

T0011
CONIDS

T H E S E S

présentées

A LA FACULTE DES SCIENCES DE

L'UNIVERSITE DE GRENOBLE

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

R. CONTE

Licencié ès Sciences

1ère THESE - Etude de la torsion plastique de poils
monocristallins de Fer et de Cuivre.

2e THESE - Propositions données par la Faculté.

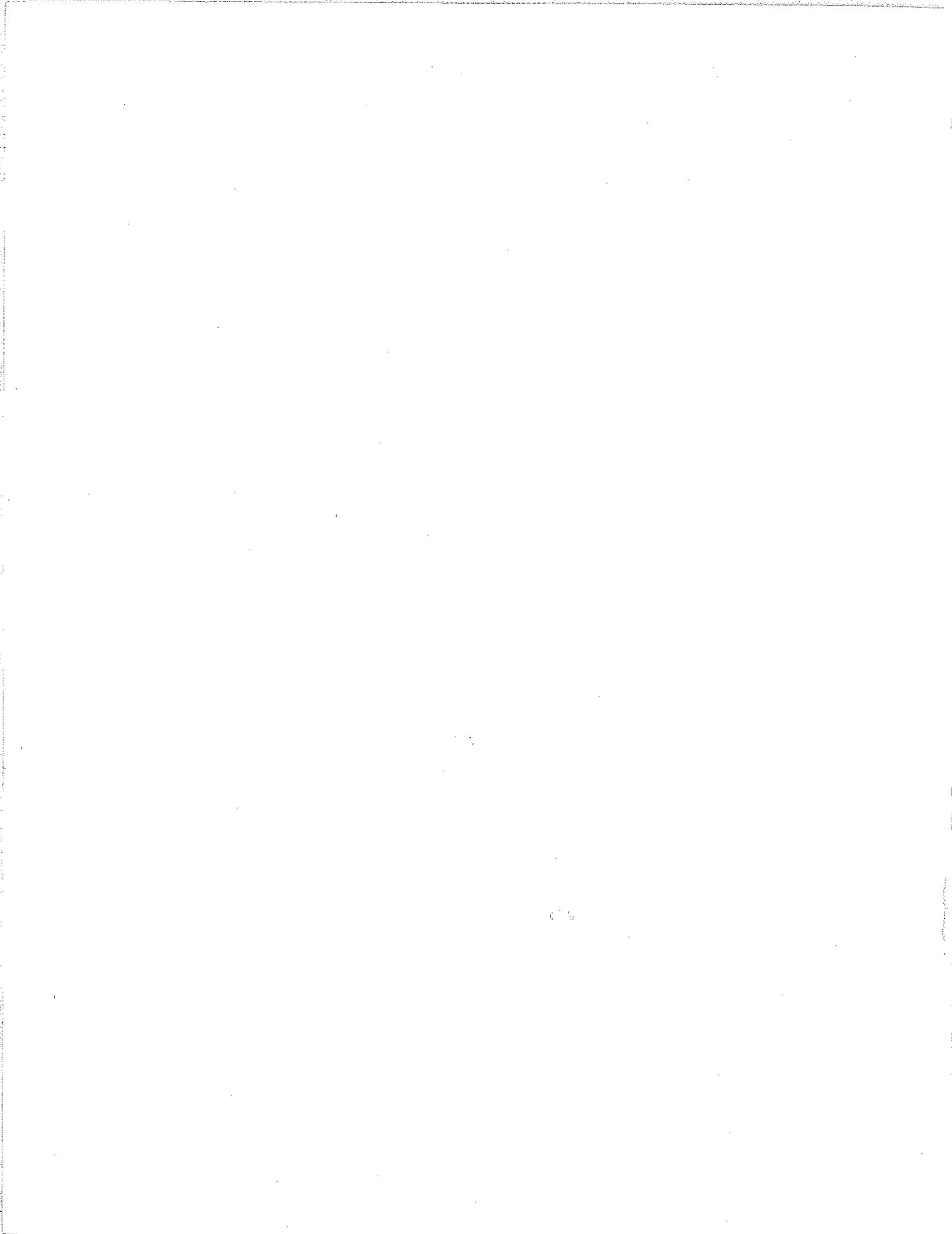
Soutenues le 29 Mai 1962 devant la commission d'examen

Président : M. LE DOYEN L. WEIL

Examineurs :

MM. J. FRIEDEL

B. DREYFUS



LISTE DES PROFESSEURS

Doyen Honoraire : M. MORET L. Membre de l'Institut

Doyen : M. WEIL L.

Professeurs : MM. WOLFERS F. PHYSIQUE
NEEL L. PHYSIQUE EXPERIMENTALE
DORIER A. ZOOLOGIE
HEILMANN R. CHIMIE ORGANIQUE
KRAVTCHENKO J. MECANIQUE RATIONNELLE
CHABAUTY Cl. CALCUL DIFFERENTIEL & INTEGRAL
PARDE M. POTAMOLOGIE
BENOIT J. RADIOELECTRICITE
CHENE M. CHIMIE PAPETIERE
BESSON J. CHIMIE
WEIL L. THERMODYNAMIQUE
FELICI N. ELECTROSTATIQUE
KUNTZMANN J. MATHEMATIQUES APPLIQUEES
BARBIER R. GEOLOGIE APPLIQUEE
SANTON L. MECANIQUE DES FLUIDES
OZENDA P. BOTANIQUE
FALLOT M. PHYSIQUE INDUSTRIELLE
GALVANI O. MATHEMATIQUES
MOUSSA A. CHIMIE NUCLEAIRE & RADIOACTIVITE
TRAYNARD Ph. CHIMIE GENERALE
SOUTIF M. PHYSIQUE GENERALE
CRAYA A. HYDRODYNAMIQUE
REEB G. STATISTIQUES MATHEMATIQUES
REULOS R. THEORIE DES CHAMPS
AYANT Y. PHYSIQUE APPROFONDIE
GALISSOT F. MATHEMATIQUES PURES
Mlle LUTZ E. MATHEMATIQUES GENERALES
MM. BLAMBERT M. MATHEMATIQUES

MM.	BOUCHEZ R.	PHYSIQUE NUCLEAIRE
	LLIBOUTRY L.	GEOPHYSIQUE
	MICHEL R.	GEOLOGIE & MINERALOGIE
	BONNIER E.	ELECTROCHIMIE
	DESSAUX G.	PHYSIOLOGIE ANIMALE
	PILLET E.	ELECTROTECHNIQUE
	DEBELMAS J.	GEOLOGIE & MINERALOGIE
	GERBER R.	MATHEMATIQUES
	PAUTHENET R.	ELECTROTECHNIQUE

Professeurs sans chaire.

MM.	SILBER R.	MECANIQUE DES FLUIDES
	MOUSSIEGT J.	ELECTRONIQUE
	BARBIER J.C1	PHYSIQUE
	BUYLE-BODIN M.	ELECTRONIQUE
Mme	KOFLER L.	BOTANIQUE

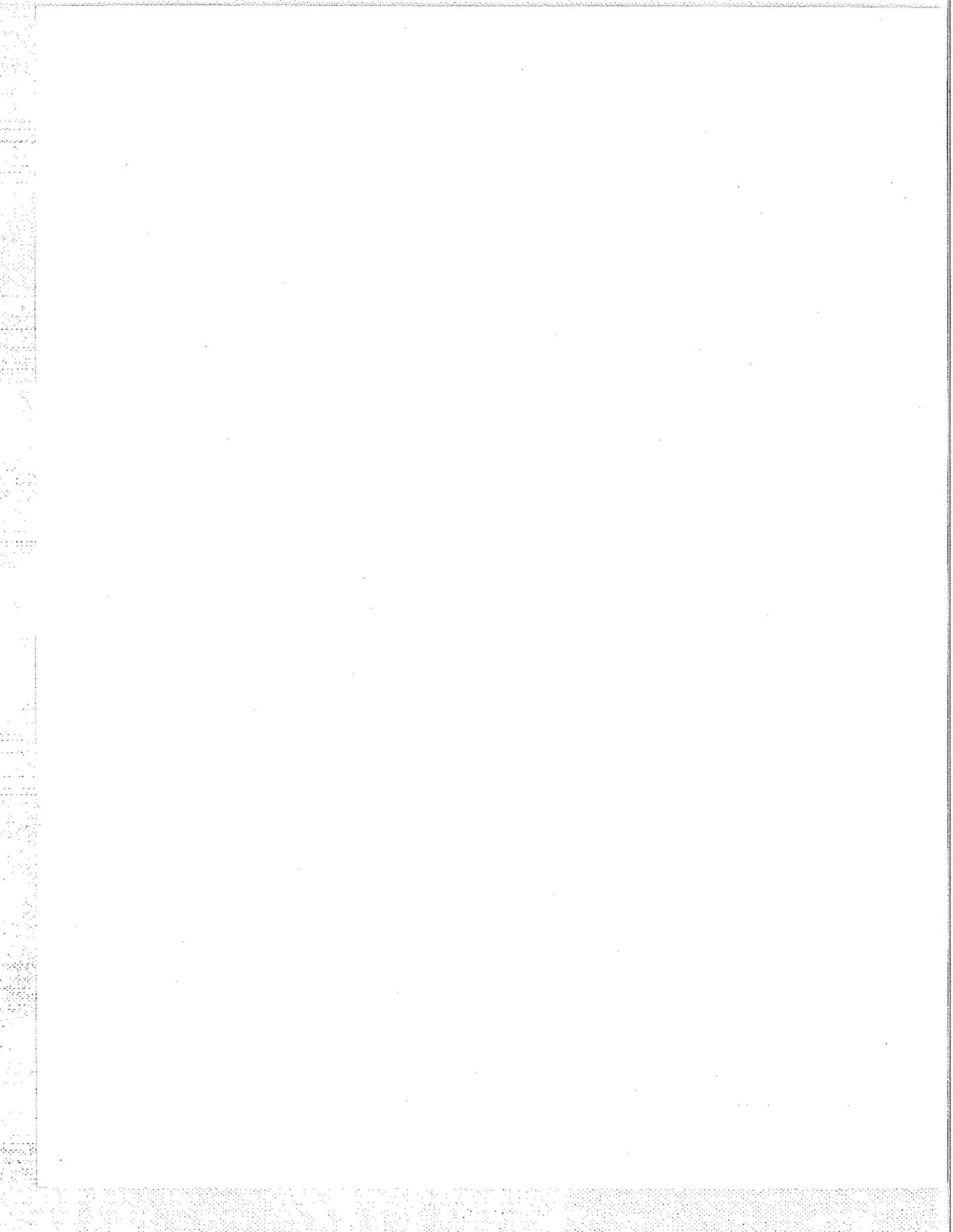
Maitres de Conférences.

