

b) Etude par mesures de frottement interne et de module élastique des énergies seuil de création des défauts d'irradiation dans le cuivre [1]

(J. LAUZIER et C. MINIER)

Les mesures de frottement interne et de module élastique sont très sensibles et permettent l'étude des défauts à des concentrations très faibles (de l'ordre de  $10^{-9}$ ), elles sont donc particulièrement adaptées pour la détermination des énergies seuil de la création des paires de Frenkel; elles permettent d'évaluer le nombre moyen de défauts ( $n$ ) qui arrivent sur un segment libre de dislocation entre deux points d'ancrage ferme, en utilisant la théorie de GRANATO et LÜCKE [2] qui analyse le mouvement d'un segment de dislocation soumis à une contrainte alternative.

Quand on irradie à basse température ( $T < 20$  K), les défauts créés sont immobiles dans le cristal et on ne compte donc que ceux qui sont créés directement sur les dislocations, puis en chauffant l'échantillon, les défauts créés dans le volume deviennent mobiles (stade  $I_E$ ) et on observe leur arrivée sur les dislocations. On peut donc déterminer séparément les énergies seuil de création sur les dislocations d'une part, et dans le volume du cristal, d'autre part.

L'étude des variations des énergies seuil avec la température d'irradiation permet de faire avancer le problème du choix du bon modèle d'annihilation des paires de Frenkel : le modèle à un interstitiel (sous forme dissociée), mobile au stade  $I_E$ , ou le modèle à deux interstitiels avec crowdion mobile au stade  $I_E$  se convertissant en interstitiel dissocié mobile au stade III.

Les expériences présentées ici ont été réalisées sur du cuivre pur et les mesures faites à faible déformation et à basse température (9 K) pour que la théorie de GRANATO et LÜCKE s'applique correctement.

1/ Energies seuil de création des défauts ponctuels à très basse température dans le cristal parfait et au voisinage des dislocations

Nous avons effectué des irradiations à 20 K avec des électrons d'énergie variant entre 2 MeV et 0,35 MeV pendant une durée telle que le nombre de points d'ancrage apporté sur un segment de dislocation soit le même pour toutes les énergies utilisées ( $n = 0,05$ ) et nous avons effectué ensuite des recuits isochrones. La figure 7 donne le même nombre de points d'ancrage en fonction de la température du dernier recuit. On observe aux températures correspondant aux stades  $I_E$  ( $\approx 50$  K) et III ( $\approx 200$  K) l'arrivée de points d'ancrage supplémentaires créés dans le

crystal parfait et ayant migré à longue distance. Pour des énergies inférieures à 0,35 MeV, il n'existe plus de défauts d'irradiation créés dans le volume et arrivant sur les dislocations par migration thermique, alors que l'on peut toujours en créer à basse température directement au voisinage des dislocations. Donc, la première conclusion que l'on peut tirer de ces expériences est que le seuil de création des défauts à 9 K est nettement plus faible sur les dislocations que dans le volume du cristal.

