

TO 177  
1965/DI

(043)DI  
1965  
3.

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DES PROPRIETES  
MECANIQUES DES POILS DE FER  
ET DE PYROGRAPHITE**

Centre National de la Recherche  
Scientifique  
Laboratoire de Mécanique  
et de Propriétés des Matériaux  
Centre de Recherches sur les  
Matériaux Solides  
- B.P. 207 - 91190 SEVRES -

*Le travail exposé dans cette thèse a été effectué au Centre de Recherches des Très Basses Températures de l'Université de Grenoble, sous la Direction de Monsieur le Doyen WEIL auquel j'exprime ma très profonde reconnaissance pour les nombreuses idées et les conseils qu'il m'a prodigués.*

*L'aide incessante, tant théorique qu'expérimentale, de Monsieur CONTE, maître-assistant, m'a été très précieuse tout au long de ce travail et je suis heureux de l'en remercier vivement ici.*

*Les frais de cette étude ont été pris en charge par la Société AIR LIQUIDE à laquelle j'exprime toute ma reconnaissance, notamment en la personne de Monsieur le Professeur SERVIGNE.*

*Toute ma gratitude va également au personnel du Laboratoire qui m'a aidé à construire le montage et à mener à bien les expériences à basses températures, à Messieurs ROSSO et GENEVEE pour la préparation des nombreux échantillons utilisés, à Messieurs GENESTE et PALLEAU pour les clichés de microscopie et les divers traitements.*

*J'exprime enfin ma profonde reconnaissance à Messieurs les Professeurs FRIEDEL et DREYFUS pour le précieux intérêt qu'ils ont bien voulu accorder à ce travail.*

# TABLE DES MATIERES

1 - INTRODUCTION .....	4
2 - TECHNIQUE EXPERIMENTALE.....	6
1 - Préparation de nos échantillons .....	6
2 - Caractéristiques demandées à l'appareil de mesure .....	8
3 - Description générale de l'appareil.....	8
4 - Création de la force de traction .....	8
5 - Mesure des déformations.....	10
6 - Problèmes particuliers posés par le fluage .....	14
7 - Montage des échantillons et mise en température .....	15
8 - Enregistrement des courbes de déformation .....	16
9 - Tension de cisaillement .....	17
10 - Détermination des dimensions des échantillons .....	19
3 - ETUDE STATIQUE .....	20
1 - Courbes de mise en charge .....	20
2 - Variation de la charge à la rupture .....	28
3 - Variation du module d'YOUNG .....	41
4 - Effets d'un amincissement .....	43
5 - Effets d'un recuit à 500°C- sous vide .....	48
6 - Etude d'échantillons irradiés.....	48
7 - Conclusion relative à l'étude statique .....	51
4 - ETUDE DYNAMIQUE : FLUAGE.....	56
1 - Description .....	56
2 - Influence du diamètre .....	56
3 - Influence de la température .....	56
4 - Fluage linéaire $\nu$ et fluage transitoire $\beta$ .....	58
5 - Fluage logarithmique ou fluage $\alpha$ .....	68
5 - ETUDE DU REVENU .....	71
1 - Description du phénomène .....	71
2 - Recherche d'une équation pour le revenu .....	71
3 - Vérification expérimentale .....	76
4 - Conclusion .....	77
6 - CONCLUSIONS GENERALES .....	78
STRUCTURE ET PROPRIETES MECANQUES DE FILAMENTS DE PYROGRAPHITE .....	80
BIBLIOGRAPHIE .....	87

# INTRODUCTION

Les cristaux filamenteux métalliques sont connus depuis fort longtemps<sup>(1)</sup>. Appelés whiskers par les Anglo-Saxons, poils, barbes ou trichites en France, ces monocristaux se présentent sous forme de fines aiguilles de "diamètre" variant entre une fraction de micron et plusieurs dizaines de microns, leur longueur pouvant atteindre quelques centimètres. Ils sont restés pendant de longues années une simple curiosité de laboratoire, et après la seconde guerre mondiale ils ont fait l'objet de nombreuses études, portant notamment sur leurs propriétés mécaniques<sup>(2) (3) (4)</sup> et leur croissance<sup>(5) (6) (7)</sup>. La raison de cet intérêt est l'extraordinaire comportement mécanique des plus fins d'entre eux : (diamètre de l'ordre du micron).

- une limite élastique de 100 à 1000 fois supérieure à celle du matériau massif.
- une charge de rupture de l'ordre de grandeur de celle calculée pour les cristaux parfaits ( $\sim \mu/30$ ). Ceci peut être expliqué par le très petit nombre de dislocations présentes, soit à cause de la perfection de la structure cristalline, soit plus simplement à cause du faible volume excluant statistiquement la présence de nombreuses dislocations (diamètre de l'ordre de la maille du réseau de Franck).

Actuellement l'étude des poils n'est plus tout à fait du domaine de la recherche pure et désintéressée, depuis qu'il est permis d'envisager leur emploi après enrobage dans diverses résines<sup>(8)</sup> en vue d'obtenir des matériaux renforcés pour lesquels le rapport charge de rupture-densité est nettement supérieur à celui des matériaux usuels<sup>(9)</sup>; leur principal intérêt est alors l'utilisation possible en technologie spatiale.

Les mesures faites jusqu'à ces temps derniers en traction n'ont pas été réalisées à basse température, et de plus elles ont concerné des poils de très petits diamètres exclusivement. Pour ces raisons nous avons entrepris des essais de traction ainsi que des essais de fluage et de revenu, entre 300°K et 20°K, sur des poils de fer de diamètres compris entre quelques microns et une quarantaine de microns; ces échantillons avaient déjà été étudiés en torsion jusqu'à 20°K (10). Nous avons pensé que ces whiskers, non dépourvus de dislocations originelles<sup>(5)</sup>, se prêteraient mieux à une étude des phénomènes dynamiques tel le fluage, contribuant ainsi à une meilleure compréhension du mouvement des dislocations dans le fer à différentes températures. Il nous a paru également intéressant d'effectuer nos mesures jusqu'à très basse température afin d'essayer de préciser l'origine de la forte variation thermique de la tension critique de nos échantillons; d'autre part, la connaissance des propriétés mécaniques à basse température de poils d'une manipulation plus aisée que les très fins pourrait éventuellement favoriser leur emploi en cryogénie.

L'application à nos mesures de théories existantes a permis de préciser le rôle des impuretés ainsi que le mécanisme probable des diverses sortes de fluage. L'effet d'une irradiation par neutrons rapides ainsi que l'influence de l'état de surface ont également été étudiés.

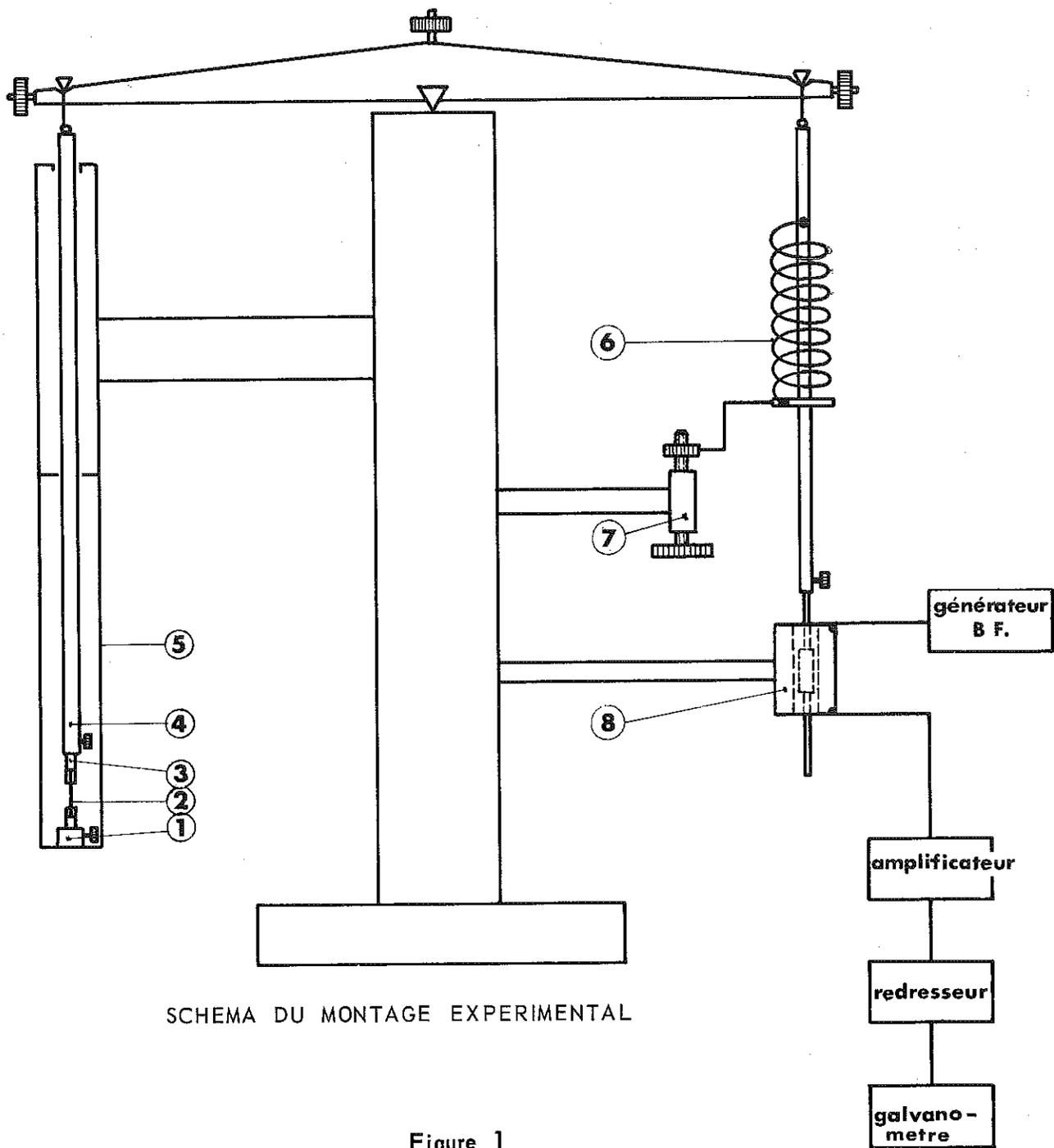
Le dernier chapitre concerne quelques mesures en torsion sur des poils de pyrographite obtenus à température relativement basse (900°C). Malheureusement quelques ennuis de fabrication ne nous ont pas permis de continuer cette étude pour le moment.

## 1 PREPARATION DE NOS ECHANTILLONS

Bien que les monocristaux métalliques filamentaires soient connus depuis fort longtemps, le processus de leur croissance est encore mal compris. Suivant leur mode de formation on distingue :

- les "proper-whiskers" (5) (11) (12) poussant spontanément sur des supports métalliques sans que les atomes qui les constituent passent par une phase intermédiaire.
- les "squeeze-whiskers" (13) obtenus en exerçant une forte pression sur un métal.
- les "électrolytic-whiskers", observés d'abord sur un dépôt électrolytique d'Ag à partir de la solution de  $\text{NO}_3\text{Ag}$  (14).
- les "chemical-whiskers" obtenus par décomposition chimique d'halogénures (15) (16) et de sulfures (1).
- les whiskers obtenus par condensation de vapeur, notamment dans le cas du mercure (17) ; ces échantillons sont de très petits diamètres et fort courts.

La méthode adoptée pour la préparation des poils de fer a été celle de la réduction d'halogénure métallique ( $\text{Cl}_2\text{Fe}$ ) par l'hydrogène vers  $650^\circ\text{C}$ . Cette méthode, déjà utilisée dans nos laboratoires (10), permet d'obtenir des poils de diamètres relativement importants, compris entre quelques microns et quelques dizaines de microns, pour des longueurs pouvant atteindre quelques centimètres. Ils se présentent sous forme de fines aiguilles brillantes et les échantillons employés dans nos expériences ont été choisis parmi les plus brillants et étaient dépourvus de toute ramification ou déformation apparentes.



SCHEMA DU MONTAGE EXPERIMENTAL

Figure 1

## **2 CARACTERISTIQUES DEMANDEES A L'APPAREIL DE MESURE**

Les caractéristiques demandées à l'appareil utilisé pour notre étude sont :

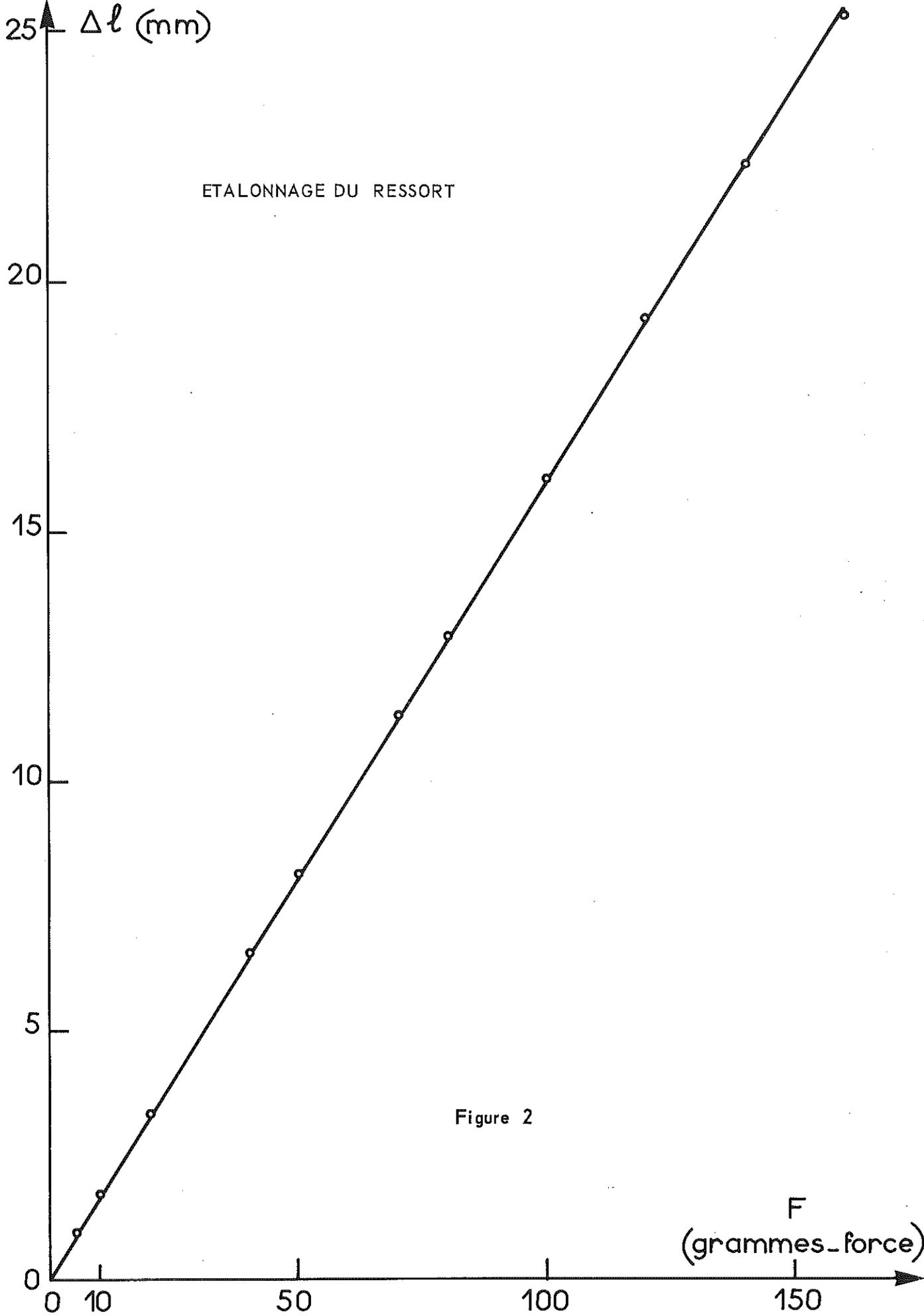
- L'application sur l'échantillon d'une force pouvant atteindre 200 gforce environ.
- Le maintien d'une charge constante pendant toute la durée de nos essais de fluage.
- La détermination et l'enregistrement de variation d'allongements de l'ordre du micron, ainsi que celle d'allongements pouvant atteindre 200 microns.
- D'autre part cet appareil doit nous permettre des mesures à température ambiante, mais aussi à basse température, jusqu'à 20°K.

## **3 DESCRIPTION GENERALE DE L'APPAREIL**

Un schéma du montage utilisé est représenté figure 1. Les deux extrémités du poil 2 sont collées chacune sur un support en plexiglass. Le support inférieur fixe 1 est solidaire du tube en acier inoxydable 5, le support supérieur 3 est vissé sur la tige 4 également en acier inoxydable, liée à l'un des bras du fléau de la balance et coulissant dans le tube 5. A l'autre extrémité du fléau sont accrochés le système 6-7 créant la force appliquée à l'échantillon ainsi que le détecteur d'allongement 8.

## **4 CREATION DE LA FORCE DE TRACTION**

Plusieurs auteurs <sup>(2) (4)</sup> utilisent la force électromagnétique créée par un solénoïde sur un noyau de fer ou une bobine solidaire de l'échantillon. Dans notre cas, l'étude d'échantillons de diamètres relativement importants (entre 6 et 40 microns) demandait une force appliquée plus élevée pouvant atteindre 200 gf et la bobine aurait atteint des dimensions trop importantes. Nous avons donc préféré utiliser la tension créée par l'allongement d'un ressort étalonné et transmise par l'intermédiaire du bras de la balance. L'allongement est produit par une vis micrométrique assurant une précision supérieure au 1/100 de mm. La courbe d'étalonnage de ce ressort (figure 2) indique une constante  $k = 62,5 \text{ g.force/cm}$ , soit 1 g. force pour 16/100 mm d'allongement. De nombreuses vérifications effectuées au cours du temps ont montré que cette valeur restait constante.



## 5 MESURE DES DEFORMATIONS

L'allongement de l'échantillon est mesuré par un transformateur différentiel (capteur de déplacement et de position Cimatron). Cet appareil est constitué d'un noyau magnétique solidaire du poil, d'une bobine primaire excitée par une tension alternative et de deux enroulements secondaires montés en opposition.

Son principe est celui d'un changement linéaire de flux magnétique entre les bobinages primaire et secondaire lorsque le noyau est déplacé. Quand le noyau occupe une position symétrique, les tensions secondaires sont égales en amplitude et opposées en phase; la tension résiduelle en sortie est alors très faible. Lorsque le noyau est déplacé de cette position "zéro", la tension dans un bobinage croît, alors qu'elle décroît dans l'autre; la résultante augmente donc. Puisque la phase de la résultante change de signe lorsque le noyau est déplacé d'un côté ou de l'autre du "zéro", ce transformateur différentiel détecte l'amplitude et la direction du déplacement.

L'alimentation de l'enroulement primaire est assurée par un générateur BF travaillant à 1.000 Hz sous 5/100 de volt. Cette tension peut être augmentée jusqu'à 1/10 de volt si l'on désire améliorer la sensibilité. Le courant de sortie amplifié et redressé, est envoyé sur un galvanomètre G en liaison optique avec un suiveur de spot; la figure 3 présente le schéma électrique de l'ensemble.

Dans nos conditions de fonctionnement, (5/100 de volt à l'entrée sous 1.000 Hz), un allongement de l'échantillon de l'ordre du micron se traduit par un déplacement du spot pouvant atteindre 5 mm. suivant le réglage du potentiomètre  $P_1$  du circuit galvanométrique.

La courbe d'étalonnage du capteur (figure 4), obtenue à l'aide d'une vis micrométrique permettant d'apprécier un déplacement du noyau de 1/100 de mm, situe notre plage de fonctionnement dans une région où la tension de sortie reste rigoureusement proportionnelle au déplacement du noyau.

Nous avons choisi pour origine du déplacement le centre de cette zone. La tension de sortie n'étant pas nulle en ce point nous avons monté un réglage de zéro constitué par une pile E et un potentiomètre  $P_2$ .

Des mesures répétées ont montré la constance de l'étalonnage (figure 5) dans le temps.

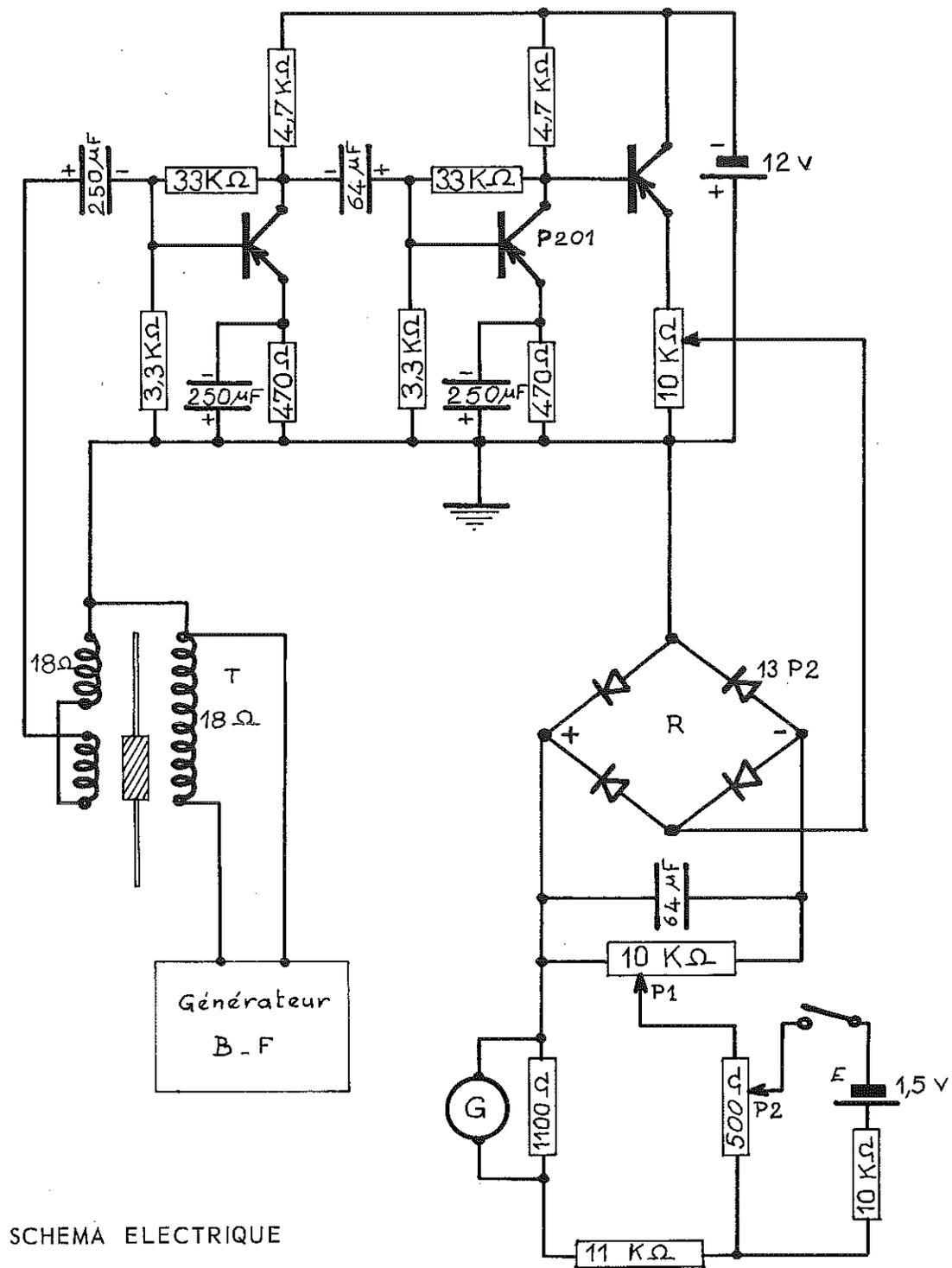
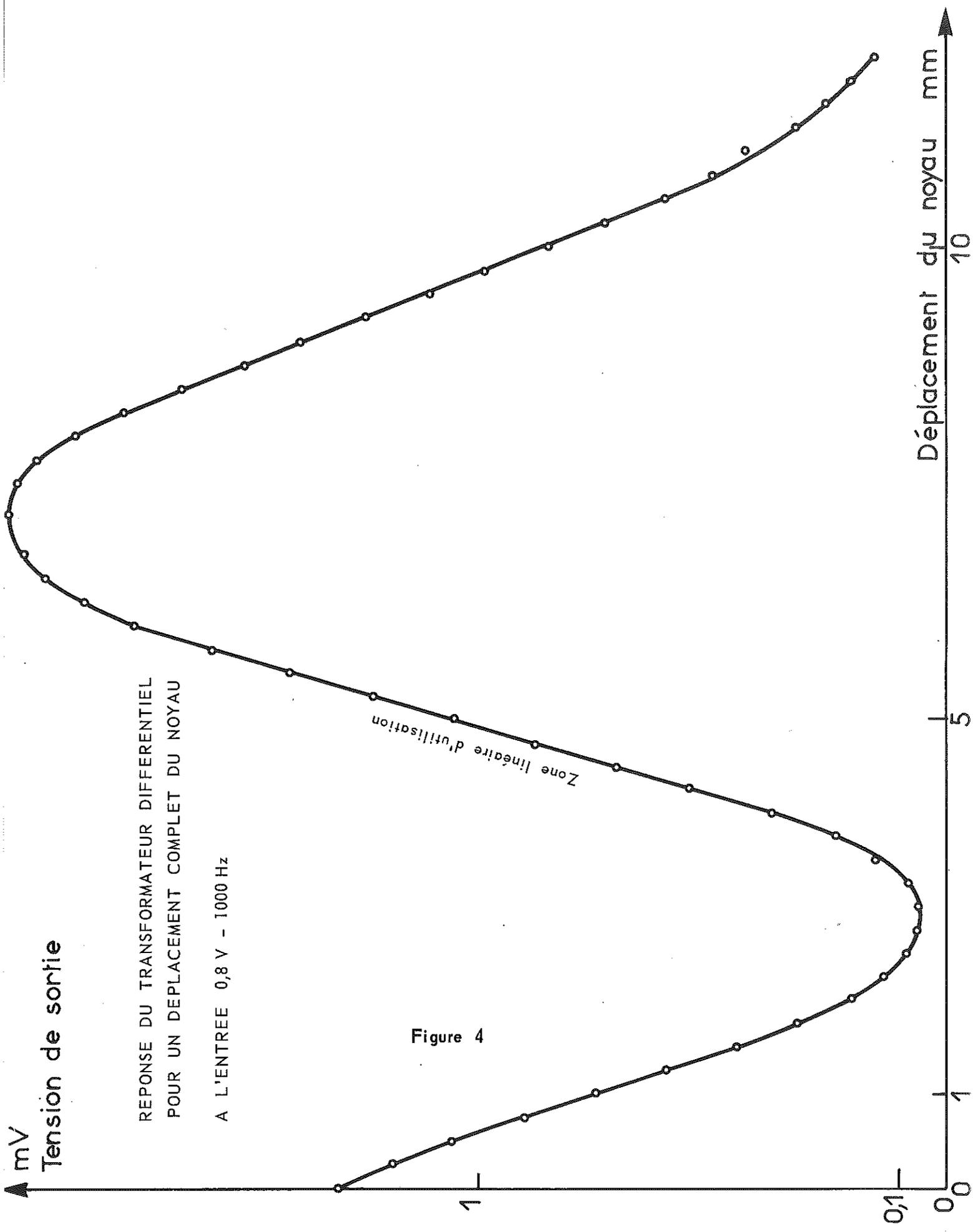


Figure 3



REPOSE DU TRANSFORMATEUR DIFFERENTIEL  
 POUR UN DEPLACEMENT COMPLET DU NOYAU  
 A L'ENTREE 0,8 V - 1000 Hz

*Zone linéaire d'utilisation*

Figure 4

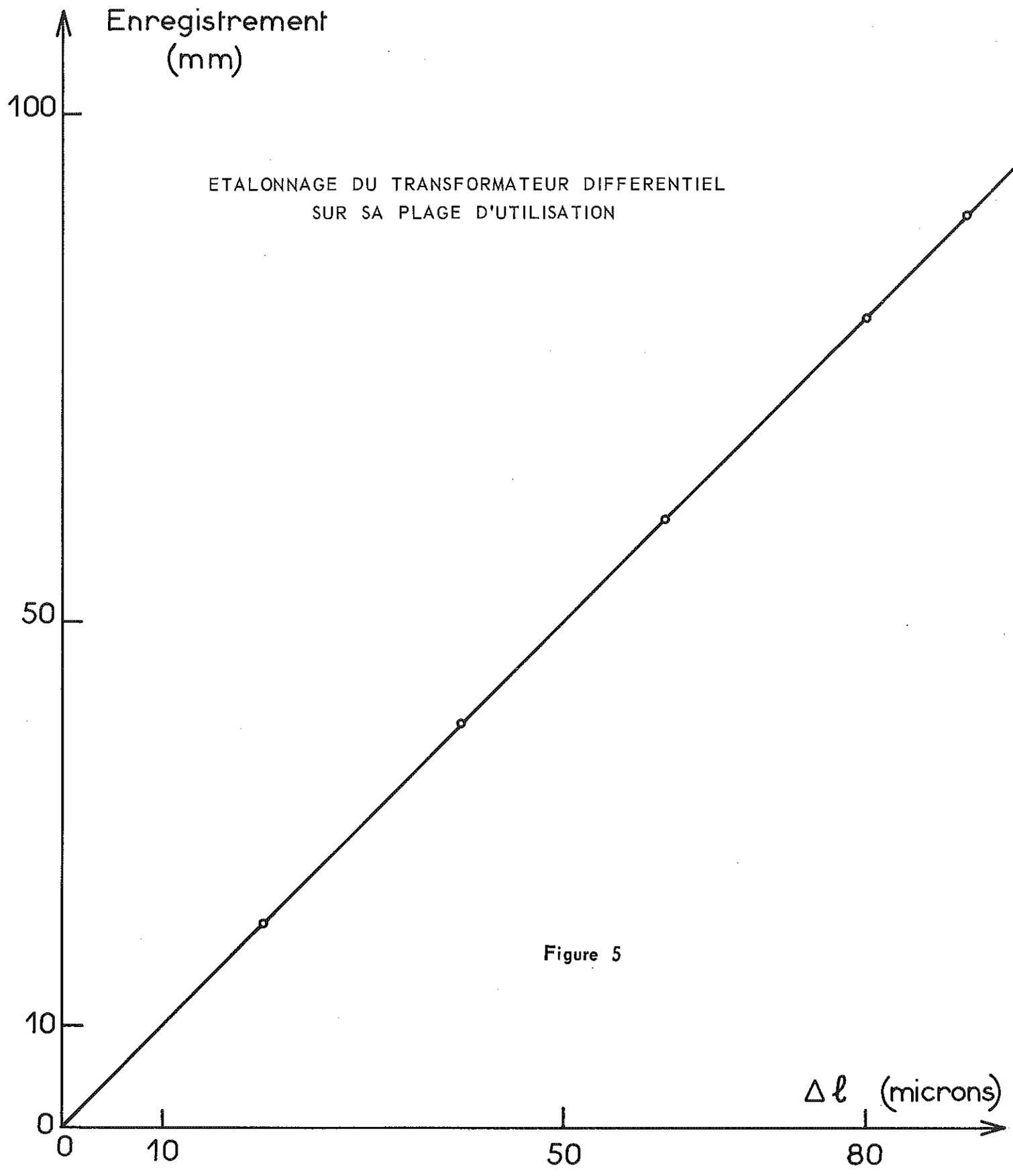


Figure 5

## 6 PROBLEMES PARTICULIERS POSES PAR LE FLUAGE

Le fluage étant par définition une déformation sous charge constante, nous devons veiller à conserver la quantité  $\frac{F}{s}$  constante pendant l'allongement de nos échantillons :  $F$  étant la force appliquée,  $s$  la section droite de l'échantillon. En effet, si la force appliquée reste seule constante, la striction amène une augmentation de la charge, et par conséquent un allongement supplémentaire.

