Influence des dislocations sur les intensités intégrées des réflexions des rayons X par des cristaux de germanium

F. Lefèvre, A. Authier

► To cite this version:

F. Lefèvre, A. Authier. Influence des dislocations sur les intensités intégrées des réflexions des rayons X par des cristaux de germanium. J. Phys. Radium, 1959, 20 (7), pp.691-693. 10.1051/jphys-rad:01959002007069100 . jpa-00236122

HAL Id: jpa-00236122

<https://hal.science/jpa-00236122>

Submitted on 1 Jan 1959

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

INFLUENCE DES DISLOCATIONS SUR LES INTENSITÉS INTÉGRÉES DES RÉFLEXIONS DES RAYONS X PAR DES CRISTAUX DE GERMANIUM

Par M^{lle} F. LEFÈVRE (*) et A. AUTHIER,

Laboratoire de Mineralogie et Cristallographie, Faculté des Sciences, Paris.

Résumé. — On a introduit des dislocations dans un monocristal de germanium par des compressions successives et compare les intensités intégrées absolues des réflexions des rayons X par ce monocristal pour différentes densités de dislocations.

Abstract. — Dislocations have been introduced in a monocrystal of germanium by successive compressions and the absolute integrated intensities of the Bragg reflections of X-rays on this crystal have been compared for different densities of dislocations.

Introduction. — Il est bien connu que l'intensité intégrée $E\omega/I$ d'une réflexion hkl d'un monocristal réel est en général différente des intensités théoriques calculées dans les hypothèses du cristal parfait et du cristal idéalement imparfait. La théorie de l'extinction permet de décrire de façon approximative un cristal voisin de l'état idéalement imparfait et d'interpréter les intensités mesurées. Elle est cependant assez artificielle et les résultats obtenus sont peu concluants. Ceci est lié au fait que l'état idéalement imparfait est en réalité très compliqué du point de vue structural. Il semble donc qu'il serait plus simple de partir du cristal parfait, d'introduire des imperfections et d'observer la variation de l'intensité intégrée en fonction du degré d'imperfection. Si le type d'imperfection prédominant est la dislocation, le degré d'imperfection sera caractérisé par la densité de dislocations.

C'est dans cet esprit que nous avons commencé une étude du germanium. Nous avons choisi ce corps parce qu'il est possible d'en obtenir de beaux monocristaux artificiels, contenant peu de dislocations. D'autre part on peut créer des dislocations par déformation plastique à haute température [1]. Battermann [2] a fait une étude de monocristaux non déformés de germanium et, pour la radiation du cuivre, il n'a pas observé de variation d'intensité pour des densités de dislocations allant de 10^3 à 10^5 par cm^2 . Par contre il a observé l'influence de défauts ponctuels (atomes d'impuretés interstitiels) sur l'intensité intégrée. Nombreux auteurs [3], [4], [5], [6] ont étudié expérimentalement la correspondance entre la largeur de raie des réflexions sélectives et la densité de dislocations, et ils l'ont comparée à la relation théorique établie par Gay, Hirsch et Kelly [7].

Étude expérimentale. — 1) MESURE DE L'INTENSITÉ INTÉGRÉE. — Les mesures ont été faites sur un double spectromètre à axe horizontal. Les faisceaux

(*) Adresse actuelle. Centre de Recherches Metallurgiques, École des Mines, Paris.

incidents et réfléchis sont reçus dans une chambre d'ionisation. Le courant produit est amplifié à l'aide d'un dispositif à lampes électromètres et mesuré par le déplacement du spot d'un galvanomètre sur un papier photographique. Le cristal et la chambre sont animés d'un mouvement de rotation très lent ($13'/\text{mn}$ pour le cristal). Pour chaque réflexion, on a pris la moyenne des mesures effectuées avec les montages parallèle et antiparallèle afin d'éliminer l'influence de légères désorientations de la face de l'échantillon par rapport au plan réticulaire hkl. La longueur d'onde utilisée est celle du molybdène et le monochromateur est constitué par un échantillon de calcite chivée.

La précision sur les mesures d'intensités intégrées absolues est de 8 % environ.

Les échantillons utilisés se présentent sous la forme de plaquettes parallèles à (111) ou (110) et de cubes de 1 cm de côté dont les faces sont taillées parallèlement à (111), (011) et (211). Les faces sont polies soigneusement à l'aide d'alumine et d'eau sur du feutre.

