sinon l'absence, de dislocations de croissance dans le matériau massif brut de tirage. La démarche utilisée a été celle d'une comparaison effectuée avec le matériau GaAs semi-isolant choisi comme référence. L'approche expérimentale s'est appuyée pour l'essentiel sur des essais de compression conventionnels à vitesse imposée permettant d'accéder à la loi d'évolution en température de la contrainte d'écoulement plastique τ_a , et sur des essais de relaxation de contrainte (méthode de Guiu et Pratt) permettant la mesure de volumes d'activation apparents V_a en principe représentatifs des mécanismes microscopiques de la déformation. Chaque fois que possible, des observations par microscopie électronique en transmission des microstructures de déformation ont été réalisées afin d'étayer l'analyse physique des données expérimentales.

Nous avons fait dans ce travail un large usage de la technique de relaxation de contrainte et c'est l'une de ses originalités. L'obtention de couples (τ_a, V_a) bien caractérisés justifie le développement conséquent que nous avons volontairement donné à l'exposé des conditions opératoires d'obtention de ces paramètres expérimentaux, compte-tenu de la dispersion des mesures inhérente à la pratique de la déformation plastique des solides monocristallins fragiles, dispersion quasi-rhédibitoire pour ce qui est de donner un aspect quantitatif aux comparaisons que l'on est toujours amené à faire avec ce qui a été publié sur le même sujet par d'autres auteurs. L'éventail des moyennes températures étudiées ($0,25 T_f < T < 0,65 T_f$) nous a permis d'explorer un large domaine d'activation thermique, depuis le plateau athermique de haute température ($\geq 600^\circ\text{C}$) jusqu'à une température assez basse ($\cong 125^\circ\text{C}$ dans le cas de GaAs semi-isolant), suffisante pour qu'un raccordement de nos résultats avec ceux obtenus à température ambiante sous pression de confinement puisse être effectué.

Afin d'éviter tout caractère fortuit à certaines évolutions ou comparaisons et pour s'affranchir du caractère strictement isolant ou isovalent, nous avons étendu notre étude au cas d'un dopage électriquement actif, de type n avec l'impureté sélénium et de type p avec le codopage indium-zinc.

L'analyse thermodynamique de l'activation thermique du glissement dans les quatre nuances étudiées a fait largement appel aux formalismes de Schoeck et de Haasen, dont les hypothèses et les limitations ont été soigneusement rapportées et examinées afin de préciser le cadre restrictif de leur application à l'analyse de nos résultats expérimentaux. Ces

résultats confirment partiellement ceux publiés par d'autres auteurs. L'analyse n'apparaît cohérente, en regard du formalisme de Schoeck précité, que dans un domaine limité de température. Elle est totalement incohérente dans le cas du codopage In-Zn.

La comparaison des résultats obtenus en parallèle pour GaAs: In et GaAs: S.I. a montré clairement que la réponse plastique des deux matériaux était pratiquement identique. La faible différence observée essentiellement à haute température ($\cong 3\text{MPa}$) ne peut en aucun cas interpréter une réduction brutale de la densité de dislocations de croissance par un strict effet de solution solide qui serait induit par la dilatation locale en volume importante créée par l'impureté indium lorsque celle-ci s'incorpore en position substitutionnelle dans le réseau ($\cong 21\%$).

Les valeurs particulièrement élevées du coefficient α de l'équation $\Delta G = \alpha kT$ de l'activation thermique, de l'ordre de 33,5 dans les cas GaAs: In et GaAs: S.I., et de 47 dans le cas GaAs: Se, obtenues avec toute la rigueur expérimentale nécessaire, ont révélé une inadéquation de l'analyse thermodynamique traditionnellement développée à rendre compte de l'aspect quantitatif du comportement plastique des matériaux étudiés. C'est l'originalité de ce travail d'avoir montré que la bonne cohérence apparente des résultats rapportée au chapitre IV de cette thèse, et par de nombreux auteurs, était en réalité fortuite. Le rôle critique joué par la densité de dislocations mobiles ρ_m dans l'évaluation de certains paramètres expérimentaux a été ici clairement souligné. Le paramètre ρ_m intervient formellement dans l'équation de la déformation par l'intermédiaire de l'équation d'Orowan

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v$$

Ce paramètre est généralement reporté dans le facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_0$ de l'équation de la déformation

$$\dot{\gamma}_p = \dot{\gamma}_0 e^{-\frac{\Delta G_0(T) - \tau_{\text{eff}} \cdot V}{kT}}$$

Le facteur $\dot{\gamma}_0$ est considéré le plus souvent ne dépendre que faiblement de la température et de la contrainte, cette dépendance étant reportée pour l'essentiel dans l'exponentielle. Nous avons montré que ce facteur était au contraire fortement dépendant de la contrainte, précisément à cause de ρ_m , en contradiction avec la plupart des certitudes établies. Une relation du type

$$\rho_m = A (\tau_a - \tau_i)^n$$

avec n de l'ordre de 4,5 dans les cas GaAs: In, S.I., et Se a ainsi permis de rendre compte de la plupart des anomalies constatées dans l'analyse, et en particulier du masquage des grandeurs vraies de l'activation thermique, ΔG et V .

Seule une analyse conduite à une échelle plus physique, basée sur la notion de contrainte interne τ_i , a permis d'accéder à ces grandeurs. A partir de la stricte donnée des couples expérimentaux (τ_a, V_a) et en restant dans l'esprit des concepts de base du formalisme de Schoeck, nous avons ainsi démontré, pour la première fois, l'existence de plusieurs mécanismes élémentaires de plasticité simultanément activés dans le domaine thermique exploré. Ces mécanismes ont été décrits en terme de barrières d'énergie dont nous avons donné les caractéristiques. Quatre barrières ont ainsi été identifiées dans GaAs semi-isolant, entre 125°C et 700°C. L'interprétation physique de ces barrières reste toutefois à faire. Cette approche apparaît complètement cohérente avec l'ensemble des observations et des résultats obtenus, pour les cas GaAs: S.I et GaAs: In étudiés. Elle rend compte de l'inadéquation effective des formalismes classiques, lorsqu'ils sont utilisés ex abrupto, à rendre compte de l'expérience. Elle tend à démontrer que les grandeurs apparentes que l'on mesure par les techniques classiques de la déformation plastique sont essentiellement représentatives de l'évolution de la densité de dislocations mobiles ρ_m à travers celle du facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_0$. Les grandeurs vraies de l'activation thermique, qui caractérisent quant à elles le ou les mécanismes élémentaires qui contrôlent la déformation plastique, apparaissent effectivement cachées par le caractère omniprésent de l'influence du terme $\dot{\gamma}_0$ dans l'accès aux grandeurs expérimentales d'activation. Ces grandeurs vraies sont localisées dans le terme exponentiel de l'équation de la déformation. Chaque couple $(\Delta G, V)$ représentatif d'un mécanisme donné, caractérise effectivement, ainsi que nous l'avons vérifié, une barrière d'énergie au sens physique donné par Schoeck à ce terme.

ANNEXE I

FLUAGE A BASSE TEMPERATURE

ETUDE DU FLUAGE A BASSE TEMPERATURE DE L'ARSENIURE DE GALLIUM.

Les conditions d'essai en fluage ont été exposées au paragraphe II.5, page 49. Ainsi que nous l'indiquons, nous n'avons pas effectué une étude exhaustive du fluage de GaAs. Dans les conditions de basse température où l'échantillon accepte encore de se déformer sans pression de confinement, le fluage observé est généralement logarithmique; la déformation s'arrête au bout d'un temps plus ou moins long. A contrainte plus élevée, le fluage observé devient linéaire. La plupart du temps cependant, des microfissurations se développent, qui limitent fortement l'intérêt de la technique pour explorer le domaine des basses températures, jusqu'à 150°C environ. A plus haute température ($T > 250^{\circ}\text{C}$), nous confirmons un fluage sigmoïdal. Le point d'inflexion sur la courbe de fluage a la même signification que le minimum de contrainte dans l'essai à vitesse imposée. Ces deux points sont en principe en parfaite correspondance, étant tous deux rattachés au même phénomène physique. Les deux types d'essais, fluage et vitesse imposée, se recoupent de fait parfaitement en ces deux points. La microscopie électronique confirme par ailleurs que les microstructures de déformation sont identiques (chapitre V).

Peu d'études ont été consacrées à GaAs déformé en fluage. A notre connaissance, seule l'étude de l'influence du dopage sur le comportement plastique de GaAs rapportée par Steinhardt et Haasen (1978) a utilisé cette technique.

Nous rapportons ici brièvement les résultats les plus probants obtenus dans le cas du matériau GaAs semi-isolant. Une incursion dans le cas du codopage In-Zn est également rapportée.

AI.1 - CAS DU MATERIAU SEMI-ISOLANT

La figure AI-1 illustre l'exemple caractéristique du fluage sigmoïdal observé à 300°C dans le cas d'un essai direct, et pour une contrainte appliquée (cission réduite) de l'ordre de 13 MPa, légèrement plus basse que la limite élastique conventionnelle de l'essai à vitesse imposée à la même température (table I, page 78), estimée à $\cong 15$ MPa. Après un temps d'incubation plus ou moins long, caractéristique des matériaux à faible densité initiale de dislocations, on observe une brusque accélération de la vitesse de fluage. Cette accélération est associée à la multiplication en avalanche. Ce domaine de la courbe de fluage trouve son pendant dans la zone du crochet de compression dans l'essai à vitesse imposée.

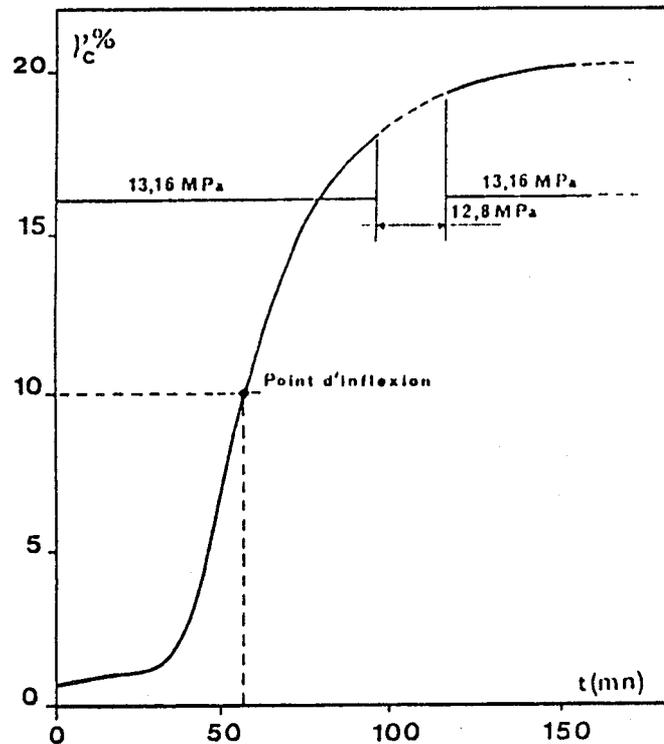


Figure A1-1

Fluage direct à 300°C. $\tau \approx 13 \text{ MPa}$. Cas de GaAs semi-isolant.