MM.	VAILLANT F.	ZOOLOGIE & HYDROBIOLOGIE
	DREYFUS B.	THERMODYNAMIQUE
Mme	LUMER Linda	MATHEMATIQUES
MM.	PERRET R.	SERVOMECANISME
	ARNAUD P.	CHIMIE
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	ELECTROCHIMIE
MM.	BRISSONNEAU P.	PHYSIQUE
	COHEN J.	PHYSIQUE
Mme	SOUTIF Jeanne	PHYSIQUE
MM.	VAUQUOIS B.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
	DEPASSEL R.	MECANIQUE DES FLUIDES
	ROBERT A.	CHIMIE PAPETIERE

MM.	ANGLES D'AURIAC P.	MECANIQUE DES FLUIDES
	BIAREZ J.P	MECANIQUE PHYSIQUE
	COUMES A.	ELECTRONIQUE
	DODU J.	MECANIQUE DES FLUIDES
	DUCROS P.	MINERALOGIE & CRISTALLOGRAPHIE
	GIDON P.	GEOLOGIE & MINERALOGIE
	GLENAT R.	CHIMIE
	HACQUES G.	CALCUL NUMERIQUE
	LANCIA R.	PHYSIQUE AUTOMATIQUE
	PEBAY-PEROULA J.Cl.	PHYSIQUE
	GASTINEL A.	Chargé d'enseignement mathématiques
	LACAZE A.	appliquées
		Chargé d'enseignement thermodynamique
Mme	KAHANE Josette	PHYSIQUE GENERALE
MM.	DEGRANGE Ch.	ZOOLOGIE
	GAGNAIRE D.	CHIMIE PAPETIERE
	RASSAT A.	CHIMIE
	KLEIN J.	MATHEMATIQUES PURES
	BETHOUX P.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
	POLOUJADOFF M.	ELECTROTECHNIQUE
	DEPOMMIER P.	PHYSIQUE NUCLEAIRE
	DEPORTES Ch.	CHIMIE

Professeurs associés.

M.	RADENKOVIC Dragos	MECANIQUE DES FLUIDES
	BEUN Jan-Anton	ESSAIS MECANIQUES
	LORRAIN P.	PHYSIQUE GENERALE
	BORELLI Mladen	MECANIQUE DES FLUIDES



Le travail qui fait l'objet de cette thèse a été effectué au Laboratoire des Basses Températures de l'Université de Grenoble, dirigé par Monsieur le Doyen WEIL.

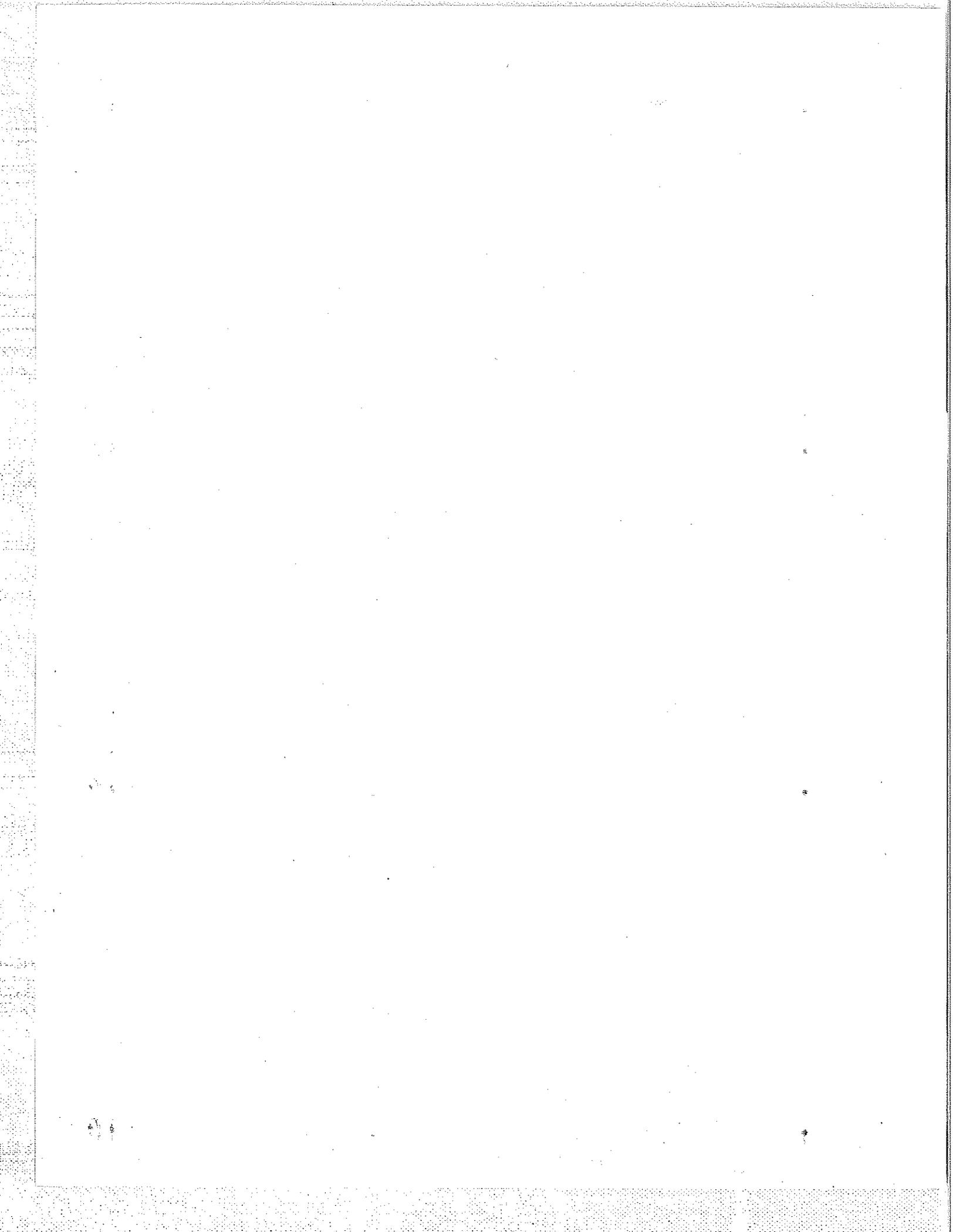
Je suis heureux de remercier ici Monsieur le Professeur NEEL, Membre de l'Institut, Directeur du Laboratoire d'Electrostatique et de Physique du Métal, qui m'a accepté dans son groupe de Laboratoires et qui a bien voulu me parrainer lors de mon entrée au C.N.R.S.

J'exprime toute ma reconnaissance à Monsieur le Doyen WEIL pour les nombreuses idées et les encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer. Il a dirigé ma formation dans l'atmosphère dynamique et cordiale qu'il sait entretenir autour de lui ; sa sollicitude et ses conseils ont permis l'aplanissement de bien des difficultés.

L'aide théorique, les calculs, les idées d'expériences suggérés par B. DREYFUS, Maître de Conférences, m'ont été précieux tout au long de ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de mes sentiments très cordiaux.

Toute ma gratitude va également aux nombreuses personnes qui m'ont aidé à mener à bien ce travail, en particulier à M. LACAZE et à l'équipe qu'il dirige pour l'appareillage à basse température ; à M. ROSSO qui a préparé les nombreux échantillons utilisés ; au personnel du service P.C.B.T du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble grâce à qui l'irradiation par neutrons à basse température a été rendue possible.