Nous supposons avec de nombreux auteurs <sup>(18) (19) (20)</sup> qu'au cours du fluage le volume de l'échantillon reste constant. Soient  $s$  et  $l$  sa section et sa longueur initiales.

Pour un allongement  $\Delta l$  la section sera devenue  $s'$  telle que :

$$\begin{aligned} l s &= (l + \Delta l) s' \\ \text{soit : } \frac{s}{s'} &= \frac{l + \Delta l}{l} \end{aligned} \quad (I-1)$$

La charge devant rester constante :

$$\frac{F}{s} = \frac{F'}{s'}$$

D'où la condition

$$\frac{s}{s'} = \frac{F}{F'} = \frac{l + \Delta l}{l} \quad (I-2)$$

Dans le cas du montage utilisé, un allongement de l'échantillon entraîne une diminution égale de l'allongement du ressort, comme on peut le voir sur le schéma de la figure 1 :

Si  $x$  est l'allongement du ressort en début de fluage et  $k$  la constante de rappel :

$$F = k \cdot x$$

d'où pour un allongement  $\Delta l$  de l'échantillon :

$$F' = k (x - \Delta l)$$

Soit :

$$\frac{F}{F'} = \frac{x}{x - \Delta l} \quad (1-3)$$

En comparant (1-2) et (1-3) la condition nécessaire à l'observation de vrai fluage avec l'appareil utilisé s'écrit :

$$\frac{F}{F'} = \frac{s}{s'} = \frac{l + \Delta l}{l} = \frac{x}{x - \Delta l}$$

c'est à dire :

$$x \cdot l = x \cdot l - l \cdot \Delta l + x \cdot \Delta l - (\Delta l)^2$$

En négligeant le terme du deuxième ordre il vient :

$$x \cdot \Delta l = l \cdot \Delta l$$

soit :

$$x = l \quad (1-4)$$

L'allongement du ressort en début de fluage doit donc être égal à la longueur de l'échantillon; dans tous les essais rapportés dans ce mémoire nous avons suivi cette relation (1-4) à quelques % près.

## 7 MONTAGE DES ECHANTILLONS ET MISE EN TEMPERATURE

Après de nombreux essais, nous avons été amenés à coller nos échantillons avec de la colle pour plexiglass, sur des supports également en plexiglass. Les autres colles présentaient des défauts tels que la formation de fortes contraintes lors du séchage pouvant entraîner la rupture du poil, ou encore fragilité et perte d'adhérence à basse température. L'échantillon est monté de telle sorte que seule une de ses extrémités est manipulée avec une fine pince d'horloger lors de l'arrachage de la nacelle et de la pose sur le support. Cette extrémité inévitablement lésée est enrobée de colle et n'intervient pas lors des essais.

La mise en température se fait par immersion lente du tube en acier inoxydable 5 jusqu'à environ la moitié de sa longueur, dans un vase Dewar contenant le liquide cryogénique choisi. Afin d'empêcher les fausses manœuvres et les vibrations, le Dewar est mis en position grâce à un élévateur hydraulique. Pour éviter toute vibration supplémentaire de la tige liée à l'échantillon, lors de la mise en température proprement dite, trois vis pointeau à 120° placées dans la partie du tube environnant demeurée à température ambiante, assurent un centrage dénué de frottement appréciable, la balance restant sensible à moins du  $\frac{1}{10}$  de gramme. La variation du niveau du liquide cryogénique au cours de nos mesures n'entraîne pas d'erreur sur celles-ci, la tige et le tube étant de même matériau; expérimentalement nous n'avons constaté aucune dérive de l'enregistrement au cours de temps bien supérieurs à la durée de nos expériences.

## 8 ENREGISTREMENT DES COURBES DE DEFORMATION

Le galvanomètre utilisé possède une constante de temps  $\tau$  non négligeable, ce qui entraîne une correction des courbes de fluage enregistrées.

Si  $S(t)$  est la courbe enregistrée et  $S_0(t)$  la courbe réelle de fluage, à chaque instant la pente  $S'(t)$  de la courbe enregistrée est proportionnelle à

$$S_0(t) - S(t) :$$

$$S'(t) = \alpha (S_0(t) - S(t)) \quad (I-5)$$

Pour un galvanomètre de constante de temps  $\tau$

$S(t)$  est de la forme :

$$S(t) = B - A e^{-\frac{t}{\tau}}$$

La relation (I-5) s'écrit alors :

$$\frac{A}{\tau} e^{-\frac{t}{\tau}} = \alpha (S_0(t) - B + A e^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (I-6)$$

Pour que (1-6) soit vérifiée quel que soit  $t$  il faut :

$$B = S_0(t)$$

$$\alpha = \frac{1}{\tau}$$

D'où la relation entre  $S_0(t)$  et  $S(t)$  :

$$S_0(t) = S(t) + \tau S'(t) \quad (1-7)$$

Pour déterminer  $\tau$  nous appliquons au temps  $t = 0$  une différence de potentiel constante aux bornes du galvanomètre; la courbe enregistrée de la forme :

$$S(t) = S_0 \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right)$$

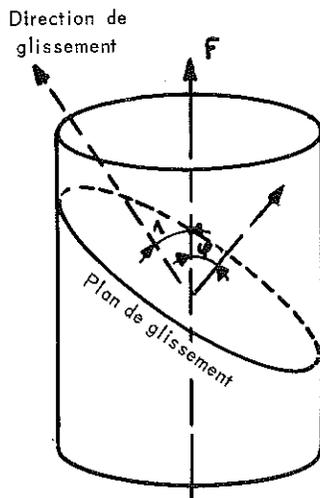
nous permet de déduire la constante de temps qui est ici de l'ordre de deux secondes.

Nous construisons donc les courbes de fluage point par point à partir des courbes enregistrées, en utilisant la relation :

$$S_0(t) = S(t) + 2 S'(t)$$

## 9 TENSION DE CISAILLEMENT

Dans les cristaux, la déformation sous l'action d'une force  $F$  se produit par glissement de certains plans denses, dans une certaine direction parallèle aux rangées denses, lorsque la composante de la force  $F$  suivant cette direction atteint une valeur critique (Loi de Schmidt).



Considérons un cristal cylindrique soumis à une force  $F$  axiale : si  $\lambda$  est l'angle entre la direction de glissement et l'axe de traction, la composante de la force suivant cette direction est :

$$F' = F \cos \lambda$$

Cette force est appliquée sur un plan de glissement de surface  $S' = \frac{S}{\cos \varphi}$

où  $S$  est la section droite et  $\varphi$  l'angle entre la normale au plan de glissement et l'axe de traction.

La contrainte de cisaillement  $\sigma$  sur le plan de glissement est alors :

$$\sigma = \frac{F'}{S'} = \frac{F \cos \lambda}{S} \cos \varphi = \frac{F}{S} \cos \lambda \cdot \cos \varphi$$

$\cos \lambda \cdot \cos \varphi$  étant le facteur d'orientation.

Pour les métaux cubiques centrés, les systèmes de glissement sont <sup>(21)</sup> :

Plan de glissement	Direction de glissement
(1 $\bar{1}$ 0)	[1 1 $\bar{1}$ ]
(1 1 2)	[1 1 $\bar{1}$ ]
(1 2 3)	[1 1 $\bar{1}$ ]

Andrade signale que le choix du plan de glissement dans les cristaux cubiques centrés est influencé par la température <sup>(22)</sup> : le plan (1 1 2) étant à considérer pour  $T < \frac{T_f}{4}$ , où  $T_f$  est la température de fusion du cristal. Nous considérons donc ce plan pour la détermination de  $\sigma$ , la condition  $T < \frac{T_f}{4}$  étant réalisée dans nos expériences.

L'axe de traction est confondu avec l'axe de croissance de nos monocristaux; pour les poils de fer cet axe de croissance est en général [100] <sup>(2)(10)</sup>. Le système utilisé dans nos calculs est donc :

Plan de glissement	: (1 1 2)
Direction de glissement	: [1 1 $\bar{1}$ ]
Axe de traction	: [1 0 0]

On en déduit :

$$\cos \varphi = \frac{1}{\sqrt{6}}$$

$$\cos \lambda = \frac{1}{\sqrt{3}}$$

D'où la valeur du facteur d'orientation :

$$\cos \lambda \cdot \cos \varphi \equiv \frac{1}{\sqrt{6}} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}} = \frac{1}{3\sqrt{2}}$$

La contrainte de cisaillement  $\sigma$  sur le plan de glissement est donnée par :

$$\sigma = \frac{1}{3\sqrt{2}} \cdot \frac{F}{S} = 0,236 \frac{F}{S}$$

## 10 DETERMINATION DES DIMENSIONS DES ECHANTILLONS

Après montage sur les supports, la longueur utile initiale  $l_0$  de l'échantillon est repérée à l'aide d'un viseur monté sur une vis micrométrique permettant d'apprécier le 1/100 de mm. Afin de préciser la forme ainsi que les dimensions de la section droite, plusieurs échantillons ont été polis électrolytiquement normalement à l'axe, après enrobage dans l'araldite ou dans une résine facilement polymérisable; l'examen au microscope métallographique (X 800) a permis de vérifier que cette section était souvent de forme carrée ou rectangulaire (cliché hors-texte n°1). Pour tous les échantillons nous avons mesuré les dimensions de la section initiale  $s_0$  à l'aide du même microscope métallographique, l'erreur absolue étant estimée à  $\pm 1$  micron. Certains auteurs<sup>(2) (4)</sup> ont choisi la racine carrée de la section droite pour caractériser la grosseur des poils, cette valeur étant définie comme le "diamètre". Nous désignerons ici comme "diamètre équivalent" la quantité  $d$  définie par la relation :

$$d = 2 \sqrt{\frac{s_0}{\pi}}$$

# ETUDE STATIQUE

## 1 COURBES DE MISE EN CHARGE

### a-manipulation et tracé d'une courbe

L'échantillon étant mis en température et aucune charge n'étant appliquée, on règle le zéro du suiveur de spot. Pour un déplacement  $X_1$  de la vis micrométrique commandant l'allongement du ressort, on enregistre un déplacement  $y_1$  du spot; à  $X_2 = X_1 + \Delta X$  correspond  $y_2$  et ainsi de suite, point par point, on obtient la courbe  $X(y)$  de l'échantillon étudié. L'étalonnage préalable du capteur fait correspondre à chaque valeur de  $y$  un allongement  $\Delta \ell$  du poil :

$$\Delta \ell = \beta y \quad (II-1)$$

avec  $\beta = 10^{-3}$ , valeur choisie pour nos expériences. L'allongement  $x$  du ressort est donné par la relation :

$$x = X - \Delta \ell \text{ (voir schéma du montage fig. 1) .}$$

d'où la valeur de la charge appliquée :

$$F = k x = k (X - \Delta \ell) \quad (II-2)$$

Les relations (II-1) et (II-2) permettent de tracer la courbe  $F (\Delta \ell)$  à partir de  $X (y)$ .

Nous obtenons ainsi finalement, point par point, la courbe  $\frac{F}{S_0} \left( \frac{\Delta \ell}{\ell_0} \right)$ .

### b-erreur sur les mesures

L'enregistrement permettant d'apprécier un déplacement du spot de 0,5 mm conduit à une erreur absolue  $\Delta (\Delta \ell)$  sur l'allongement de l'ordre de  $\pm 0,5$  microns. La précision sur la longueur initiale  $\ell_0$  repérée au viseur microscopique est de l'ordre de  $\pm \frac{1}{100}$  mm. Ceci nous conduit pour la déformation rapportée à la longueur initiale à une erreur relative :

$$\frac{\Delta (\Delta \ell)}{\Delta \ell} + \frac{\Delta \ell_o}{\ell_o} = \frac{5 \cdot 10^{-4}}{\Delta \ell_{\text{mm}}} + \frac{10^{-2}}{\ell_o \text{ mm}}$$

L'erreur absolue sur la force appliquée, liée à la précision de l'allongement du ressort, est de l'ordre de  $10^{-1}$  gf. L'erreur sur la charge appliquée dépend essentiellement de l'erreur commise dans la détermination de la section.

$$\frac{\Delta (F/s_o)}{F/s_o} \sim \frac{\Delta s_o}{s_o}$$

Cette dernière, de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-2}$  pour un poil de 30 microns, devient de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-1}$  dans le cas d'un poil de 10 microns. Nous avons pour cela estimé l'erreur relative sur toutes les mesures de charge à 10%. Ce calcul suppose évidemment une section droite constante donc des poils "réguliers". Les résultats exposés dans ce mémoire correspondent à des poils obéissant à cette condition à environ 10% près.

## c-courbes expérimentale et rationnelle

Expérimentalement nous obtenons la courbe  $\frac{F}{s_o} \frac{\Delta \ell}{\ell_o}$ ; la section et la longueur de l'échantillon variant au cours de la manipulation, certaines corrections sont à apporter à cette courbe <sup>(23)</sup>.

Correction de la contrainte :

Au cours de la déformation plastique le volume du poil reste constant <sup>(11)</sup> <sup>(12)</sup>; pour un allongement  $\Delta \ell$  la section est devenue  $s$  telle que :

$$s_o \ell_o = s (\ell_o + \Delta \ell)$$

Si  $F$  est la force appliquée, la contrainte est donc :

$$\frac{F}{s} = \frac{F}{s_o} \frac{\ell_o + \Delta \ell}{\ell_o}$$

Soit  $e = \frac{\Delta \ell}{\ell_o}$  l'allongement relatif :

$$\frac{F}{s} = \frac{F}{s_o} (1 + e)$$

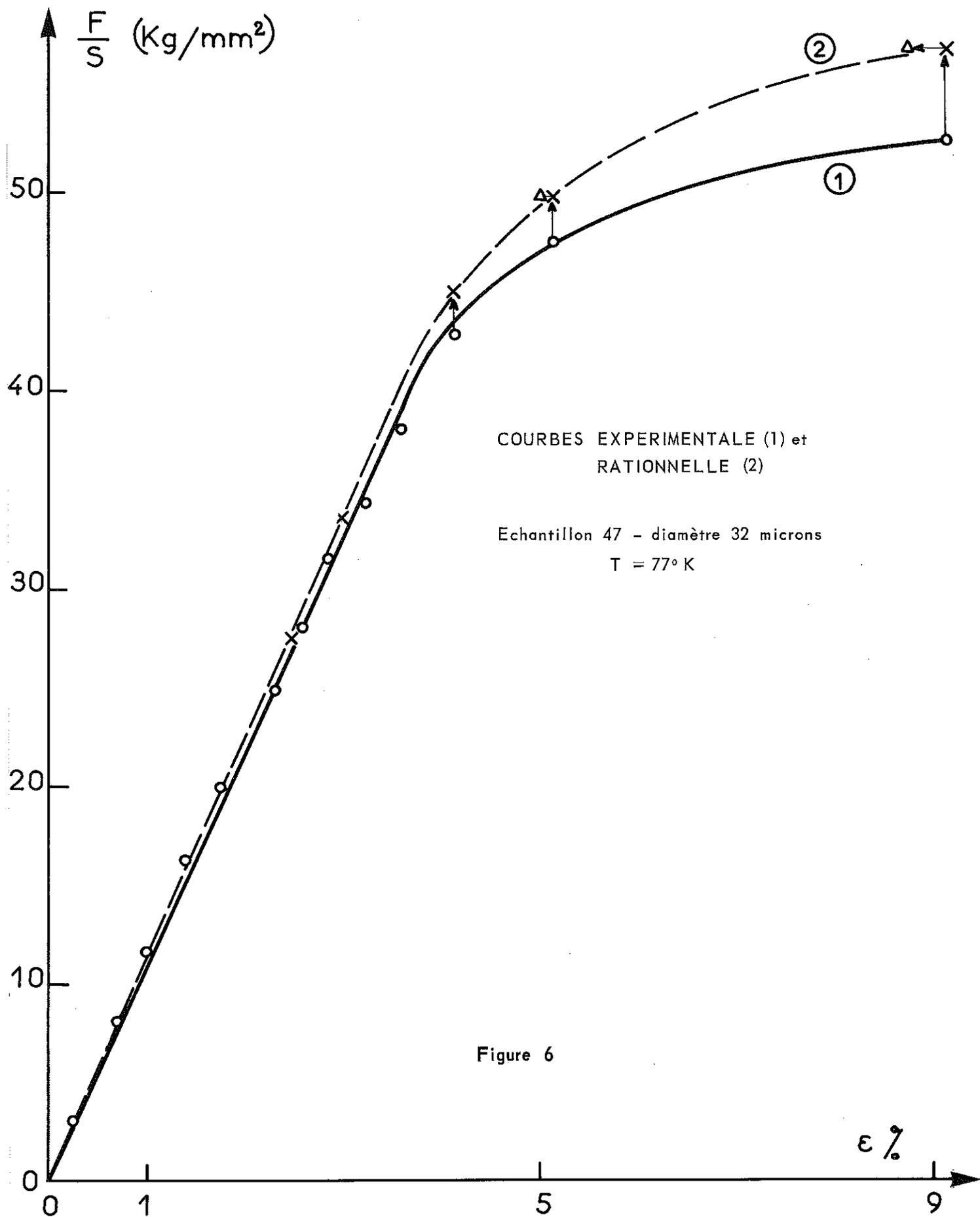


Figure 6

La courbe de traction doit être relevée, en chaque point, de la quantité  $\frac{F}{s_0}$  ; on obtient ainsi la courbe corrigée de la réduction de section.

Correction de l'allongement :

L'allongement doit être rapporté à chaque instant à la longueur actuelle de l'échantillon. Quand celui-ci, déjà déformé de  $\Delta l$ , a une longueur  $l = l_0 + \Delta l$ , un nouvel allongement  $dl$  lui donne une déformation  $\frac{dl}{l}$  et non  $\frac{dl}{l_0}$  ; soit :

$$\frac{dl}{l} = \frac{dl}{l_0 + \Delta l}$$

La déformation totale  $\epsilon$ , réalisée entre  $l_0$  et  $l_0 + \Delta l$ , est donc :

$$\epsilon = \int_{l_0}^{l_0 + \Delta l} \frac{dl}{l} = \text{Log} \left( 1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right)$$

$\epsilon$  est la déformation vraie, ou "déformation rationnelle"; on obtient une dernière courbe corrigée, appelée courbe rationnelle.

Dans nos expériences  $\frac{\Delta l}{l_0}$  maximum est de l'ordre de  $10^{-1}$ , d'où pour  $\epsilon$  la valeur  $0,95 \cdot 10^{-1}$ ; cette correction est donc négligeable, car elle entre dans la limite d'erreur. La correction de contrainte peut atteindre  $10^{-1} \frac{F}{s_0}$ , c'est à dire qu'elle est du même ordre de grandeur que l'erreur sur  $\frac{F}{s_0}$  dans une région proche de la rupture.

- La figure 6 montre une courbe expérimentale et la courbe rationnelle qui en est déduite. La correction ainsi amenée correspond à la moitié de la plage d'erreur sur les courbes expérimentales. Pour cette raison nous n'avons pas jugé utile de corriger ces dernières.

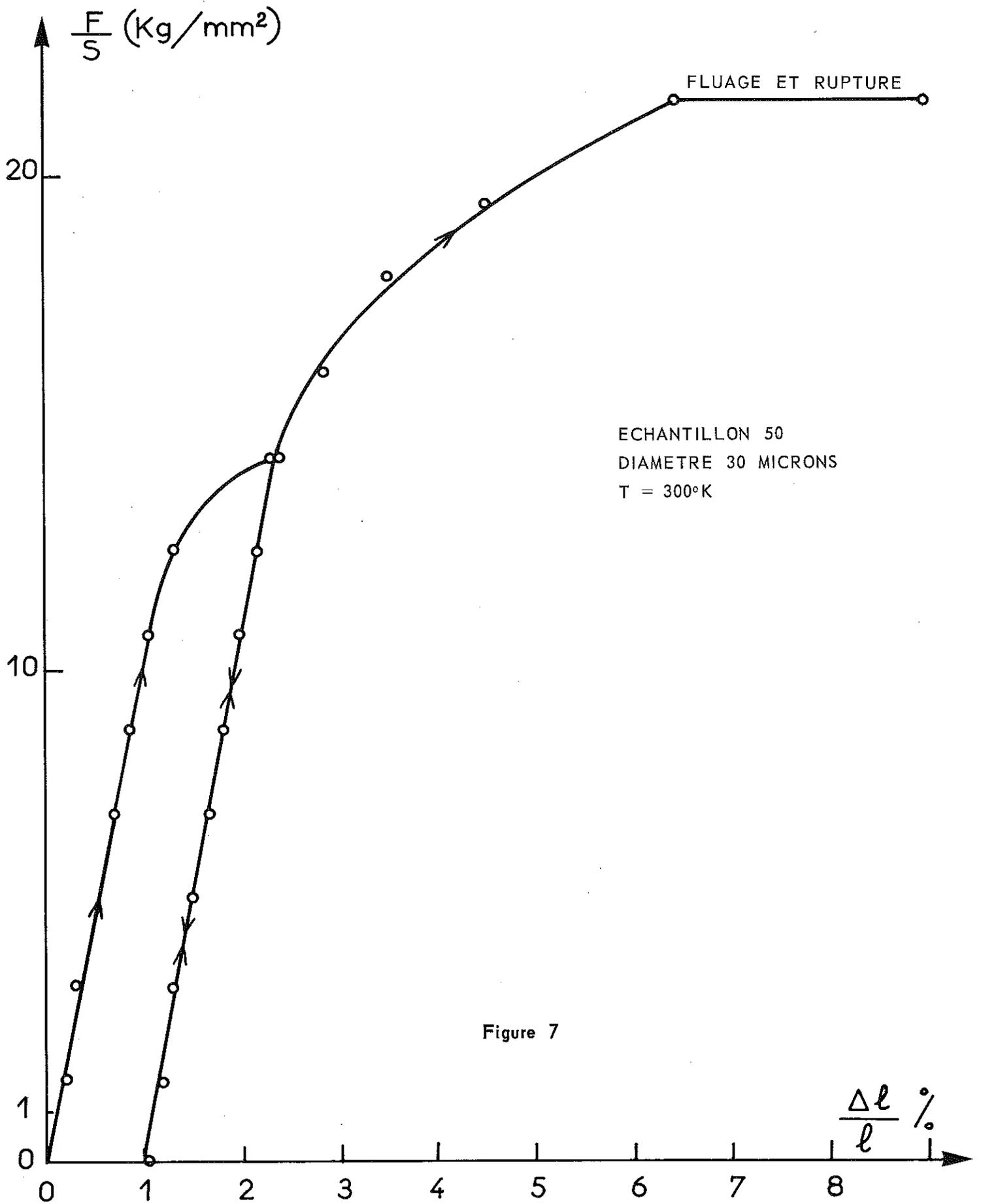


Figure 7

## d-mesures préliminaires

Les systèmes créant la force appliquée et mesurant les allongements ayant été étalonnés, il restait à monter des fils calibres de matériaux connus afin de contrôler définitivement notre montage. Nous avons ainsi mesuré le module d'Young de fils de tungstène de 15 et 40 microns de diamètre : nous avons trouvé dans les deux cas  $32.000 \text{ Kg/mm}^2 (\pm 10 \%)$ , valeur conforme à celle que l'on trouve dans les tables de constantes pour de tels fils et analogue à celle que nous avons déduite d'une mesure différentielle sur des fils identiques de 1 m. de longueur. De la même manière un fil de fer de 20 microns de diamètre a conduit à un module d'Young de  $19.000 \text{ Kg/mm}^2 (\pm 10 \%)$  valeur généralement admise pour un tel matériau. Enfin nous avons vérifié que quelle que soit la charge appliquée les fils de tungstène ne présentaient pas de phénomène de fluage.

## e-traction a température ambiante

La courbe représentée figure 7 est caractéristique des essais de traction effectués à  $300^\circ\text{K}$  sur une trentaine d'échantillons. On y distingue une partie rectiligne élastique, puis une région plastique d'allure sensiblement parabolique suivie rapidement d'une déformation sous charge constante conduisant à la rupture. Il n'apparaît pas de "Yield point" caractérisé, résultat déjà mentionné lors d'essais de torsion sur ces échantillons<sup>(10)</sup>. Pour une décroissance de la charge appliquée la partie correspondante du tracé est rectiligne et parallèle à la droite élastique initiale; une nouvelle mise en charge n'entraîne pas de variation de la pente de cette droite, mais la limite élastique est sensiblement augmentée par l'écrouissage (work-hardening).

La pente de la droite élastique réversible permet théoriquement de déterminer le module d'Young; les autres paramètres caractéristiques déduits des courbes de traction étant la déformation maximum élastique et la charge de rupture. Seules les charges correspondant à une rupture survenue vers le milieu de l'échantillon sont mentionnées. Dans les rares cas d'une rupture au ras de la colle nous n'avons pas rapporté ici les charges correspondantes.

## f-influence du diamètre des échantillons

Le diamètre des échantillons étudiés varie entre 8 et 50 microns. Il apparaît que la pente de la droite élastique ainsi que la charge de rupture décroissent lorsque le diamètre augmente. La déformation élastique maximum semble diminuer légèrement avec le diamètre. Pour des diamètres inférieurs à 20 microns nous n'avons jamais observé de déformation sous charge constante. Ces constatations sont illustrées par les figures 8 et 9. Cette dernière figure montre que même à  $300^\circ\text{K}$  les poils de 10 microns présentent peu de déformation plastique avant la rupture, comme cela avait déjà été observé par Brenner<sup>(2)</sup> à cette température pour des diamètres comparables.