L'observation d'un fluage sigmoïdal dans le cas d'un essai de fluage direct conduit à 300°C est en accord avec celle de l'essai de compression qui reste accessible à cette température sans prédéformation, avec cependant un crochet très amplifié (figure III-2, page 57). Comme dans les essais à vitesse imposée, nous n'avons pas obtenu de fluage en essai direct aux températures inférieures ou égales à environ 260°C. Les durées d'incubation deviennent prohibitives et sont interrompues généralement par éclatement des éprouvettes, éclatement d'autant plus précoce que la contrainte appliquée est élevée. Ici également, le recours à la prédéformation s'est avéré obligatoire pour obtenir un fluage non nul. Dans tous nos essais, une température de prédéformation de 350°C a été choisie, l'essai étant d'abord conduit à vitesse imposée jusqu'au minimum du crochet de compression.

Aux faibles et moyennes contraintes accessibles dans ces essais, un fluage logarithmique ou linéaire a été systématiquement obtenu, dépendant de la contrainte appliquée. Le fluage linéaire observé après un fluage transitoire analogue à celui du fluage logarithmique est le pendant du stade I dans l'essai à vitesse imposée. C'est un régime stationnaire de déformation dans lequel la vitesse de déformation devient constante. Les figures A1-2 a, b et c illustrent ces cas de figure à 250°C et à 150°C. On remarquera dans le cas de la figure A1-2 b l'extrême sensibilité de la vitesse de déformation plastique à la contrainte. Celle-ci s'accroît d'un facteur 8 lorsque la contrainte passe de 44 MPa à 58 MPa, la transition entre les deux régimes paraissant relativement brutale.

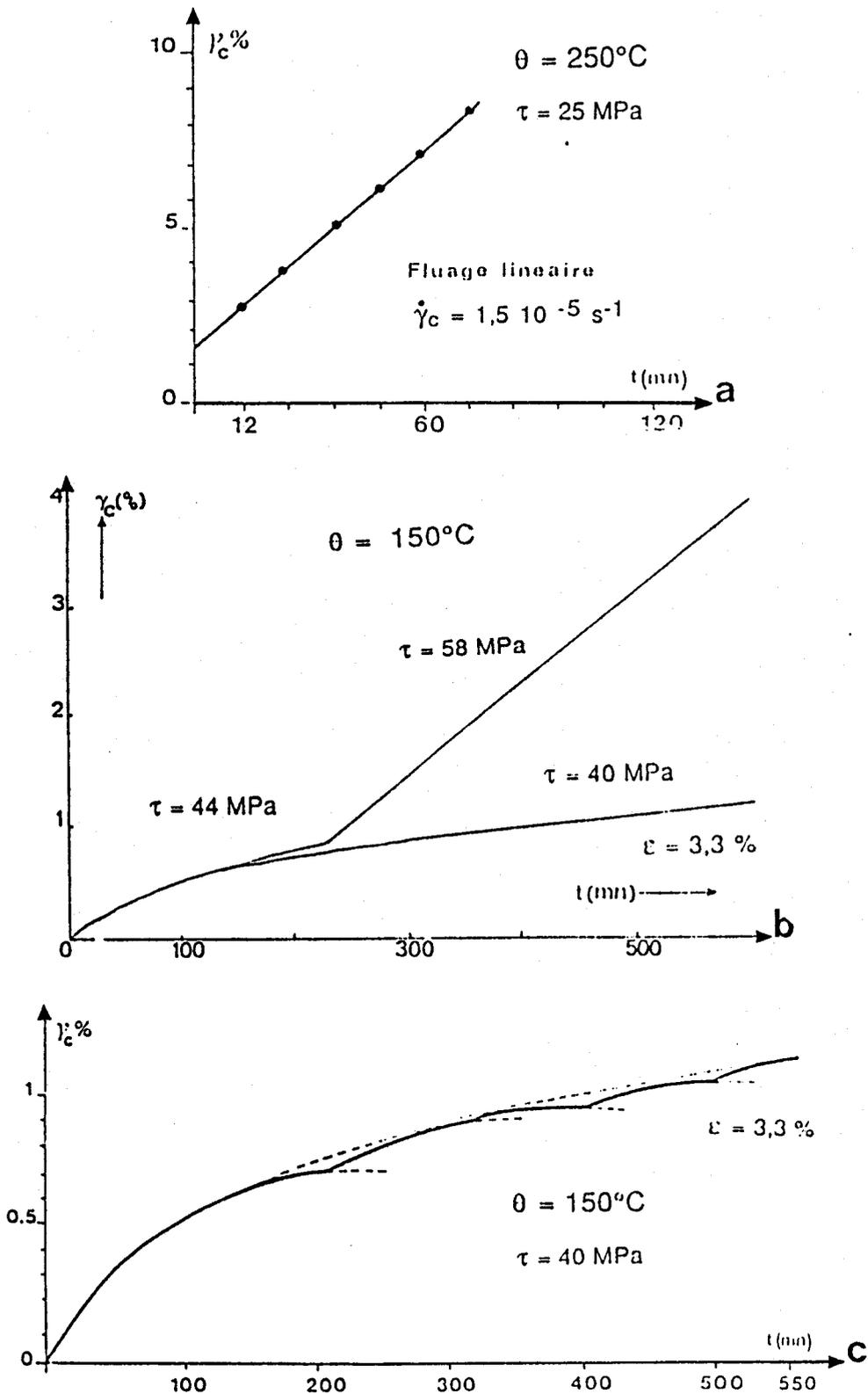


Figure A1-2

Cas du fluage avec prédéformation à 350°C
(a): $T = 250^\circ\text{C}$. $\tau = 25\text{ MPa}$. Fluage linéaire (stationnaire).
(b): $T = 150^\circ\text{C}$. Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage.
(c): $T = 150^\circ\text{C}$. Aspect serratique du fluage.

Dans le cas du fluage logarithmique, lorsque la contrainte est suffisamment basse, un comportement erratique de la courbe de fluage est souvent observé, avec de soudaines réaccélération de la vitesse de fluage. Ces réaccélérations pourraient être associées au déblocage successif de bandes de glissement de type Lüders, l'activité du glissement étant essentiellement confinée dans de telles bandes à basse température. Cette activité finit par se saturer dans les bandes préexistantes au fur et à mesure que la déformation augmente, d'où l'apparition de nouvelles bandes qui emplissent progressivement toute l'éprouvette.

Fondamentalement, le fluage logarithmique s'observe à basse température, lorsque le phénomène de durcissement l'emporte sur le phénomène de restauration. Il traduit le même phénomène que l'essai de relaxation de contrainte : la déformation plastique est progressivement ralentie par durcissement et la contrainte effective décroît en cours d'essai. Il se décrit de fait par le même type d'équation. A l'inverse de l'essai de relaxation cependant, le ralentissement est ici induit par l'accroissement progressif de la contrainte interne τ_i dû à la déformation. Cet accroissement est décrit par un taux de consolidation que l'on peut écrire sous la forme :

$$K = \left(\frac{\partial \tau_i}{\partial \gamma_{pl}} \right)_T \dot{\gamma}_{pl} \quad (A1-1)$$

On obtient effectivement un fluage logarithmique lorsque ce coefficient est très différent de 0. L'équation du fluage a alors pour expression (Escaig , 1982)

$$\gamma_{pl}(t) = \gamma_{pl}(t = 0) + \frac{kT}{KV_a} \ln\left(1 + \frac{t}{c}\right) \quad (A1-2)$$

avec

$$c = \frac{kT}{KV_a \cdot \dot{\gamma}_{pl}(0)} \quad (A1-3)$$

où V_a est le volume d'activation et c une constante de temps analogue à celle introduite dans l'essai de relaxation de contrainte et de même sens physique.

Lorsque le taux de consolidation K est très petit (ou tend vers 0), ce qui revient à considérer une constante de temps qui tend vers l'infini, la loi logarithmique (A1-2) devient une loi linéaire :

$$\gamma_{pl}(t) = \gamma_{pl}(t = 0) + \dot{\gamma}_{pl}(0) \cdot t \quad (A1-4)$$

C'est en pratique le cas observé dans les essais à vitesse imposée à basse température où, après un régime transitoire plus ou moins long, le durcissement s'annule pratiquement, conduisant sensiblement à un plateau en contrainte (figure III-4). Cela suppose des

contraintes appliquées en fluage qui ne sont pas très éloignées des contraintes d'écoulement plastique.

Le tableau A-I ci-dessous résume, pour quatre températures, respectivement 300°C, 250°C, 200°C et 150°C, le domaine d'existence en contrainte appliquée d'un fluage logarithmique et d'un fluage linéaire, avec les ordres de grandeur des vitesses de fluage mesurées. Si la vitesse de fluage varie continûment dans le cas du fluage logarithmique, jusqu'à s'annuler, elle est en revanche constante, et donc facilement mesurable, dans le cas d'un fluage linéaire (ou stationnaire), d'où l'intérêt d'observer ce dernier.

Température	Transition fluage logarithmique/ fluage linéaire	$\dot{\gamma}$ fluage
300°C	$\tau_a \leq 5\text{MPa}$	$\dot{\gamma}_{fl} \cong 1,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ pour $\tau_a \cong 9\text{MPa}$
250°C	$\tau_a < 25\text{MPa}$	$\dot{\gamma}_{fl} \cong 2-3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ pour $\tau_a \cong 25 \text{ à } 30\text{MPa}$
200°C	$\tau_a \cong 25\text{MPa}$	$\dot{\gamma}_{fl}$ de 10^{-6} à 10^{-5} s^{-1}
150°C	$\tau_a \cong 50\text{MPa}$	$\dot{\gamma}_{fl}$ de 10^{-7} à 10^{-6} s^{-1}

Tableau A-I

Rationalisation des résultats de fluage. Cas du matériau GaAs : S.I

Remarques *1: Un fluage logarithmique est la limite d'un fluage linéaire lorsque la pente de fluage tend vers 0. Il est difficile, lorsque le coefficient de consolidation est faible, de faire la part entre un véritable fluage logarithmique et un fluage transitoire qui précède un fluage linéaire juste après application de la charge.

***2:** Les valeurs de τ_a et $\dot{\gamma}$ fluage mesurées à 250°C confirment les valeurs obtenues dans les essais à vitesse imposée à la même température (tableau I, page 78).