Enfin je tiens à exprimer ma reconnaissance à M. Le Professeur FRIEDEL de l'Université de Paris, qui a bien voulu accorder à ce travail un intérêt rendu précieux par son expérience des phénomènes plastiques dans les métaux.



TORSION PLASTIQUE de POILS
MONOCRISTALLINS de FER et de CUIVRE

SOMMAIRE

INTRODUCTION - Intérêt et objet de cette étude

CHAPITRE I - Généralités et modèle utilisé.

- I - 1-1 Dislocations - définition - différentes sortes
- 1-2 Vecteur de Burgers
- 1-3 Dislocations et déformation plastique - écrouissage - recuit - rôle des impuretés
- 1-4 Multiplication des dislocations - sources de Frank-Read
- 2-1 Modèle simplifié pour la torsion
- 2-2 Distribution des dislocations
- 2-3 Détermination des cycles couple-torsion - cycles décroissants

CHAPITRE II - Les poils

- II - 1- Historique - croissance naturelle
- 2- Moyens de formation - mécanismes de croissance
- 3- Préparation de nos échantillons
- 4- Description - mesures des dimensions

CHAPITRE III - Montage et étude statique

- III - 1- Montage expérimental
- 2-1 Marche des expériences
- 2-2 Cycles statiques à température ambiante
- 2-3 Durcissement par le travail
- 2-4 Evaluation du domaine élastique en fonction des dimensions
- 2-5 Valeurs du module de rigidité
- 2-6 Estimation du nombre de dislocations présentes dans le poil
- 3-1 Cycles à basse température - variation de G_c avec la température
- 3-2 Fragilisation et "dentelures" des cycles
- 3-3 Expérience de refroidissement d'un échantillon évoluant en un point du cycle.

CHAPITRE IV - Etude dynamique : relaxation

- IV - 1- Description du phénomène
- 2- Théories actuelles du fluage - bases des théories -
théorie de l'épuisement du fluage transitoire (1948)
théorie du fluage logarithmique (1953)
- 3- Relaxation instantanée et relaxation transitoire
- 4- Adaptation des théories du fluage à la relaxation
instantanée
- 5- Généralisation du fluage logarithmique pour la
relaxation transitoire à basse température
- 6- Cycles couple torsion décrits d'une manière continue
à différentes vitesses
- 7- Application d'un champ magnétique pendant la torsion
et la relaxation du couple

CHAPITRE V - Etude dynamique : frottement interne

- V - 1- Définition
- 2- Méthode et montage expérimentaux
- 3- Frottement interne et décrétement logarithmique
- 4- Evaluation de l'amortissement dû au gaz résiduel
- 5- Résultats expérimentaux
- 5-1 Influence d'un champ magnétique
- 5-2 Influence de l'amplitude de l'oscillation
- 5-3 Modèle de Granato et Lücke pour l'amortissement
dû aux dislocations
- 5-4 Discussion
- 5-5 Variation de l'amortissement avec le temps
(effets Köster)
- 5-6 Influence de la température
- 5-7 Hypothèses sur la nature des défauts ou impuretés
contenus dans les poils étudiés
- 5-8 Influence du recuit
- 5-9 Effets de l'écroûissage sur le frottement interne
- 5-10 Mesures de l'amortissement en un point du cycle
couple torsion et pendant la relaxation du couple
appliqué.

CHAPITRE VI - Effets d'une irradiation par neutrons rapides

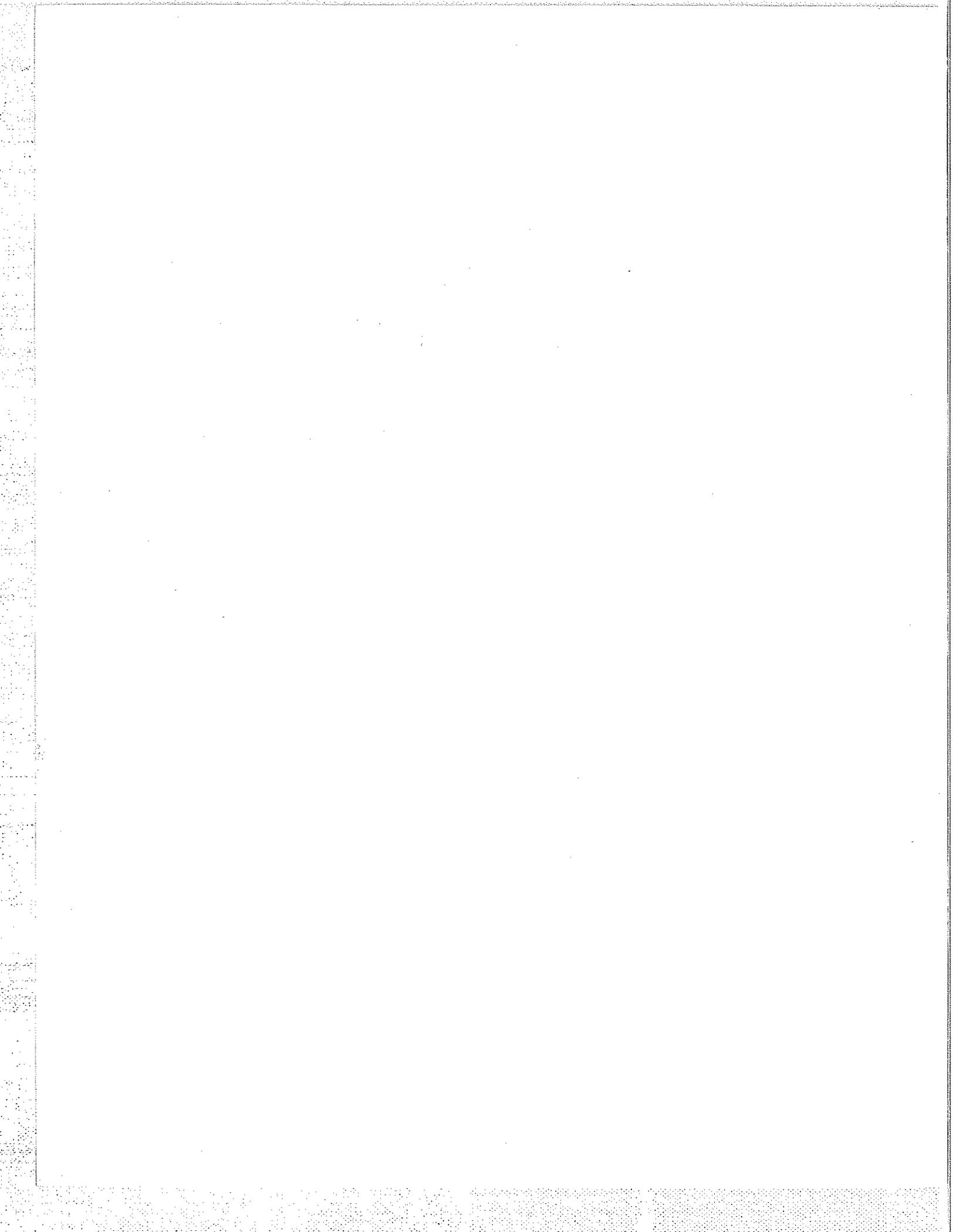
- VI - 1- Introduction
- 2- Défauts produits dans le Fer
- 3- Irradiation de nos échantillons
- 4- Calcul du nombre d'atomes déplacés donc de lacunes
créés
- 5-1 Etude du frottement interne

- 5-2 Discussion
- 6-1 Résultats expérimentaux sur le tracé des cycles
Couple-Torsion
 - a) cycles décrits à température ambiante
 - b) valeur des constantes mécaniques
 - c) cycles décrits à basse température
 - d) relaxation instantanée
 - e) relaxation transitoire
- 7-1 Effet d'un recuit à 225°C
- 8-1 Conclusion

CHAPITRE VII - Résultats expérimentaux relatifs
aux poils de cuivre

- VII- 1-1 Cycles couple torsion
- 1-2 Mesure des constantes élastiques
- 2-1 Frottement interne
- 3-1 Interprétation des résultats

Conclusions Générales



TORSION PLASTIQUE de POILS
MONOCRISTALLINS de FER et de CUIVRE

INTRODUCTION. - Les monocristaux obtenus sous forme de filaments (Whiskers dans le vocabulaire anglo-saxon) ont fait l'objet de nombreuses études au cours de ces dernières années (1)-(8). Les expériences se rapportant à leur comportement mécanique ont été jusqu'ici effectuées par flexion ou par traction ; elles ont mis en évidence le comportement exceptionnel de ces échantillons : une limite élastique de l'ordre de cent fois supérieure à celle du matériau sous forme massive usuelle et une charge de rupture de l'ordre de grandeur de celle que l'on peut calculer pour un cristal parfait. On peut expliquer ces faits par le petit nombre de dislocations présentes à l'intérieur du poil, soit à cause de la perfection de la structure cristalline exempte d'impuretés, soit plus simplement à cause du faible volume, excluant statistiquement la présence de nombreuses dislocations. Des études sur la croissance de tels monocristaux (9)-(11) suggèrent le rôle particulier joué par les dislocations vis (screw) parallèles à l'axe du monocristal.