2) MISE EN ÉVIDENCE DES DISLOCATIONS PAR ATTAQUE CHIMIQUE. — L'attaquant utilisé est le CP4 qui est un mélange de $25 \text{ cm}^3 \text{ NO}_3\text{H}$ (40 °Bé), $15 \text{ cm}^3 \text{ HF}$ (40 %), $15 \text{ cm}^3 \text{ CH}_3\text{CO}_2\text{H}$ glacial et de quelques gouttes de brome [3]. Ce mélange doit être préparé plusieurs heures à l'avance. La durée de l'attaque est comprise entre 2 et 5 minutes et il est nécessaire que les faces soient polies et très propres. L'apparition de cônes d'attaque aux points d'aboutissement des dislocations sur la face n'a lieu que sur un plan (111), la vitesse d'attaque est en effet trop grande sur les autres plans. Les dislocations ne donnent lieu à des cônes d'attaque que si l'angle de la ligne de dislocation avec la normale à la face est inférieur à 30° . Les échantillons utilisés possédaient avant déformation une densité de dislocations de 10^3 par cm^2 environ (fig. 1).

3) DÉFORMATION PLASTIQUE. — La déformation plastique a été réalisée par compression à une température élevée, supérieure à la température de

375 °C à partir de laquelle le germanium devient plastique. On a effectué deux déformations successives sur le même échantillon, l'une à 550 °C et sous une pression de 50 kg/cm², et l'autre à 600 °C et sous une pression de 60 kg/cm². Dans le premier

FIG. 1. — Cônes d'attaque sur la face (111) d'un cristal de germanium (cristal non déformé). Densité de dislocations 6×10^3 par cm² ($\times 215$).

cas nous avons obtenu une déformation de 2 ‰ au bout d'une heure et dans le deuxième cas une déformation de 3 ‰. La durée du refroidissement

FIG. 2.

depuis 550 °C jusqu'à 375 °C est de une demi-heure environ. La compression se fait suivant la direction $[0\bar{1}1]$ et les lignes de dislocations formées sont dans le plan $(0\bar{1}1)$. Plusieurs systèmes de glissement sont possibles, mais il est vraisemblable que

les dislocations formées sont suivant les directions $[\bar{2}11]$ et $[211]$ (fig. 2). Les dislocations $[\bar{2}11]$ sont parallèles à la face (111) et ne sont pas révélées par l'attaque chimique ; par contre les dislocations $[211]$ font un angle de 19° avec $[111]$ et sont révélées. La densité de cônes d'attaque après la première déformation est de 5×10^5 par cm² environ (fig. 3) et de 2×10^6 par cm² après la deuxième.

FIG. 3. — Cônes d'attaque sur la face (111) d'un cristal de germanium après une déformation de 2 ‰. Densité de dislocations 5×10^5 par cm² ($\times 215$).

Si, comme il est probable, nous avons créé le même nombre de dislocations $[211]$ et $[\bar{2}11]$, nous avons ainsi fait apparaître 10^6 dislocations par cm² dans le cristal après la première déformation, et 4×10^6 par cm² après la deuxième.

Résultats. — Nous avons comparé sur le tableau I les intensités intégrées théoriques et expérimentales. Les intensités théoriques ont été calculées dans les trois hypothèses suivantes : cristal idéalement imparfait, cristal parfait sans tenir compte de l'absorption et cristal parfait en tenant compte de l'absorption (James [8], p. 323). Le calcul de l'intensité dans le dernier cas a été effectué à l'aide d'une machine Bull au Laboratoire de Calcul Numérique de la Faculté des Sciences.

Nous avons pris pour la température de Debye la valeur de 370° (Collins et Fan [9]). Les facteurs de structure sont ceux calculés par Freeman [10]. La correction due à la polarisation du faisceau par le monochromateur est négligeable.

On voit que les intensités mesurées pour des densités de dislocations de 8×10^2 par cm², 10^6 par cm² et 4×10^6 par cm² sont comprises entre les valeurs calculées pour le cristal parfait avec absorption et le cristal idéalement imparfait, et que l'intensité intégrée augmente avec la densité de dislocations.