Dans les domaines de fluage logarithmique ou linéaire, la technique des sauts de vitesse lors d'essais différentiels (chapitre II, page 51) permet de déterminer le coefficient m^* apparent de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte appliquée τ_a .

$$m^* = \left(\frac{\partial \text{Ln} \dot{\gamma}_{fl}}{\partial \text{Ln} \tau_a} \right)_{T, s. s. c} \quad (\text{A-I-5})$$

De façon équivalente, on peut remonter au volume d'activation apparent V_a , déterminé par ailleurs par relaxation de contrainte

$$V = kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}}{\partial \tau_a} \right)_{T, s. s. c.} \quad (A1-6)$$

Le tableau A1-2 ci-dessous rassemble les résultats obtenus pour ces deux grandeurs. La grandeur m^* intervient formellement dans le modèle de Haasen, à condition de la considérer au point d'inflexion des courbes de fluage. Ce point ne peut pas être atteint dans les essais avec prédéformation. Une relation directe $m^* \leftrightarrow m+2$ (équation 4-20, page 106) ne peut donc pas être établie en toute rigueur. On remarquera que les deux relations de définition (A1-5) et (A1-6) conduisent à

$$V_a = \frac{m^* kT}{\tau_a} \quad (A1-7)$$

soit
$$\frac{\tau_a \cdot V_a}{kT} = m^* \quad (A1-7')$$

Température	$\langle \tau_a \rangle$ MPa	$\langle \dot{\gamma}_c \rangle$ s-1	m^*	$V_a (b^3)$	$\frac{\tau_a \cdot V_a}{kT}$	V_a
300°C	6	$\cong 4.10^{-6}$	5,5	$\cong 45/47$	5,3	43
250°C	25	$\cong 2,5.10^{-5}$	/	$\cong 25$	4,9	20
200°C	20	$\cong 3.10^{-6}$	/	$\cong 7$	4,5	8
150°C	55	$\cong 3,5.10^{-6}$	4	$\cong 4,6$	3,9	≤ 5

Vitesse imposée

Tableau A1-2

Coefficient m^ et volume d'activation apparent V_a déterminés par essais différentiels.*

On retrouve ainsi, à travers m^* , la quantité $\frac{\tau_a \cdot V_a}{kT}$ évoquée au chapitre IV, directement liée à l'enthalpie d'activation ΔH^* . Comme dans les essais à vitesse imposée, les points expérimentaux sont relativement dispersés. La figure A1-3 montre dans un diagramme logarithmique l'ordre de grandeur des dispersions mesurées dans la détermination du volume d'activation apparent. Ces dispersions s'interprètent de même par de multiples origines (instabilités de la sous-structure au moment du saut, influence du montage (frottements), précision de l'estimation des pentes, choix d'un incrément ou d'un décrétement de contrainte, amplitude du saut ...). L'avantage des essais différentiels conduits sur un même échantillon compense en partie ces effets de dispersion. Les valeurs obtenues pour m^* et V_a

* Nous n'avons pas reporté les valeurs des enthalpies ΔH mesurées lors d'essais différentiels de sauts de température (chapitre III, page 51). Les résultats obtenus sont trop dispersés et peu significatifs. Une des raisons provient de l'inertie du montage qui ne permet pas de réaliser l'équilibre thermique après saut en un temps suffisamment court pour que la microstructure n'ait pas le temps d'évoluer. Ce temps est au minimum d'une dizaine de minutes pour un saut de 5 à 10 degrés.

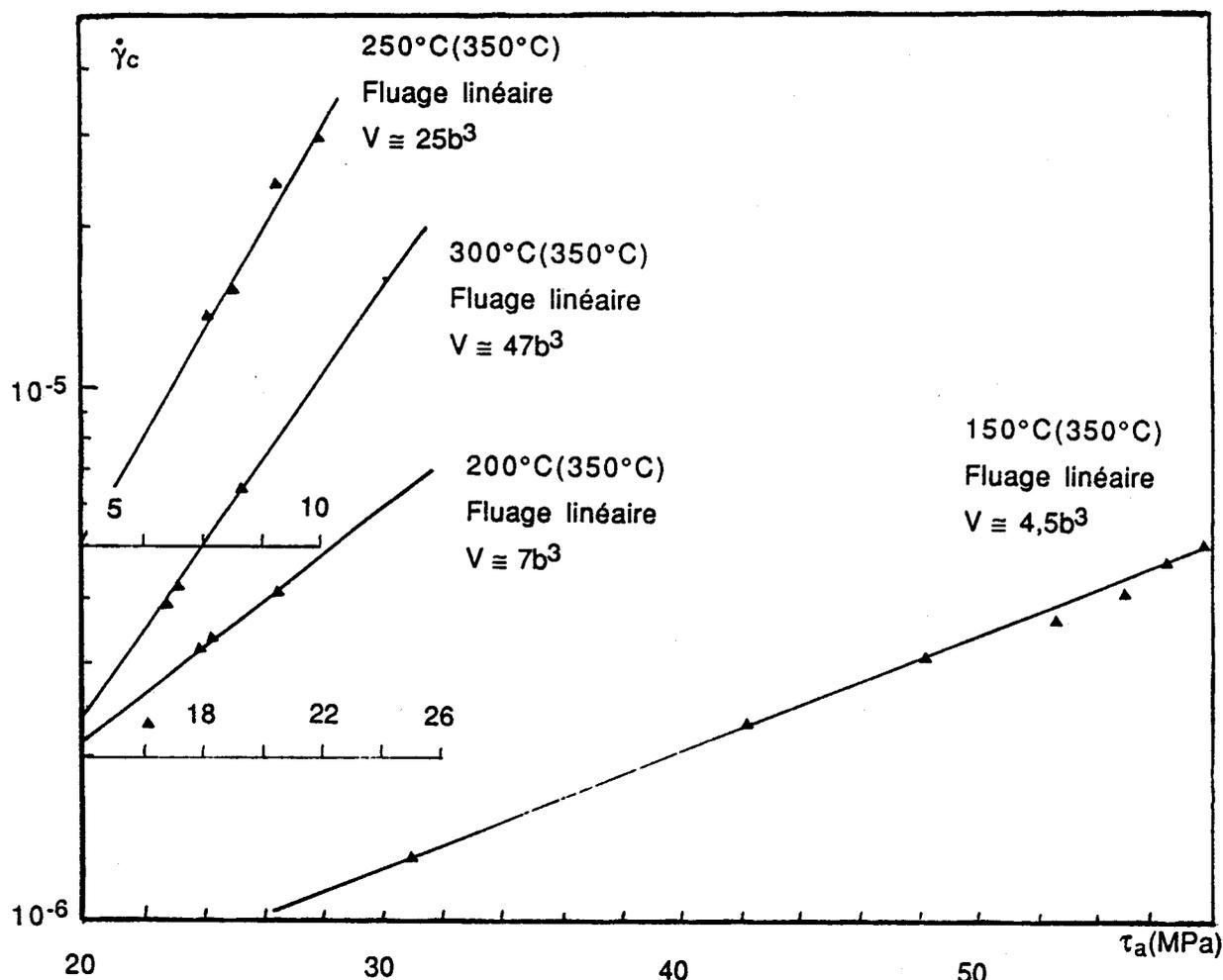


Figure A1-3

Détermination du volume d'activation apparent par fluage. Cas de GaAs semi-isolant.

sont cohérentes avec celles déduites des essais à vitesse imposée aux températures 150°C et 300°C. Le nombre de points de mesure insuffisants à 200°C et 250°C n'a pas permis d'afficher des valeurs de m^* avec un intervalle de confiance acceptable. Les valeurs de V_a sont mieux définies car moins sensibles aux fluctuations du logarithme lorsque celui-ci est proche de 1 (m^* est en effet déterminé expérimentalement par la quantité $(\text{Ln } \frac{\dot{\gamma}_2}{\dot{\gamma}_1}) / (\text{Ln } \frac{\tau_2}{\tau_1})$, $\dot{\gamma}_2, \tau_2, \dot{\gamma}_1, \tau_1$ étant les quantités mesurées après et avant le saut, respectivement).

Les résultats du tableau A1-2 suggèrent que le coefficient m^* ne dépend pas de la contrainte, à T fixée.

La figure A1-4 montre l'évolution du faciès de glissement observé par microscopie optique en fonction de la température et de la contrainte. On vérifie aisément le caractère hétérogène de la déformation à basse température et la densification du glissement lorsqu'on augmente la contrainte (comparaison des clichés c et d); en accord avec un coefficient m^* élevé.