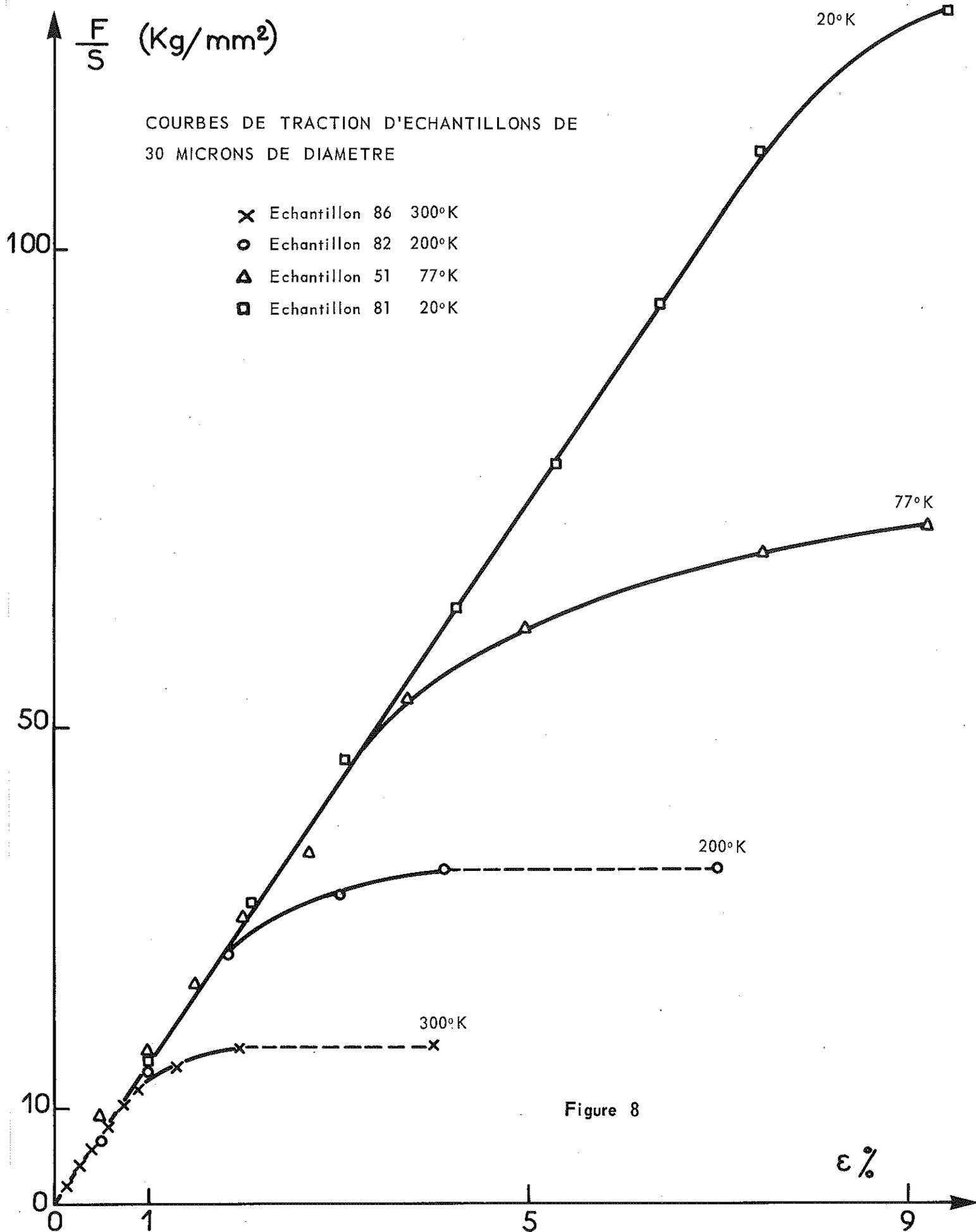
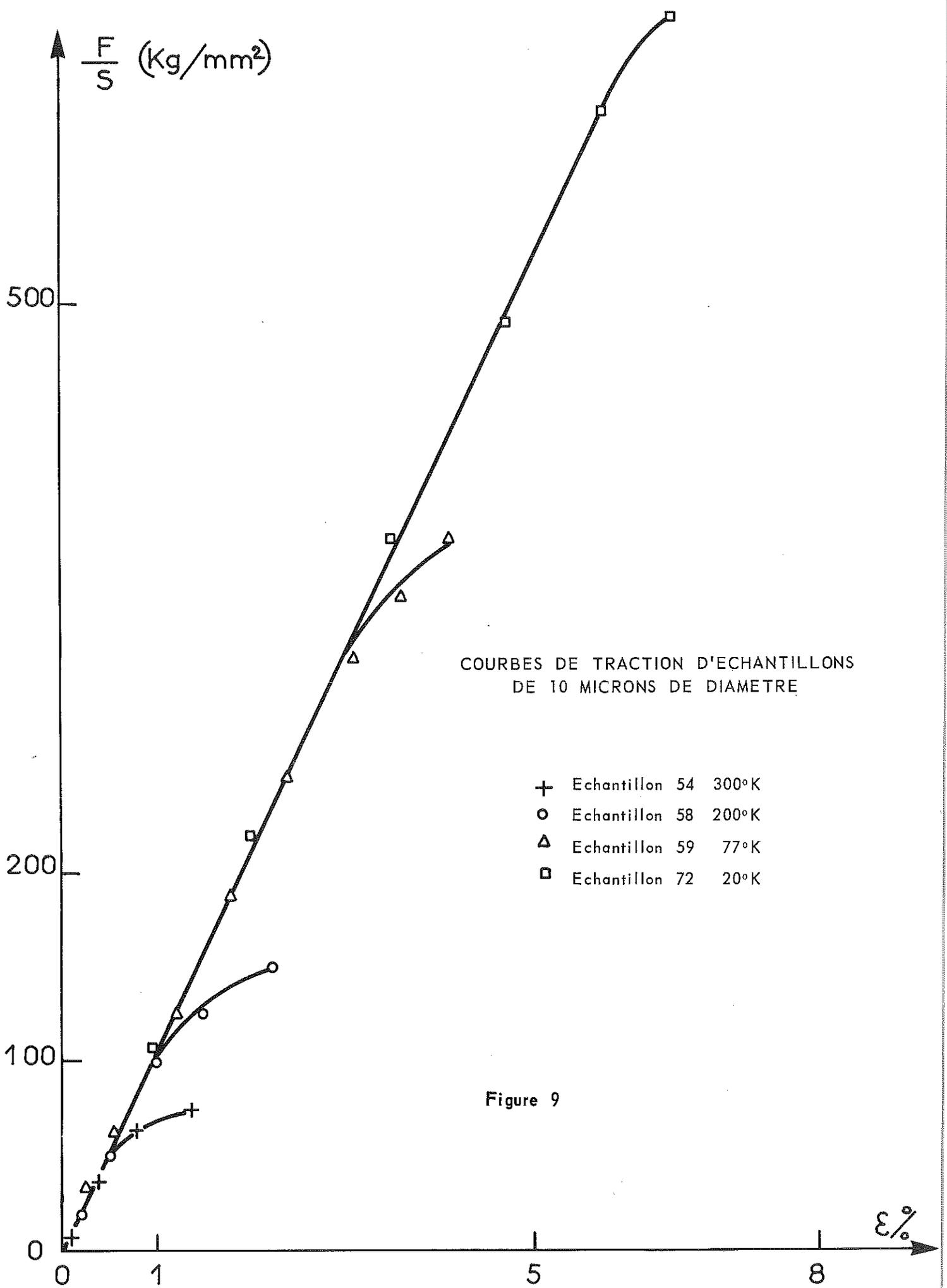


Figure 8



Dans certains cas, nous avons étudié séparément deux moitiés d'un même échantillon et nous avons retrouvé les deux fois des caractéristiques sensiblement identiques, ce qui semble vérifier une bonne "homogénéité" des poils que nous avons choisis.

## **g-influence de la température**

Les essais de traction ont été effectués à trois autres températures : 200, 77 et 20°K. La première de ces températures était obtenue par un bain de neige carbonique dans l'acétone; l'échantillon n'était pas en contact direct avec ce mélange, il en était séparé par une enceinte étanche en cuivre, sa température étant repérée par un couple thermoélectrique situé à son proche voisinage, en contact avec le support. Dans le cas des deux autres températures l'échantillon était en contact direct avec l'azote ou l'hydrogène liquides.

La variation de la température de mesure n'affecte pas la pente de la droite élastique donc le module d'Young, par contre la limite élastique et la charge de rupture augmentent fortement lorsque la température s'abaisse. A 200°K et 77°K nous observons des déformations sous charge constante, mais la loi de variation avec le temps à 77°K est différente de celle observée à l'ambiante. A 20°K nous n'avons jamais observé d'allongement sous charge constante, quel que soit le diamètre de l'échantillon étudié.

Les clichés hors-texte n°3,4,5,6 montrent l'état des échantillons lors de la rupture à 300, 77 et 20° K.

## **2 VARIATION DE LA CHARGE A LA RUPTURE**

### **a-variation en fonction du diamètre**

A 300°K la charge de rupture de nos échantillons varie de 10 à 80 kg/mm<sup>2</sup> lorsque le diamètre varie de 40 à 8 microns. Sur la figure 10 nous avons reporté les résultats des essais effectués; malgré une assez grande dispersion que l'on retrouve chez d'autres auteurs <sup>(2)</sup> <sup>(3)</sup> <sup>(4)</sup> il apparaît nettement que les dimensions de l'échantillon influent sur ses propriétés mécaniques. Les figures 11, 12, 13 montrent une variation analogue pour des températures de 200, 77 et 20°K. La dispersion observée sur les résultats semble indiquer que les défauts responsables de la faiblesse des poils sont répartis d'une manière assez complexe, à la fois sur la surface et à l'intérieur : néanmoins on peut conclure que la charge moyenne à la rupture (moyenne sur plusieurs poils de même diamètre) varie d'une manière inversement proportionnelle au diamètre (fig. 14).

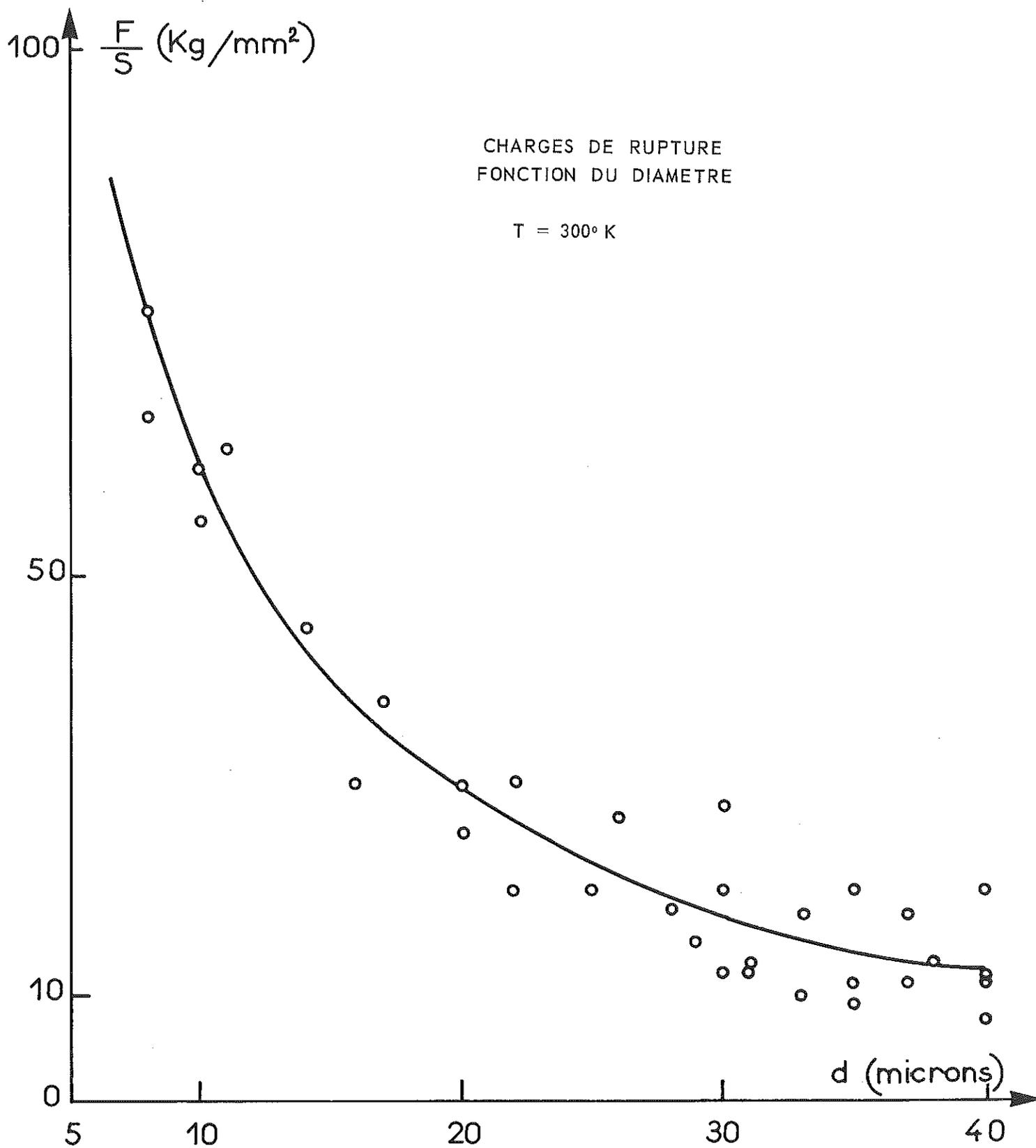


Figure 10

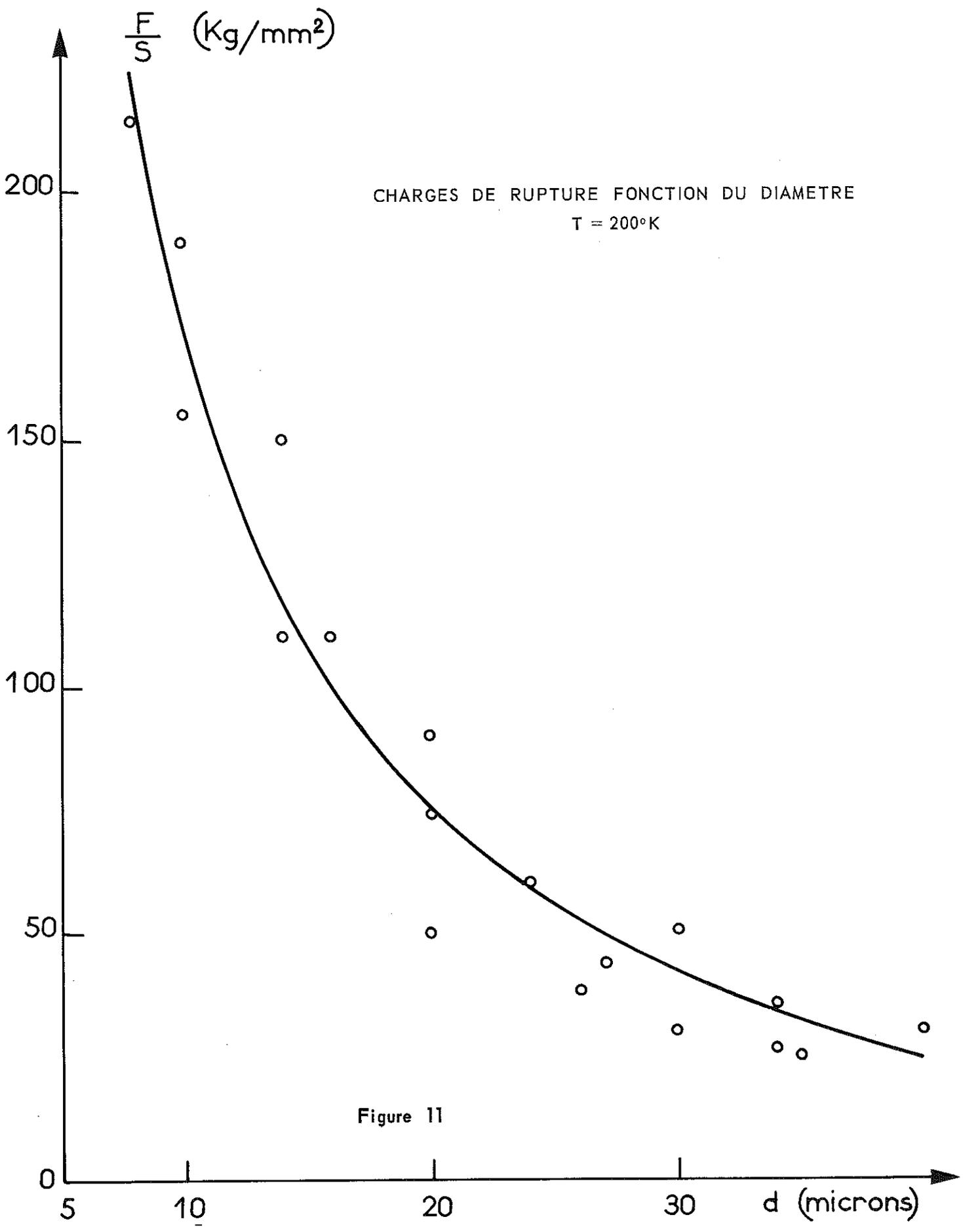


Figure 11

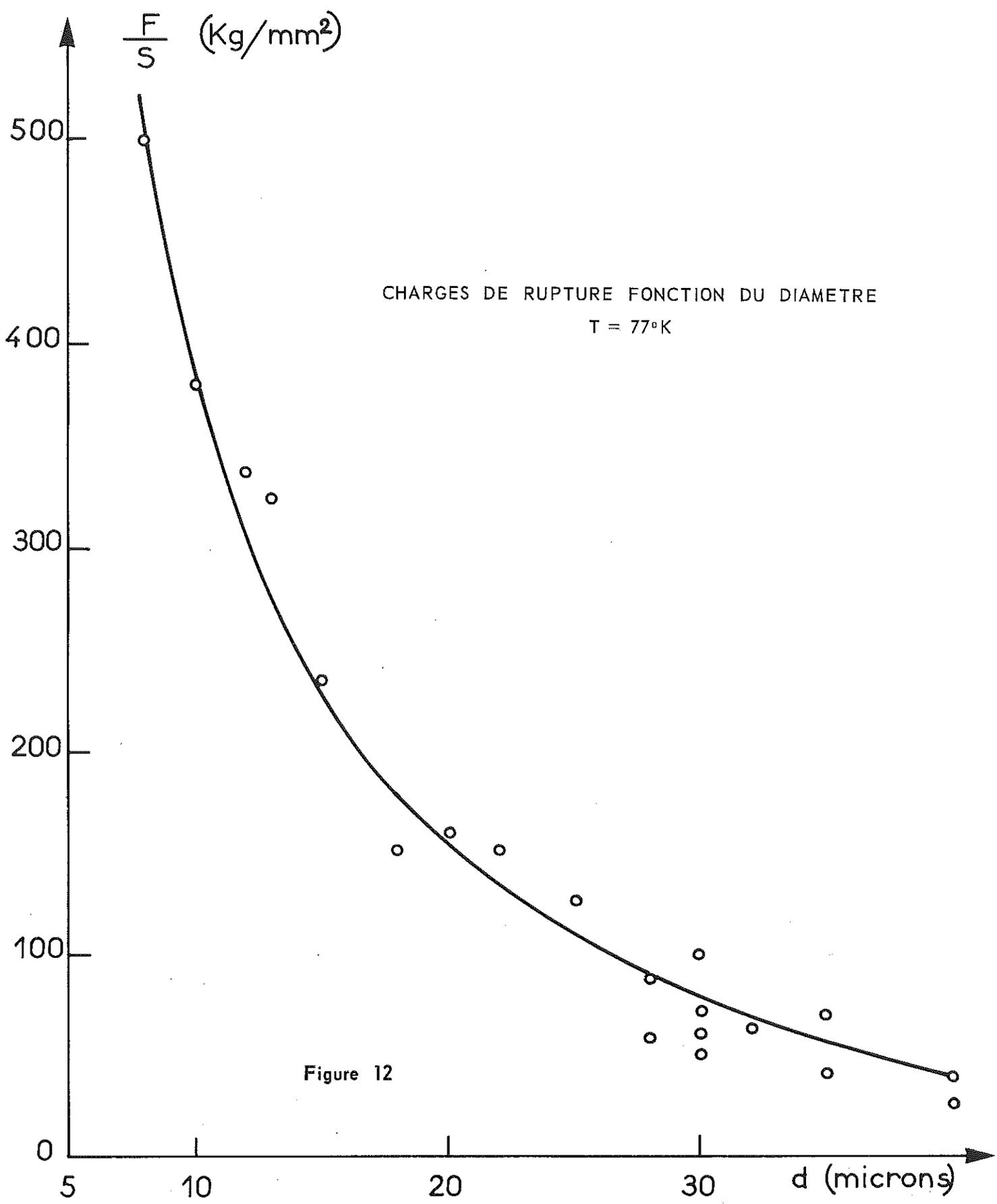


Figure 12

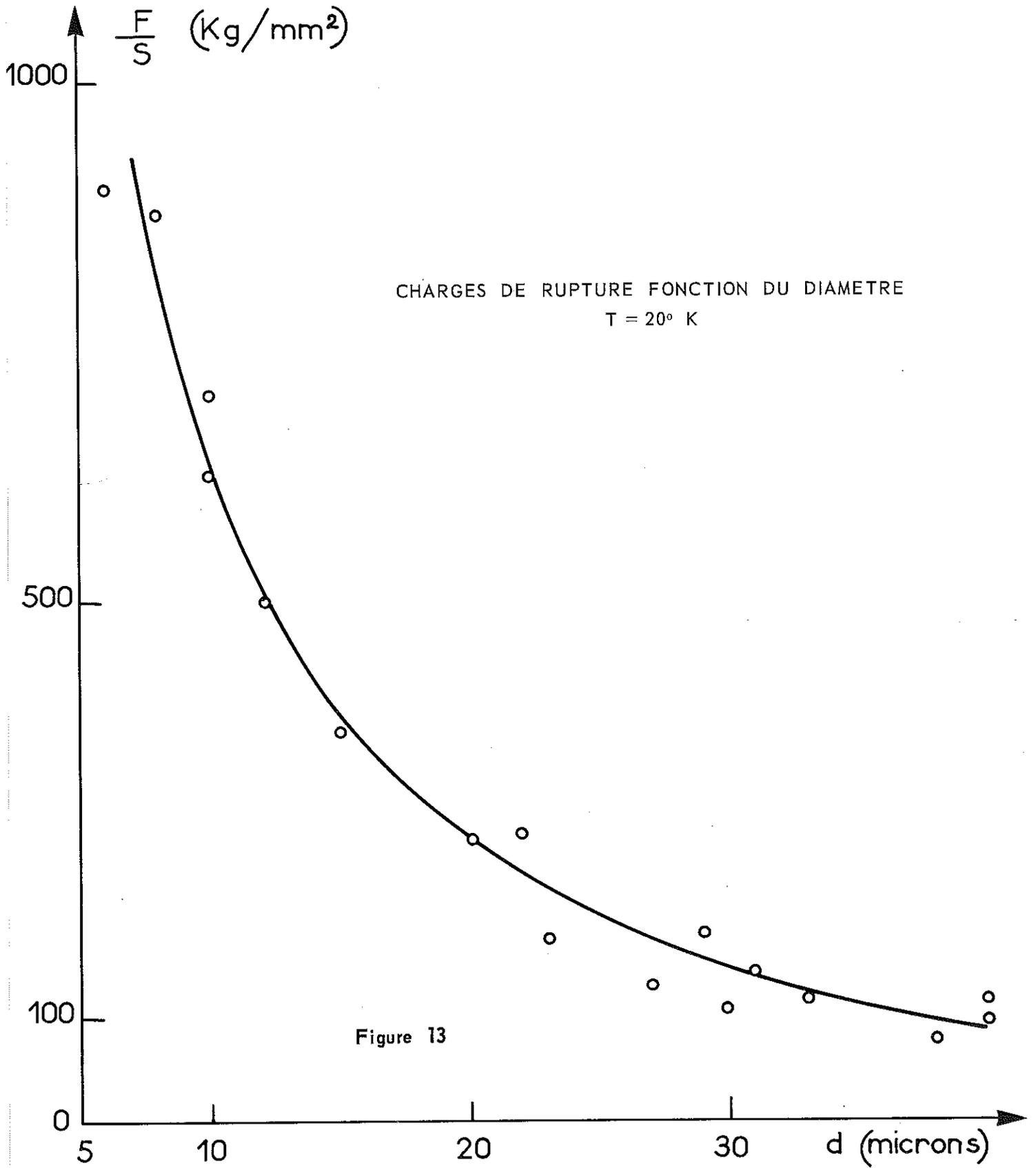


Figure 13

A partir de la limite élastique à 300°K et en supposant que nos échantillons sont suffisamment gros (diamètre > 6 microns) pour contenir un réseau de Franck tridimensionnel, nous pouvons évaluer grossièrement la taille  $\ell$  de ce réseau de Franck. En effet, la limite élastique mesurée à cette température correspond certainement à la tension nécessaire à l'activation de telles sources :

$$\sigma_c = \frac{\mu b}{\ell}$$

Pour un poil de 30 microns de diamètre,  $\sigma_c$  est de l'ordre de 3 kg/mm<sup>2</sup> et  $\mu$  moyen déduit des mesures en torsion, sensiblement égal à 3.000 kg/mm<sup>2</sup>;  $\ell$  serait alors peu différent de  $2,5 \cdot 10^{-5}$  cm, ce qui conduit à une densité de dislocations de 10<sup>9</sup> par cm<sup>2</sup>, ordre de grandeur raisonnable pour un cristal écroui<sup>(21)\*</sup>. Les valeurs de  $\frac{\sigma_c}{\mu} \sim 10^{-3}$  sont en accord avec les mesures antérieures en torsion<sup>(10)</sup>.

## b-variation avec la température

Sur la figure 14 nous avons reporté les valeurs moyennes des charges de rupture en fonction de l'inverse du diamètre; nous retrouvons comme d'autres auteurs<sup>(2) (3) (4)</sup>, à 300°K, une variation linéaire, mais, en effectuant nos mesures à plus basse température, nous avons observé que la pente de cette droite augmente très sensiblement lorsque la température décroît. Pour souligner ce rôle de la température nous avons reporté figure 15 la variation de la charge à la rupture en fonction de T pour quatre diamètres différents. Nous observons par exemple, que pour des échantillons de 8 microns, à 20°K, on approche de la valeur maximale observée sur les poils de fer les plus fins qui aient été étudiés ( $d \sim 1$  micron) soit 1.300 kg/mm<sup>2</sup> (2).

Cette figure 15 semble indiquer à priori un fort effet de taille sur la variation thermique de la charge de rupture. En réalité, si nous remarquons sur la figure 14, qu'aux erreurs d'expérience près, les quatre droites représentant l'effet du diamètre à quatre températures différentes, sont concourantes sur l'axe des abscisses, nous avons quel que soit le diamètre un rapport constant entre les charges de rupture à deux températures différentes T et T' :

$$\frac{(F/S)_T}{(F/S)_{T'}} = \text{Constante}$$

\* Afin d'essayer de vérifier ce nombre, nous avons étudié, au microscope électronique, par transmission, la fine lamelle obtenue par amincissement d'un poil écroui. Le cliché hors-texte n°2, montre le résultat. Nous précisons que cette photographie ne peut fournir aucune indication valable quant au nombre de dislocations présentes, ces dernières fuyant par agitation thermique sous le faisceau d'électrons, celui-ci pouvant même entraîner la fusion du fragment du poil.

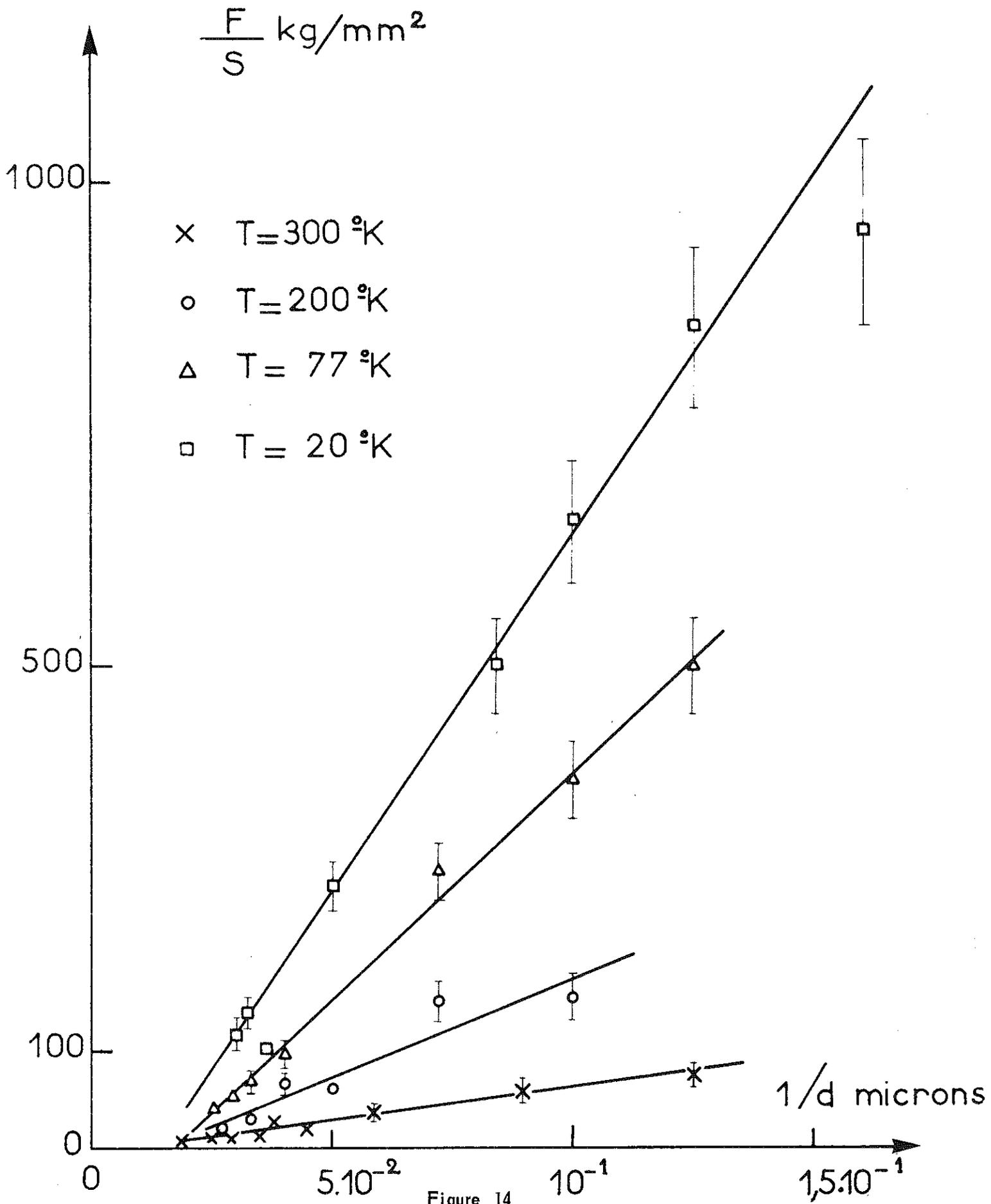


Figure 14

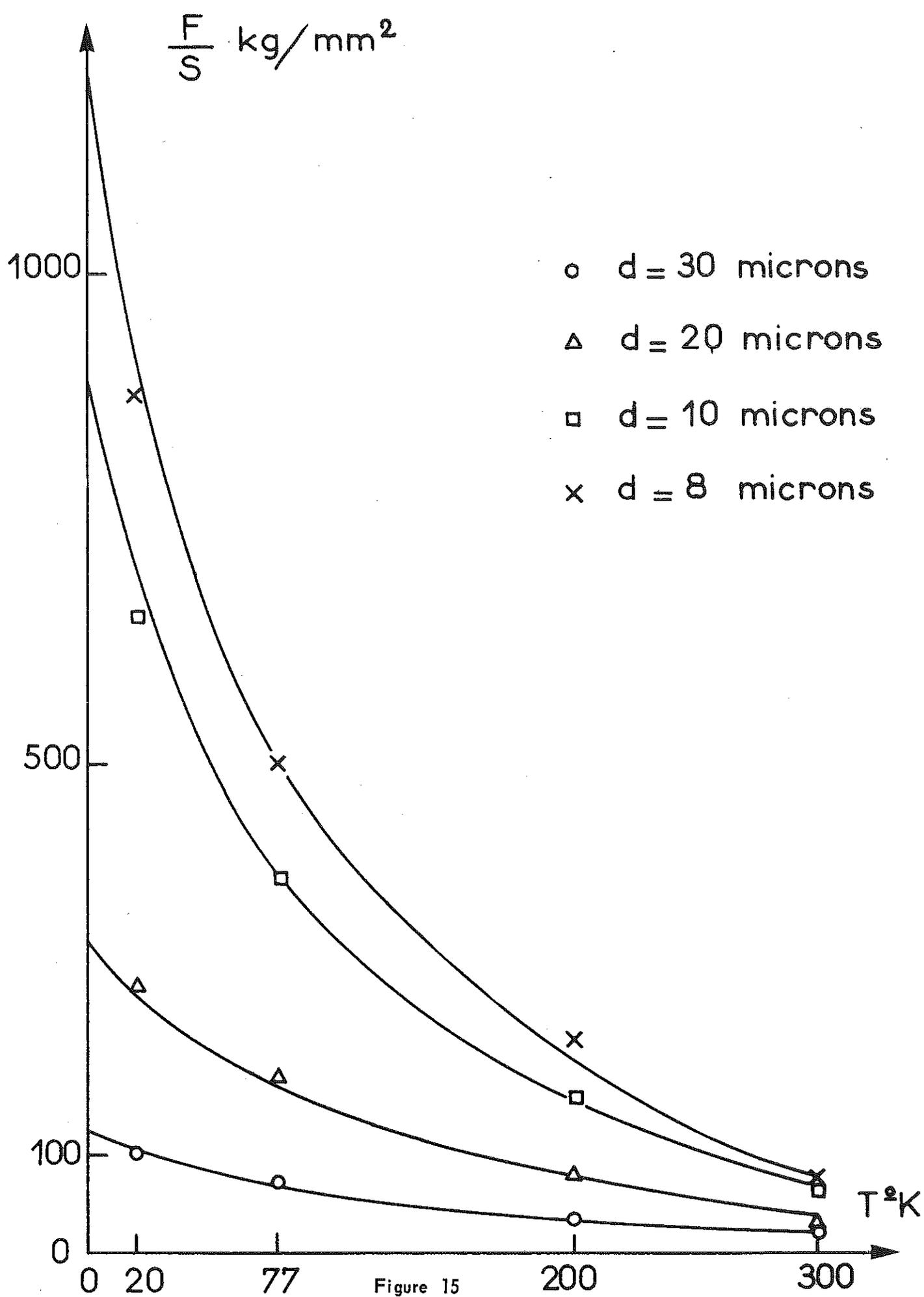


Figure 15

Comme vérification nous avons reporté figure 16 la courbe des charges réduites  $\frac{F/S}{(F/S)_0} = f(T)$  où  $(F/S)_0$  est la charge à la rupture à 0°K obtenue par extrapolation de la courbe expérimentale  $\frac{F}{S}(T)$ . Cette courbe est représentative du comportement moyen de tous nos échantillons; elle est identique entre autre à celle déduite du travail expérimental de McAdams et Mebs<sup>(24)</sup> sur le fer pur massif.