Eshelby (12) a étudié les conditions d'équilibre d'une telle dislocation et a montré qu'elle pouvait être stable dans un poil, sous certaines conditions.

Nous avons entrepris une série d'expériences de torsion mieux adaptées à l'étude de certains phénomènes comme le frottement interne ou la relaxation de la force appliquée ; nous pensions que les dislocations mises en jeu, d'une nature géométrique différente qu'en flexion ou en traction, feraient apparaître quelques différences de comportement.

Ce travail comprend donc un étude de cycles couple-torsion décrits jusqu'à 20°K ; une part importante est réservée

à la relaxation du couple appliqué ; un modèle de B. Dreyfus permet d'interpréter ces phénomènes en fonction du nombre et du mouvement des dislocations. Dans une seconde partie nous avons étudié les divers facteurs influant sur le frottement interne et trouvé un bon accord avec le modèle proposé par Granato et Lücke ⁽³⁵⁾. Enfin, l'influence d'une irradiation par neutrons rapides a également été étudiée, elle a précisé le rôle des défauts dans le mouvement réversible des dislocations ; une guérison partielle a été obtenue par l'écroutissage de la même manière que par un recuit.

- CHAPITRE I -

GENERALITES et MODELE UTILISE

I - 1-1 DISLOCATIONS ⁽¹³⁾⁻⁽¹⁶⁾

Le fait que les valeurs expérimentales de l'effort critique de cisaillement sont faibles comparativement aux valeurs théoriques, peut s'expliquer par le déplacement à travers le réseau cristallin, d'un type particulier d'imperfections appelées dislocations. L'idée qu'un glissement pouvait s'effectuer par déplacement de dislocations fut proposée en 1934 par Taylor, Orowan et Palanyi. Le concept de dislocations avait déjà été introduit par Volterra (1907), Prandtl (1920) et Dehlinger (1929).

La figure 1 représente un cristal dans lequel un glissement s'est produit dans un demi plan et non dans l'autre. La région frontière AD entre ces deux demi-plans est une dislocation : c'est une imperfection linéaire dont la position coïncide avec l'extrémité d'un demi-plan réticulaire vertical qui serait enfoncé dans la moitié supérieure du cristal comme l'indique la figure 3 et dont la trace sur le plan de la figure est représentée par la droite AG. Les atomes suffisamment éloignés de la dislocation occupent des positions d'équilibre par rapport à leurs voisins. Près de la ligne de dislocation le cisaillement est important. Du côté de la dislocation qui n'a pas glissé, les atomes tendent à revenir vers l'état antérieur au glissement ; de l'autre côté ils cherchent à ce que le glissement soit complet afin d'atteindre un nouveau site du réseau. L'atome central A (fig. 3) est au point mort ; en première approximation les forces agissant sur la dislocation se compensent et c'est pourquoi l'effort extérieur pour déplacer une dislocation est très faible.

Le passage d'une dislocation à travers tout le cristal équivaut à un glissement d'une période du réseau, en général.