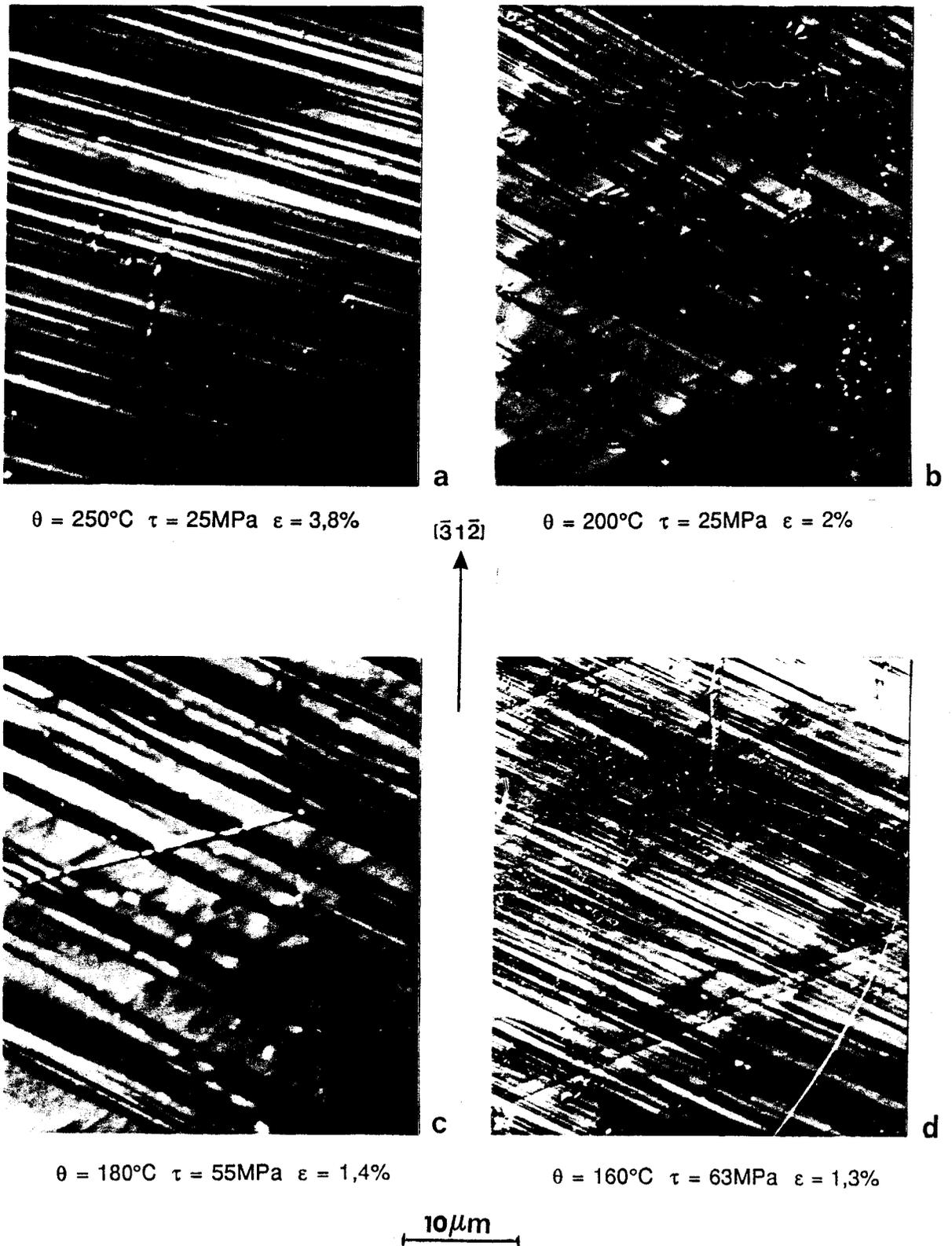


Figure A1-4

*Evolution des faciès de glissement en fonction de la température et de la contrainte
Cas de GaAs: S.I. déformé en fluage.*

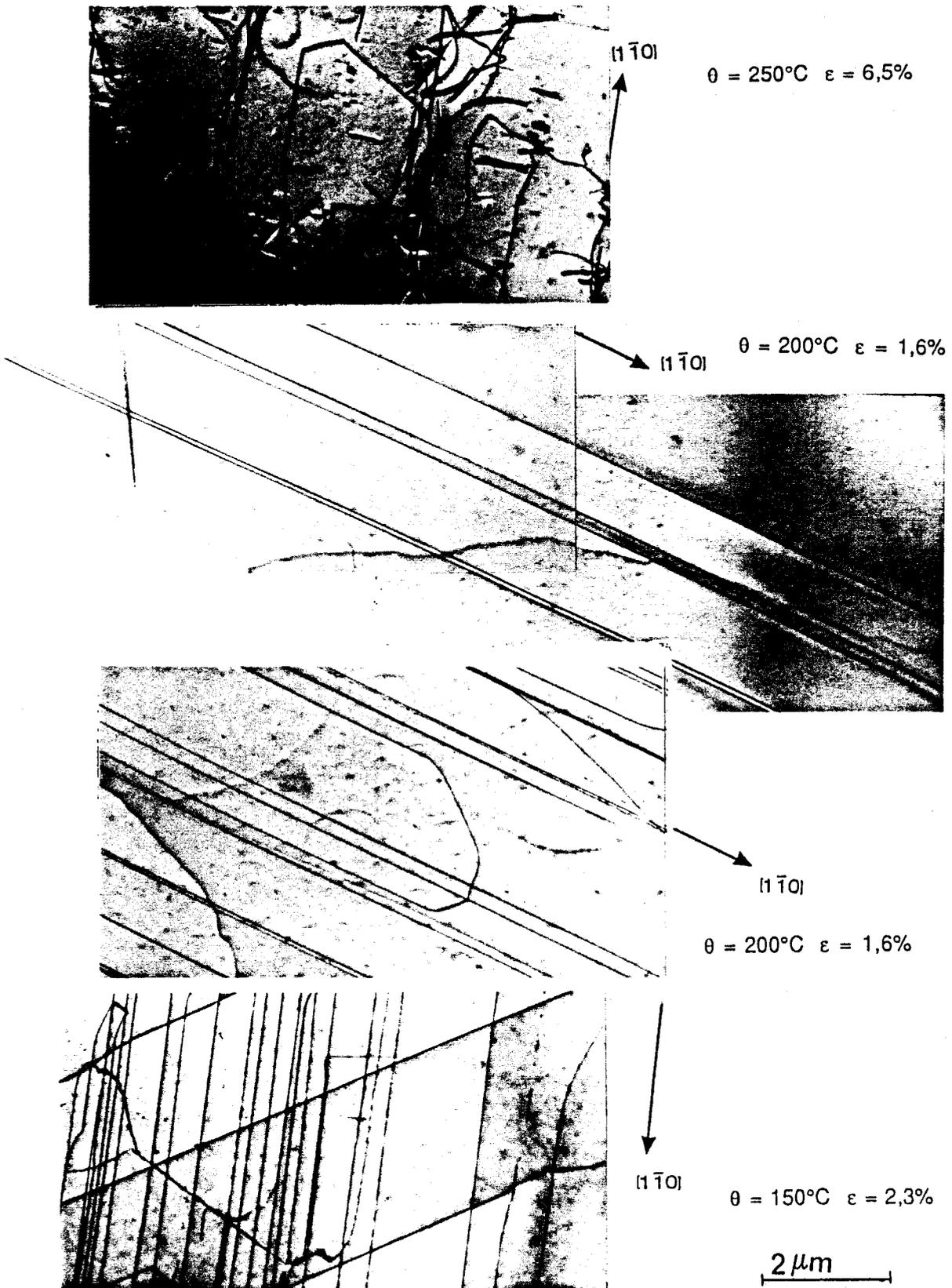


Figure A1-5

GaAs semi-insolant : Microscopie électronique en transmission des microstructures de glissement développées en fluage à différentes températures (Clichés : A. Lefebvre)

La figure AI-5 montre l'évolution, observée en microscopie électronique en transmission, des microstructures de déformation aux températures respectives 250°C, 200°C et 150°C. On notera la structure essentiellement vis des configurations, à 200°C et en-dessous, avec des caractères strictement rectilignes sur des longueurs atteignant plusieurs dizaines de microns, voire plusieurs centaines. Lorsque le taux de déformation augmente (cliché c), les interactions entre systèmes de glissement sécants apparaissent. A 250°C, la structure vis est de moins en moins rigide. La présence de nombreux dipôles est indicative des déviations qui commencent à se produire à cette température. Ceci est en accord avec les observations rapportées dans les chapitres III et IV.

Des observations très comparables à celles de la figure AI-5 ont été également rapportées par Boivin (1988) dans le cas des essais à vitesse imposée à 150°C et à 250°C. Elles aboutissent aux mêmes conclusions et confirment la prédominance du caractère vis à basse température dans GaAs.

AI.2 - CAS DU CODOPAGE INDIUM-ZINC

L'étude a été relativement circonscrite par suite de la fragilité des éprouvettes à basse température. La figure AI-6 résume quelques aspects de ce fluage. A 25 MPa et dans le cas d'essais directs, sans prédéformation, on observe à 300°C et au-delà un fluage sigmoïdal caractéristique, d'autant plus accéléré que la température est élevée. En-dessous de 300°C, le fluage est logarithmique ou linéaire (prédéformation requise), dans les mêmes conditions de contrainte. Ces résultats sont très comparables au cas semi-isolant. On notera l'aspect caractéristique des traces de glissement dans les trois cas illustrés. Le glissement sinueux caractéristique des déviations vis est très clairement visible à 300°C et au-delà, en relation avec une courbe de fluage qui manifeste un phénomène de multiplication rapide des dislocations. Ce résultat conforte également les observations effectuées dans le cas des essais à vitesse imposée (planche III, page 69). La très nette correspondance observée ici est révélatrice du rôle particulier joué par les dislocations vis dans cette partie du domaine d'activation thermique de GaAs.

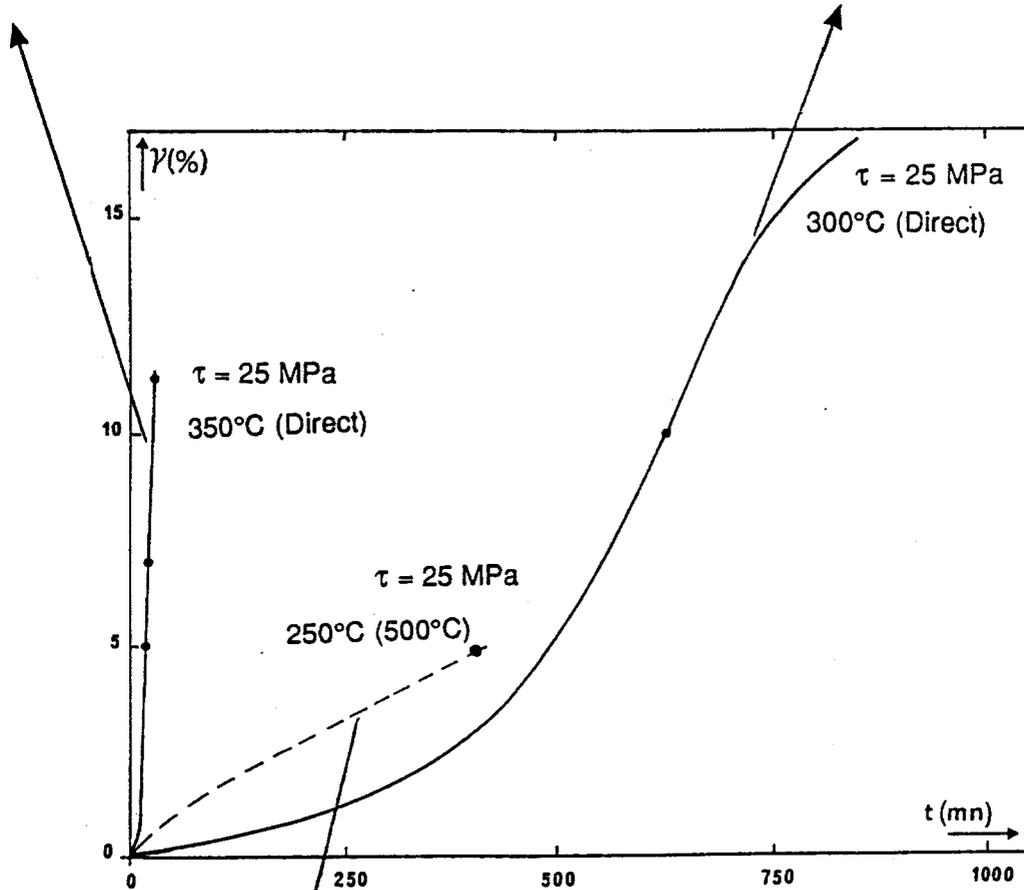
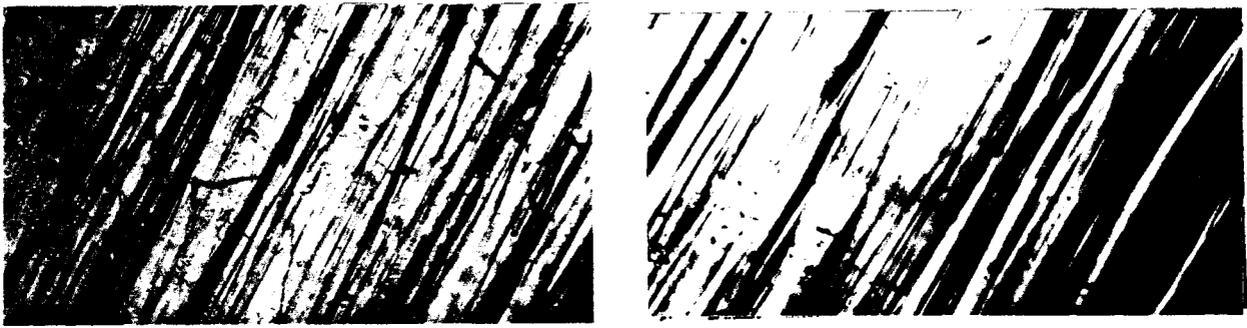