On est ainsi conduit à penser que la tension de cisaillement à la rupture  $\sigma_r$  serait donnée par l'équation :

$$\sigma_r = \varphi(d) \cdot \psi(T)$$

où  $\varphi(d)$ , caractérisant l'effet de taille, (indépendant de la température), est de la forme  $a + \frac{b}{d}$ , et  $\psi(T)$  donnant la variation thermique est la même fonction pour tous nos échantillons.

## c-interprétation des résultats

Pour expliquer cette variation thermique importante de la charge de rupture nous pouvons considérer tout d'abord l'influence des forces de Peierls-Nabarro<sup>(25)</sup> : la variation qui en résulterait est d'une forme différente de celle que l'on trouve expérimentalement. On peut également prévoir un durcissement lorsque la température décroît, en supposant un mécanisme de dislocations mobiles ayant à couper à travers la forêt de dislocations fixes constituant le réseau de Franck, avec formation de crans<sup>(25)</sup> : le durcissement correspondant, relativement faible, de l'ordre de 20 %, n'explique pas nos résultats expérimentaux. Nous avons pensé alors au rôle joué par les impuretés.

Il était généralement admis depuis le travail de Cottrell et Bilby (1949)<sup>(26)</sup> que la limite élastique supérieure dans le fer était due aux dislocations se détachant des atomes d'impuretés, principalement carbone et azote, qui les retenaient. La forte variation thermique de la tension critique est alors causée par la nécessité d'une activation thermique pour décrocher les dislocations de leur nuage<sup>(22)</sup>. Plus récemment, des travaux de Conrad et Schoek<sup>(27)</sup> notamment, vérifièrent que la limite élastique et la force nécessaire à l'écoulement plastique (donc la charge de rupture) variaient de la même manière avec la température. Ces résultats amenèrent Mordike et Haasen<sup>(28)</sup>, Friedel<sup>(25)</sup>, en particulier, à penser que le mécanisme de "décrochage" des dislocations de leur nuage et le mouvement des dislocations libérées sont contrôlés par le même processus d'activation thermique. L'équation de base utilisée dans des essais de traction à vitesse constante serait de la forme<sup>(28)</sup> (29)

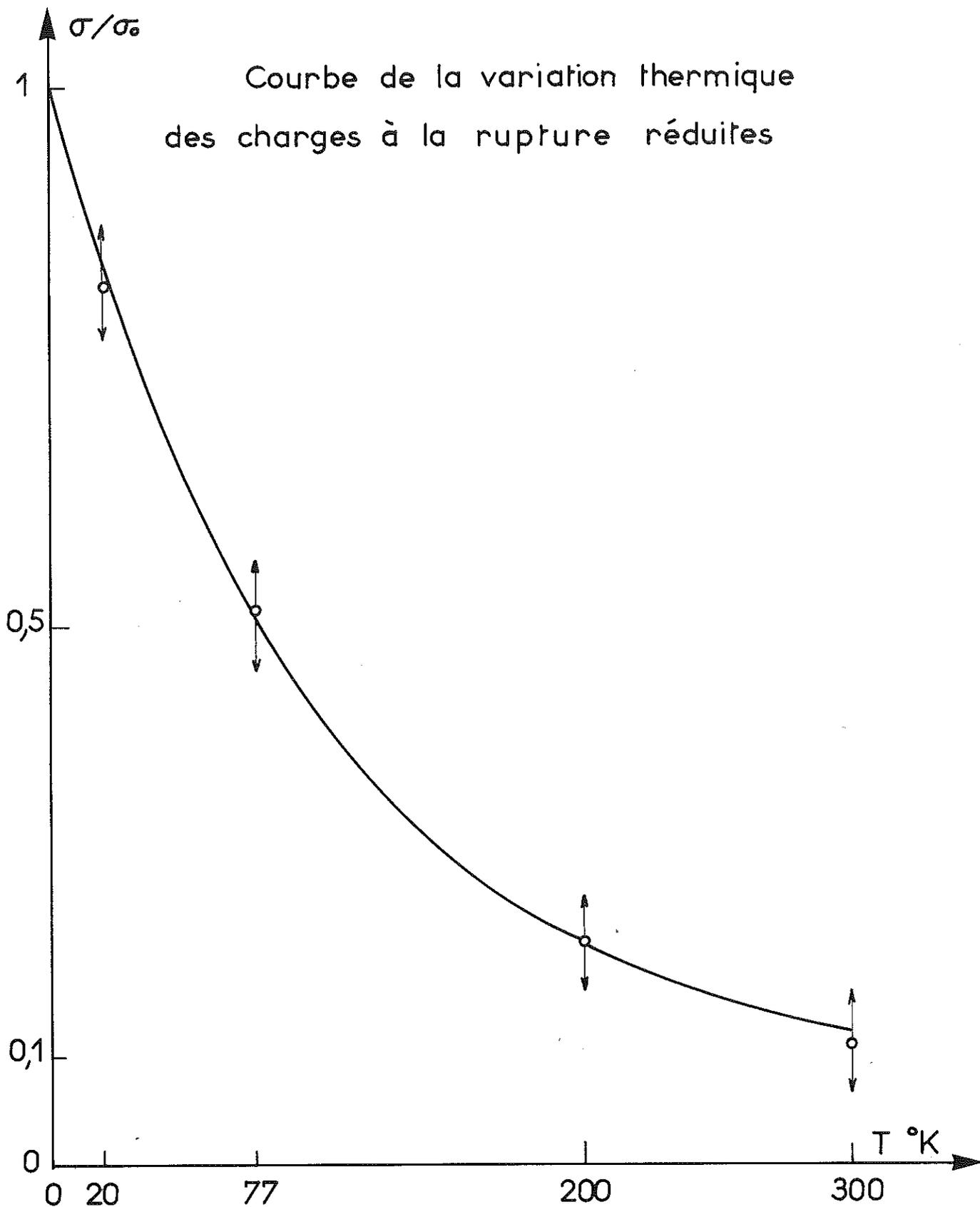


Figure 16

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp \left\{ - \frac{U(\sigma^*)}{kT} \right\} \quad (11-3)$$

$\dot{\epsilon}$  étant la vitesse de déformation,  $\dot{\epsilon}_0$  une constante égale à  $M.A.b.v$  où  $M$  est la densité de points d'activation par  $cm^2$ ,  $A$  la surface balayée par une boucle dans un saut,  $b$  le vecteur de Burgers,  $v$  la fréquence de sauts et  $U(\sigma^*)$  l'énergie d'activation de la forme  $U_0(\sigma^*) = U_0 - v\sigma^*$  où  $v$  est le volume d'activation, de la forme  $v = v_0(1 - \alpha\sigma^*)$ .

$\sigma^*$  est la composante thermique de la tension critique :

$$\sigma^* = \sigma - \sigma_i$$

$\sigma_i$  ne dépendant de la température que par l'intermédiaire des constantes élastiques: c'est en réalité la tension à la limite élastique au-dessus de 300°K pour le fer (28). L'équation (11-3) très générale est celle-là même qui doit être utilisée dans l'interprétation des courbes de fluage, avec une valeur identique du volume et de l'énergie d'activation.

## d-modèle de Cottrell et Bilby

A titre de curiosité et bien que ce modèle soit aujourd'hui dépassé pour les raisons signalées en C, nous avons comparé nos courbes expérimentales à celles que l'on peut déduire du modèle de Cottrell et Bilby. Sur la figure 16 en particulier sont reportés les points expérimentaux et la courbe théorique de  $\sigma/\sigma_0$  en fonction de  $T$ .

## e-emploi d'une équation d'Arrhenius pour l'écoulement plastique

Si l'on considère l'écoulement plastique comme un phénomène activé thermiquement nous devons avoir la relation (27) (28) (29).

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp \left\{ - U(\sigma^*) / kT \right\}$$

Si, après avoir pris une température de référence  $T_1$  (ici 200°K) nous appelons  $\Delta\sigma$  la différence de la charge à la rupture entre 200°K et la température  $T = 200^\circ K + \Delta T$  considérée, un calcul de B.L. Mordike et P. Haasen (28) conduit à l'équation :

$$\frac{1}{\Delta\sigma} = \frac{v_0 - 2\alpha U_0 + 2\alpha k T_1 \text{Log } \dot{\epsilon}_0 / \dot{\epsilon}^0}{(k \text{Log } \dot{\epsilon}_0 / \dot{\epsilon}^0) \Delta T} - \alpha \quad (11-5)$$

$v_0$ ,  $\alpha$ ,  $U_0$ ,  $\epsilon^0$ ,  $\epsilon^0_{\sigma}$  étant définis paragraphe C.

Pour une vitesse de déformation donnée  $\epsilon^0$ , ce modèle conduit donc à une variation linéaire de  $\frac{1}{\Delta \sigma}$  en fonction de  $\frac{1}{\Delta T}$ . Ce résultat est vérifié sur la

figure 17 pour quatre échantillons de diamètres différents.

Les points représentatifs de nos courbes de traction étant des points d'équilibre atteints après un certain temps nous pouvons considérer la vitesse de déformation comme infiniment petite. Dans ce cas l'équation (11-5) se réduit à :

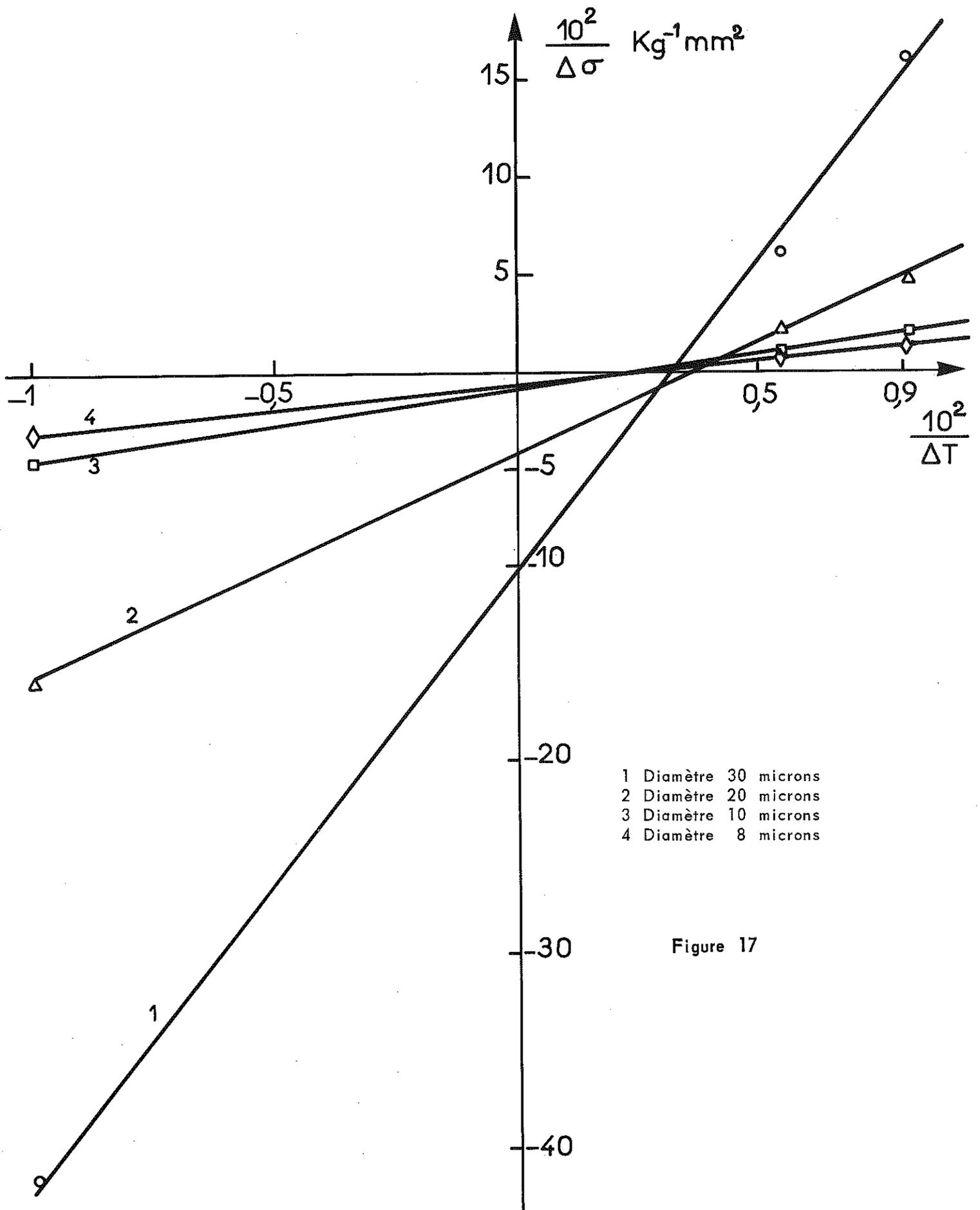
$$\frac{1}{\Delta \sigma} = \frac{2 \alpha T_1}{\Delta T} - \alpha \quad (11-6)$$

$\alpha$  est déterminé par l'ordonnée à l'origine des droites de la figure 17 et peut être également déduit de la pente de ces droites. L'accord entre les deux valeurs ainsi calculées est très satisfaisant.

## f-discussion

L'équation générale 11-3 exprimant l'activation thermique de l'écoulement plastique semble vérifiée. Malheureusement, le montage utilisé ne nous a pas permis de faire varier la vitesse de déformation et ainsi de mesurer les divers paramètres afin de les comparer à ceux déduits des expériences de fluage. Dans l'hypothèse de la complète validité de l'équation 11-5 nous devrions mesurer un volume d'activation analogue à celui déduit des mesures de fluage, à savoir  $v_0 \sim 10^2 b^3 = b^2 \ell_0$  ou  $\ell_0$  est la distance entre les obstacles que rencontrent les dislocations. Cette distance serait alors de l'ordre de  $2,5 \cdot 10^{-6}$  cm. Si l'on suppose une densité de dislocations de l'ordre de  $10^9$  cm<sup>-2</sup> formant un réseau, la distance entre les points d'ancrage de la forêt serait de l'ordre de  $10^{-5}$  cm, donc plus grande.

Il faut alors penser à d'autres obstacles tels des crans sur des dislocations vis ou encore des atomes d'impuretés constituant des nuages non saturés. Ces conclusions sont d'ailleurs analogues à celles de Mordike et Haasen travaillant sur des monocristaux de fer <sup>(28)</sup>. Le rôle des impuretés a déjà été mis en évidence par des mesures de frottement interne <sup>(30)</sup> et par d'autres auteurs sur le fer massif <sup>(26) (31)</sup>.



- 1 Diamètre 30 microns
- 2 Diamètre 20 microns
- 3 Diamètre 10 microns
- 4 Diamètre 8 microns

Figure 17

# 3 VARIATION DU MODULE D'YOUNG

## a-influence du diamètre

Le module d'Young  $E$ , calculé à partir de la pente de la droite élastique des courbes force-déformation, varie de  $1.000 \text{ kg/mm}^2$  à  $14.000 \text{ kg/mm}^2$  lorsque le diamètre des échantillons passe de 40 microns à 6 microns, comme on peut le voir sur la figure 18. Plusieurs poils testés en torsion ont montré des valeurs du module de rigidité en accord avec les mesures antérieures de R. Conte <sup>(10)</sup> pour des dimensions identiques, soit  $3.000$  à  $4.000 \text{ kg/mm}^2$  pour des échantillons de 30 microns. Le module d'Young suivant l'axe [100] déduit des constantes élastiques pour le fer, est de  $13.200 \text{ kg/mm}^2$  <sup>(23)</sup>, en bon accord avec les mesures relatives aux poils les plus fins. L'abaissement important du module lorsque le diamètre croît ne peut s'expliquer par l'erreur commise dans les mesures, estimée à 15 %. Le montage et en particulier la colle ne peuvent être mis en cause après les mesures préliminaires effectuées sur des fils de tungstène et de fer. Nous ne pensons pas non plus qu'il faille incriminer l'irrégularité de la section et les défauts de croissance, les échantillons étant choisis avec soin et vérifiés au microscope métallographique. On peut alors supposer que les poils d'un diamètre supérieur à une dizaine de microns contiennent des lignes de dislocations ancrées à leur extrémités par des impuretés ou par d'autres dislocations, qui se courbent d'une manière réversible sous l'action de la tension appliquée. La déformation correspondante  $d\epsilon$  disparaît lorsque cette tension s'annule, la dislocation revenant à sa position initiale;  $d\epsilon$  est donc une déformation élastique qui réduit le module apparent de  $dE$  tel que :

$$\sigma = (E + dE) (\epsilon + d\epsilon)$$

L'abaissement du module dû à la présence des dislocations a été étudié par divers auteurs <sup>(32)</sup> <sup>(33)</sup>. Dans le cas où les lignes de dislocations constituent les côtés de la maille du réseau de Franck, l'ordre de grandeur de l'anomalie est :

$$\frac{dE}{E} \sim \frac{1}{6} \text{ à } \frac{1}{20}$$

suivant que les lignes ancrées à leurs extrémités peuvent ou non monter hors du plan de glissement sous l'action de  $\sigma$ . Ceci n'explique pas le désaccord important observé expérimentalement, à moins de considérer le cas d'une polygonisation fine ou "structure mosaïque" <sup>(25)</sup>.

Nous précisons cependant que nous n'avons jamais observé de cycles fermés lors d'une charge suivie d'une décharge dans la région élastique, comme l'ont fait N. Brown et R.A. Ekvall sur le fer <sup>(34)</sup> mettant ainsi en évidence ce mouvement réversible des dislocations.

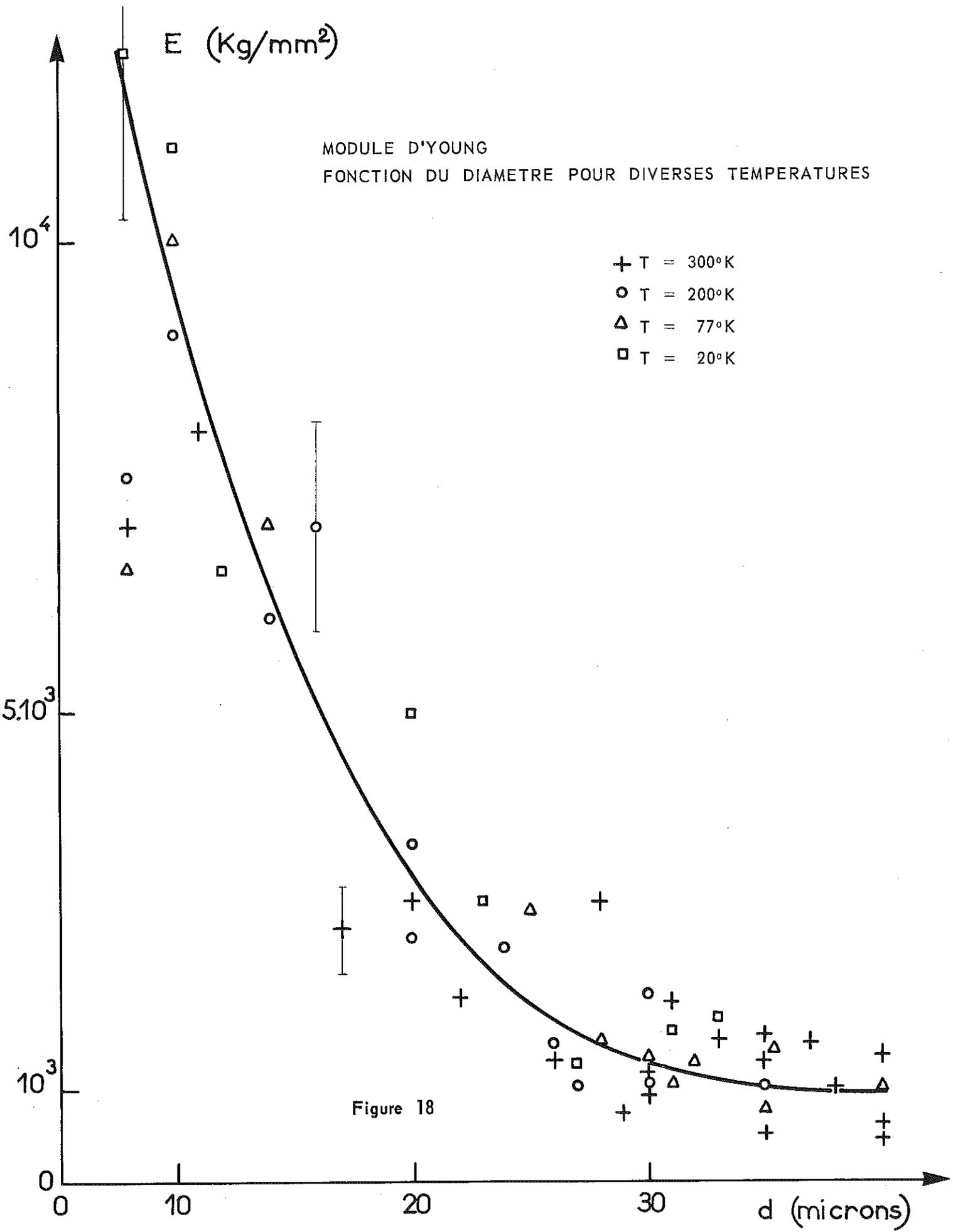


Figure 18

## b-influence de la température

Sur la figure 18 sont reportées des valeurs de  $E$  correspondant à diverses températures de mesure. Malgré la dispersion des points on peut conclure que le module d'Young ne dépend pas de la température d'une manière appréciable.

## c-influence de l'érouissage

Lors d'une diminution de la charge, et quel que soit le degré d'érouissage, la partie correspondante du cycle est une droite parallèle à la droite élastique initiale : le module paraît donc indépendant de l'érouissage.

# 4 EFFETS D'UN AMINCISSEMENT

## a-technique expérimentale

Afin d'essayer d'éclaircir le rôle joué par la grosseur de nos échantillons, et éventuellement d'étudier l'influence de l'état de surface, nous avons procédé à un amincissement des poils par polissage électrolytique. La solution employée était : 10 % d'acide perchlorique, 10 % d'éther monobutylique de l'éthylène glycol et 80 % d'alcool éthylique. La rapidité du polissage était telle que l'opération durait quelques secondes seulement. Les dimensions des échantillons étaient soigneusement repérées avant et après polissage. Il est apparu qu'il était impossible d'éliminer exclusivement une mince pellicule, ce qui aurait permis d'explicitier l'effet de l'état de surface; néanmoins nous avons pu faire varier cet état de surface par une oxydation après polissage.

## b-résultats

Les résultats les plus remarquables à notre avis sont ceux relatifs aux mesures du module d'élasticité, résumées dans le tableau suivant illustré par les figures 19 et 20.

Diamètre initial microns	Diamètre final microns	$E$ après polissage $\text{kg/mm}^2 \pm 15\%$	$E$ moyen correspondant au diamètre initial et à l'état usuel
30	27	3.800	1.200
30	20	5.000	1.200
30	11	14.000	1.200
20	17	8.000	3.000
20	15	10.000	3.000
35	25	6.500	1.000
40	24	6.000	900

INFLUENCE DE L'AMINCISSEMENT  
SUR ECHANTILLONS DE 30 MICRONS

T = 77° K

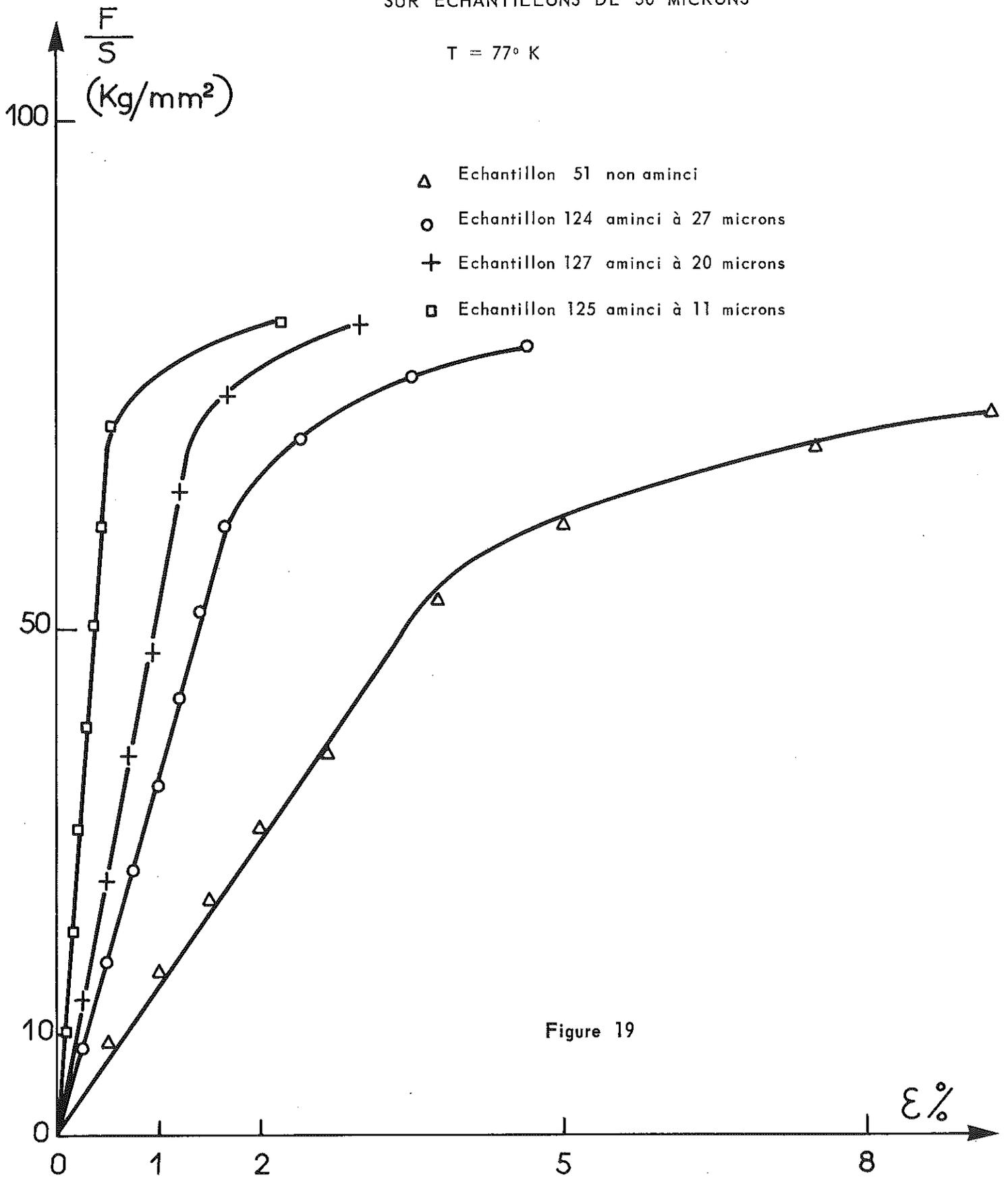


Figure 19

$\frac{F}{S}$  (Kg/mm<sup>2</sup>)

INFLUENCE DE L'AMINCISSEMENT  
SUR ECHANTILLONS DE 20 MICRONS

T = 77° K

- Echantillon 122 non aminci
- Echantillon 131 aminci à 17 microns
- △ Echantillon 130 aminci à 15 microns

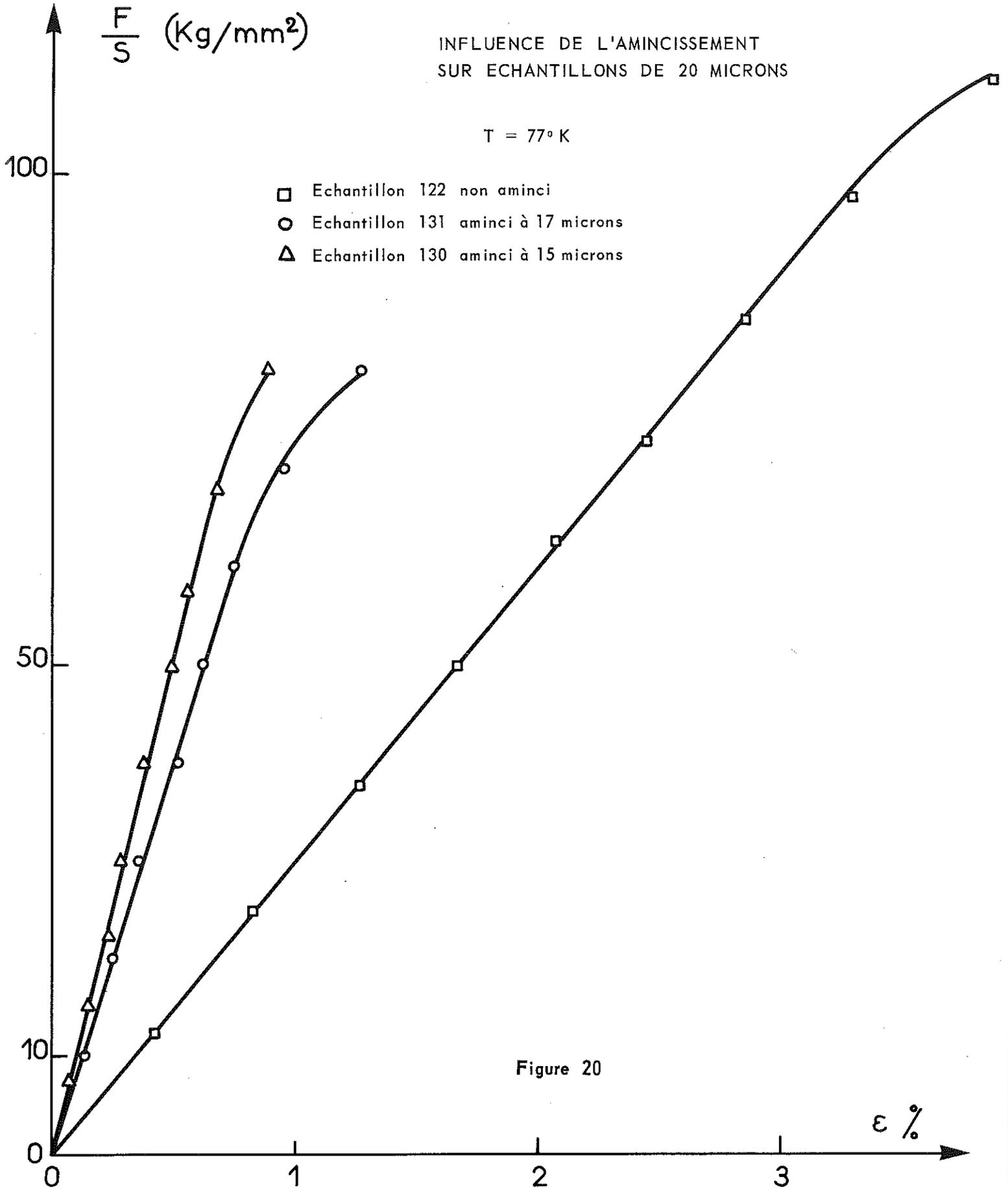


Figure 20

Les charges de rupture des échantillons amincis, rapportées à la section après amincissement, varient entre 10 et 20 kg/mm<sup>2</sup> à 300°K, et sont apparemment indépendantes du diamètre final pour une gamme de ce dernier comprise entre 11 et 27 microns. De la même manière à 77°K, pour le même éventail de diamètres, les charges se situent aux alentours de 100 kg/mm<sup>2</sup>. Il apparaît ainsi que les charges de rupture des échantillons amincis ne dépendent pas sensiblement du diamètre et tendent toutes vers une même valeur correspondant en gros à celles des échantillons de 30 microns non traités, ceci à 300 et 77°K.