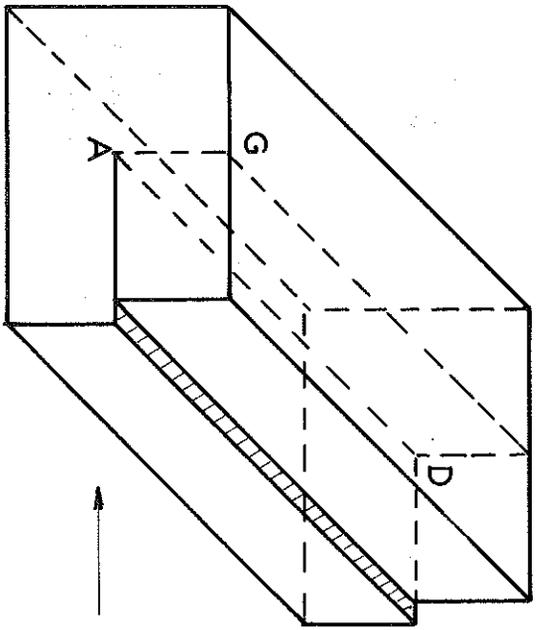


FIG. 1

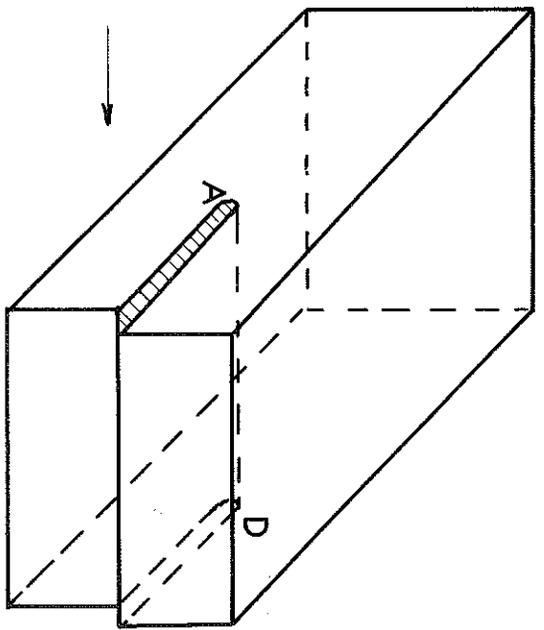


FIG. 2

GLISSEMENT

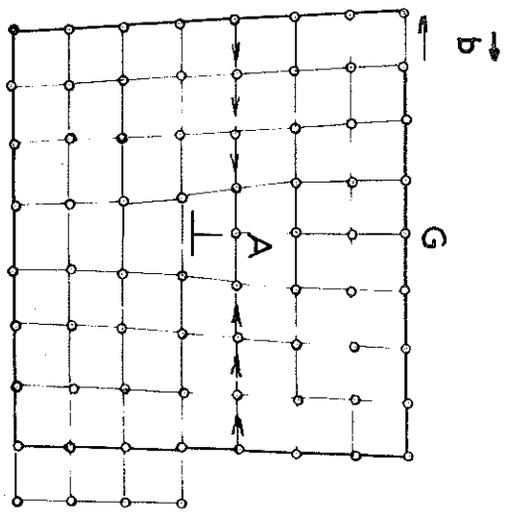


FIG. 3

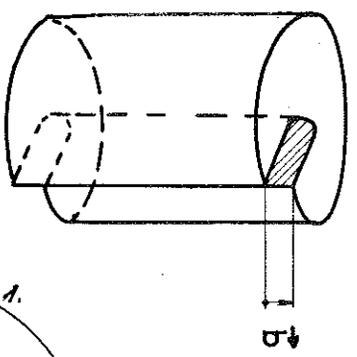


FIG. 4

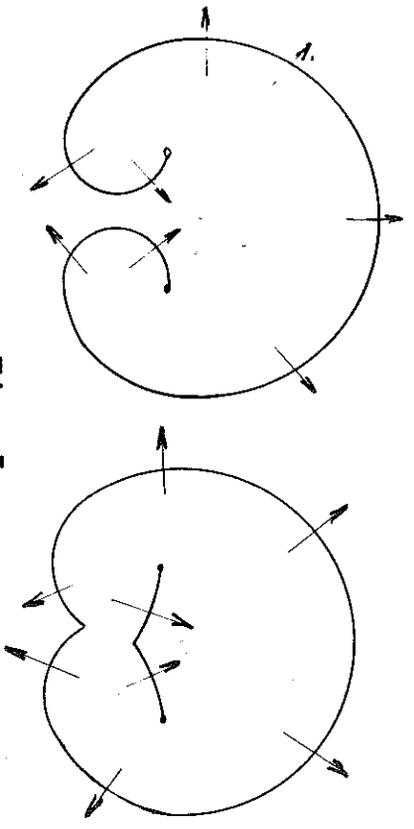
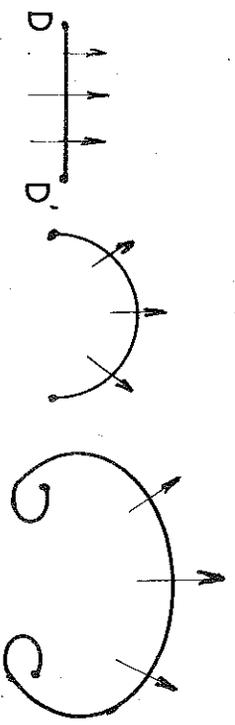
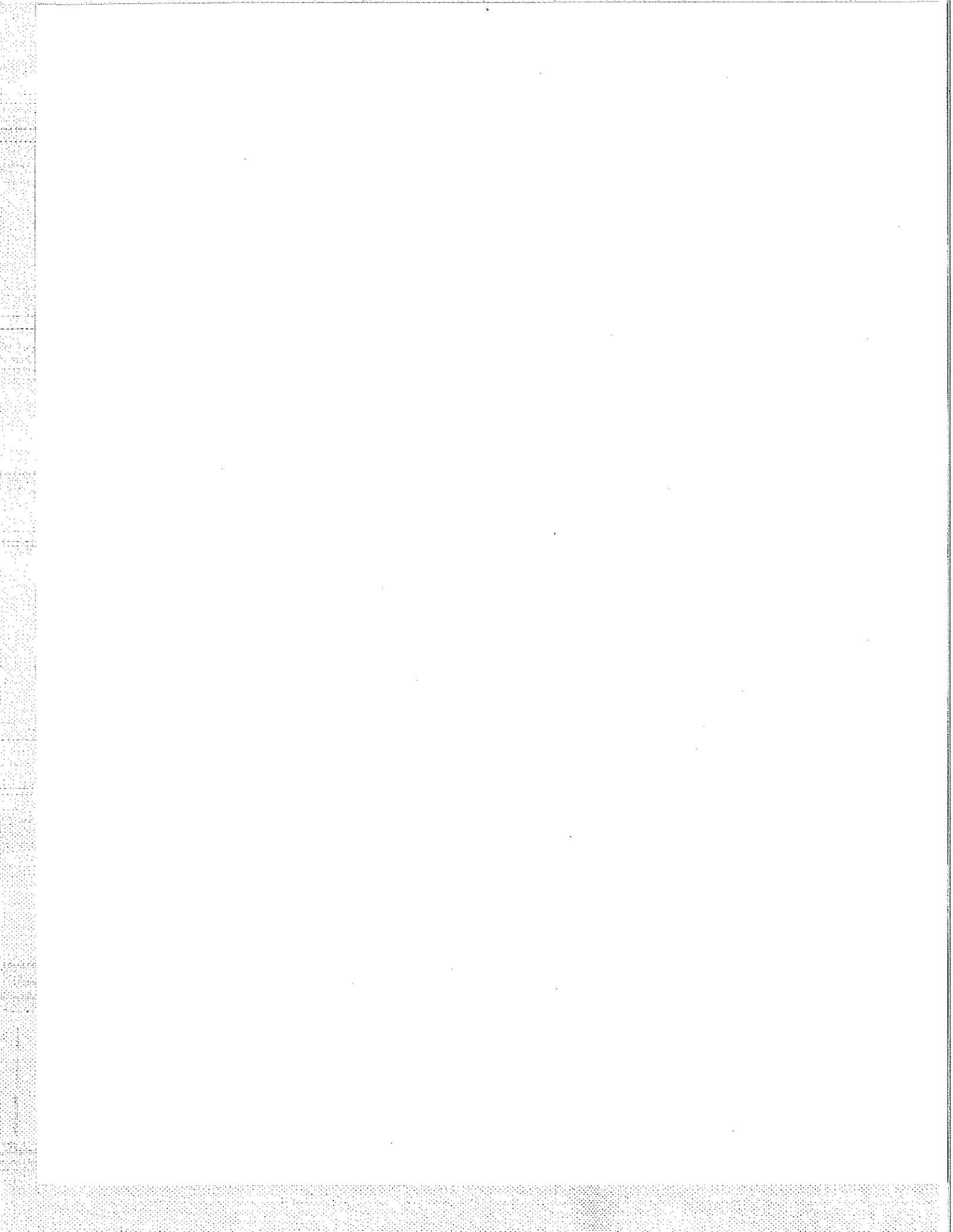


FIG. 5



ture est le vecteur \vec{b} . Le symbole \perp de la figure 3 marque la dislocation qui est aussi le bord d'un plan atomique incomplet inséré dans le cristal parfait.

Le vecteur de Burgers étant ainsi défini il est commode de représenter une dislocation vis de la manière suivante (fig. 4) : soit un cylindre, on le fend le long d'un demi plan radial, on immobilise la partie gauche par exemple et on translate la partie droite de la fente d'une quantité égale à un vecteur \vec{b} . L'axe central est une ligne de dislocation. Les plans atomiques perpendiculaires à l'axe sont alors transformés en un pas de vis qui s'enroule de façon continue autour de la ligne de dislocation. Si on laisse le système seul il va se tordre ; pour le maintenir il faut appliquer un couple opposé, pour garder les génératrices rectilignes et maintenir l'équilibre.

I - 1-3 DISLOCATIONS et DEFORMATION PLASTIQUE.

Le mouvement d'une dislocation à travers le cristal produit une déformation. La contrainte nécessaire pour déplacer la dislocation est bien inférieure à la contrainte nécessaire pour cisailer simultanément tout un plan d'atomes, par rapport à un autre plan, dans un cristal parfait. Cette contrainte est probablement inférieure à 10^5 dynes/cm², (16) alors que dans le second cas le calcul indique une valeur de $\mu/30$, étant le module de rigidité.

Les dislocations sont cependant entourées de champ de contraintes élastiques. Ces divers champ interagissent fortement et bloquent les dislocations ; la contrainte extérieure nécessaire pour déformer plastiquement l'échantillon doit être suffisante pour faire passer les dislocations à travers les champs de contraintes des autres dislocations qui s'y opposent. Les dislocations accumulées pendant l'écrasement durcissent donc le matériau. La réduction de la densité

des dislocations permet à celles qui restent de se déplacer plus facilement et affaiblit donc le cristal. Ceci peut se produire pendant le recuit où les dislocations s'annihilent ou se réunissent à plusieurs pour constituer une seule dislocation. Il faut cependant remarquer que si toutes les dislocations étaient éliminées, le cristal serait très résistant et parfaitement élastique.

Les impuretés jouent également un rôle dans le comportement des dislocations. Elles diffusent vers ces dernières, les atomes de dimensions supérieure à celle de la matrice sont attirés vers des régions en tension avoisinant la dislocation alors que les atomes de plus faibles dimensions sont attirés vers les régions de compression. Cottrell ⁽¹⁵⁾ interprète le "yield point" observé dans le fer et les aciers, comme le moment où les dislocations se séparent des impuretés, elles s'en éloignent, peuvent se déplacer plus facilement et donnent lieu à une première déformation plastique.

Les dislocations influent aussi sur la valeur des constantes élastiques et du frottement interne. Une petite contrainte alternative déplace les dislocations autour de leur position d'équilibre, il s'en suit une perte d'énergie et une augmentation du frottement interne. Sous une faible contrainte un petit déplacement réversible des dislocations s'ajoute à la déformation élastique du cristal ; la déformation pour une contrainte donnée est accrue et le module élastique apparemment diminué.

I - 1-4 MULTIPLICATION DES DISLOCATIONS.

Nous parlerons seulement de la source de Franck et Read qui produit des boucles fermées de dislocations qui s'étendent, balayent tout le plan de glissement, s'entremêlent avec d'autres dislocations et durcissent l'échantillon.

Dans la fig. 5, le plan de la figure est le plan de glissement d'un segment de dislocation D.D' ; une contrainte appliquée produit une force normale sur la dislocation et la fait s'enfler. La dislocation se courbe ; si la contrainte croît au-delà d'une valeur critique, la dislocation devient instable et s'étend. La boucle en s'étendant revient sur elle-même (c et d) ; en e les deux portions de la dislocation qui se sont rencontrées se sont annihilées et laissent une boucle fermée de dislocation qui continue de s'étendre sous la contrainte appliquée, et une portion DD' qui se redresse et se trouve prête à subir à nouveau le même processus.

I - 2-1 MODELE SIMPLIFIE POUR LA TORSION.

Profitant de l'analogie entre une dislocation vis et un courant rectiligne on peut imaginer ce qui se passe lors de la torsion plastique d'un poil. Une dislocation vis peut être représentée par une intensité proportionnelle à son vecteur de Burgers \vec{b} ; elle sera assimilée à un courant électrique rectiligne et la tension $\vec{\sigma}$ sera l'analogie d'un champ magnétique.

I - 2-2 DISTRIBUTION DES DISLOCATIONS.

Nous considérons tout d'abord un cylindre d'axe OZ et de rayon R. Une dislocation vis de vecteur de Burgers b parallèle à OZ dans un milieu infini crée une tension analogue au champ magnétique d'un fil rectiligne indéfini parcouru par un courant \vec{I} . L'analogie entre le champ et la tension est complète si l'on pose :

$$\vec{i} = \frac{\vec{b}\mu}{4\pi} \quad (1)$$

où μ est le module de rigidité du matériau. La tension (σ_{yx} , σ_{xy}) à la distance r du centre de la dislocation est alors donnée, par :

$$\sigma = \left| \frac{\vec{b}\mu}{2\pi} \wedge \frac{\vec{r}}{r^2} \right| = \frac{b\mu}{2\pi} \frac{1}{r}$$

La présence de la surface libre du cylindre impose certaines conditions aux limites ; On pourra toujours raisonner en milieu infini, mais à la condition d'ajouter à chaque dislocation (b, ρ) une dislocation image de signe opposé située à la distance R^2/ρ du point O.