Figure A1-6

Fluage de GaAs codopé Indium-Zinc. Courbes de fluage et faciès de glissement correspondants (Micrographies optiques ; grandissement x225)

ANNEXE II

DETERMINATION DE LA
CONTRAINTE EFFECTIVE
METHODE DE SUMINO

DETERMINATION DE LA CONTRAINTE EFFECTIVE. METHODE DE SUMINO

(Yonenaga, Onose et Sumino 1987)

L'appréciation de l'approche phénoménologique de la déformation est identique à celle de Haasen (paragraphe IV.2). Elle s'appuie sur les mêmes équations de départ.

La contrainte appliquée au maximum ou au minimum du crochet est exprimée par

$$\tau = A. \dot{\gamma}^{1/n} . e^{U/kT} \quad (AII-1)$$

où A est une vraie constante qui dépend de la technique de croissance du cristal. n et U ont leur signification habituelle.

La vitesse des dislocations individuelles obtenue par mesures directes vérifie la relation

$$v = v_0. \tau_{eff}^m . e^{-Q/kT} \quad (AII-2)$$

où v_0 , m et Q dépendent du type de dislocations. Le type de dislocations est pris en compte, dans l'équation d'Orowan de la déformation, en considérant, comme l'avaient fait auparavant Steinhardt et Haasen (1978), que les dislocations α , β et vis ont des mobilités différentes dans GaAs. Cela s'exprime par:

$$\dot{\gamma} = (\rho_\alpha v_\alpha + \rho_\beta v_\beta + \rho_{vis} v_{vis}).b \quad (AII-3)$$

Dans la mesure où la vitesse des dislocations α est très supérieure à celle des dislocations β ou vis, ces dernières ayant des vitesses supposées à peu près équivalentes tout au moins pour le matériau non dopé (chapitre I, paragraphe I.1.3), on montre facilement que

$$\dot{\gamma} = 2\rho_{vis} v_{vis} b \quad (AII-4)$$

Le raisonnement qui conduit à cette équation est basé sur le fait que les trois caractères α , β et vis étant simultanément présents le long d'une boucle fermée, les variations des quantités ρ_α , v_α , ρ_β , v_β , ρ_{vis} et v_{vis} sont intercorréliées. Pour une extension élémentaire de la boucle, on vérifie:

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_\alpha = \rho_\beta \\ \frac{\rho_\alpha + \rho_\beta}{\rho_{vis}} = \frac{2 v_{vis}}{v_\alpha + v_\beta} \end{array} \right.$$

L'équation AII-4 a selon ces auteurs deux implications importantes:

_ . d'une part, la densité de dislocations mobiles ρ_m est égale à la densité de dislocations vis en mouvement. Soit

$$\dot{\gamma} = 2 \rho_m v_{vis} \cdot b \quad (AII-5)$$

Ainsi, l'essai de déformation, et en particulier le saut de vitesse utilisé dans la mesure de la contrainte effective τ_{eff} (décrit ci-dessous) reflète le comportement dynamique des dislocations vis.

_ . d'autre part, les paramètres m , exposant de contrainte, et Q , énergie d'activation que l'on mesure (équation AII-2) sont ceux attachés aux dislocations vis.

Dans ce modèle la contrainte effective est posée égale à :

$$\tau_{eff} = \tau - \tau_{ath}. \quad (AII-6)$$

où τ_{ath} a le sens donné par Haasen (1966) de la contrainte interne τ_i nécessaire pour contrebalancer l'effet de l'interaction entre les dislocations mobiles. L'équation AII-6 est à la base du formalisme de Sumino, basé sur le postulat d'un régime stationnaire de déformation, et que nous avons exposé au paragraphe IV-2.

La détermination expérimentale de τ_{eff} est basée sur l'hypothèse suivante: on suppose un état stationnaire de déformation correspondant à une vitesse de déformation $\dot{\gamma}_1$, la contrainte instantanée ayant pour valeur τ_1 . On change brusquement la vitesse de déformation de $\dot{\gamma}_1$ à $\dot{\gamma}_2 = \frac{\dot{\gamma}_1}{K}$. La contrainte passe de la valeur τ_1 à la valeur $\tau_2 = \tau_1 - \Delta\tau$. La vitesse de déformation étant modifiée, la microstructure interne du cristal n'a en principe pas le temps de s'adapter aux nouvelles conditions établies immédiatement après le saut. On peut alors postuler que les quantités ρ_m et τ_{ath} sont invariantes dans cette transformation. L'application des équations AII-2, 3 et 6 conduit aisément à:

$$\tau_{eff} = \Delta\tau \cdot \frac{K^{1/m}}{K^{1/m} - 1} \quad (AII-7)$$

où τ_{eff} est la valeur de la contrainte effective avant le saut de vitesse.

Dans les expériences de Yonenaga et al., la valeur de K est choisie égale à 10, soit une réduction d'une décade de la vitesse de déformation imposée. La figure AII-1 montre, d'après ces auteurs, l'évolution de la contrainte effective avec la déformation, à trois températures comprises entre 400°C et 500°C. Cette contrainte apparaît remarquablement constante dans tout le domaine de stade I. Elle est aussi très faible, diminuée d'un facteur 5 par rapport à la

par rapport à la contrainte appliquée mesurée au minimum du crochet. Cette constance de τ_{eff} avec $\dot{\gamma}$, qui traduit celle de $\Delta\tau$, est indicative selon ces auteurs d'un régime stationnaire de déformation dans lequel à la fois la vitesse moyenne des dislocations en mouvement et la densité de dislocations mobiles sont constantes, indépendantes du taux de déformation. Celui-ci affecte la densité de dislocations totale ρ_t . Ce serait donc essentiellement ρ_i qui évoluerait au cours de la déformation, si on admet que les hypothèses du modèle sont recevables. La dépendance linéaire constatée de $\Delta\tau$ avec la température T et avec la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$, conforme à l'équation All-1, conduit aux valeurs suivantes de n et de U :

$$n = 3,7 \pm 0,3$$

$$U = 0,40 \pm 0,04 \text{ eV}$$

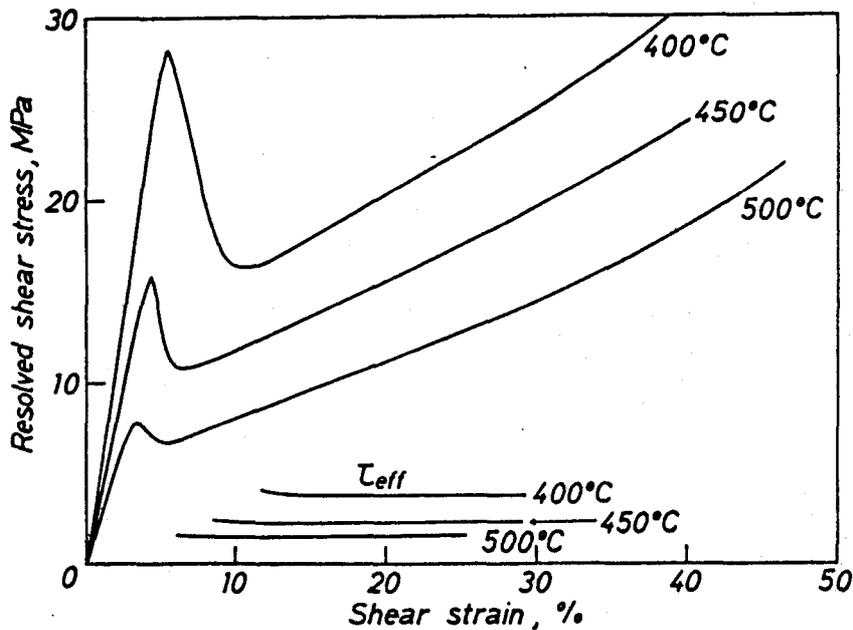


Figure All-1

Courbes contrainte-déformation en fonction de la température. Evolution de la contrainte effective τ_{eff} avec la déformation. GaAs faiblement dopé Si ($1-2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$). D'après Yonenaga et al. 1987.

La combinaison des équations All-1, 2 et 4 conduit, comme dans le modèle de Haasen (paragraphe IV.2), aux relations

$$\left\{ \begin{array}{l} n = m + 2 \\ U = \frac{Q}{m + 2} \end{array} \right. \quad (\text{All-8})$$

Avec les valeurs numériques indiquées, cela donne $m = 1,7$ et $Q = 1,5$ eV. La valeur de $m = 1,7$ a conduit au calcul de τ_{eff} d'après l'équation AII-7. L'évolution de τ_{eff} est montrée sur la figure AII-1. Les valeurs de m et de Q déterminées par cette méthode sont soulignées être en accord avec celles déduites des mesures de vitesses individuelles (Choi et al. 1977, Steinhardt et Haasen, 1978).