## c-effets d'oxydation de la surface après polissage

La figure 21 donne pour deux échantillons la courbe de traction obtenue quelques heures après polissage, puis celle que l'on obtient après trois jours d'oxydation à l'air saturé d'humidité (la couche d'oxyde, apparente, donnait une belle couleur rouille). Si l'influence de l'oxydation n'apparaît pas sur la pente de la droite élastique, par contre la charge de rupture paraît dépendre très sensiblement de l'état de surface.

## d-commentaire des résultats

Il apparaît que le fait d'enlever une couche périphérique à nos échantillons augmente le module jusqu'à la valeur prévue à partir des constantes élastiques (13 200 kg/mm<sup>2</sup>), faisant ainsi disparaître l'anomalie. L'explication la plus simple serait que " les gros whiskers, qui apparemment résultent d'une croissance radiale à partir d'un poil parfait, peuvent être considérés comme un monocristal très fin, parfait, entouré d'un tube de matériau plus faible" <sup>(35)</sup>. Cette explication pourrait aussi donner une raison de la dépendance de la "force" des poils avec les dimensions. Plusieurs auteurs <sup>(36) (37)</sup> ont essayé de voir cette "structure du cœur et de l'écorce" par l'étude de la section au microscope électronique ou métallographique. Nous avons pour notre part, essayé de faire des clichés plus convaincants que ceux de ces auteurs, malheureusement nous n'avons pu encore visualiser à l'heure actuelle l'hypothèse avancée. Nous pensons qu'il serait plus probable que "l'écorce" soit constituée d'un matériau contenant un plus grand nombre de dislocations que la partie interne. Un autre effet important de l'amincissement est de faire disparaître l'effet de taille sur la charge de rupture; ceci a été vérifié à 300 et 77°K. Il faudrait alors admettre que la variation de la charge à la rupture avec le diamètre pour une température donnée provient de la surface ou tout au moins de la zone située à la périphérie de l'échantillon.

L'effet de la couche d'oxyde augmentant la charge de rupture peut s'expliquer par la difficulté plus grande qu'éprouvent les dislocations à sortir du cristal, ou encore par le blocage des sources qui peuvent rester au voisinage de la surface <sup>(38)</sup>.

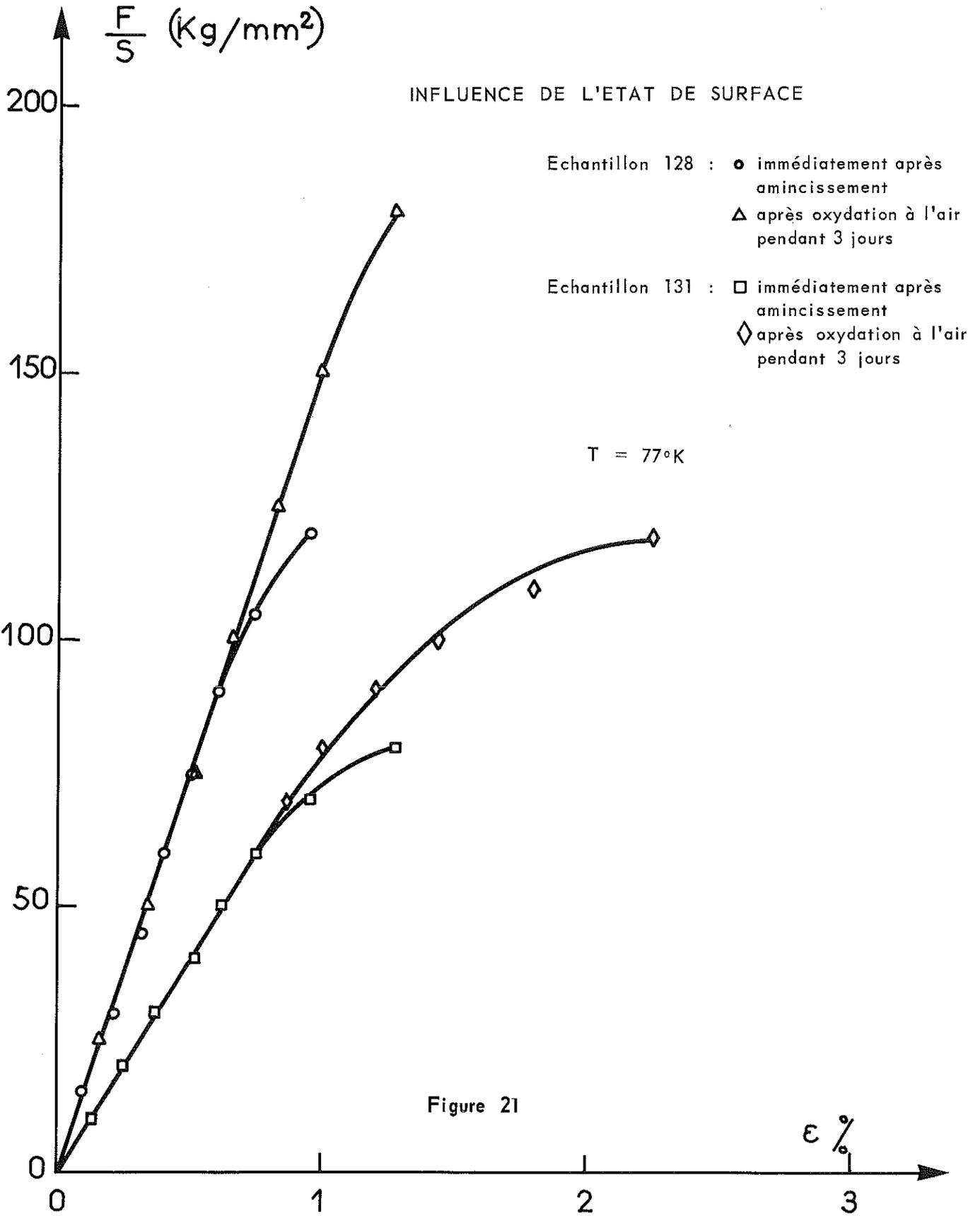


Figure 21

## 5 EFFETS D'UN RECUIT A 500 ° C SOUS VIDE

Après avoir été recueillis dans leur nacelle sans écrouissage préalable, une dizaine d'échantillons ont été recuits à 500°C sous  $10^{-3}$  mm Hg pendant une heure. Ces poils ont été testés à 300 et 77°K.

Les modules élastiques et les charges à la rupture sont sensiblement identiques à ceux des poils normaux. Par contre le domaine élastique paraît légèrement diminuer alors que la déformation plastique à la rupture est plus importante :  $1,5 \cdot 10^{-1}$  à température ambiante au lieu de  $4 \cdot 10^{-2}$ . Il apparaît que la variation thermique de la charge de rupture reste la même.

L'effet d'un recuit doit être lié au mouvement des dislocations mobiles pré-existantes dans l'échantillon et à la possibilité pour certaines de s'annihiler entre elles, rendant ainsi plus facile le mouvement des dislocations créées lors d'un écrouissage postérieur à ce recuit.

## 6 ETUDE D'ECHANTILLONS IRRADIES a-défauts créés

Une trentaine d'échantillons ont été soumis à une irradiation de  $1,8 \cdot 10^{18}$  neutrons rapides par  $\text{cm}^2$ , à température de l'azote liquide, dans la pile Mélusine du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble. Les défauts résultant d'une telle irradiation sont de différentes formes :

a) Des lacunes, créées par collision de particules énergétiques avec les atomes du réseau; l'énergie transférée dans ces collisions est généralement suffisante pour donner lieu à une cascade de collisions secondaires donnant naissance à d'autres lacunes.

b) Des interstitiels, lorsque les atomes déplacés de leur position d'équilibre sont bloqués en positions interstitielles; il se forme autant d'interstitiels que de lacunes.

c) Des atomes d'impuretés formés par transmutation.

d) Des petits morceaux de matériau ayant recristallisé après échauffement local occasionné par exemple par une particule de grande énergie se mouvant à travers le réseau (spikes).

Dans le fer les impuretés produites par irradiation paraissent être en proportion négligeable <sup>(39)</sup>. Le phénomène le plus important est le nombre d'atomes déplacés, donc de lacunes créées par unité de volume. Ce nombre  $N_D$  peut être estimé par la relation <sup>(40)</sup> :

$$N_D = \Phi t n_o \sigma_o \nu$$

avec  $\Phi t$  : flux intégré de neutrons rapides

$n_o$  : nombre d'atomes par  $\text{cm}^3$  dans le matériau.

$\sigma_o$  : section efficace en barns

$\nu$  : nombre moyen d'atomes déplacés par atome primaire expulsé.

La section efficace a été prise égale à 2,2 barns, valeur qui convient si l'on suppose que la presque totalité des neutrons rapides incidents a une énergie inférieure à 7 Mev <sup>(41)</sup>. Pour le fer le nombre d'atomes déplacés  $\nu$  est environ de 390 d'après le modèle de Kinchin et Pease <sup>(40)</sup>.

Dans notre cas il vient :

$$\frac{N_D}{n_o} = 1550 \cdot 10^{-6} = 1550 \text{ ppm}$$

Compte tenu d'une densité de 7,8 et d'une masse atomique de 56 pour le fer:

$$N_D = 12 \cdot 10^{19} \text{ lacunes et autant d'interstitiels par cm}^3.$$

Des mesures de résistivité <sup>(39)</sup> semblent indiquer qu'il reste 15 % des défauts ponctuels introduits, après un recuit à température ambiante. Le nombre des défauts restants peut donc être estimé de l'ordre de  $1,8 \cdot 10^{19}$  par  $\text{cm}^3$ , soit environ 230 ppm.

## b-résultats expérimentaux

Ces échantillons ont été étudiés deux mois environ après irradiation, afin d'attendre la désactivation du petit container d'aluminium qui avait servi à les introduire dans la pile. La figure 22 montre que leur module d'Young ne diffère pas d'une manière apparente de celui des échantillons vierges : nous retrouvons des valeurs analogues pour un même diamètre et une variation identique en fonction du diamètre. L'effet de la température sur la valeur de ce module est également nul.

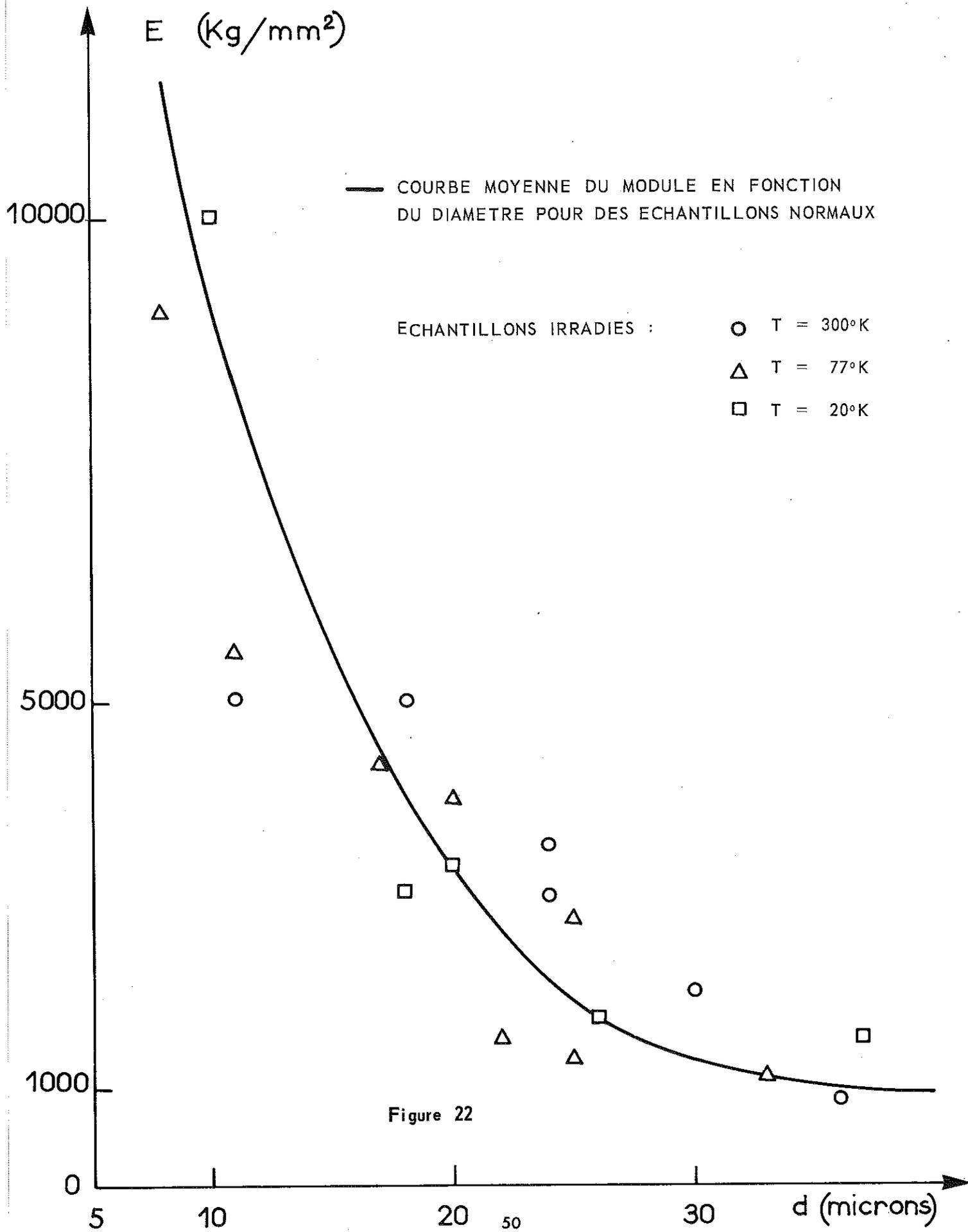


Figure 22

La limite élastique et surtout la charge à la rupture à 300°K et pour un diamètre donne diminuent après irradiation, surtout pour les poils les plus fins. Cet affaiblissement est beaucoup plus marqué à basse température comme on peut le voir sur la figure 23. Nous avons à nouveau calculé à chaque température la charge à la rupture réduite  $\frac{\sigma}{\sigma_0}$  et nous avons constaté que les points représentatifs de la courbe  $\frac{\sigma}{\sigma_0} = f(T)$  pour ces échantillons

étaient pratiquement les mêmes que pour les poils non irradiés. L'effet d'une irradiation n'affecte donc pas la fonction  $\psi(T)$  précédemment définie. Il apparaît alors que l'irradiation influe seulement sur l'effet de taille en la diminuant fortement (figure 23) \*

La plupart de ces résultats sont en désaccord complet avec ceux obtenus lors de mesures en torsion sur des échantillons identiques <sup>(10)</sup>, ils ne concordent pas non plus avec les résultats vérifiés par de nombreux auteurs <sup>(25) (40)</sup>. Afin de confirmer ces expériences nous avons procédé à une deuxième irradiation sur de nouveaux échantillons dont le comportement s'est avéré identique.

## 7 CONCLUSION RELATIVE A L'ETUDE STATIQUE

Il apparaît d'après nos mesures que la variation thermique de la charge à la rupture de tous nos échantillons est analogue à celle du fer massif (figure 16 analogue à celle de McAdams et Mebs cités par Cottrell <sup>(26)</sup>). Le modèle déjà ancien de Cottrell et Bilby ou une théorie plus récente basée sur la nécessité d'une activation thermique de l'écoulement plastique, conduisent à une représentation du phénomène en bon accord avec nos expériences. Les impuretés semblent jouer un rôle important quel que soit le modèle envisagé.

Pour une température donnée l'effet de taille variant comme  $1/d$ , c'est-à-dire comme le rapport surface/volume, important pour des petits échantillons, suggère que la surface extérieure ou tout au moins la périphérie des poils joue un rôle prépondérant.

Lors d'un amincissement la charge à la rupture est modifiée et tend rapidement vers une valeur pratiquement indépendante du taux d'amincissement, seule une oxydation de la surface peut à nouveau l'augmenter. Il semblerait que l'effet de taille pour la charge à la rupture est étroitement lié à l'état de surface ou tout au moins à l'état d'une mince couche périphérique. Par contre le module d'Young augmente avec le pourcentage d'amincissement jusqu'à une valeur limite correspondant à la valeur théorique. Dans ce dernier cas la zone responsable de l'anomalie du module se situerait donc sur une couronne périphérique d'une épaisseur plus importante (de l'ordre de 10 microns pour un poil de 30 microns).

\* Une diminution semblable de l'effet de taille par introduction d'inclusions dans des monocristaux de cuivre a été signalée par HUGHES et ses collaborateurs <sup>(42)</sup>, de la même manière une étude actuelle menée dans nos laboratoires sur des poils de fer contenant du cuivre comme inclusions conduit au même résultat. Ces faits non expliqués à notre connaissance, sont sans doute à rapprocher de nos observations après irradiation.

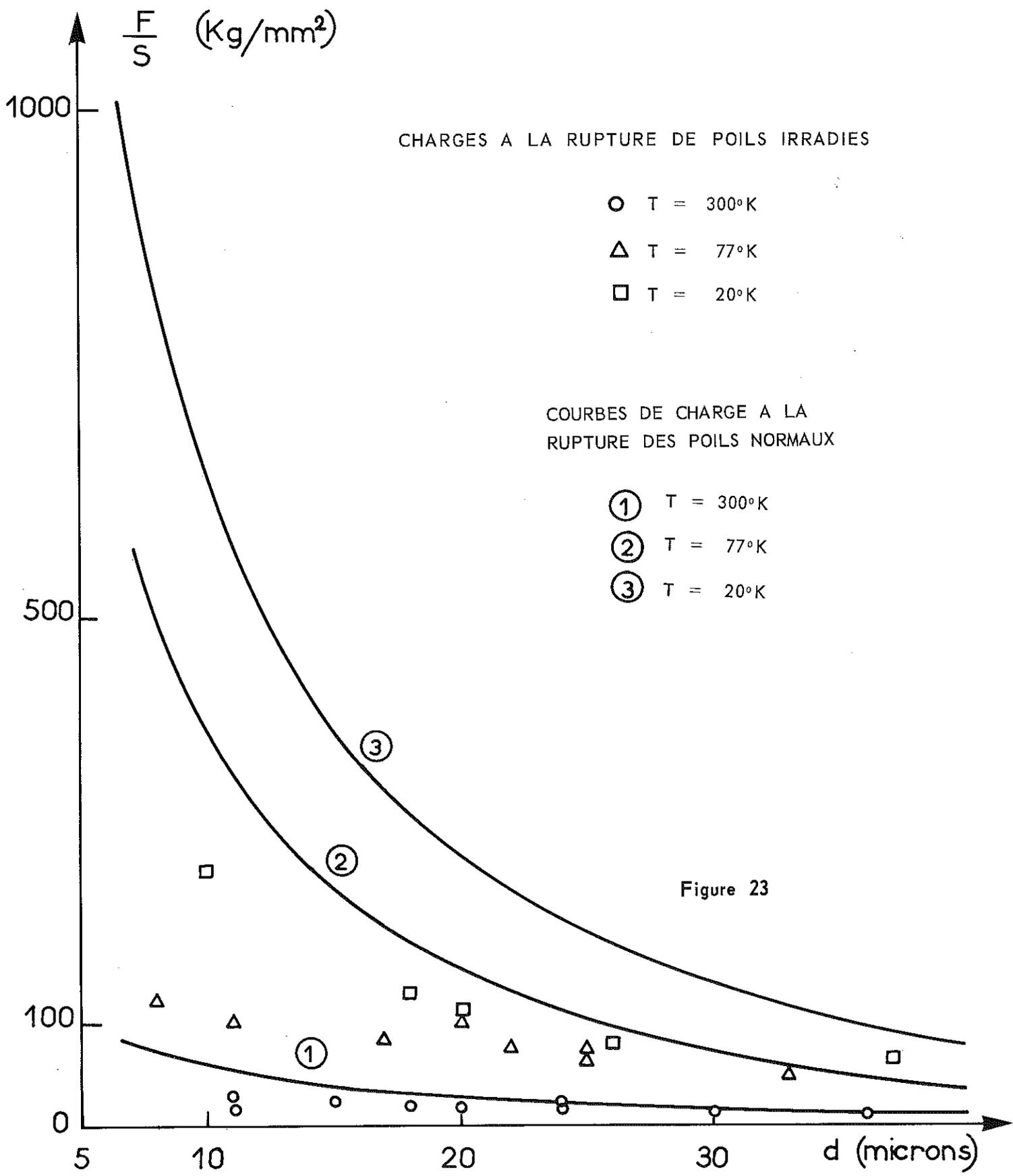


Figure 23

Ces résultats conduisent à un modèle structural de la forme "cœur et écorce", le premier étant constitué par un "bon" cristal d'un diamètre de quelques microns, la seconde par un "mauvais cristal" contenant une grande densité de défauts (structure lacunaire genre éponge, dislocations, impuretés...) et recouverte d'une mince couche d'oxyde.

Si cela était, il serait illusoire de vouloir rattacher ou comparer les caractéristiques mécaniques des gros poils à celles d'un monocristal macroscopique dont la structure serait différente.

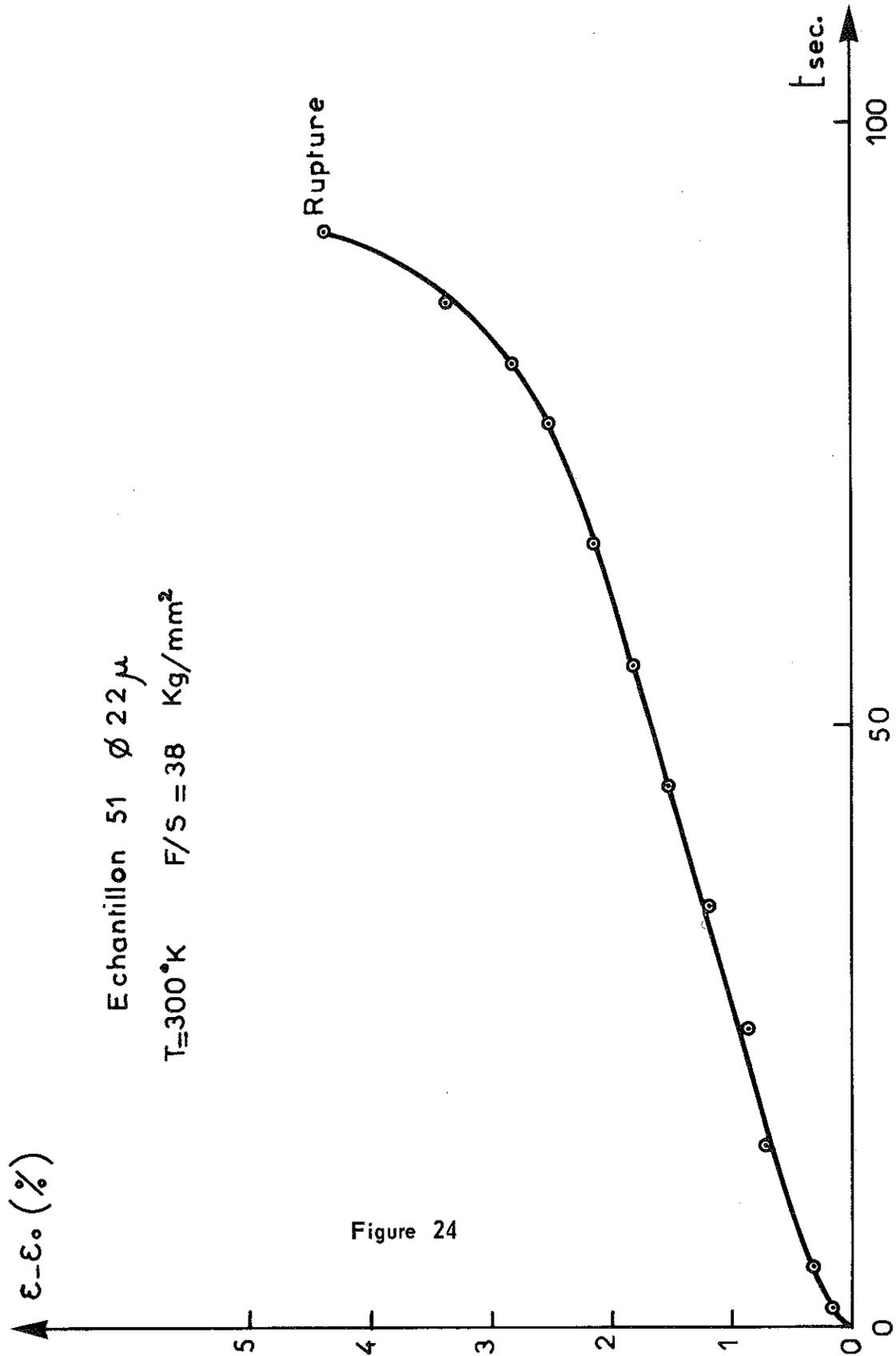


Figure 24

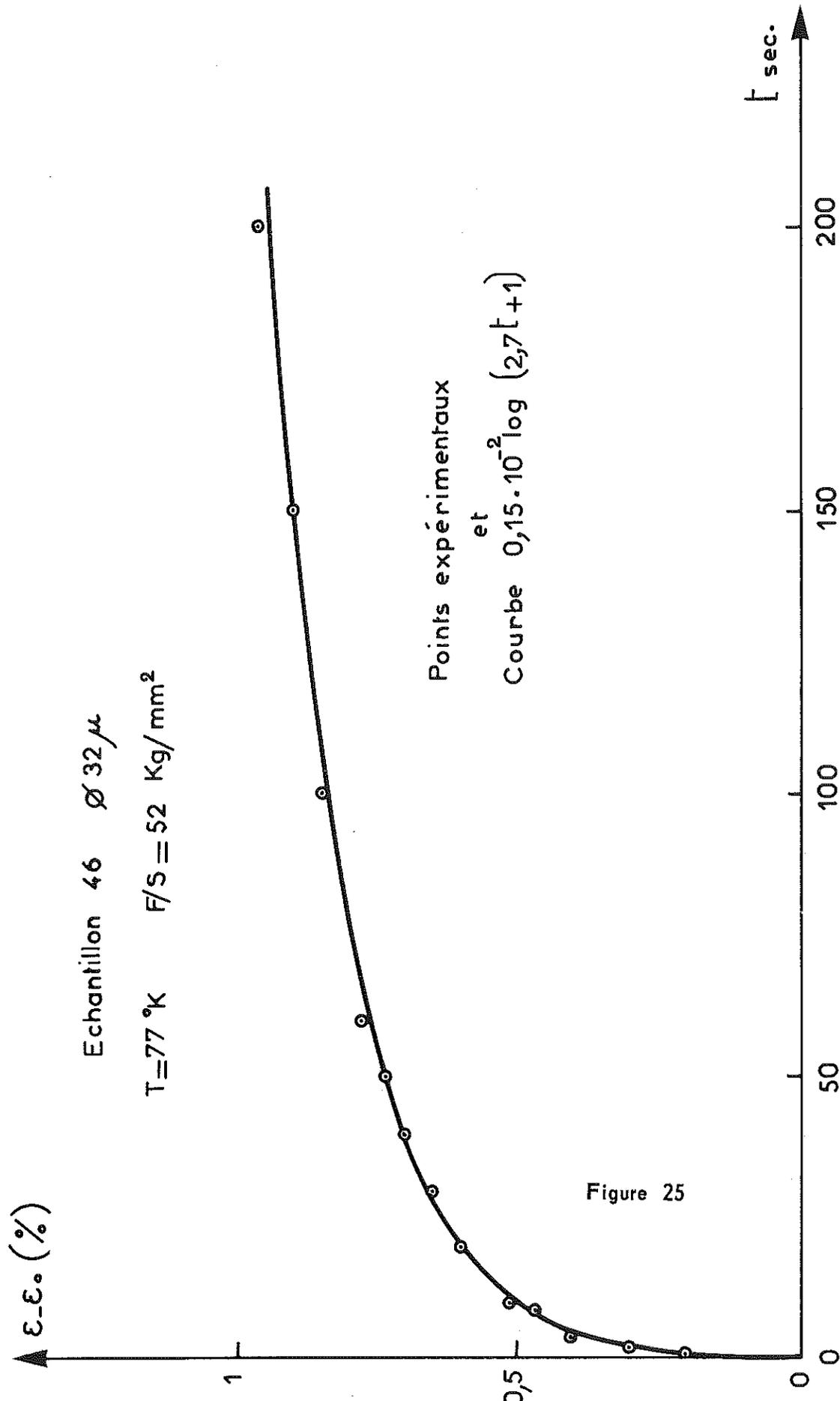


Figure 25

# ETUDE DYNAMIQUE: FLUAGE

## 1 DESCRIPTION

Dans la région élastique, à une augmentation  $\Delta F$  de la charge appliquée correspond un allongement  $\epsilon$  immédiat qui reste constant tant que la charge est maintenue. Par contre, dans la zone de déformation plastique, pour certains de nos échantillons, on constate que l'allongement consécutif à l'augmentation de la force croît au cours du temps (figure 24 et 25). Nous avons montré que sous certaines conditions, respectées ici, la charge appliquée demeure constante au cours de cette déformation; nous pouvons dès lors enregistrer des courbes correspondant à du fluage vrai. La courbe réelle représentative de cette déformation est déduite de la courbe enregistrée par la méthode précédemment présentée.