Considérons maintenant une distribution de dislocations vis, possédant la symétrie de révolution et caractérisée, à la distance ρ du point O, par la densité du vecteur de Burgers $\beta(\rho)$. Alors, le vecteur de Burgers total des dislocations comprises dans l'aire dS est donné par :

$$dB = \beta \, dS$$

Le calcul de la tension totale créée par cette distribution de dislocations en un point quelconque M situé à la distance r de O, se fait alors en utilisant l'analogie du théorème d'Ampère de l'électromagnétisme.

$$\int_C H \, dl = 4 \pi \times \left\{ \begin{array}{l} \text{flux du courant intérieur} \\ \text{au contour C} \end{array} \right\}$$

d'où

$$\sigma(r) = \frac{\mu}{r} \int_0^r \beta(\rho) \rho \, d\rho = \frac{\mu B(r)}{r}$$

en posant :

$$B(r) = \int_0^r \beta(\rho) \rho \, d\rho = \frac{1}{2\pi} \times \left\{ \begin{array}{l} \text{vecteur de Burgers total des} \\ \text{dislocations intérieures au} \\ \text{cercle de rayon r.} \end{array} \right\}$$

Les dislocations images n'interviennent plus dans le calcul comme dans le cas de l'électromagnétisme ou n'intervient que la densité de courant à l'intérieur du tube considéré.

Le couple total créé par les dislocations s'exprime par :

$$\Gamma = \left| \int r \wedge \sigma \, ds \right| = 2\pi\mu \int_0^R r B(r) \, dr$$

Enfin, en plus de ces forces dues aux dislocations nous superposons une torsion élastique en supposant chaque dislocation initiale figée. Les nouvelles tensions de déformation auront même symétrie que les précédentes et en chaque point elles leur seront colinéaires. Les tensions et les couples élastiques prendront les valeurs :

$$\begin{aligned}\sigma' &= \mu \alpha r \\ \Gamma' &= \frac{\mu \pi R^4}{2} \alpha\end{aligned}$$

pour une torsion élastique d'angle α par unité de longueur.

Dans le cas général, lors de la présence simultanée d'une torsion élastique d'angle α et d'une distribution de dislocations vis définie par $B(r)$ on obtient :

$$(2) \quad \sigma = \mu \left[\alpha r - \frac{B(r)}{r} \right]$$

$$(3) \quad \Gamma = \pi \mu \left[\frac{R^4 \alpha}{2} - 2 \int_0^R B(r) r dr \right]$$

I - 2-3 DETERMINATION DES CYCLES

La formule (3) permet de déterminer l'intégrale $\int_0^R B(r) r dr$ à partir des courbes couple-torsion. Inversement, il est possible, si, par un modèle quelconque on peut préciser la distribution des dislocations, de prévoir les courbes couple-torsion.

Pour déterminer cette distribution nous adopterons l'hypothèse admise en général : les dislocations se mettent en mouvement dès que la tension devient supérieure à une tension critique σ_c , caractéristique du matériau, à la température considérée. De plus, par suite d'une nucléation à la périphérie du poil, ou dans la région intéressée, les dislocations sont toujours en nombre suffisant pour empêcher la tension en un point quelconque du cristal, d'excéder σ_c .

A l'aide de (2) cette condition devient :

$$\alpha r - \frac{G_c}{\mu} \leq \frac{B(r)}{r} \leq \alpha r + \frac{G_c}{\mu}$$

Cette condition se discute aisément sur les diagrammes $\frac{B(r)}{r}$ en fonction de r.

Si l'on part d'un matériau vierge $B(r) = 0$ la distribution est représentée en trait gras sur la figure 6-a. Cette distribution est inchangée tant qu'elle vérifie l'équation (4). En effet, on a alors partout $|\sigma| < |\sigma_c|$ les dislocations ne se mettent pas en mouvement, nous sommes dans la région élastique.

Cette région élastique s'étend alors de 0 à $\alpha_0 = \frac{G_c}{\mu R}$

Pour une valeur $\alpha_1 > \alpha_0$, la distribution est représentée par la figure 6-b. Des dislocations apparaissent dans la couronne ρ, R . Si α croît, les dislocations deviennent plus nombreuses ; on peut déterminer $B(r)$ et passer ainsi à la valeur du couple correspondant. Si à partir de α_1 on décroît l'angle de torsion, il ne se passera rien tant que la droite B n'a pas atteint le point D, les dislocations liées à l'angle α_1 restent figées. La distribution prendra ensuite l'allure représentée figure 6-c.

Maintenant il est facile de passer au couple et de tracer le cycle couple-torsion (fig.7).

Dans la région élastique oA :

α est compris entre 0 et $\alpha_0 = \frac{G_c}{\mu R}$

Le couple vaut alors :

$$\Gamma_0 = \frac{\mu \pi R^4}{2} \alpha_0 = \frac{2 \pi G_c R^3}{4} \quad (5)$$

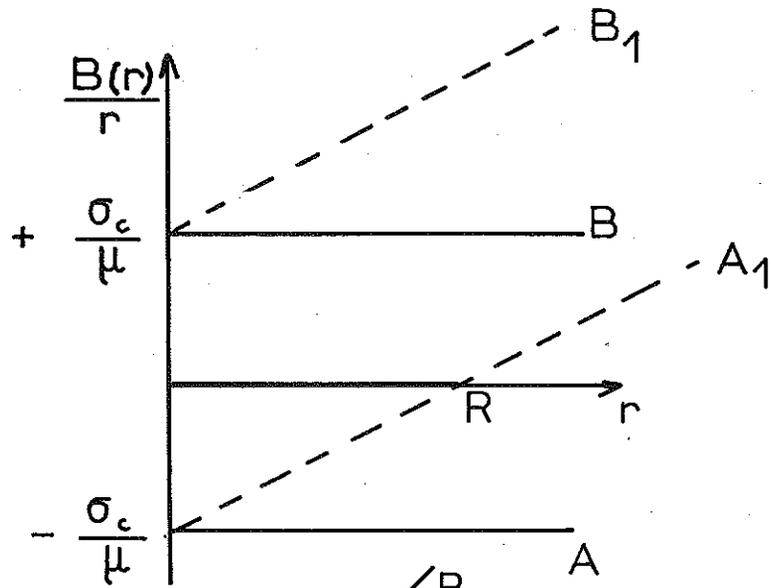


FIG. 6-a

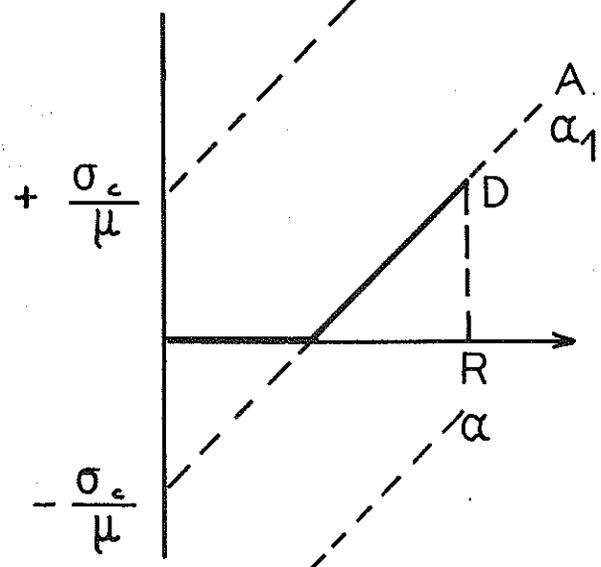


FIG. 6-b

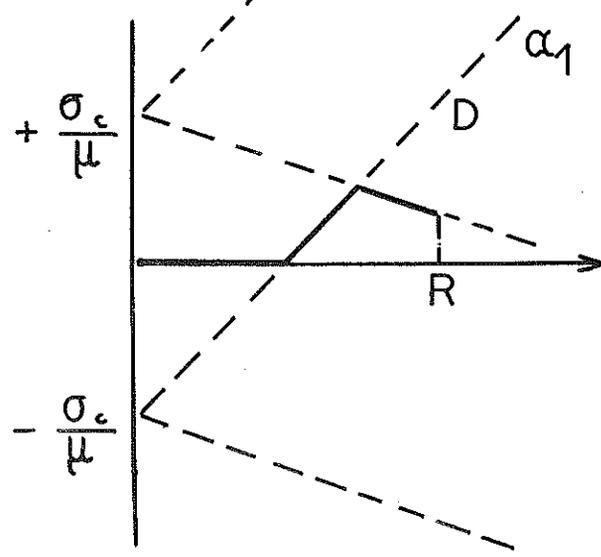


FIG. 6-c

Dans la région plastique AB :

$$B(r) = \alpha r^2 - \frac{\sigma_c}{\mu} r$$

de plus :

$$\Gamma = \pi \mu \left[\frac{R^4 \alpha}{2} - 2 \int_{\frac{\sigma_c}{\mu}}^R B(r) r dr \right] = 2\pi \sigma_c \left[\frac{R^3}{3} - \frac{1}{12} \frac{\sigma_c^3}{\mu^3} \frac{1}{\alpha^3} \right]$$

et à la limite pour $\alpha \rightarrow \infty$ (6)

$$\Gamma_c = \frac{2\pi \sigma_c R^3}{3}$$

Dans la région BC (fig 7) les dislocations créées étant soumises à des tensions inférieures en valeur absolue à σ_c restent figées, la déformation est élastique. Enfin en CD, les dislocations positives sont peu à peu expulsées et remplacées par des dislocations de signe opposé. La courbe (S) lieu de C s'obtient facilement à partir de AB par une translation égale à AA'. Cette circonstance, conséquence du modèle permet de tracer au moins qualitativement la courbe $\Gamma(\alpha)$ d'un cylindre autre que circulaire. Par exemple si la section est une ellipse d'axes 2a et 2b (a > b) (fig.8) la tension est maximum au sommet du petit axe. Pour une déformation élastique :

$$\alpha < \alpha_0 \quad ; \quad \alpha_0 = \frac{\sigma_c (a^2 + b^2)}{2\mu a^2 b}$$

$$\Gamma = \pi \mu \frac{a^3 b^3}{a^3 + b^3} \alpha$$

$$\Gamma(\alpha_0) = \frac{\pi \sigma_c}{2} a b^2$$

En supposant que la tension limite σ_c reste parallèle aux tensions initiales* on trouve :

$$\Gamma_c = \frac{4}{3} \sigma_c a b^3 K \sqrt{\frac{a^2 - b^2}{a^2}}$$

* ce qui n'est pas rigoureusement exact, mais donne un résultat très acceptable.