Nous avons appliqué cette technique du saut de contrainte dans l'essai à vitesse imposée à deux températures : 300°C et 400°C, dans le cas du matériau GaAs dopé à l'indium. La figure AII-2 a et b montre les résultats obtenus. Pour que l'essentiel de la contribution à τ_{eff} provienne du terme $\Delta\tau$, il est nécessaire que le facteur purement géométrique $y = \frac{K^{1/m}}{K^{1/m} - 1}$ ne soit pas trop grand. Un facteur $K = 10$ est un choix effectivement judicieux ($y \approx 2$ pour m compris entre 2 et 4). Une valeur élevée de K réalise également une "trempe" de vitesse, c'est-à-dire affecte en principe le terme v , et non ρ_m , dans l'équation d'Orowan. C'est le but recherché. Dans notre cas, tous les essais ont été réalisés à la vitesse de traverse nominale de 10 μm par minute. Cette réduction d'un facteur 10 sur une vitesse déjà lente est peu probante sur une machine de type Instron (chapitre II). Nous avons préféré un cyclage de vitesse entre les valeurs 50 μm et 5 μm par minute. Ces valeurs encadrent la valeur standard d'essai. A 400°C et surtout à 300°C, un essai à la vitesse traverse de 50 μm par minute nécessite une prédéformation. Celle-ci a été conduite dans les deux cas à la vitesse standard de 10 μm par minute (figure AII-2).

La figure AII-2 confirme une valeur de $\Delta\tau$ sensiblement constante au cours de la déformation. En réalité, il y a évolution mais celle-ci reste faible, et décroissante. Le taux de décroissance, linéaire en γ , est de l'ordre de 0,15 MPa par % de déformation, et de fait négligeable. Ceci est bien en accord avec l'observation d'une sous-structure de déformation effectivement stabilisée dans le stade I mais ne présume en rien de la validité de la méthode pour mesurer une contrainte effective.

La figure AII-2 b montre qu'à température suffisamment élevée (à 400°C et vraisemblablement au-delà), la décroissance de la contrainte à l'instant de la relaxation peut être effectivement très rapide. Ceci cesse d'être vrai à 300°C où l'établissement du nouveau régime de vitesse apparaît au contraire très lent à s'établir. Dans les deux cas, 300°C et 400°C, la remontée est lente, analogue à celle observée au cours d'un essai de relaxation. Le choix d'un saut de vitesse vers le bas, dans les conditions des essais de Sumino (400°C-500°C) paraît donc en principe judicieux. Cela ne rend toutefois pas acceptable pour autant l'hypothèse d'une sous-structure qui n'a pas le temps d'évoluer, ou d'une densité de dislocations mobiles qui reste constante. La microscopie électronique confirme qu'à 400°C et au-delà, la microstructure est essentiellement constituée de dislocations coins associées en dipôles, multipôles et écheveaux. A 300°C au contraire, la structure vis est prédominante, ce qui traduit le fait que leur mobilité est encore faible (chapitre V). Ces observations

contredisent l'hypothèse de Yonenaga et al. concernant la prédominance vis dans le domaine étudié (400°C-500°C).

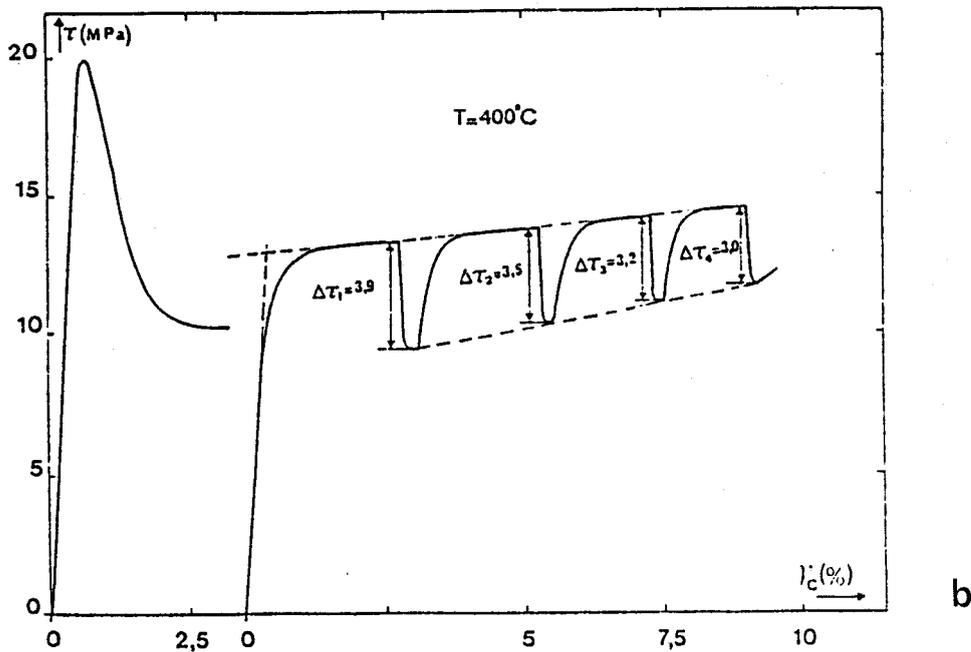
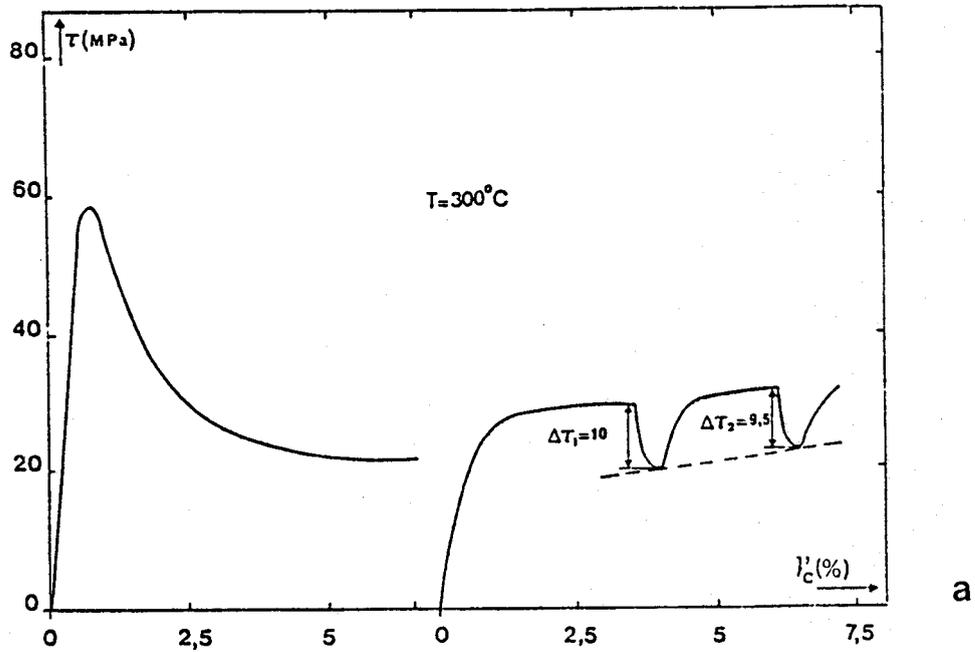


Figure AII-2

Evaluation de la contrainte effective par saut de vitesse. (Technique Sumino). Evolution de $\Delta\tau$ avec la déformation γ . Cas de GaAs : In. (a) : $T = 300^\circ\text{C}$; (b) : $T = 400^\circ\text{C}$

La variation de raideur de pente que nous observons entre 300°C et 400°C lors du saut de vitesse vers le bas (figure AII-2) peut refléter précisément la différence de mobilité des dislocations vis et coins, l'inertie des dislocations coins étant beaucoup plus faible car elles sont beaucoup plus aptes, par leur vitesse, à accommoder un brutal changement de régime.

La figure AII-2 confirme que l'amplitude de la décroissance en contrainte, $\Delta\tau$, est très sensible à la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ et à la température. Si nous acceptons le fait que le saut instantané de vitesse de déformation affecte essentiellement la vitesse moyenne des dislocations, non leur densité, ainsi que le postule le modèle de Sumino, nous pouvons tenter de déduire de nos résultats une estimation des paramètres d'activation par les relations AII-1 et AII-7 en remarquant, ainsi que le montre la figure AII-3, le parfait alignement des points expérimentaux dans un diagramme log-log, en accord avec la loi AII-1. Ces points représentent les valeurs des seuils de plasticité déduites de la figure AII-2, en y incluant les données de l'essai standard (10 μ m). La pente de ces droites donne accès au coefficient

$$n = m + 2.$$

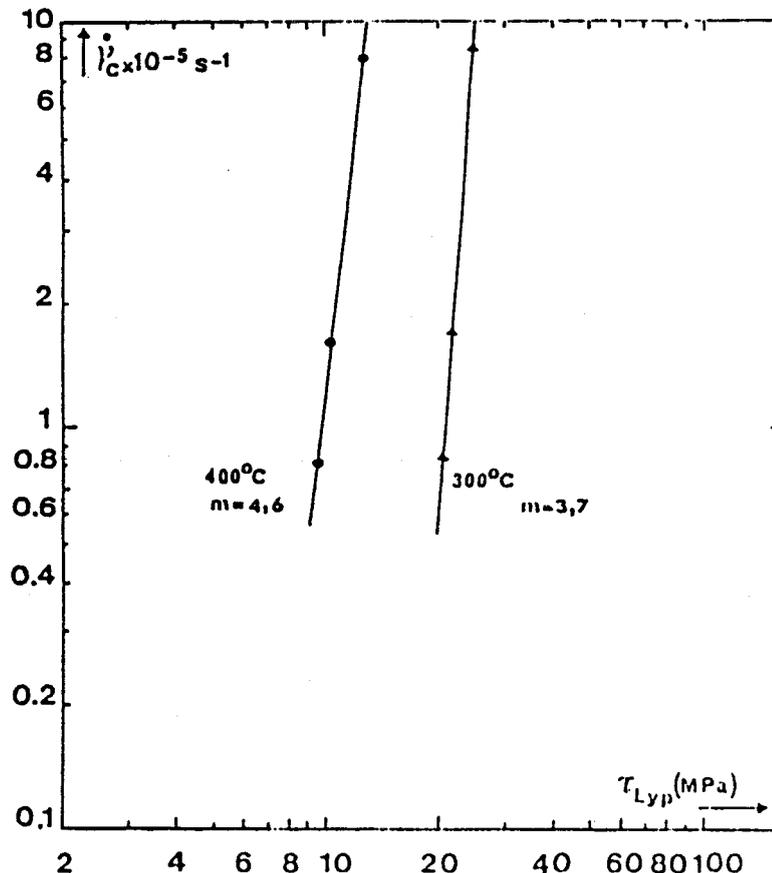


Figure AII-3

Evolution de la contrainte avec la vitesse de déformation.

Cas de GaAs: In.. Evaluation de la constante m.