Nous avons étudié ce phénomène en fonction du diamètre des poils, de la température et de la charge appliquée.

## 2 INFLUENCE DU DIAMETRE

Parmi les nombreux échantillons étudiés, environ une centaine, nous avons remarqué que tous ceux d'un diamètre supérieur à une vingtaine de microns donnaient lieu à du fluage. Pour des diamètres inférieurs à cette valeur nous n'avons jamais observé d'allongement sous charge constante dans la gamme des températures utilisées.

## 3 INFLUENCE DE LA TEMPERATURE

A 300°K le fluage a l'allure caractéristique indiquée figure 24 : une période de fluage transitoire très courte (1 à 2 secondes), suivie de fluage linéaire ou quasi-visqueux et enfin une période de réaccélération conduisant à la rupture.

A 200°K le processus est identique, cependant la zone de fluage transitoire est plus prononcée (de l'ordre d'une dizaine de secondes).

A 77°K la courbe d'allongement obtenue est représentée figure 25; le fluage est alors logarithmique; puis la déformation tend vers une limite atteinte en général au bout de 3 à 4 minutes; si à ce moment on ajoute une nouvelle charge on obtient une courbe semblable et finalement la rupture survient immédiatement après l'ultime surcharge.

$\epsilon - \epsilon_0$  %

DIVERSES FORMES DE FLUAGE D'ECHANTILLONS DE  
DIAMETRE  $d = 32$  microns

- T = 300°K Echantillon 56
- T = 200°K Echantillon 83
- △ T = 77°K Echantillon 46

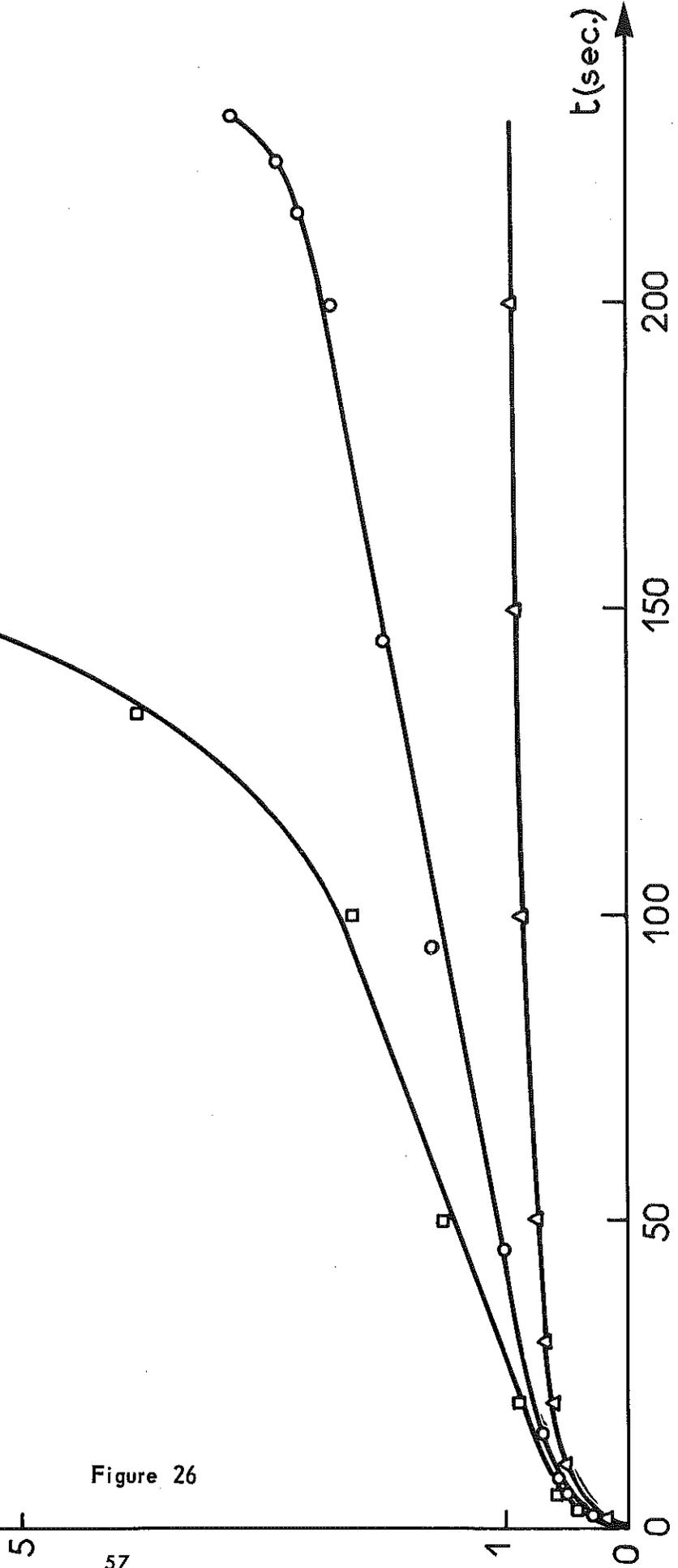


Figure 26

5

57

1

0

0

50

100

150

200

t(sec.)

A 20°K nous n'avons jamais observé d'allongement sous charge constante, quel que soit le diamètre du poil.

Les courbes de la figure 26 résument le comportement dynamique des poils de fer à 300, 200 et 77°K.

## 4 FLUAGE LINEAIRE $\gamma$ ET FLUAGE TRANSITOIRE $\beta$

### $\alpha$ -explication du phénomène

Les théories formelles <sup>(22)</sup> <sup>(43)</sup> expliquent le fluage par un état d'équilibre mécanique entre le durcissement par écrouissage et le radoucissement par revenu. Dans les théories structurales <sup>(21)</sup> <sup>(22)</sup> ces deux phénomènes sont liés à la présence de dislocations dans le cristal :

- L'écrouissage amène la formation d'un grand nombre de boucles de dislocations par le mécanisme de Franck-Read; Friedel a montré <sup>(21)</sup> qu'il en résulte un durcissement :

$$\Delta \sigma_c = a \mu b \rho^{1/2}$$

ou  $a$  est un facteur numérique,  $\mu$  le module de rigidité,  $b$  le vecteur de Burgers et  $\rho$  l'augmentation de la densité des dislocations;  $a$  est égal à  $1/2\pi$  dans le cas d'un seul système de glissement et à  $1/3$  pour deux systèmes de glissement dont les plans se coupent <sup>(44)</sup>.

- Les dislocations ainsi formées constituent des empilements et l'agitation thermique permet aux dislocations de tête de monter hors de leur plan de glissement (climb) ou de passer dans un plan de glissement d'un système secondaire avec même direction de glissement; ce dernier mécanisme est appelé déviation (cross-slip); le résultat étant un radoucissement du cristal.

Lors du fluage linéaire chaque dislocation qui s'échappe permet à la source correspondante d'en émettre une nouvelle sous l'action de la charge appliquée; on aboutit ainsi à un état d'équilibre entre les deux phénomènes, donc à une vitesse de déformation constante.

Pendant la période transitoire, le durcissement plus rapide, l'emporte sur le revenu, car les sources émettent plus de dislocations qu'il ne s'en échappe, d'où une vitesse de déformation constamment ralentie jusqu'à la période d'équilibre.

## b-relation $\epsilon(t)$

Soit  $\epsilon(t)$  la déformation au cours du temps et  $\epsilon_0$  la déformation instantanée après la mise en charge.

La période de fluage transitoire décrite pour la première fois par Andrade en 1910 <sup>(45)</sup> doit conduire à une relation de la forme :

$$\epsilon = \epsilon_0 + \beta t^{1/3}$$

La précision de nos mesures ne nous permet pas de conclure pour les courbes enregistrées à 300°K; par contre à 200°K la zone transitoire, relativement plus importante, nous permet de vérifier que cette loi est suivie avec une bonne approximation.

La région de fluage linéaire portant sur des temps de l'ordre d'une centaine de secondes permet une bonne détermination de la vitesse K :

$$\epsilon - \epsilon_0 = Kt \quad (III-1)$$

Des expériences préliminaires ont montré que cette vitesse dépendait de la charge appliquée et de la température de mesure. Pour ces raisons nous avons effectué du fluage sous diverses charges à température constante, puis à charge constante pour plusieurs températures voisines de l'ambiante.

## c -détermination expérimentale de $k(\sigma)$

À température constante, nous avons enregistré pour un même échantillon les courbes de fluage linéaire correspondant à différentes valeurs de la charge appliquée. Le poil étant porté à la température désirée, nous appliquons une charge suffisante pour dépasser la limite élastique et provoquer un fluage de faible vitesse dont nous enregistrons une portion permettant une détermination correcte de la pente K, puis nous annulons la contrainte. Nous répétons ainsi plusieurs fois cette opération avec des charges de plus en plus élevées.

Cette méthode nous permet d'obtenir pour chaque échantillon une moyenne de 5 ou 6 points de la courbe  $K(\sigma)$  avant la rupture. Si en cours de fluage nous changeons la valeur de la charge, passant par exemple de  $\sigma$  à  $\sigma \pm \Delta\sigma$  nous retrouvons presque instantanément (compte tenu de la constante de temps de l'enregistrement) la pente correspondant à cette nouvelle charge. La figure 27 montre ainsi que la vitesse de fluage, pour une température donnée, ne dépend pas de l'histoire de l'échantillon mais seulement de la contrainte actuelle.

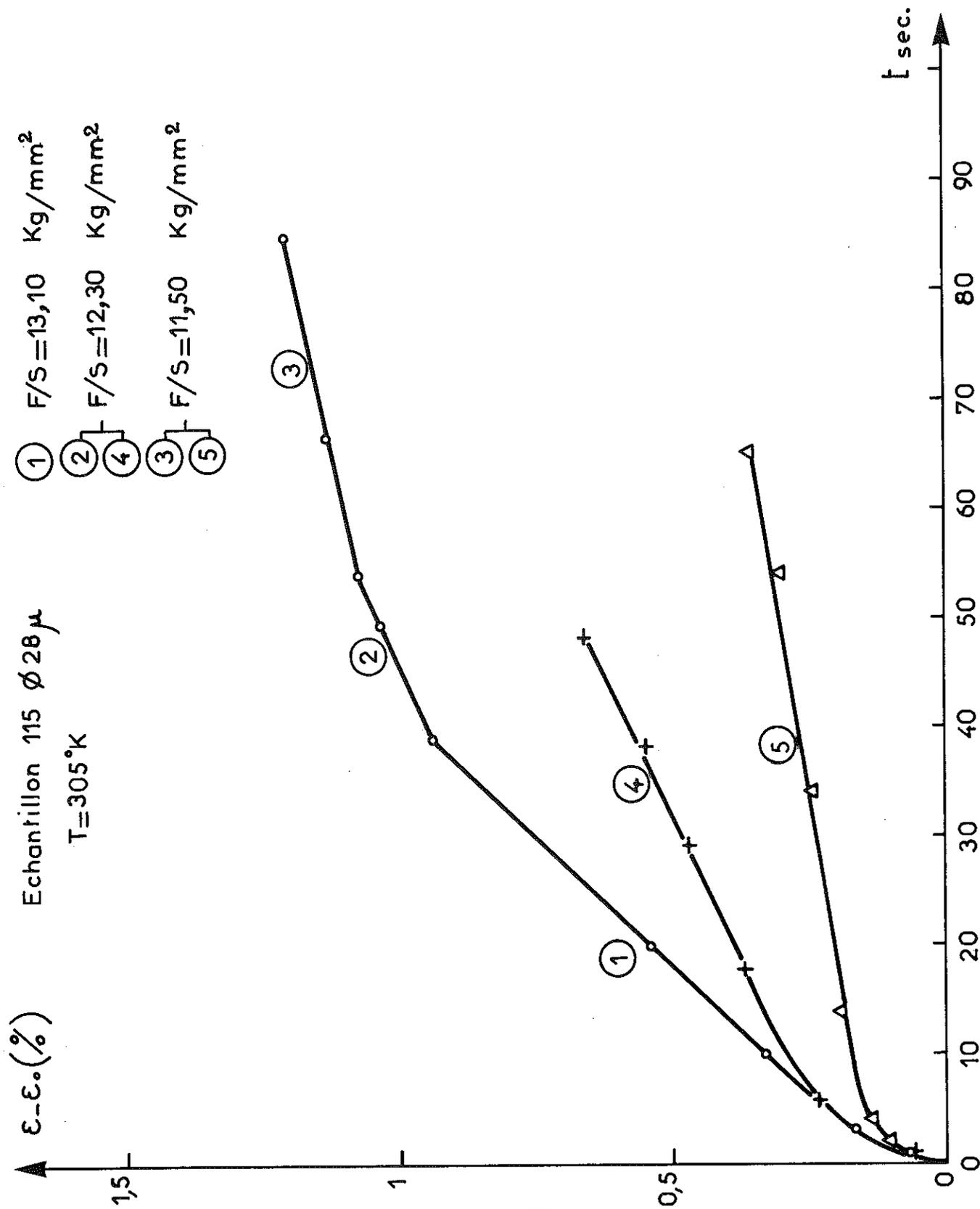


Figure 27

Sur la figure 28 nous avons porté en coordonnées semi-logarithmiques les valeurs de  $K$  en fonction de  $F/S$  correspondant à l'échantillon 111. La représentation linéaire, qui s'est reproduite pour tous les poils étudiés, permet d'écrire en considérant la contrainte de cisaillement  $\sigma$  ( $= 0,236 F/S$ ) :

$$K = A e^{B \sigma} \quad (III-2)$$

Cette équation, qui conduirait à du fluage pour  $\sigma = 0$ , n'est évidemment que l'approximation d'une fonction plus complexe et n'est valable que dans la région des tensions employées.

Le tableau suivant donne quelques valeurs de  $A$  et  $B$  déterminées pour  $T = 300^\circ K$ .

Echantillon	A $s^{-1}$	B $mm^2 \cdot kg^{-1}$
88	$8 \cdot 10^{-17}$	2,45
89	$3 \cdot 10^{-8}$	3,35
90	$5 \cdot 10^{-7}$	1,40
105	$3 \cdot 10^{-10}$	3,80
111	$3 \cdot 10^{-7}$	3,00

## d-détermination expérimentale de $k(T)$

Dans une deuxième étape, gardant la tension appliquée égale à une valeur constante  $\sigma_0$ , nous avons fait varier la température de l'essai au voisinage de  $300^\circ K$ . Le tube porte-échantillon est alors entouré d'un manchon métallique autour duquel est enroulé un serpentin alimenté par une circulation d'eau régulée thermiquement. La température est mesurée par un thermocouple placé à proximité du poil, et nous constatons qu'elle reste constante à un degré près pendant la durée de nos mesures. Les expériences ont pu ainsi se dérouler à diverses températures comprises entre 2 et  $60^\circ C$ .

Comme précédemment nous appliquons une charge  $\sigma_0$  permettant de dépasser la limite élastique et d'obtenir du fluage à faible vitesse à la température la plus basse; après décharge, nous augmentons la température d'une dizaine de degrés et nous appliquons à nouveau  $\sigma_0$ . Cette opération peut en général se répéter à quatre ou cinq températures différentes sur un même échantillon avant la rupture.

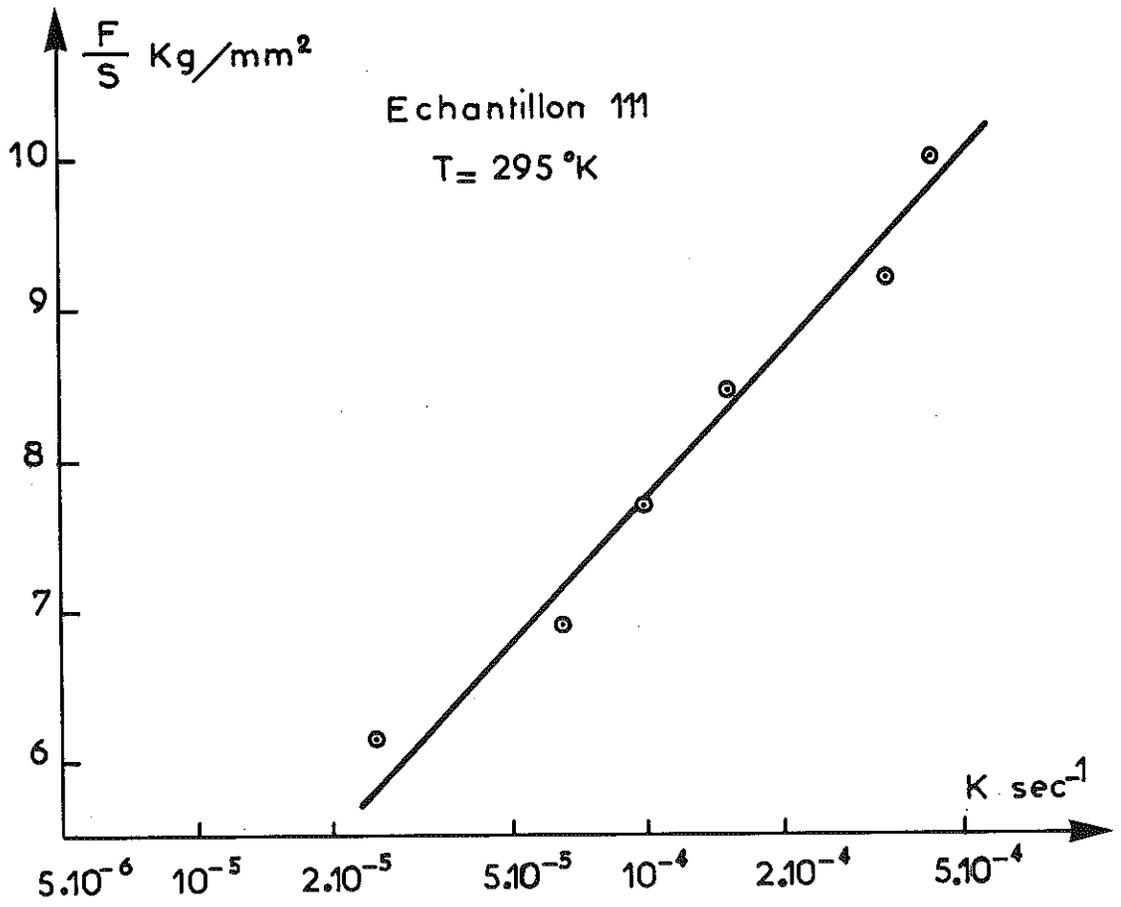


Figure 28

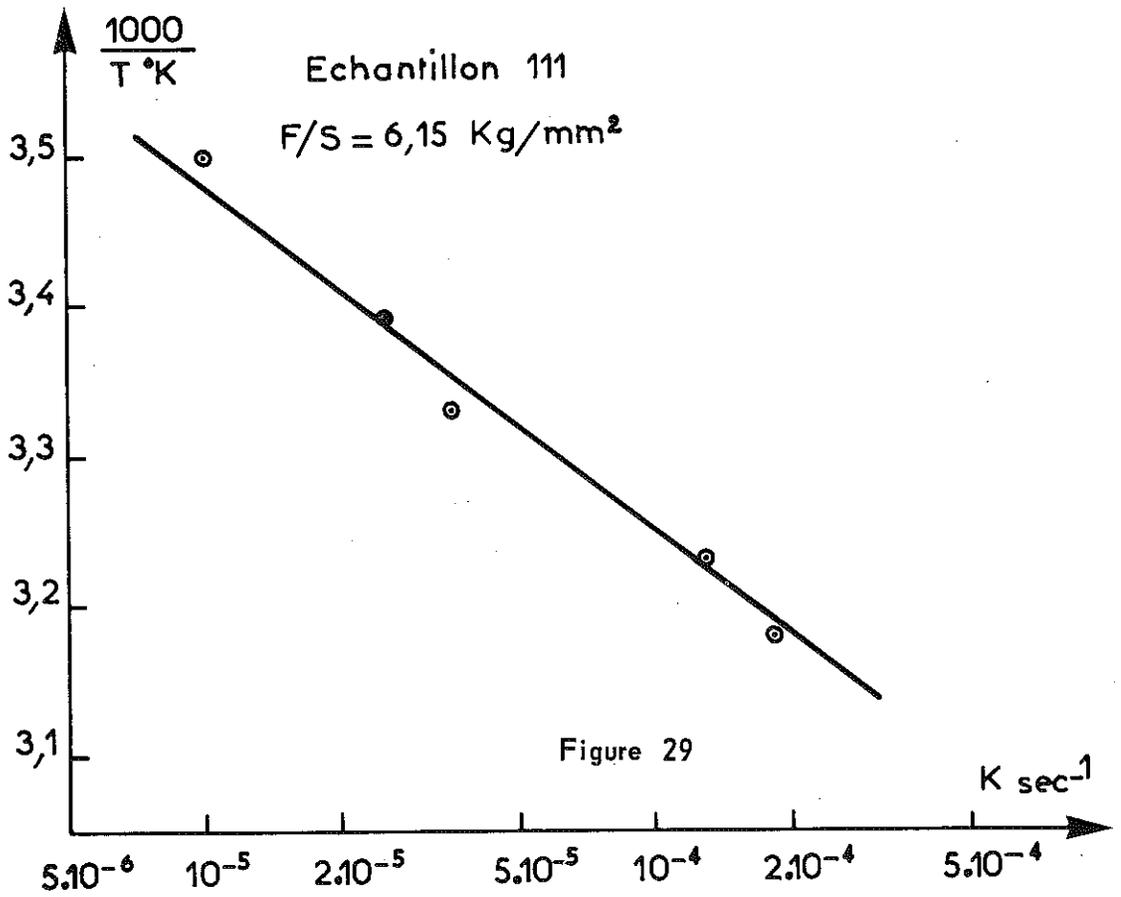


Figure 29

Nous déterminons ainsi expérimentalement la courbe  $K(T)$  sous tension constante. La représentation semi-logarithmique de la figure 29 (dont l'allure est identique pour tous les poils étudiés) nous conduit à écrire;

$$K = C e^{-\frac{Q}{kT}} \quad (\text{III-3})$$

$Q$  étant la chaleur d'activation du phénomène.

Le tableau suivant donne les valeurs expérimentales de  $C$  et  $Q$ , pour cinq de nos échantillons.

Echantillon	$\sigma$ kg. mm <sup>-2</sup>	$C$ s <sup>-1</sup>	$Q$ ev
111	1,45	$1,3 \cdot 10^{10}$	0,90
112	1,60	$4,5 \cdot 10^{10}$	0,87
113	1,65	$7 \cdot 10^{10}$	0,86
114	3,40	$8 \cdot 10^7$	0,70
115	3,30	$2 \cdot 10^8$	0,72

## e-équation générale du fluage linéaire

Nous avons essayé de relier entre elles les équations (III-2) et (III-3). La chaleur d'activation  $Q$  étant, d'après nos expériences, décroissante lorsque la charge appliquée augmente, nous écrivons comme Cottrell (22) (43) :

$$Q(\sigma) = Q(\sigma_0) - v(\sigma - \sigma_0) + \dots \quad (\text{III-4})$$

avec  $v = -\frac{dQ}{d\sigma}$ , volume d'activation; cette formule étant certainement valable pour de petites variations de  $\sigma$  autour de la valeur moyenne  $\sigma_0$ .

L'équation (III-3) peut alors s'écrire :

$$K = C e^{-\frac{Q(\sigma_0) + v\sigma_0}{kT}} e^{\frac{v\sigma}{kT}} \quad (\text{III-5})$$

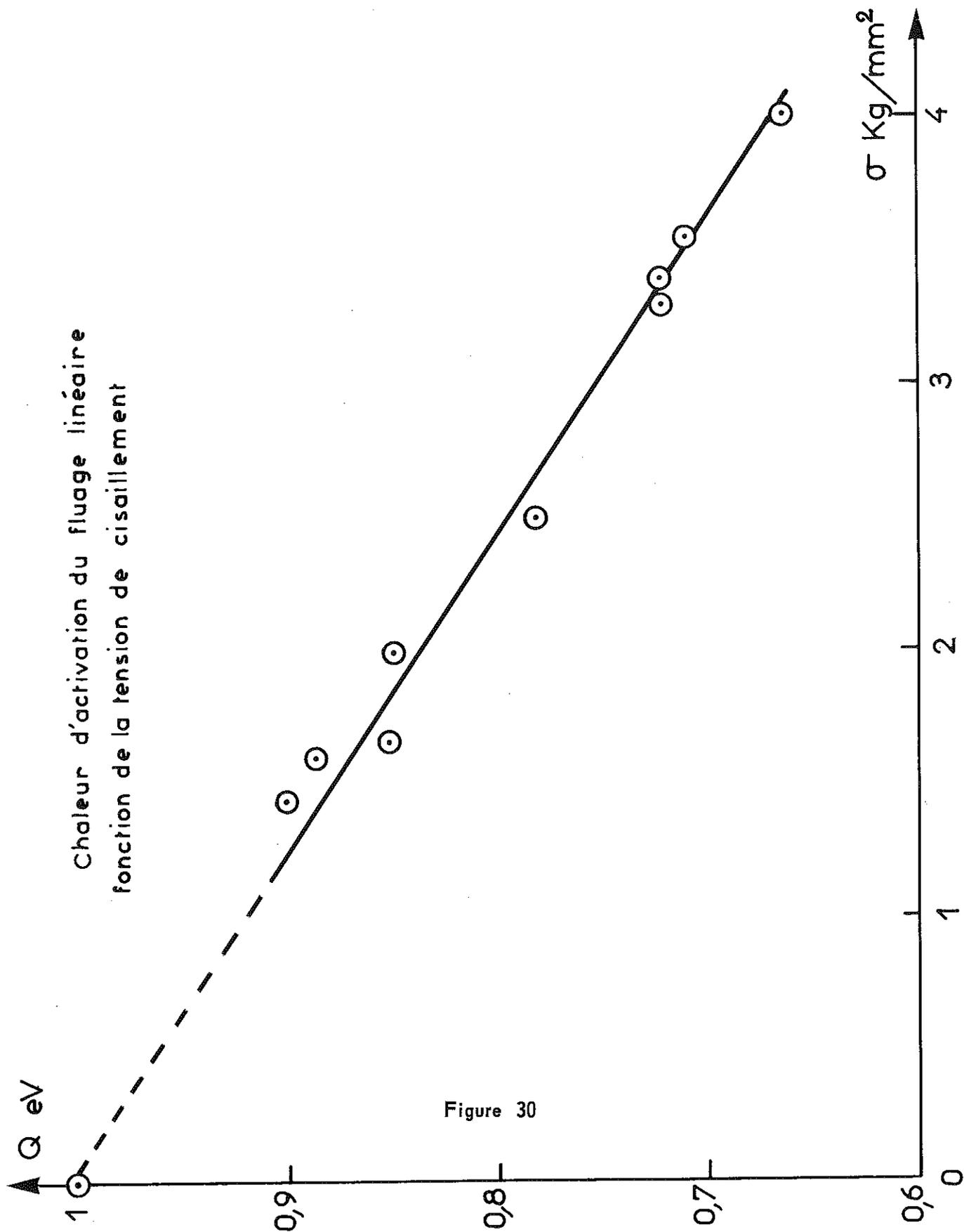


Figure 30

Les équations (III-2) et (III-5) sont identiques en posant

$$A \equiv C \cdot e^{-\frac{Q(\sigma_0) + v \sigma_0}{kT}}$$

$$B \equiv \frac{v}{kT}$$

A et B étant deux constantes pour une température donnée.