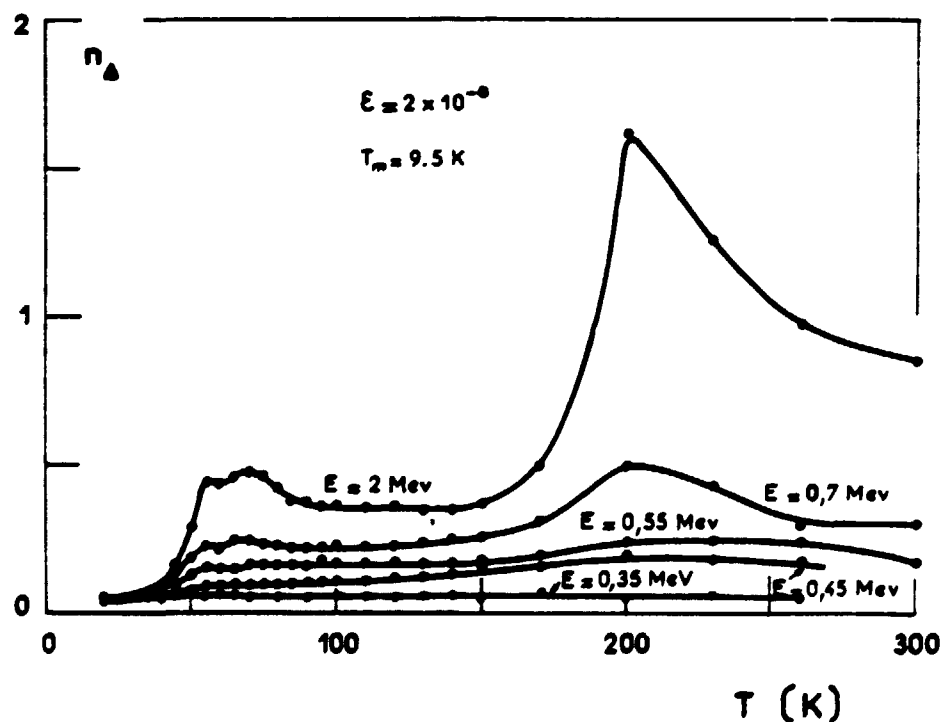


Fig. 7

2/ Etude de la variation thermique de l'énergie seuil

La figure 8 donne le quotient du nombre de points d'ancrage déduit du frottement interne ( $n_{\Delta}$ ) par le flux de particules incidentes ( $\Phi$ ), en fonction de l'énergie des électrons incidents, pour des irradiations effectuées à  $T_{irr} = 75$  K et à  $T_{irr} = 220$  K.

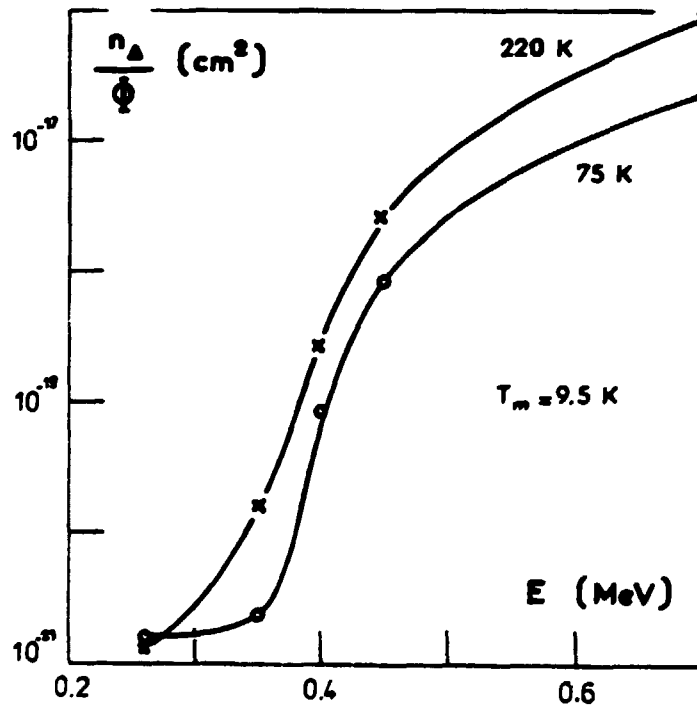


Fig. 8

Ces courbes font apparaître deux phénomènes :

- d'une part, un processus d'ancrage sous seuil encore présent à 0,26 MeV qui confirme la création directe de défauts sur la dislocation avec un seuil très faible.
- d'autre part, un décalage de l'énergie seuil ( $E_s$ ) vers les basses énergies quand la température d'irradiation augmente, puisqu'on peut estimer  $E_s \sim 17$  eV à 75 K et  $E_s \sim 12$  eV à 220 K.