Les résultats sont regroupés dans le tableau ci-dessous. Dans le modèle de Sumino, la valeur

	τ_1 (MPa)	$\Delta\tau$ (MPa)	n	m= n-2	τ_{eff} Sumino (MPa)	τ_μ (MPa)	τ_{eff} Haasen (MPa)
300°C	29,6	10	$\cong 5,7$	3,7	21,2	5	19,6
400°C	13,3	3,9	$\cong 6,6$	4,6	$\cong 10$		9,4

Détermination de τ_{eff} par le modèle de Yonenaga et al. (1987). Cas de GaAs: In. (τ_1 = Seuil d'écoulement plastique mesuré avant le saut de vitesse (figure All - 2)).

$$\text{Valeur du saut : } K = \frac{\dot{\gamma}_1}{\dot{\gamma}_2} = 10$$

mesurée de τ_{eff} correspond à la vitesse $\dot{\gamma}_1$ de l'essai avant le saut. Les valeurs indiquées pour τ_{eff} correspondent par suite à la vitesse traverse de 50 μ m par minute. A titre indicatif, nous donnons la valeur de la contrainte athermique τ_μ déterminée à la vitesse standard (10 μ m par minute) de nos essais (chapitre III). Nous n'avons pas déterminé cette grandeur à une vitesse cinq fois plus grande. Nous pensons qu'elle ne devrait pas être très différente de la valeur 5MPa . Les résultats paraissent peu probants. Les valeurs de m que nous mesurons sont très supérieures à celles publiées par Yonenaga et al. déjà cités. Le dopage Indium ne peut pas à lui seul expliquer une telle différence. On remarquera que la relation All-7 conduit à l'expression de n (ou de m):

$$n = \frac{\text{Ln} \frac{\dot{\gamma}_1}{\dot{\gamma}_2}}{\text{Ln} \left(1 - \frac{\Delta\tau}{\tau_1}\right)} = m + 2$$

La valeur de n ne dépend pas des valeurs absolues des vitesses de déformation, mais uniquement de la valeur du saut. Par contre, elle est très sensible aux valeurs de $\Delta\tau$ ou de τ_1 car le logarithme évolue très vite en fonction de ce rapport ($\Delta\tau \ll \tau_1$) au voisinage de 1. La technique du saut de vitesse conduit par conséquent à une grande imprécision sur la valeur de ce coefficient, indépendamment de la question de la validité des hypothèses concernant l'évolution de la microstructure au moment du saut, justifiant ou non l'écriture $n = m + 2$. On retrouve sur cette formule l'importance de pouvoir relier en confiance $\Delta\tau$ mesuré à un changement de vitesse (moyenne) des dislocations et non à un changement de densité. On

changement de vitesse (moyenne) des dislocations et non à un changement de densité. On remarquera que les valeurs de τ_{eff} déduites du modèle de Haasen (équation 4-19) ne sont pas très différentes de celles déduites du modèle de Sumino. On notera enfin que l'application de ce formalisme conduit également à un coefficient m qui dépend de la température, ainsi que le suggère l'analyse thermodynamique exploitée au chapitre IV.

BIBLIOGRAPHIE

- Alexander H. and Haasen P.** , Solid State Physics , 22, 27 (1968).
- Alexander H. and Gottschalk H.** , Inst. Phys. Conf. Ser. N° 104 Chp3 OXFORD (1989).
- Allem R** ,Thèse de Docteur Ingénieur Nancy (1986).
- Allem R.,Michel J. and George A.** Phil.Mag. A,59,273 (1989).
- Androussi Y., Francois P., Di Persio J., Vanderschaeve G. and Lefebvre A.**, Defects in Semiconductors; Edited by Von Bardeleben H.J.,Materials Science Forum Volumes 10-12 p.821 (1986).
- Androussi Y., Vanderschaeve G. and Lefebvre A.** , Microscopy of Semiconducting Materials, edited by Cullis A.G. and Augustus P.D., Institute of Physics, Conference Series N°87(Bristol), p.291 (1987).
- Androussi Y.**, Thèse d'Université Lille I (1988).
- Androussi Y., Vanderschaeve G. and Lefebvre A.** , Phil. Mag. A, Vol. 59 , N°.6 1189 (1989).
- Aoyama T, Lagowski J., Lin D.G., Ko K.Y. and Ueda O.** Inst.Phys.Conf. Ser. 79, 19 (1985).
- Astié P., Coudrec J. J., Chomel P., Quelard D. and Duseaux M.**, Phys. Stat. Sol. (a) 96 225 (1986).
- Blakemore J.S** , J. Appl. Phys. 53, 10 (1982).
- Blom G.M. and Woodall J.M.** J. of Electr Mat. 17, 391 (1988).
- Boivin P., Rabier J. , Garem H. and Duseaux M.** , Defects in semiconductors , Von Bardeleben H.J edtr., Mat. Sci. Forum , 781 (1986).
- Boivin P.** , Thèse d'université Poitiers (1988).
- Boivin P. , Rabier J. and Garem H.** , Phil. Mag. A , Vol. 61, N°.4 , 619 (1990 a).
- Boivin P. , Rabier J. and Garem H.** , Phil. Mag. A , Vol. 61, N°.4 , 647 (1990 b).
- Bourret E.D. , Tabache M.G., Beeman J.W. , Elliot A.G. and Scott M.** J. Cryst. Growth 85 , 275 (1987).
- Burle-Durbec N. , Pichaud B. and Minari F.** , Phil. Mag. Lett. 56 ,173 (1987).
- Burle-Durbec N.**Thèse d'université. Aix-Marseille (1989).
- Burle-Durbec N. , Pichaud B. and Minari F.** , Phil. Mag. Lett. 59 , 121 (1989).
- Cagnon M.** Thèse d'Etat. Université de Paris Sud. Orsay (1973).
- Caillard D., Clément N., Couret A, Androussi Y., Lefebvre A.and Vanderschaeve** Inst. Phys. Conf. Ser. N° 100 p 403 (1989).
- Choi S.K. , Mihara M. and Ninomiya T.** , Jap. J. Appl. Phys. 16 , 737 (1977).

- Chomel P. and Cottu J.P.** Acta. Met. Vol. 30 1481 (1982).
- Cottu J.P., Peyrade J.P., Chomel P. and Groh P.** Acta. Met. 19 895 (1971).
- Crampon J. , Doukhan J.C. , Escaig B. and Farvacque J.L. ,** Phys. Stat. Sol. (a) 24, 167(1974).
- De Meerschman C.,** Rapport D.E.A. Lille (1986).
- Djemel A. and Castaing J.** Europhys. Lett. 2, 611 (1986).
- Djemel A. ,** Thèse d'état Paris-Sud Orsay (1988).
- Djemel A, Castaing J. and Duseaux M.** Phil. Mag. A,57 671 (1988).
- Djemel A., Castaing J. , Burle-Durbec N. and Pichaud B.** Rev.Phys.Appl. 24 779 (1989).
- Duseaux M.,** Thèse d'Etat Université Paris VI (1982).
- Duseaux M. and Jacob G. ,** Appl. Phys. Lett. 40 , 790 (1982).
- Ehrenreich H. and Hirth J.P. ,** Appl. Phys. Lett. Vol. 46 , N°7, 668 (1985).
- Escaig B** Thèse d'Etat. Université Paris Sud Orsay (1968).
- Escaig B. , Farvacque J.L. and Ferré D. ,** Phys. Stat. Sol. (a) 71, 329 (1982).
- Escaig B** In "Plastic deformation of amorphous and semi-crystalline Materials" edited by Escaig B. and G'Sell Ch. (Les éditions de Physique, Les Ulis) p.91 (1982).
- Farvacque J.L. and Ferré D. ,** Rev. Phys. Appl. 15, 33 (1980 a).
- Farvacque J.L. , Ferré D. and Lenglard P. ,** Inst. Phys. Conf. Ser. 59 , 389 (1980b).
- Ferré D. and Farvacque J.L. ,** Phys.Stat.Sol. (a), 49, 737 (1978).
- Ferré D. ,** Thèse d'Etat Université de Lille I (1987).
- Francois P., Lefebvre A. and Vanderschaeve G.,** Phys.Stat.Sol.(a),109, 187(1988).
- Friedel J.** Dislocations (London: Pergamon) (1964).
- Gall P. ,** Thèse Docteur Ingénieur Toulouse (1985).
- George A.** Thèse d'Etat. Université de Nancy (1977).
- George A. and Rabier J. ,** Revue Phys. Appl. 22 , 941 (1987).
- Gerthsen D. ,** Phys. Stat. Sol. , 527 (1986).
- Gomez A.M. and Hirsch P.B. ,** Phil. Mag. A , 38 , 733 (1978).
- Gottschalk H. , Patzer G. and Alexander H. ,** Phys. Stat. Sol. (a) 45 , 207 (1978).
- Guiu F. and Pratt P.L. ,** Phys. Stat. Sol. 6 , 11 (1964).

- Guruswamy S. , Hirth J. P. and Faber K.T. , J. Appl. Phys. 60 , 4136 (1986).**
- Guruswamy S. , Rai R.S. , and Faber K.T. Hirth J. P, J. Appl. Phys. 62 , 4130 (1987).**
- Guruswamy S , Rai R.S. , and Faber K.T. Hirth J. P; Clemans J.E. , McGuigan and Thomas R.N. ; Mitchel W. J.Appl. Phys. 65, 2508 (1989).**
- Haasen P. , J. de Physique Colloque C-3 , 27 , 30 (1966).**
- Haasen P. In " Dislocation Dynamics" Ed. Mc.Graw. Hill p. 701 (1968).**
- Haasen P. Dislocations in Solids, edited by F.R.N. Nabarro (North-Holland, Amsterdam) Vol.4 (1982).**
- Hirsch P.B. , J. Physique 42 , C3 - 149 (1981).**
- Hirth J.P. and Lothe J. , Theory of Dislocations , Mc Graw Hill (1968).**
- Hobgood H.M., Mc Guigan S., Spitznagel J.A., Thomas R.N., Appl. Phys. Lett. 48,(24) , 1654 (1986).**
- Hornstra J. , J. Phys. Chem. Solids 5 , 129 (1958).**
- Hünfeld Conference J. de Physique C6 (1979).**
- Jacob G. Semi-insulating III-V Materials. (Ed. Makram-Ebeid S. and Tuck B.) Shiva Publishing, Nautwich,UK p.2 (1982).**
- Jacob G. , Duseaux M. , Farges J.P. , Van den Boom M.M.B. and Roksnoer P.J. , J. Cryst. Growth 61 , 417 (1983).**
- Jimenez-Melendo, Djemel A., Rivière J.P.and Castaing J. Defects in semiconductors, Ed. Von Bardeleben H.J., Mat. Sc. Forum 10-12 , 791 (1986).**
- Jimenez-Melendo, Djemel A. , Rivière J.P., Castaing J., Thomas C. and Duseaux M. Rev.Phys.Appl. 23 251 (1988).**
- Johnston W.G.and Gilman J.J. J. Appl. Phys. 30, 129 (1959).**
- Jones R. , Phil. Mag. 39 , 21 (1979).**
- Jones R. Phil. Mag. 42, 213 (1980).**
- Jones R. , Oberg S. and Marklund S. , Phil. Mag. B 43 , 839 (1981).**
- Jordan A.S. , Caruso R.J. ,Von Neida A.R. , Bell Syst. Techn. J. 59, 593 (1980).**
- Jordan A.S. , Von Neida A.R. , Caruso R.J. , J. Cryst. Growth 70, 555 (1984).**
- Jordan A.S. , Von Neida A.R. , Caruso R.J. , J. Cryst. Growth 76, 243 (1986).**
- Karmouda M. , Thèse de troisième cycle Lille (1984).**
- Kesteloot R. , Thèse de troisième cycle Lille (1981).**
- Kirby P.A. , IEEE J. of Quantum Electron. QE-11, 562 (1975).**