Afin de confirmer la formule (III-5) nous avons testé certains échantillons, à la fois à température constante  $T_0$  et charges variables autour d'une valeur  $\sigma_0$  et à diverses températures voisines de  $T_0$  sous charge constante égale à  $\sigma_0$ . Chacun des poils ainsi étudiés fournit un ensemble de deux droites en coordonnées semi-logarithmiques  $K(\sigma)$  et  $K(\frac{1}{T})$ , conduisant à un système de quatre équations à trois inconnues :

$$C, Q(\sigma_0) \text{ et } v$$

Nous avons vérifié pour tous nos échantillons que les équations sont compatibles entre elles, donc que la relation (III-5) est valable.

Dans un intervalle de tensions de cisaillement  $\sigma$  comprises entre 1 et 4 kg/mm<sup>2</sup> nous avons observé, dans la limite de notre précision, une variation linéaire de  $Q(\sigma)$  (figure 30), les valeurs de  $v$  restant sensiblement égales à la pente de cette droite. Ceci permet de préciser que la relation (III-4) indiquant une variation linéaire de  $Q(\sigma)$  est acceptable pour toute la gamme des charges supportées par nos poils à température ambiante; cette relation peut donc s'écrire :

$$Q(\sigma) = Q_0 - v \sigma \quad (\text{III-6})$$

La valeur de  $Q_0$ , également portée sur la figure 30, est calculée à partir des données expérimentales.  $Q_0$  est de l'ordre de 1 ev pour tous nos échantillons; la valeur de  $v$  est environ  $8.10^{-2}$  pour les unités employées;

Le tableau suivant donne quelques valeurs obtenues pour les trois paramètres, à  $T_0 = 300^\circ\text{K}$ .

Echantillon	$\frac{-\sigma_0}{\text{kg.mm}^{-2}}$	$C$ $s^{-1}$	$Q(\sigma_0)$ ev	$v$ ev mm <sup>2</sup> kg <sup>-1</sup>
111	1,45	$1,3.10^{10}$	0,90	$8.10^{-2}$
114	3,40	$8.10^7$	0,70	$8,5.10^{-2}$
115	3,30	$2.10^8$	0,72	$8,5.10^{-2}$

## f-discussion des résultats

La thermodynamique du fluage peut être envisagée en considérant le mouvement des dislocations activées thermiquement.

Nous poserons avec Gibbs<sup>(46)</sup> et Schoeck<sup>(47)</sup> :

$$\epsilon' = \epsilon'_0 \exp \left[ - \frac{\Delta G}{k T} \right] \quad (\text{III-7})$$

où  $\epsilon'_0$  est un facteur de fréquence supposé constant,

$\Delta G = \Delta U - \sigma \Delta V - T \Delta S$  l'enthalpie libre de Gibbs,

$\Delta U$  la variation d'énergie interne,  $\sigma$  la tension appliquée,

$\Delta V$  le volume d'activation défini de telle manière que  $\sigma \Delta V$  représente le travail total effectué par cette tension pendant la durée du phénomène activé thermiquement. Si nous considérons le mouvement d'une dislocation sous l'action de la tension extérieure  $\sigma$  dans un matériau caractérisé par une tension interne  $\sigma_i$  (ne dépendant que des constantes élastiques de ce matériau) la force effective appliquée à la dislocation est  $\sigma - \sigma_i$  et :

$$\Delta G = \Delta U - (\sigma - \sigma_i) \Delta V - T \Delta S$$

Dans une expérience à température constante, cette dernière relation peut s'écrire :

$$\Delta G = \Delta U_0 - (\sigma - \sigma_i) \Delta V$$

où  $\Delta U_0$  est cette fois l'énergie d'activation du phénomène.

D'autre part le volume d'activation est défini par la relation :

$$v = \Delta V = kT \left( \frac{\partial \text{Log} \sigma \frac{\epsilon'}{\epsilon'_0}}{\partial \sigma} \right)_T = - \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial \sigma} \right)_T$$

Quand le fluage est contrôlé par la montée des dislocations hors de leur plan de glissement,  $\Delta V$  est de l'ordre d'un volume atomique<sup>(45)</sup> et  $(\sigma - \sigma_i) \Delta V \ll \Delta U_0$  de telle sorte que la chaleur d'activation totale ne dépend pratiquement pas de la charge appliquée. Par contre dans le cas d'un glissement par déviation, un segment  $\ell$  de dislocation de vecteur Burgers  $b$ , se déplaçant d'une distance  $x$ , balaie un volume  $b \ell x$  et le terme  $(\sigma - \sigma_i) \Delta V$  devient appréciable, rendant ainsi la chaleur d'activation nettement décroissante avec la charge appliquée.

Des calculs différents relatifs au fluage linéaire contrôlé par déviation des dislocations conduisent à l'équation suivante généralement écrite sous la forme (22) (25):

$$K = \text{Cte} \exp - \left\{ \frac{U_0 - v \sigma}{k T} \right\} \quad (\text{III-8})$$

Dans le cas où le durcissement, lié à la déformation, est créé par des empilements de  $n$  dislocations sur des barrières de Cottrell (21) :

$$v = n b^3$$

Le volume d'activation exprimé en  $\text{cm}^3$ , déduit de nos expériences est de l'ordre de  $1,5 \cdot 10^{-21} \text{cm}^3$ , valeur en bon accord avec celle de Arsenault (48) pour le fer. Cette quantité est sensiblement égale à  $10^2 b^3$ , valeur caractéristique d'une déformation par déviation des dislocations (29). Ceci nous conduit également à  $n = 10^2$  dislocations par empilement, nombre qui n'apparaît pas déraisonnable (21) (23).

La chaleur d'activation (pour une tension nulle  $\sigma = 0$ ) de l'ordre de 1 eV paraît plus élevée que celle mesurée par d'autres auteurs (28) (48). Cependant ces auteurs ont défini leur chaleur d'activation d'une manière un peu différente de la nôtre, et ont posé :

$$Q(\sigma) = Q_0 - v \sigma^*$$

où  $\sigma^* = \sigma - \sigma_i$ ,  $\sigma_i$  étant la partie athermique de la charge appliquée, soit pratiquement la limite élastique à  $300^\circ\text{K}$ . Cette relation les conduit à  $Q_0 \approx 0,55$  eV. Si nous appliquons la même définition, la chaleur d'activation  $Q_0$  que nous mesurons est ramenée à une valeur de l'ordre de 0,7 eV, qui paraît satisfaisante compte tenu de l'erreur commise sur l'appréciation des charges.

En conclusion la variation de l'énergie d'activation avec la charge appliquée ainsi que la valeur du volume d'activation nous permettent de penser que le mouvement des dislocations lors du fluage au voisinage de la température ambiante se fait principalement par déviation.

# 5 FLUAGE LOGARITHMIQUE OU FLUAGE $\alpha$

## a-explication du phénomène

A basse température on peut penser que le glissement des dislocations est gêné non par leur empilement devant des barrières mais par la difficulté qu'elles éprouvent à surmonter les obstacles locaux tels que la forêt de dislocations coupant leur plan de glissement<sup>(21)</sup>. L'agitation thermique les aiderait à passer ces obstacles sans leur permettre de diffuser hors de leur plan. Aucun revenu n'existant à ces températures, la tension interne  $\sigma_i$  du cristal croît au cours du fluage, augmentant ainsi l'énergie d'activation et finalement la déformation s'arrête (exhaustion theory of transient creep, Nabarro<sup>(49)</sup>).

Si nous supposons avec Cottrel<sup>(21)</sup> que les lignes de dislocations mobiles de densité  $\rho_D$  et de longueur  $\ell$  ont à couper à travers des obstacles de densité  $\rho_F$  dans leurs plans, la vitesse de fluage est donnée par la relation :

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{\rho}{D} D \nu_a \exp \left\{ - \frac{U}{kT} \right\} \quad (\text{III-9})$$

où  $D$  est l'aire balayée par une dislocation au cours de son saut et  $\nu_a$  la fréquence de Debye du cristal. Dans ce cas  $U$  est une fonction linéaire de la déformation<sup>(21)</sup> :

$$U = U_0 + A (\epsilon - \epsilon_0)$$

où  $U_0 = 2 U_c - \ell b d (\sigma - \sigma_i)_{\epsilon_0}$ ,  $A$  étant une constante,  $U_c$  l'énergie de formation d'un cran,  $d$  le déplacement correspondant à la traversée de l'obstacle. L'intégration de (III-9) conduit à :

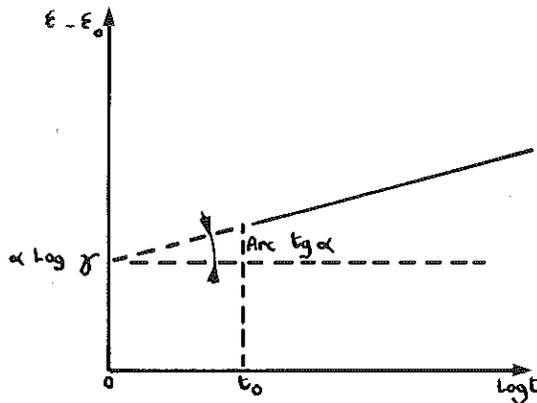
$$\epsilon - \epsilon_0 = a \text{Log} (\gamma t + 1)$$

$$\text{avec } a = \frac{kT}{A} \quad \text{et} \quad \gamma = \frac{\rho_D \nu_a}{a \rho_F} \exp \left\{ - \frac{U_0}{kT} \right\}$$

## b-résultats expérimentaux

A 77°K les courbes de fluage ont l'allure caractéristique représentée fig.25. Elles sont bien de la forme :

$$\epsilon - \epsilon_0 = \alpha \text{Log} (\gamma t + 1)$$



Afin de déterminer les paramètres  $\alpha$  et  $\gamma$  nous portons  $\epsilon - \epsilon_0$  en fonction de  $\text{Log } t$ ; pour  $t > t_0$  tel que  $\gamma t_0 \gg 1$  il vient :

$$\epsilon - \epsilon \sim \alpha \text{Log } \gamma t = \alpha \text{Log } \gamma + \alpha \text{Log } t$$

Les valeurs de  $A$  et  $U_0$  en sont ensuite déduites en prenant :

$$v_a \sim 10^{13} \text{ s}^{-1}$$

et

$$\frac{\rho_D}{\rho_F} \sim 1$$

Le tableau suivant rend compte des valeurs mesurées pour quelques uns des échantillons étudiés.

Echantillon	$\sigma$ $\text{kg.mm}^{-2}$	$A$ $eV$	$U$ $eV^0$
39	22,5	3,13	0,22
45	7,8	2,55	0,25
46	12,5	4,15	0,24
47	10,6	1,27	0,24
50	9,2	3,50	0,24

La variation de  $U_0$  en fonction de  $\sigma$  pour un même échantillon nous permet de calculer le volume d'activation  $v = - \frac{dU_0}{d\sigma}$ . Les valeurs trouvées, de l'ordre de  $5.10^{-23} \text{ cm}^3$ , sont en accord avec celles données par Arsenault pour le fer à cette température <sup>(48)</sup>.

La valeur de l'énergie  $U_0$  doit être nécessairement inférieure à l'énergie de formation de deux crans  $2 U_c$ .  $U_c$  est estimé de l'ordre de  $\frac{1}{10} \mu b^3$  <sup>(21)</sup> soit dans notre cas 0,3 eV. Les valeurs mesurées de  $U_0$  sont bien inférieures à 0,6 eV.

En conclusion, l'allure générale de nos courbes ainsi que les valeurs de l'énergie d'activation mesurées, indiquent que nous avons bien du fluage  $\alpha$  au cours duquel les dislocations mobiles ont à couper à travers la forêt de dislocations fixes, avec formation de crans.

# ETUDE DU REVENU

5

## 1 DESCRIPTION DU PHENOMENE

Nous avons déjà remarqué le durcissement par écrouissage de nos échantillons (fig.7). Ce durcissement, caractérisé entre autre par une augmentation de la limite élastique, se produit à toutes les températures auxquelles ont été effectuées nos mesures. Nous avons observé qu'au bout de quelques heures à température ambiante, un poil durci par écrouissage retrouve ses propriétés initiales subissant donc un radoucissement au cours du temps.

On désigne sous le nom général de revenu ce radoucissement d'un matériau après qu'il ait été durci par écrouissage. La polygonisation et la recristallisation ne sont qu'une forme de ce revenu, ce dernier pouvant se produire par annihilation de dislocations ou encore par migration des dislocations avec l'aide de l'agitation thermique à température ambiante et même au-dessous (21).

Nous avons essayé de trouver les lois régissant ce revenu, les valeurs de sa chaleur d'activation, ainsi que sa cinétique qui pouvait nous donner quelques indications sur le mouvement des dislocations. Nous avons voulu également comparer ces valeurs avec celles déduites des mesures de fluage linéaire afin de vérifier éventuellement l'idée déjà ancienne (21) expliquant le fluage linéaire par un état mécanique permanent ou le durcissement par écrouissage est contrebalancé par le radoucissement dû au revenu.

## 2 RECHERCHE D'UNE EQUATION POUR LE REVENU

Nous désignerons par  $h = \frac{\partial \sigma_i}{\partial \epsilon}$  le coefficient de durcissement défini comme la pente de la courbe force-déformation, et par  $r = - \frac{\partial \sigma_i}{\partial t}$  le coefficient de revenu, ou  $\sigma_i$  est la tension interne moyenne dans l'échantillon. Si nous faisons l'hypothèse que pendant le fluage linéaire il existe un équilibre entre durcissement et effet de revenu, nous devons avoir pendant ce fluage :

$$d \sigma_i = h d \epsilon - r dt = 0 \quad (IV-1)$$

La vitesse de fluage  $K$  ayant été déjà définie, nous pouvons alors écrire :

$$K = \frac{d\epsilon}{dt} = \frac{r}{h} \quad (\text{IV-2})$$

Nous avons déjà établi au chapitre IV la relation

$$K = C e^{-\frac{Q(\sigma_0) + v\sigma_0}{kT}} e^{-\frac{v\sigma}{kT}}$$

qui peut s'écrire :

$$K = C e^{-\frac{Q(\sigma_0) + v\sigma_0}{kT}} e^{-\frac{v(\sigma_i - \sigma)}{kT}} e^{-\frac{v\sigma_i}{kT}}$$

Posons :

$$A = C e^{-\frac{Q(\sigma_0) + v\sigma_0}{kT}} e^{-\frac{v(\sigma_i - \sigma)}{kT}}$$

et finalement :

$$K = \frac{r}{h} = A e^{-\frac{v\sigma_i}{kT}} \quad (\text{IV-3})$$

L'expérience montre que  $(\sigma_i - \sigma)$  est très petit, car aussi faible que soit l'augmentation de la charge appliquée  $\sigma$  pendant le fluage linéaire, elle produit toujours une augmentation instantanée de la déformation plastique. Nous pouvons également identifier  $\sigma_i$  avec la tension à la limite élastique comme caractéristique du revenu, puisque pour  $\sigma$  très légèrement supérieur à  $\sigma_i$  nous observons une déformation plastique immédiate sans l'aide de l'agitation thermique. Nous aurons donc avec une bonne approximation (22) (43).

$$A = C e^{-\frac{v\sigma_0}{kT}} e^{-\frac{Q(\sigma_0)}{kT}} \quad (\text{IV-4})$$

La relation (IV-3) peut aussi s'écrire :

$$K = - \frac{1}{h} \left( \frac{\partial \sigma_i}{\partial t} \right)_{\epsilon^0 = 0} = A e^{-\frac{v \sigma_i}{kT}}$$

La résolution de cette équation différentielle conduit à :

$$\sigma_i(t) = - \frac{kT}{v} \text{Log} \left[ \frac{vAh}{kT} (t + t_0) \right] \quad (\text{IV-5})$$

où  $T_0$  est une constante d'intégration.

Au temps  $t = 0$ ,  $\sigma_i(0)$  est la limite élastique après écrouissage, au début du revenu :

$$\sigma_i(0) = - \frac{kT}{v} \text{Log} \left( \frac{vAh}{kT} t_0 \right) \quad (\text{IV-6})$$

La combinaison des équations (IV-5) et (IV-6) donne finalement pour équation du revenu :

$$\sigma_i(t) = \sigma_i(0) - \frac{kT}{v} \text{Log} \left( 1 + \frac{t}{t_0} \right) \quad (\text{IV-7})$$

Dans le cas où l'hypothèse de départ est valable, la limite élastique devrait décroître logarithmiquement avec le temps à partir d'une valeur initiale  $\sigma_i(0)$ .

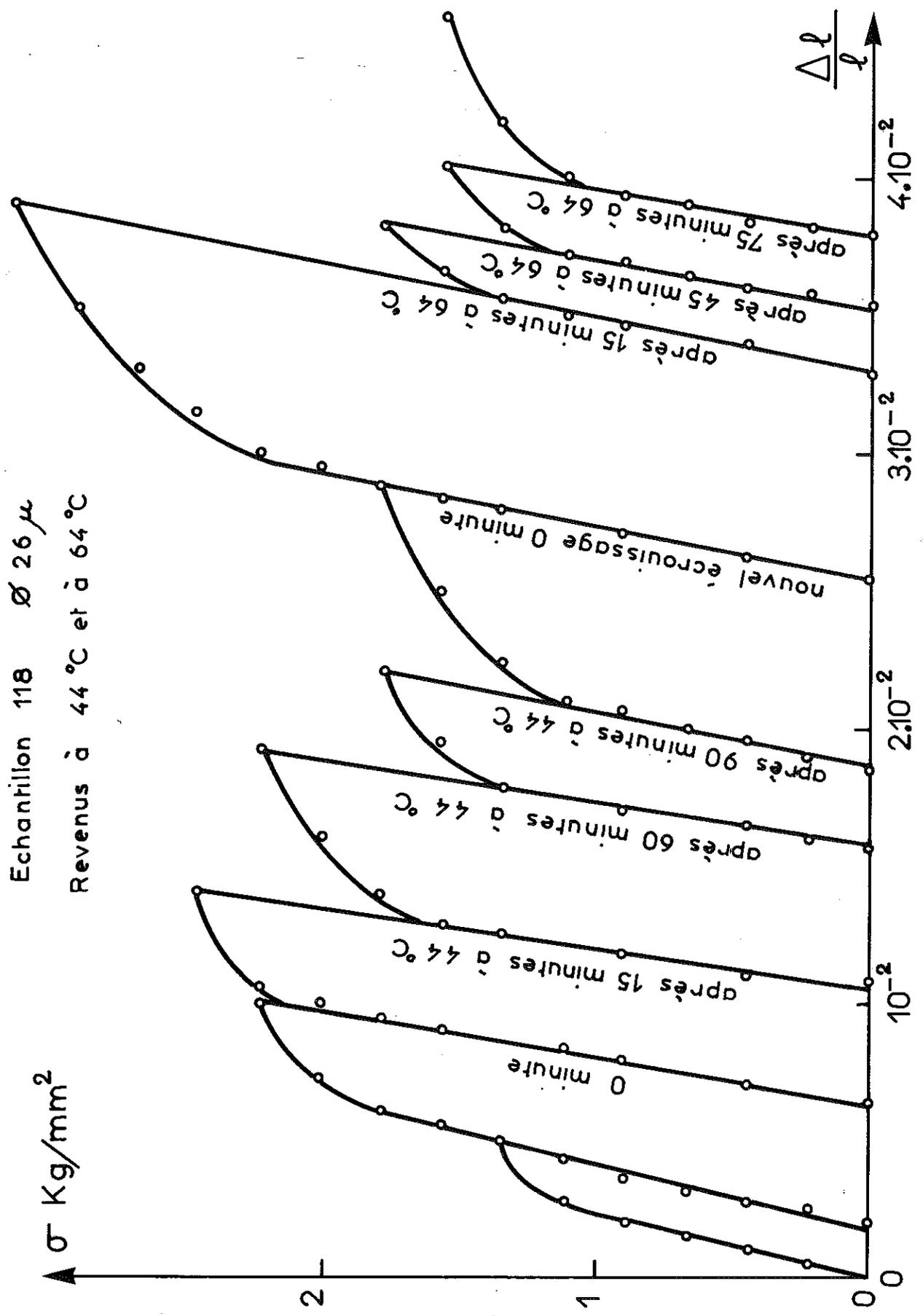


Figure 31

$$\textcircled{1} \quad \sigma_{\bar{t}} = 2,14 - 0,31 \quad \text{Log} \left( \frac{t}{4} + 1 \right)$$

$$\textcircled{2} \quad \sigma_{\bar{t}} = 2,14 - 0,26 \quad \text{Log} (t + 1)$$

o Points expérimentaux à 44 °C  
 Δ " " 64 °C

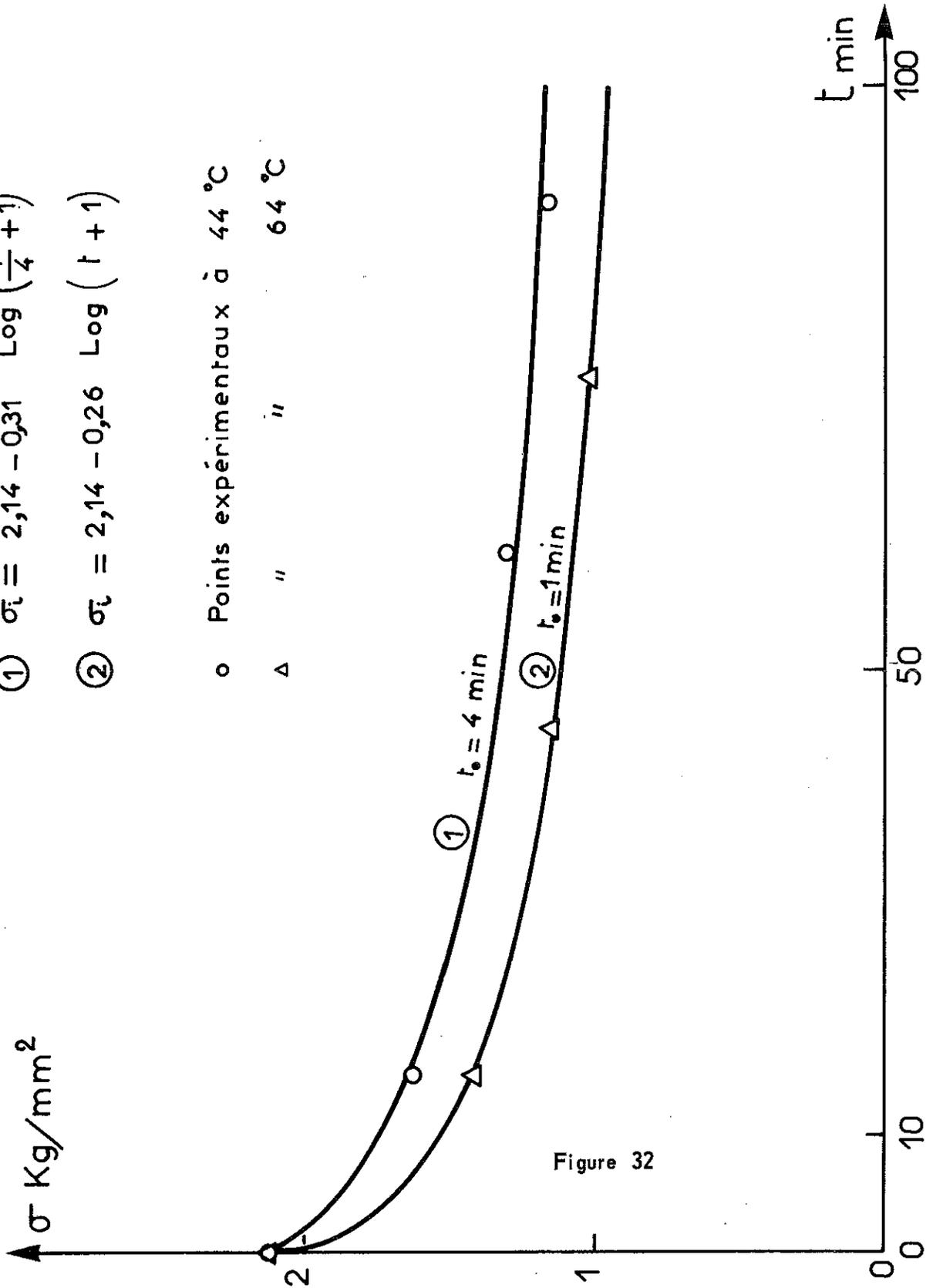


Figure 32

### 3 VERIFICATION EXPERIMENTALE

Afin de vérifier cette loi, nous avons entrepris une série d'expériences sur les poils de fer.  $\sigma_i$  est défini comme la force de cisaillement pour laquelle on commence à apprécier une déviation à la loi de Hooke, c'est-à-dire un début de plasticité. Le poil est écroui jusqu'à un certain taux comme le montre la figure 31, puis déchargé et recuit pendant un certain temps à une température déterminée, cette opération étant répétée à différentes températures et pendant différents intervalles de temps. Un exemple de l'influence de la température de recuit est donné figure 31 où les trois premières courbes rendent compte de l'écrouissage initial. La figure 32 donne la variation de  $\sigma_i$  en fonction du temps pour deux températures différentes; sur cette figure sont représentés les points expérimentaux et les courbes ayant pour équation la relation (IV-7); la concordance observée est la même pour tous les échantillons étudiés.

L'énergie d'activation peut être déduite des valeurs de  $t_o$  à différentes températures; en substituant A tiré de (IV-4), l'équation (IV-6) devient :

$$\text{Log } \frac{t_o}{T} = \frac{Q [\sigma_i(o)]}{kT} - \text{Log } C - \text{Log } \frac{vh}{k}$$

Pour deux températures  $T_1$  et  $T_2$  suffisamment rapprochées on pourra considérer  $\log \frac{vh}{k}$  constant et il vient

$$\text{Log } \left[ \frac{t_{o1}}{T_1} \cdot \frac{T_2}{t_{o2}} \right] = \frac{Q [\sigma_i(o)]}{k} \left[ \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right] \quad (\text{IV-8})$$

$t_{o1}$  et  $t_{o2}$  sont les valeurs de  $t_o$  aux températures  $T_1$  et  $T_2$ .

Le tableau suivant donne les valeurs des différents paramètres pour quelques échantillons étudiés :

Echantillon	$t_o$ minutes	$v$ eV mm <sup>2</sup> kg <sup>-1</sup>	Température de recuit en °C	Q [ $\sigma_i(o)$ ] eV	$\sigma_i(o)$ kg. mm <sup>-2</sup>
116	15	7.10 <sup>-2</sup>	60		3,1
117	5	12.10 <sup>-2</sup>	60		2,7
118	( 4	10 <sup>-1</sup>	44	0,70	2,1
	( 1	10 <sup>-1</sup>	64		
119	( 3	12.10 <sup>-2</sup>	40	0,67	2,3
	( 1	12.10 <sup>-2</sup>	60		

## 4 CONCLUSION

Il apparaît que les valeurs du volume d'activation  $v$  sont sensiblement les mêmes que celles déduites des courbes de fluage linéaire, l'énergie d'activation étant légèrement inférieure; mais compte-tenu de la précision avec laquelle on détermine la limite élastique il semble que l'accord soit satisfaisant. La courbe et les points de la figure 33 indiquant une décroissance logarithmique de  $\sigma_i$  avec le temps suivant l'équation (IV-7) vérifient bien l'idée que le fluage linéaire dans les poils de fer est le résultat d'un équilibre entre durcissement par écrouissage et radoucissement par revenu <sup>(22)</sup> <sup>(43)</sup>. La vitesse de revenu  $\frac{d\sigma_i}{dt}$  qui décroît en  $1/t$  est caractéristique d'un revenu par déviation de dislocations <sup>(25)</sup>.

A titre de vérification nous avons bien observé qu'à 77°K, où l'on a du fluage logarithmique, le revenu ne se produit plus.

## CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Les poils que nous avons étudiés en traction n'ont pas, au moins pour les plus gros d'entre eux, un comportement aussi spectaculaire que celui d'échantillons d'un diamètre de l'ordre du micron. Néanmoins, il nous ont permis d'observer facilement des phénomènes caractéristiques tels : hystérésis mécanique, fluage, revenu etc...

L'étude de la variation de la charge à la rupture en fonction des dimensions et de la température, nous a conduit à représenter cette charge par une relation de la forme  $\sigma_r = \varphi(d) \cdot \Psi(T)$  :  $\varphi(d)$  caractérise un effet de taille déjà observé par plusieurs chercheurs;  $\Psi(T)$  qui donne la variation thermique est la même fonction pour tous les échantillons, et est une caractéristique du matériau, ici le fer. Deux modèles peuvent rendre compte de cette variation. Le premier (Cottrell et Bilby), bien que donnant une bonne représentation de nos expériences, a été rejeté car le décrochage des dislocations de leur nuage et le mouvement des dislocations libérées, semblent régis par le même processus d'activation thermique. L'absence d'un yield point caractérisé dans nos poils semble également infirmer l'application de ce modèle à notre cas. Nous n'avons pu malheureusement mesurer tous les paramètres dans l'hypothèse d'une activation thermique de l'écoulement plastique, mais il semble que dans ce cas également il faille tenir compte de la présence des impuretés. Il reste beaucoup de points obscurs dans la connaissance de cette forte variation de la charge à la rupture et cela nécessiterait semble-t-il un développement des théories actuelles.

L'anomalie du module d'élasticité s'atténuant jusqu'à disparaître avec le degré d'amincissement nous a conduit à envisager une structure "cœur et écorce" que nous n'avons pu encore déceler par microscopie métallographique ou électronique. L'amincissement diminuant aussi l'effet de taille et conduisant à des échantillons ayant sensiblement la même charge de rupture que les monocristaux macroscopique de fer  $\alpha_1$ , est aussi en accord avec cette hypothèse structurale. Dans le cas du module d'élasticité en particulier les résultats peuvent paraître déconcertants mais dans l'hypothèse d'une structure telle que nous l'imaginons et que d'autres auteurs ont avancé avant nous, il serait vain de vouloir raccorder les valeurs concernant les gros poils, à celles des monocristaux massifs de structure plus homogène.