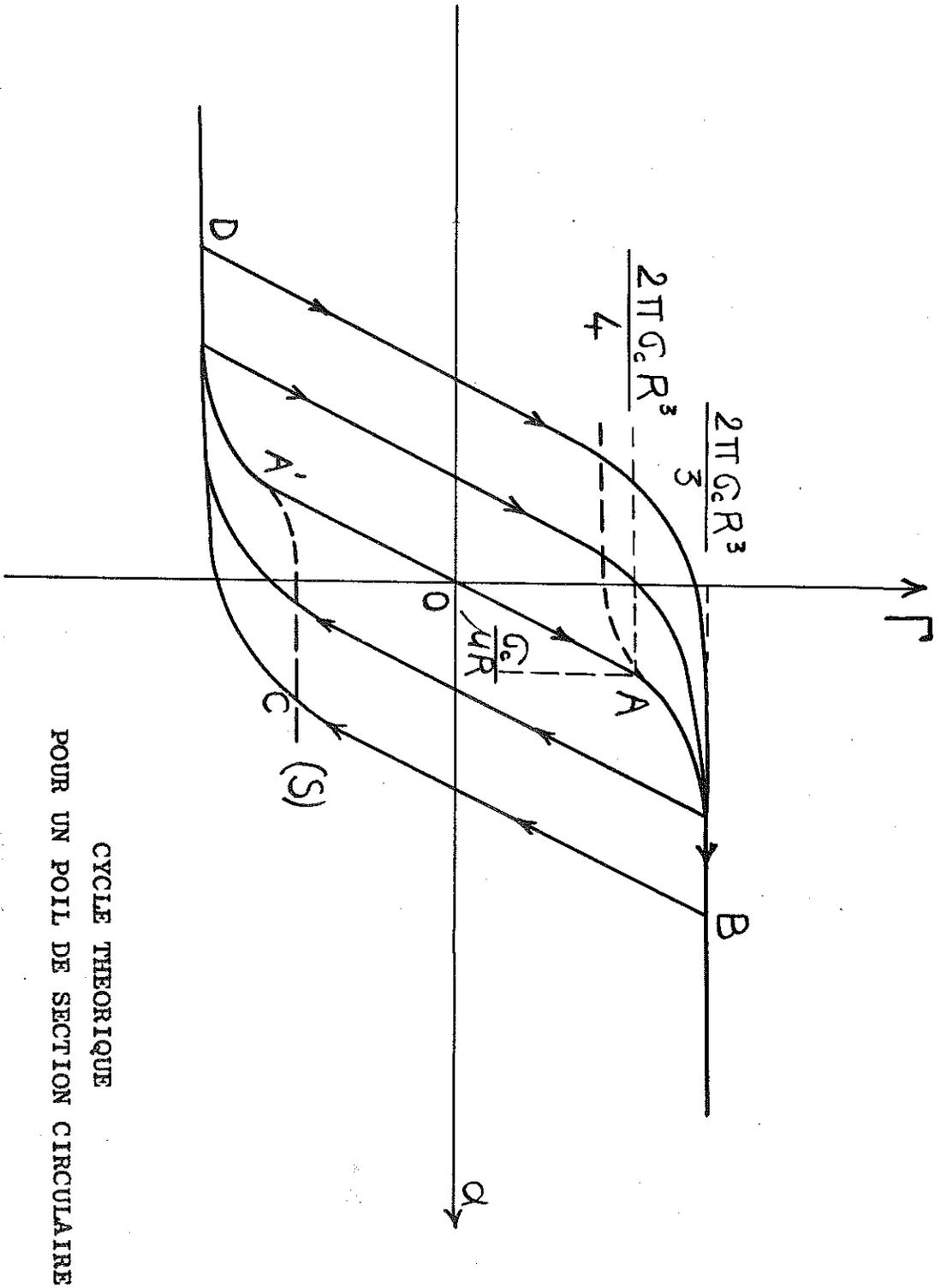
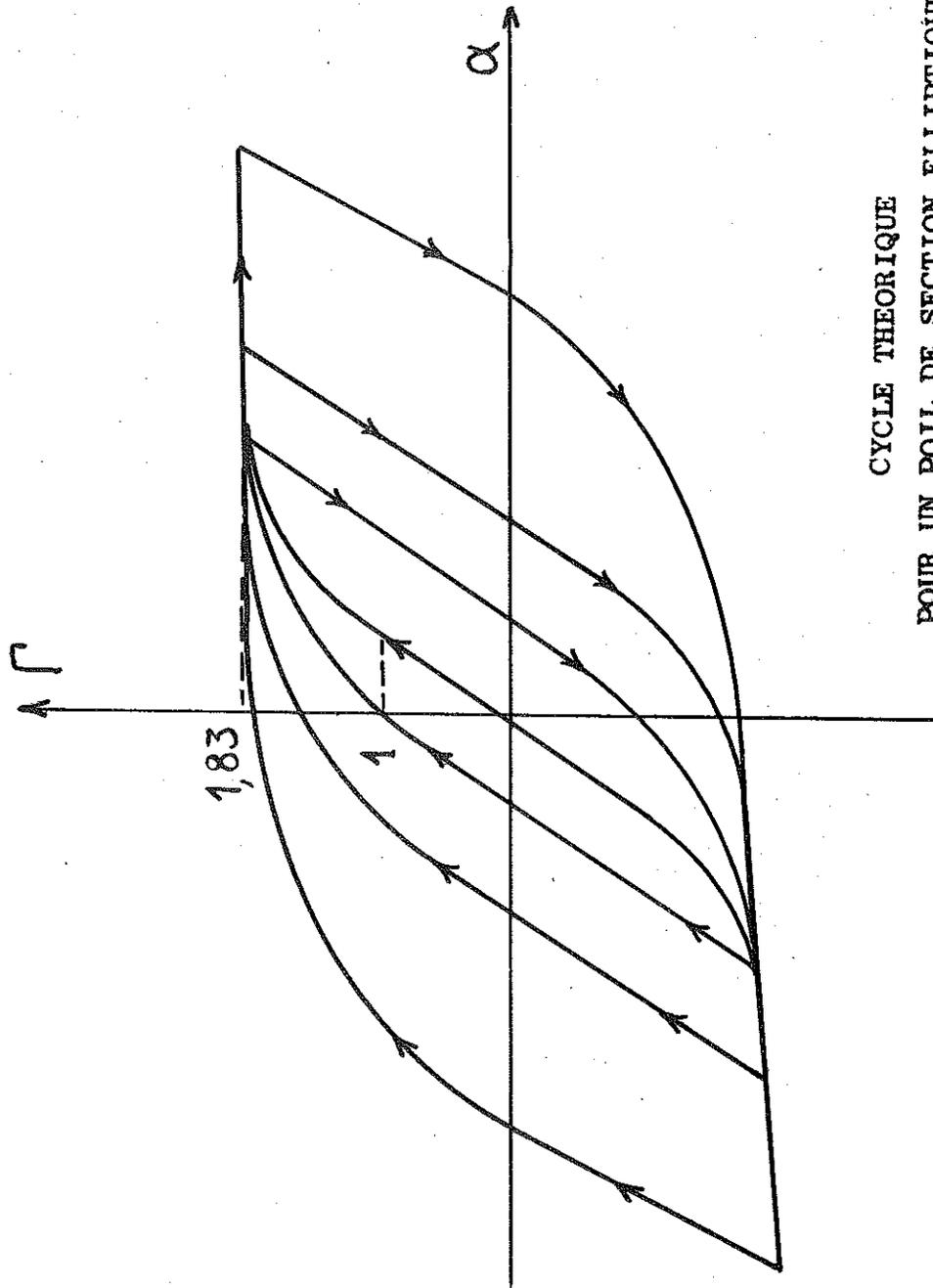


FIG. 7



CYCLE THEORIQUE
POUR UN POIL DE SECTION ELLIPTIQUE

D'AXES $a = 2b$

FIG 8

ou $K(k)$ est l'intégrale elliptique :

$$\int_0^{\pi/2} \frac{d\varphi}{\sqrt{1-k^2 \sin^2 \varphi}}$$

ainsi si $a = 2b$

$$\frac{\Gamma}{\Gamma(\alpha_0)} = 1,83$$

alors que pour le cylindre a section circulaire :

$$\frac{\Gamma}{\Gamma(\alpha_0)} = 1,33$$

Le calcul peut être mené également dans le cas où \mathcal{G}_c est une fonction de r , ce qui pourrait être nécessaire si \mathcal{G}_c est dû aux interactions avec d'autres dislocations de distribution non uniforme. Le cas d'une tension de nucléation des dislocations supérieure à \mathcal{G}_c à la périphérie du poil peut être traité. De même le modèle présenté peut prévoir et interpréter les cycles de résistance électrique dans l'hypothèse ou l'augmentation de résistivité est proportionnelle à la valeur de $\beta(\rho)$. Ces extensions ne seront pas présentées ici car elles ne semblent pas nécessitées par les résultats expérimentaux.