- Kocks U.F., Argon A.S. and Ashby H.F.** Prog. Mater.Sci. 19, 1-291 (1975).
- Kuesters K.H. , De Cooman B.C, Carter C.B. ,** Phil. Mag.A Vol. 53,1,141 (1986).
- Kubin L.P. ,** Rev. Deform. Behav. Mater. 1 , 244 (1977).
- Lagowski J. , Gatos H.C. , Aoyama T. and Lin D.G.** Appl.Phys.Lett. 45 , 680 (1984).
- Laister D. and Jenkins G.M. ,** J. of Mat. Sci. 8, 1218 (1973).
- Lazergui B et Garriga-Majo D.** Rapport de D.E.A Lille (1988).
- Lee B.T , Gronsky R. and Bourret E.D ,** J. Appl.Phys. 64, 114 (1988).
- Lefebvre A. , François P. and Di Persio J. ,** J. Phys. Lett. ,46 , 1023 (1985).
- Lefebvre A. , Androussi Y. , Vanderschaeve G. ,** Phil. Mag. Lett. 56 , 135 (1987).
- Lefebvre A. and Vanderschaeve G.,** Phys. Stat. Sol. (a) 107 , 647 (1988).
- Lefebvre J.M.** Thèse d'Etat Université de Lille I (1982).
- Louchet F** Phil.Mag., 35, 1523 (1981).
- Louchet F. and Thibault-Desseaux J. ,** Rev. Phys. Appl. 22, 207 (1987).
- Louchet F. ,** J. Phys. France 49 , 1219 (1988).
- Louchet F , Cochet-Much D., Brechet Y. and Pelissier J.** Phil. Mag. A 57, 327 (1988).
- Maeda K. ,** Dislocations in Solids , edited by Suzuki H. et al. (University of Tokyo Press), p 425(1985).
- Maruyama M. ,** Japan J. Appl. Phys. 7, 476 (1968).
- Matsui M. and Yokoyama T** Inst. Phys. Conf. Ser. N° 79, 13 (1985).
- Matsumoto K., Morishita H. , Sawaki M., Nishine S., Yokogawa M., Sekinobu M., Tada K. and Akai S.,** Proc. 3rd Conf. on III-V Semi-insulating Materials; Shiva Publishing, Nautwich, UK (1982).
- McGuigan S. , Thomas R.N. , Barrett D.L., Eldrige G.W., Messham R.L. et Swanson B.W. ,** J. Cryst. Growth 76, 217 (1986 a)
- McGuigan S. , Thomas R.N. , Barrett D.L. , Hobgood H.M. and Swanson B.W. ,** Appl. Phys. Lett. 48 , (20) 1377 (1986 b).
- Michalak J.T. ,** Acta. Met. Vol.13 , 213 (1965).
- Mihara M. and Ninomiya T. ,** Phys. Stat. Sol. (a) 32, 43 (1975).
- Mikkelsen J.C., Boyce J.B. ,** Phys. Rev. B 28 , 7130 (1983).
- Mil'vidsky M.G., Osvensky V.B., Shifrin S.S.,** J. Crystal Growth 52 , 396 (1981).
- Nakada Y. and Imura T. ,** Phys. Stat. Sol. (a) , 103 , 425 (1987).

- Nakata H. and Ninomiya T.** , J. Phys. Soc. Jap. 42, 552 (1977).
- Ninomiya T.** , J. Physique Colloq. 40 C6-143 (1979).
- Oberg S.** , Phys. Stat. Sol. b 89 , K127 (1978).
- Omri M.** , Thèse Troisième cycle Nancy (1981)
- Omri M.** Thèse d'Etat. Nancy (1987).
- Omri M.** , **Tête C.** , **Michel J.** and **George A.** , Phil. Mag. A, 55 , 601 (1987).
- Omri M.**, **Michel J.P** and **George A.** , Phil. Mag. A, 62, 203 (1990)
- Osip'yan Y.A. and Erofeeva S.A.** , Sov. Phys. Solid State 11 , 4 , 770 (1969).
- Osvenski V.B.** , **Kholodnyi L.P.** and **Mil'vidskii M.G.** , Sov. Phys. Solid State 15,3,661 (1973).
- Oueldenaoua A.** Thèse de troisième cycle. Nancy (1983).
- Oueldenaoua A.**, **Allem R.**, **George A.** and **Michel J.P** Phil. Mag.A, 57, 51 (1988).
- Peissker E.** , **Haasen P.** and **Alexander H.** , Phil. Mag. 7 , 80 ,1279 (1962).
- Peyrade J.P.** Thèse d'Etat. Université de Toulouse (1978).
- Pichaud B.** , **Burle-Durbec N.** ,**Minari F.** and **Duseaux M.** J.Cryst. Growth 71 648 (1985).
- Porzucek C.** Thèse d'université de Lille I (1988).
- Porzucek C.**, **Coulon G.**, **Lefebvre J.M.** and **Escaig B.J.** Mat. Sci. 24 2533 (1989a).
- Porzucek C.**, **Coulon G.**, **Lefebvre J.M.** and **Escaig B.J.** Mat. Sci. 24 3154(1989b).
- Quelard D.** , Thèse d'université. Toulouse (1987).
- Rabier J.** , **Garem H.**, **Demenet J.L.** and **Veyssièrè P.**, Phil.Mag. A 51-L67(1985).
- Rabier J.** et **George A.** Rev.Phys.Appl., 22 1327 (1987).
- Rabier J.**, Inst.Phys.Conf.Ser.N°104 p.327 OXFORD (1989).
- Rabier J.** and **Boivin P.** , Phil. Mag. A, Vol. 61 , N°.4 , 673 (1990).
- Sazhin N.P.** , **Mil'vidskii M.G.** , **Osvenski V.B.** and **Stolyarov O.G.** , Sov. Phys. Solid State 8 , 1223 (1966).
- Schoeck G.** , Phys. Stat. Sol. 8 , 499 (1965).
- Schoeck G.** and **Tiller W.A.** Phil. Mag. 5, 43 (1960).
- Schröter W.**, **Brion H.G.** and **Siethoff H.** J.Appl.Phys., 54,1816 (1983).

- Siethoff H. , Behrensmeier R. , Ahlborn K. and Völkl J. , Phil. Mag. A Vol. 61 N°2 233 (1990).**
- Skowronski M. , Lagowski J. , Mihalstein M. Kang C.H. , Dabkowski F.P. , Hannel A. and Gatos H.C. , J. Appl. Phys. 62 , 3791 (1988).**
- Steinhardt H. and Schäfer S. , Acta. Met. 19 , 65 (1971).**
- Steinhardt H. and Haasen P. , Phys. Stat. Sol. (a) ,49,93 (1978).**
- Sumino K. Materials Sc and Ingeneering, 13 269 (1974).**
- Swaminathan V. and Copley S.M. , J. Amer. Ceram. Soc. 58 , 482 (1975).**
- Tabache M.G. , Bourret E.D. , and Elliot A.G. , Appl. Phys. Lett. 49 , 289 (1986).**
- Tanaka M. and Jouffrey B. , Phil. Mag. A , 50 , 733 (1984).**
- Van Vechten J.A. , Phys. Rev. 187 , 3 , 1007 (1969).**
- Vignaud D. , Thèse d'Etat. Université de Lille I (1989).**
- Yonenaga I , Sumino K. and Yamada Appl. Phys. Lett. 48, 326 (1986).**
- Yonenaga I. , Onose U. and Sumino K. , J. Mat. Res. 2 , 252 (1987).**
- Yonenaga I. and Sumino K. , J. Appl. Phys. 62 (4) 1212 (1987).**
- Yonenaga I. and Sumino K. , J. Appl. Phys. 65 (1) 85 (1989).**
- Walukiewicz W. Phys.Rev. B 37, 4760 (1988 a).**
- Walukiewicz W. J. Vac.Sci.Technol. B6, 1257 (1988 b).**
- Walukiewicz W. Phys.Rev. B 39, 8776 (1989 a).**
- Walukiewicz W. Appl. Phys. Lett. 54 (20) 2009 (1989 b).**
- Warren P.D, Pirouz P. and Roberts S.G. Phil. Mag. A 50, L23 (1984).**
- Wessel and Alexander H , Phil. Mag.35, 1523 (1977).**
- Weyher J.L., Van De Ven J. , J. Cryst. Growth 88, 221 (1988).**

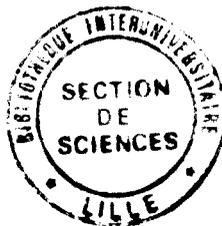
Summary

We have studied the influence of temperature and doping on the plastic behaviour of gallium arsenide GaAs deformed in the intermediate temperature range ($0,25 T_f < T < 0,65 T_f$).

Results which are more specifically concerned with the isoelectronic doping of GaAs with indium are presented and compared with the semi-insulating case which is used as a reference throughout this work. These results show that the plastic response is essentially comparable in both cases. The slight difference which merely deals with a solid solution effect cannot explain the strong reduction of initial dislocation density observed in the as-grown In doped bulk GaAs crystals. The plastic behaviours are on the contrary strongly affected by electronic active doping (Se-n doping and In-Zn-p codoping as studied in this work).

The analysis of the experimental results has employed the phenomenological approach classically used for the description of plastic behaviour in semiconductors. These results are in close agreement with already published works in the same field.

However, the originality of present work comes out from the thermodynamic approach which has allowed for the first time in III-V compounds to elucidate the inadequation, frequently noticed by numerous authors, of the classical formalisms of thermal activation for interpreting fully the experiments, although the apparent coherency of the results. The critical role of the mobile dislocation density in the evaluation of some experimental parameters as well as the existence of several, simultaneously activated, elementary deformation mechanisms in the thermal domain explored are clearly demonstrated.



Semiconductors
Gallium arsenide
Electronic doping
Transmission Electronic Microscopy

Dislocation
Thermal activation
Plastic deformation
Activation mechanisms