Le comportement dynamique des poils nous a amené à calculer plusieurs paramètres (énergie d'activation, volume d'activation) qui, par l'intermédiaire des théories actuelles, nous ont permis de préciser le mécanisme du mouvement des dislocations responsables de ce phénomène, à diverses températures.

Certes, il y a dans ce travail quelques résultats qui restent inexplicés; l'étude s'en poursuit et nous pensons que quels qu'ils soient ils contribueront eux aussi à une meilleure compréhension du comportement mécanique des métaux.

# ANNEXE

## STRUCTURE ET PROPRIETES MECANIQUES DE FILAMENTS DE PYROGRAPHITE

### a-généralités

Les filaments de graphite ont été étudiés par de nombreux chercheurs <sup>(50)</sup> <sup>(51)</sup> <sup>(52)</sup> <sup>(53)</sup> <sup>(54)</sup>. Aux rayons X les plans (001) du graphite apparaissent parallèles à l'axe du filament <sup>(55)</sup>; certains auteurs ont pensé qu'il s'agit en réalité de couches cylindriques de graphite, d'autres qu'on est en présence d'une feuille de quelques centaines d'angstroms d'épaisseur, enroulée sur elle-même. L'espace compris entre les cylindres étant du carbone amorphe, ces filaments ne sont pas des monocristaux au sens propre du terme.

Leurs propriétés mécaniques en traction sont exceptionnellement élevées : charges de rupture de l'ordre de 2.000 kg/mm<sup>2</sup>, limite élastique de 10<sup>-2</sup>, modules de Young d'environ 7.10<sup>-12</sup>, dynes/cm<sup>2</sup> <sup>(51)</sup>

Comme il a déjà été observé pour les poils de fer, les propriétés en torsion peuvent être très différentes <sup>(30)</sup>. Nous avons, pour cette raison, repris leur étude mécanique dans ces conditions.

### b-préparation de nos échantillons

Les poils étudiés sont produits par pyrolyse de gaz naturel à température relativement basse (900°C); ils poussent sur un substrat de graphite et l'emploi de "catalyseurs" appropriés permet la production d'échantillons d'une longueur de quelques centimètres et d'un diamètre variant de 10 à 30microns.

L'étude de leur section droite montre qu'ils sont tous cylindriques et leur diamètre est déterminé, comme pour les poils de fer, à l'aide d'un microscope métallographique.

ECHANTILLON 11  
Diamètre 21 microns  
T = 300°K

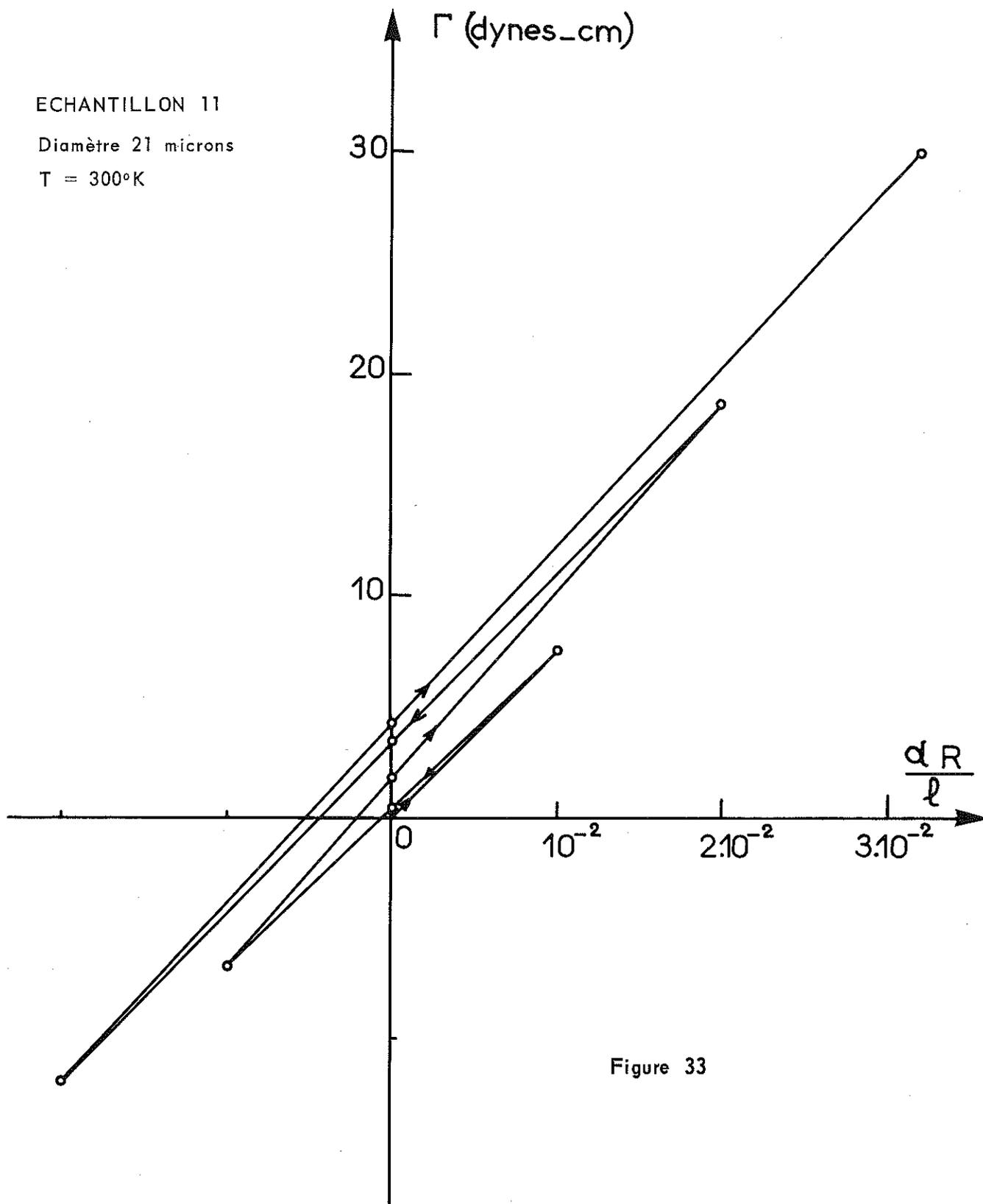


Figure 33

## c-appareillage et résultats expérimentaux

L'appareil utilisé pour les mesures en torsion est celui déjà utilisé par Contre (10).

Nous avons tracé les courbes couple-torsion pour une vingtaine d'échantillons et des mesures dynamiques ont été effectuées en oscillations libres de torsion d'une période de 1 seconde environ.

### étude statique

Les courbes couple-torsion obtenues n'ont pas permis de mettre en évidence une déformation plastique avant la rupture; la courbe se réduit à une droite, et la déformation élastique maximum  $\frac{\alpha R}{\ell}$  supportée est élevée; elle varie de  $1,5 \cdot 10^{-2}$  à  $5 \cdot 10^{-2}$  à  $300^\circ\text{K}$ , nombres en bon accord avec les valeurs données en traction. Le module de rigidité, varie de 2.500 à 8.000 kg/mm<sup>2</sup>, sans corrélation apparente avec la structure microscopique; il est connu à  $\pm 20\%$ . Quelques mesures effectuées à  $77^\circ\text{K}$  montrent qu'il est indépendant de la température. Nous avons fait subir à certains échantillons des torsions et détorsions alternées, et nous constatons une diminution du module à chaque détorsion, comme on peut le voir sur la figure 33. L'aire de ces "courbes" indiquerait que de l'énergie est fournie par l'échantillon au cours d'une détorsion.

### étude dynamique

Le frottement interne, caractérisé par le décrétement logarithmique d'oscillations libres d'une période de l'ordre de la seconde, est de  $4 \cdot 10^{-3}$  à température ambiante et décroît jusqu'à  $2,8 \cdot 10^{-3}$  à  $77^\circ\text{K}$ . Il ne dépend pas de l'amplitude de l'oscillation, ce qui exclut tout mécanisme dû aux dislocations<sup>(30)</sup>

## d-étude de la structure

Pour essayer d'interpréter la dispersion observée sur les valeurs du module de rigidité, nous avons procédé à un examen systématique de la section par microscopie électronique et métallographique. Après enrobage dans de l'araldite, les échantillons étaient attaqués, soit électrolytiquement soit par bombardement ionique; nous avons ensuite opéré sur doubles répliques argent carbone avec ombrage platine.

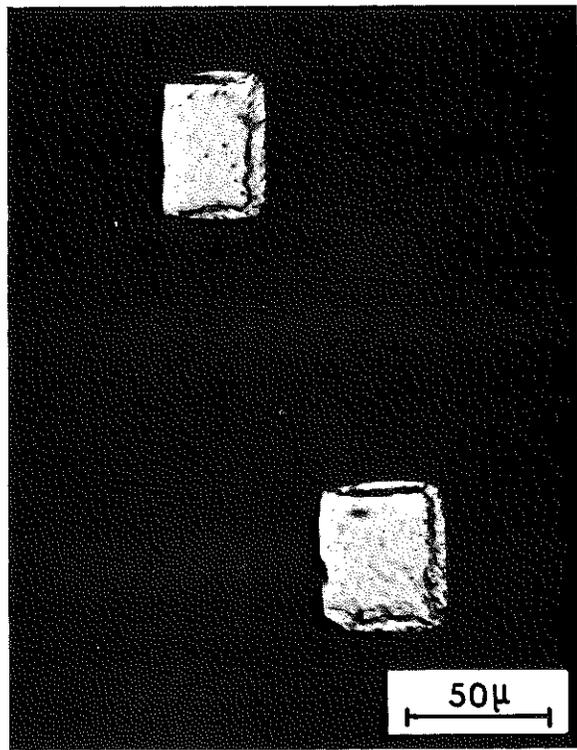
Les clichés hors-textes n°7,8,9 ne permettent pas de choisir entre l'hypothèse des couches cylindriques et celle de la couche unique enroulée en spirale. Néanmoins nous mettons en évidence que ces filaments peuvent contenir un, deux, trois et même parfois quatre "germes", fait qui ne semble pas avoir été rapporté jusqu'ici. Cette anomalie pourrait peut-être expliquer l'aire négative des courbes couple-torsion par un réarrangement des couches perturbées au voisinage des germes du centre.

## e-conclusions

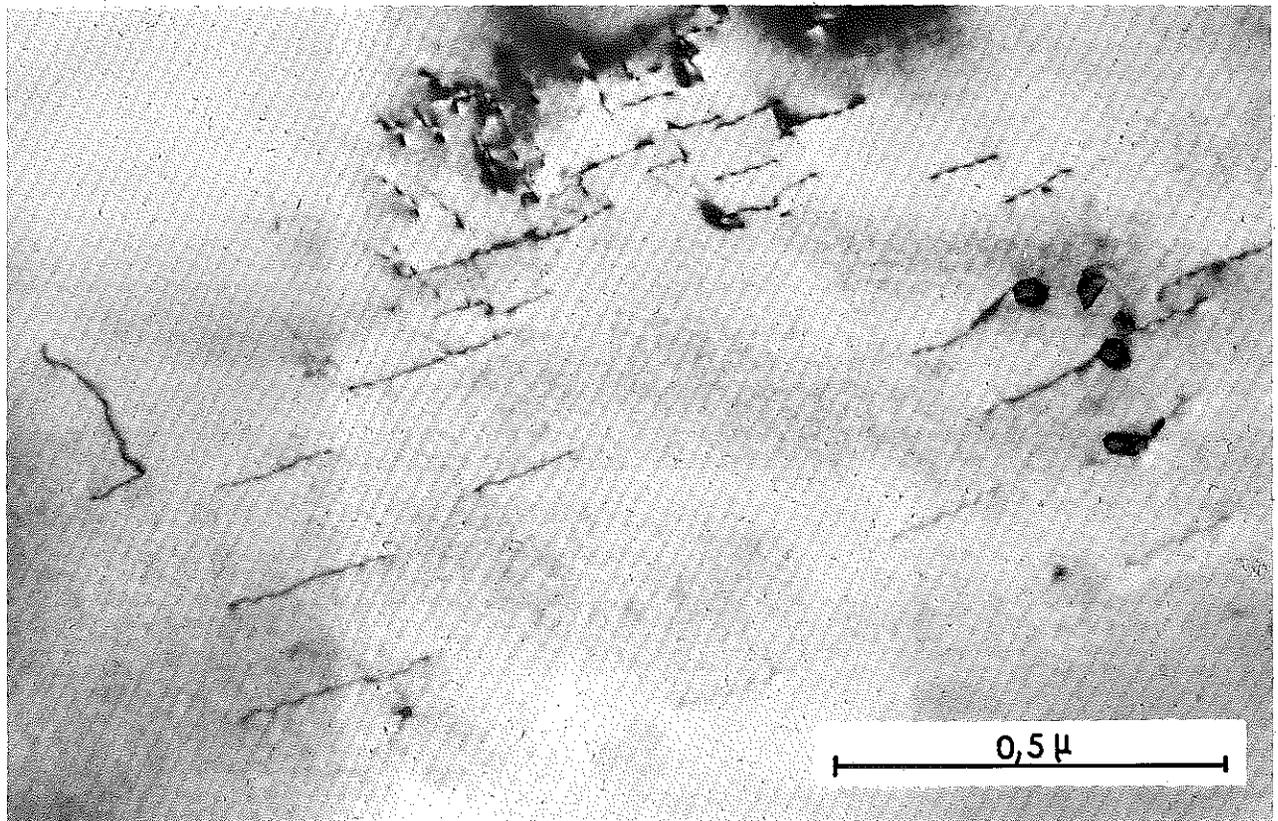
Les propriétés obtenues en torsion et la forme de la structure, suggèrent que le carbone amorphe se trouvant entre les couches joue un rôle important. En effet les couches cylindriques verticales, liées par des forces de Van der Waals faibles <sup>(55)</sup>, ne peuvent donner lieu à un module aussi important.

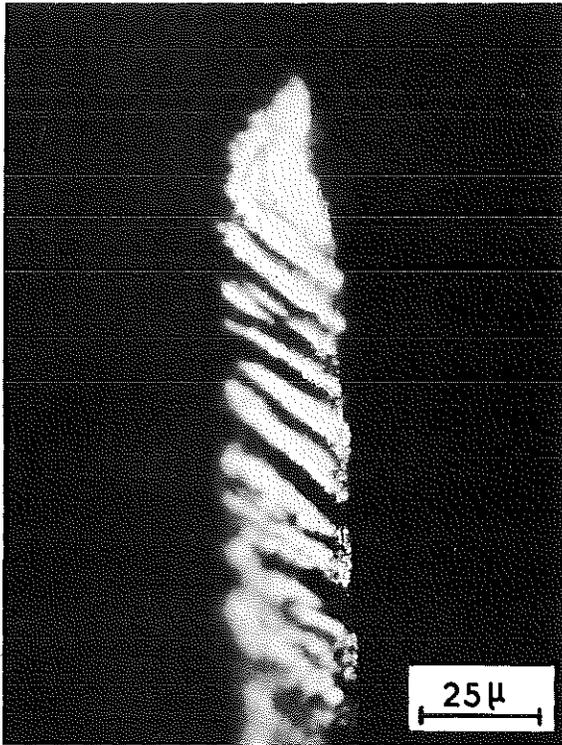
Ce rôle est confirmé par le fait que des échantillons issus d'une nouvelle fabrication et ayant des propriétés mécaniques moins bonnes (limite élastique inférieure, module de l'ordre de  $1.000 \text{ kg/cm}^2$ , charge à la rupture plus faible) présentent une sensible différence de structure avec les précédents; leur section est présentée cliché hors-texte n°10.

Nous pensons que la dispersion des constantes mécaniques peut s'expliquer par la multiplicité et la forme des "germes". Afin de vérifier cette hypothèse nous avons commencé une étude approfondie à diverses températures, mais par suite d'ennuis indépendants de notre volonté survenus dans la fabrication des échantillons, nous avons été contraints d'abandonner ce travail.

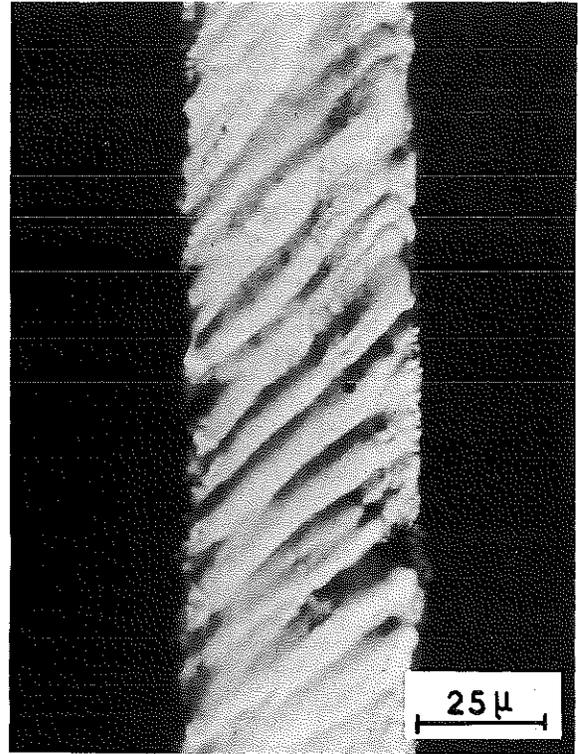


- Cliché n° 1 -

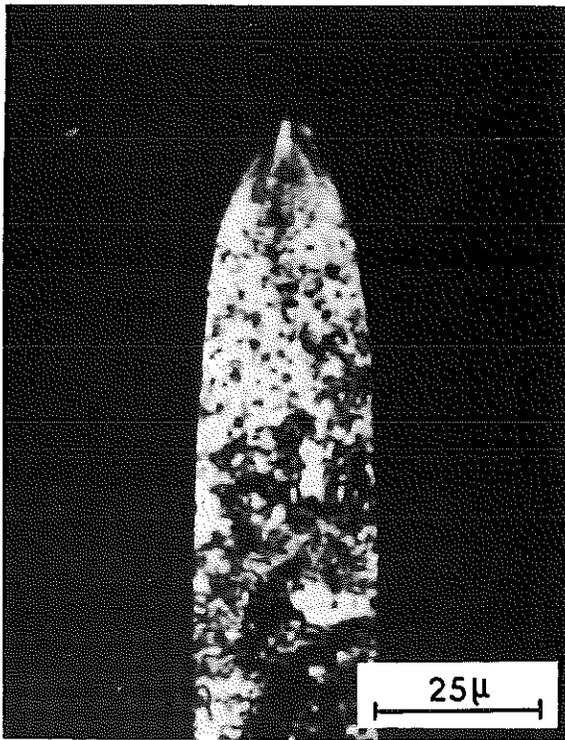




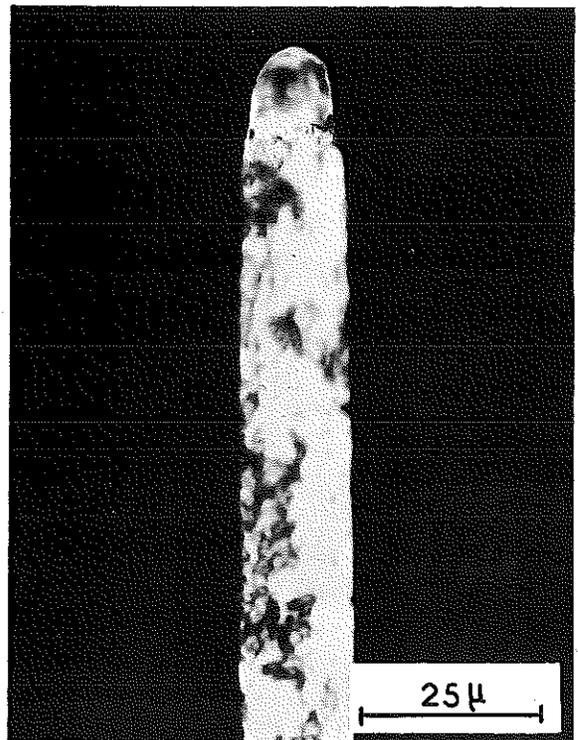
- Cliché n° 3 -  
Rupture à  $T = 300^{\circ}\text{K}$



- Cliché n° 4 -  
Bandes de glissement observées  
après rupture à  $T = 300^{\circ}\text{K}$



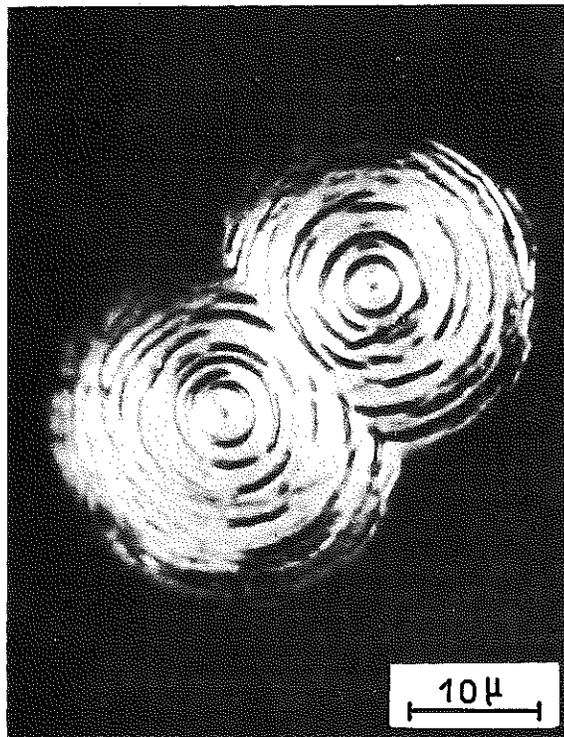
- Cliché n° 5 -  
Rupture à  $T = 77^{\circ}\text{K}$



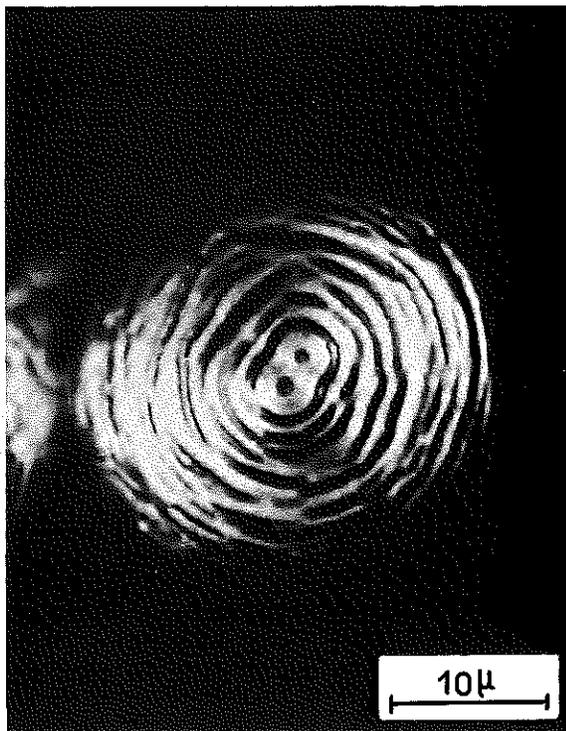
- Cliché n° 6 -  
Rupture à  $T = 20^{\circ}\text{K}$



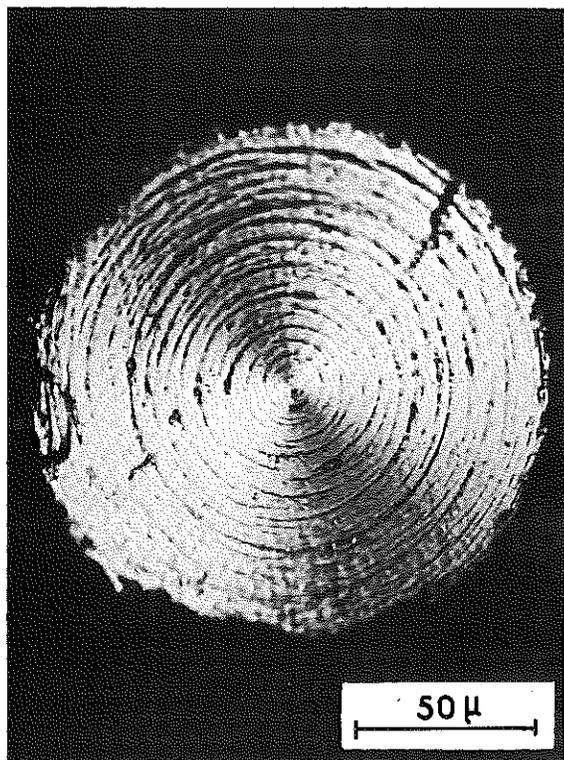
- Cliché n° 7 -



- Cliché n° 8 -



- Cliché n° 9 -



- Cliché n° 10 -

# BIBLIOGRAPHIE

- 1 H.K. HARDY Progress in met. Phys. 6, 1956, 45.
- 2 S.S. BRENNER J. Appl. Phys. 27, 1956, 1484.
- 3 V.C. KOSTYUK, KK. ZILING,  
A.V. SEREBRYAKOV Soviet Physics, Solid State, 4, 1963, 2241.
- 4 S.Z. BOKSHEIN, S.T. KISHKIN,  
I.L. SVETLOV Soviet Physics, Solid State, 4, 1963, 1272.
- 5 Growth and perfection of crystals. J. WILEY, New-York, 1958.
- 6 J. WEERTMAN Phys. Rev. 107, 1957, 1259.
- 7 F.C. FRANCK Phil. Mag. 44, 1953, 884.
- 8 A.H. COTTRELL Proc. Roy. Soc. A. n° 1388, vol. 282.
- 9 W.H. SUTTON A.R.S. Journal, Avril 1962.
- 10 R. CONTE Thèse, Grenoble 1962.
- 11 COMPTON, MENDIZZA, ARNOLD Corrosion, 7, 1951, 327.
- 12 S.M. ARNOLD, S.E. KOONCE J. Appl. Phys. 27, 1956, 964.
- 13 FISHER, DARKEN, CAROLL Acta Met. 2, 1954, 368.
- 14 ATEN, BOERLAGE M. Rec, Trav. Chim., Pays-Bas 39, 1920, 720.
- 15 S.S. BRENNER Acta Meta. 4, 1956, 62.
- 16 W.J. ALLAN, W.W. WEBB Acta Meta. 7, 1959, 646.
- 17 SEARS Acta Met. 1, 1953, 453.  
Acta Met. 3, 1955, 361.
- 18 ANDRADE Revue de Métallurgie, Mémoire, 1952, 470.
- 19 MUGNIER Thèse, Grenoble 1963.
- 20 HOPKIN Proc. Phys. Soc. B 63, 1950, 346.
- 21 J. FRIEDEL Les dislocations - Gauthier-Villars, Paris 1956.
- 22 A.H. COTTRELL Dislocations and plastic flow in crystals  
Clarendon Press, Oxford, 1953.
- 23 B. JAOUL Etude de la plasticité et application aux métaux  
DUNOD, Paris 1965.
- 24 D.J. McADAMS R.W. MEBS Proc. Amer. Soc. Test. Mater, 32, 1943, 661.
- 25 J. FRIEDEL Dislocations - Pergamon Press- Londres, 1964.
- 26 A.H. COTTRELL, B.A. BILBY Proc. Phys. Soc. A 62, 1949, 49.
- 27 H. CONRAD, C. SCHOECK Acta Met. 8, 1960, 791.

- 28 B.L. MORDIKE, P. HAASEN Phil. Mag. 7, 1962, 459.
- 29 H. CONRAD Jour. of Metals, 16, 1964, 582.
- 30 R. CONTE, B. DREYFUS, L. WEIL Acta Mét. 10., 1962, 1125.
- 31 H. CONRAD Phil. Mag. 5, 1960, 745.
- 32 F.R.N. NABARRO Adv. Phys. 1, 1952, 271.
- 33 N.F. MOTT Phil. Mag. 43, 1952, 1151.
- 34 N. BROWN, R.A. EKVALL Acta Met. 10, 1962, 1101.
- 35 S.S. BRENNER Growth and perfections of crystals  
J. WILEY - New-York, 1958.
- 36 T.S. KE, Y.K. WAN Scientia Sinica, X (1961), 301.
- 37 Technical documentary report ASD - TDF - 63 - 473 Avril 1963.
- 38 A.H. COTTRELL, GIBBONS - Growth and perfection of crystals J. WILEY - New-York, 1958.
- 39 C. CASSAYRE, D. DAUTREPPE,  
J. PAULEVE C.R. Acad. Sci., 251, 1960, 370.
- 40 G.J. DIENES, J.H. VINEYARD Radiation effects in solids - Interscience  
Publishers, Londres, 1957.
- 41 MILLES Caractéristiques de la pile mélusine CENG, Grenoble.
- 42 B.J. HUGUES, A.A. JOHNSON,  
P.W. BARTON J. Phys. Soc. Jap. 4, 1965, 626.
- 43 A.H. COTTRELL, V. AYTEKIN J. Inst. Met. 77, 1950, 389.
- 44 G. SAADA Métaux et corrosions - n° 419, 420, 421, 1960.
- 45 E.N. ANDRADE Proc. Roy. Soc. A 84, 1910, 1.
- 46 G.B. GIBBS Phys. Sta. Sol. 5, 1964, 693.
- 47 G. SCHOECK Phys. Sta. Sol. 8, 1965, 499.
- 48 R.J. ARSENAULT Acta Met. 12, 1964, 547.
- 49 M.F. MOTT, F.R.N. NABARRO Report on strength of solids (London : Phys. Soc.)  
1, 1948.
- 50 DAVIS, SLAWSON, RIGBY Nature, 171, 1953, 756.
- 51 R. BACON J. Appl. Phys. 31, 1960, 283.
- 52 HOFER, STERLING, MAC CARTNEY J. Phys. Chem. 59, 1955, 1153.
- 53 L. MEYER Z. Kristallographie, 109, 1957, 61.
- 54 R. BACON Growth and perfection of crystals -J.WILEY, New-York,  
1958, p. 197.
- 55 L. MEYER Proc. of 1958, conference on carbon  
Pergamon Press - Londres, p. 451.

VU  
Grenoble, le  
Le Président de la thèse  
L. WEIL

VU  
Grenoble, le  
Le Doyen de la Faculté des Sciences  
L. WEIL

VU, et permis d'imprimer  
Le Recteur de l'Académie  
de Grenoble  
R. TREHIN