A partir des expériences de recuits isochrones décrites dans le paragraphe précédent, on déduit que le seuil de création des défauts qui migrent au stade I et III, après irradiation à 20 K, est le même et de l'ordre de 17 eV (3).

Les deux dernières observations doivent être confrontées aux différents modèles de défauts existants :

- Du fait de l'agitation thermique des atomes, il peut y avoir une variation de l'énergie seuil de création des paires de Frenkel avec la température. Certains calculs à l'ordinateur sont en cours [4], mais jusqu'à présent il n'y a pas encore de résultat quantitatif qui expliquerait l'effet observé.
- Dans le modèle à un interstitiel, pour expliquer la diminution de  $E_s$  quand la température d'irradiation augmente, il faut imaginer que pour certaines paires proches, l'interstitiel retombe dans sa lacune lors d'une irradiation à 75 K, alors qu'à 220 K il pourrait lui échapper [5].
- Le modèle à deux interstitiels prévoit, lui, la diminution de  $E_s$  quand la température d'irradiation augmente. Il suppose l'existence de deux types de "crowdions" : le crowdion en ligne avec une énergie seuil de création faible de l'ordre de 10 eV et le crowdion hors ligne avec une énergie seuil de l'ordre de 17 eV [6].

Pour progresser dans le choix des modèles d'annihilation de défauts, il faudrait déterminer la variation de l'énergie seuil sur une large plage de températures. Dans le modèle du "crowdion", on doit passer de 17 eV à 12 eV dans un domaine de température assez restreint autour de la température de conversion du crowdion, alors que pour le modèle à un interstitiel  $E_s$  doit diminuer régulièrement avec la température.

- [1] J. LAUZIER, C. MINIER and A. SEEGER  
Phil. Mag., 35, 1617 (1977)
- [2] A.V. GRANATO and K. LÜCKE  
J. Appl. Phys., 27, 583 (1956)
- [3] C. MINIER  
Nuovo Cimento B, 33, 109 (1976)
- [4] VAN DOAN  
A paraître dans Phil. Mag.
- [5] G. ROTH, H. WOLLENBERGER, Ch. ZECKAU and K. LÜCKE  
Rad. Effects; 26, 141 (1975)
- [6] W. FRANK, A. SEEGER  
Crystal Lattice Defects, 5, 141 (1974)

*c) Etude à l'échelle atomique des dislocations et joints de grains grâce à la microscopie électronique*

*(A. BOURRET, J. DESSEAUX, A. RENAULT)*

La présence de dislocations et de joints de grains dans les matériaux a une influence déterminante sur leurs propriétés mécaniques et électriques. Si de nombreux modèles ont été élaborés, aucune vérification expérimentale n'est venue jusqu'à présent confirmer l'un d'eux. Le développement récent de la microscopie électronique à haute résolution permet maintenant d'observer des détails à l'échelle atomique. Cette technique a été appliquée aux dislocations et aux joints de grains dans le germanium.

Dans un premier temps, nous avons étudié les conditions optimales d'observation des structures cristallines sur un cristal parfait de germanium (110). Nous avons montré que pour des échantillons d'épaisseur inférieure à 100 Å et pour certaines distances de défocalisation, l'image représente la projection de la structure du germanium sur le plan (110) jusqu'à une résolution de 3 Å pour un microscope de 100 KV [1] [2] : la relation entre l'image et le réseau cristallin ne pouvant s'établir que si le faisceau incident reste axial et si l'interférence a lieu entre des faisceaux diffractés  $-\vec{g}$  et  $+\vec{g}$ .

Nous avons ensuite abordé l'observation à haute résolution des défauts et en particulier des dislocations dans le germanium. Les images sont aisément interprétables sous les conditions suivantes :

- i) les dislocations doivent être vues debout (parallèles au faisceau incident)
- ii) le déplacement des atomes dû au défaut doit être constant le long du faisceau incident.