TABLEAU I

(h, k, l)	INTENSITES THEORIQUES			INTENSITES MESURÉES		
	PARFAIT AVEC ABSORPTION	PARFAIT SANS ABSORPTION	IDEALEMENT IMPARFAIT	DENSITE DE DISLOCATIONS		
				8×10^2 par cm^2	10^6 par cm^2	4×10^6 par cm^2
(1, 1, 1)	$30,5 \times 10^{-6}$	$46,0 \times 10^{-6}$	125×10^{-6}	49×10^{-6}	75×10^{-6}	80×10^{-6}
(3, 3, 3)	6,65	9,17	14,2	7,9	9,7	13
(4, 4, 4)	4,81	6,70	10,1	5,3	6,4	7,7
(4, 2, 2)	10,6	14,5	33,9	13	18	20
(2, 2, 0)	24,7	35,1	118	56	67	—
(4, 4, 0)	7,29	10,9	21,8	10	19	—

La figure 4 montre que la largeur de raie augmente avec la densité de dislocations, comme on pouvait le prévoir. Les dislocations qui contribuent

FIG. 4. — Comparaison des courbes de réflexion avant et après déformation (réflexion (333), position parallèle).
— Courbe en trait plein : avant déformation.
— Courbe en trait pointillé : après la première déformation.

le plus à l'élargissement de la raie sont celles qui sont parallèles à la trace du faisceau de rayons X. Les dislocations formées sont parallèles à $[211]$ et $[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$. Si la trace du faisceau est parallèle à l'une de ces deux directions, on aura un élargissement notable, et beaucoup plus important que si la trace

FIG. 5. — Diagrammes de Barraud-Lambert.

- a) Trace du faisceau parallèle à $[011]$.
b) Trace du faisceau parallèle à $[211]$.

est parallèle à $[011]$. C'est bien ce que nous avons observé sur les enregistrements et nous l'avons d'autre part vérifié avec des diagrammes utilisant un faisceau monochromatique focalisé sur la surface du cristal (fig. 5).

Discussion des résultats. — Les deux principales difficultés expérimentales que nous avons rencontrées dans ce travail sont l'influence de l'état de surface et l'imprécision de la détermination des dislocations.

Le polissage mécanique laisse toujours à la surface une couche perturbée. L'existence de cette couche conduit à un renforcement apparent de l'intensité intégrée du cristal non perturbé. Nous l'avons mis en évidence en comparant les intensités intégrées pour deux états de surface différents d'un même cristal.

La méthode de révélation des dislocations par attaque chimique est imprécise et le dénombrement est d'autant plus délicat que la densité de dislocations est plus grande. De plus, seules sont révélées les dislocations faisant un angle inférieur à 30° avec la normale à une face (111).

Il est néanmoins certain que l'on observe dans le germanium une augmentation sensible de l'intensité intégrée et de la largeur de raie des réflexions sélectives des rayons X avec la densité de dislocations. La longueur d'onde utilisée était celle du molybdène.

Nous remercions MM. Franke, Bernard et Burgeat, du C. N. E. T. et M. Garreta, de la C. S. F., qui nous ont aimablement fourni les cristaux de germanium.

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie de la Faculté des Sciences de Paris sous la direction de M. H. Curien.

Manuscrit reçu le 8 avril 1959.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] GREINER, BREIDT, HOBSTETTER et ELLIS, *J. Metals*, 1957, July, 813.
- [2] BATTERMANN, *J. Appl. Phys.*, U. S. A., 1958, **30**, 4, 508.
- [3] VOGEL, PFANN, COREY et THOMAS, *Phys. Rev.*, 1953, **90**, 489.
- [4] VOGEL, *Acta Met.*, 1955, **3**, 245.
- [5] KURTZ, KULIN et AVERBACH, *Phys. Rev.*, 1956, **101**, 1285.
- [6] BURGEAT, Communications au Congrès de Physique du Solide à l'Exposition de Bruxelles, juin 1958.
- [7] GAY, HIRSCH et KELLY, *Acta Met.*, 1953, **1**, 315.
- [8] JAMES, *The Optical principles of the diffraction of X-Rays*, G. Bell and Sons Ltd, 1954.
- [9] COLLINS et FAN, *Phys. Rev.*, 1954, **93**, 674.
- [10] FREEMAN, à paraître dans *Physical Review*.