Lors d'une détorsion du poil par des cycles d'amplitude décroissante, on peut prévoir schématiquement ce qui se passe. Ce problème est important dans nos expériences car il nous permettra de revenir à un état de référence, qui, bien que différent de l'état initial (poil vierge), nous permettra de tracer plusieurs cycles sur un même échantillon. La fonction $B(r)$ est alors représentée par une ligne brisée (fig. 9) d'où l'on peut déduire la densité des dislocations $\beta(\rho) = \frac{1}{\rho} \frac{dB}{d\rho}$; on a des couronnes de dislocations de signe alterné.

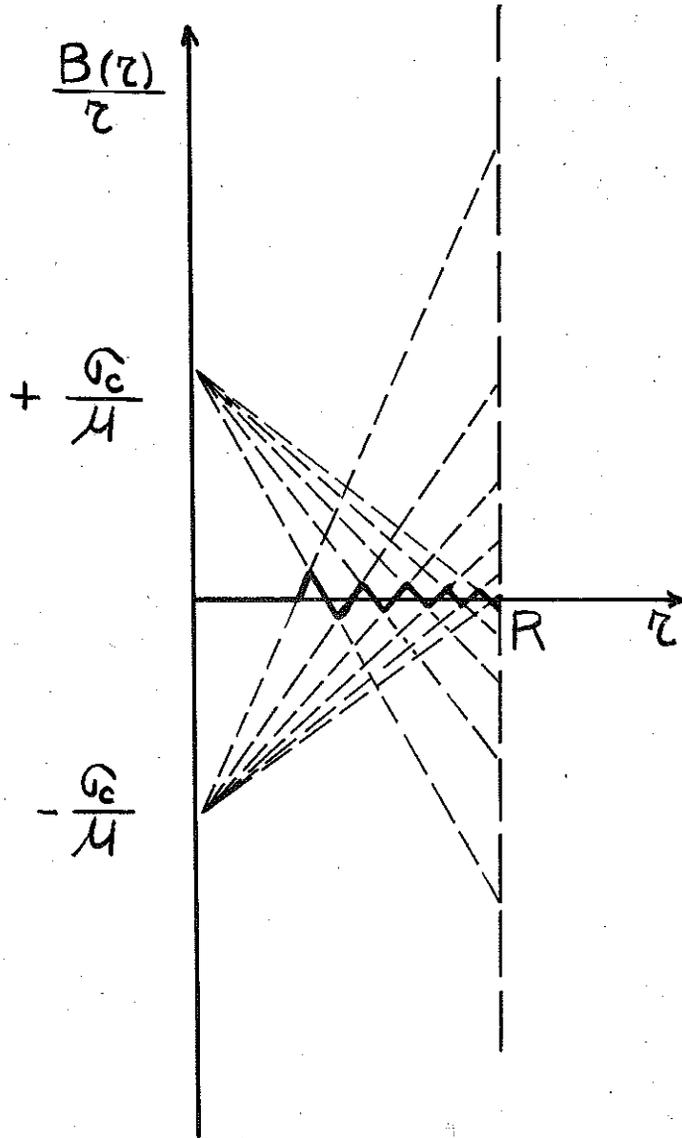


FIG 9

- CHAPITRE II -

LES POILS

II - 1- HISTORIQUE.

La croissance de métaux sous forme de filaments est connue depuis fort longtemps ⁽¹⁷⁾. Historiquement, l'intérêt de l'étude de cette croissance était de trouver une relation possible entre le domaine végétal et le domaine minéral. Webster en 1671, Henckel en 1722, écrivent déjà sur ce sujet. En 1751 Henckel et Wallerius décrivent "l'arbre de Diane" magnifique ensemble de cristaux en branche qui se forme lorsqu'une goutte de mercure est placée dans une solution de sel d'argent.

La méthode de croissance que nous employons avait déjà été mentionnée en 1877 par Liversidge (réduction de Clag).

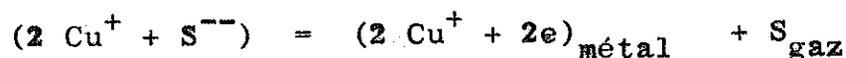
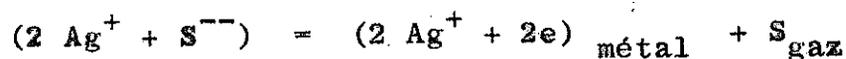
En 1945, cette forme des minéraux a été remise brusquement en vedette par une suite d'incidents curieux survenant dans les installations téléphoniques. Des courts circuits internes se produisaient dans les condensateurs de radio et de téléphone, causés par la formation de poils entre les plateaux. Comme ces poils étaient petits et fragiles, ils se détruisaient lorsqu'on démontait les appareils et ces derniers renvoyés en usine pour réparations fonctionnaient à merveille. Des poils de cadmium se formaient sur l'acier cadmié, aux endroits où le cadmium déposé était mince, irrégulier, et déjà attaqué.

Si l'on regarde également une photographie au microscope électronique on s'aperçoit que des révélateurs tels le métol, metol-hydroquinone, hydroquinone, amidol ou oxalate ferreux donnent "une masse enchevêtrée" de filaments plats qui ressemblent à une étendue herbeuse, et sont des poils d'argent dont on a vérifié l'axe de croissance.

II - 2- MOYENS DE FORMATION - MECANISMES DE CROISSANCE.

Diverses méthodes peuvent donner naissance à la formation de poils. L'origine des filaments de cuivre et d'argent qui poussent naturellement sur les minéraux ou les scories a été une source d'intérêt et d'expériences depuis le 18^e siècle. Diverses préparations ont été proposées pour obtenir des filaments métalliques à partir des sulfures (17)

La réaction générale peut s'écrire :



L'énergie nécessaire à la formation est fournie par cette réaction. Le soufre qui quitte la surface du sulfure laisse un excès d'ions et d'électrons, ils migreront vers le métal déjà existant. Une croissance par la basse doit se produire puisque les ions et les électrons prennent naissance dans le sulfure.

Ostwald (18) pense que la formation des filaments vient d'une différence de pression osmotique des ions libres entre le sulfure et le métal.

On peut également préparer les poils par réduction des halogénures, c'est la méthode actuellement la plus employée (19)-(20)-(21). La réduction s'opère à une température de l'ordre de 700°C par l'action d'hydrogène ; ce mode de croissance n'est pas non plus bien compris, il est généralement admis que la vapeur d'halogénure se dépose sur la surface latérale du poil et diffuse le long de cette paroi vers le sommet, là une dislocation vis émerge en surface donnant un site favorable

sur lequel se produit la croissance⁽²²⁾ Brenner déjà cité observa effectivement une croissance par le sommet tandis que J.W. Allan et W.W. Webb⁽²¹⁾ ont observé la croissance des poils de cuivre à la fois par la base et par le sommet à des vitesses de l'ordre de 10 microns/seconde.

Des poils peuvent se former sous certaines conditions mal déterminées directement sur le métal (cadmium, étain, zinc etc ...)

L'origine de la force agissant pour créer un tel mécanisme n'est pas déterminée. Le processus de formation est en général expliqué par les dislocations.

Peach⁽¹⁰⁾ suppose que le poil ne contient qu'une seule dislocation vis et que la force nécessaire à la croissance provient de la réduction de l'énergie de la dislocation à l'intérieur du spécimen. Des lacunes seraient attirées vers la dislocation depuis la surface pour annihiler certaines rangées d'atomes, le contre courant d'atomes qui en résulte le long de la dislocation et vers l'extérieur donnerait lieu à une croissance par le sommet. Cette idée fut abandonnée après que Koonce et Arnold⁽²³⁾ observèrent que le filament pousse sur le métal par addition de matière à la base.

Eshelby⁽¹²⁾ et Franck⁽¹¹⁾ pensent que la force régissant le mécanisme de croissance provient de l'oxydation de la nouvelle surface lorsque le filament grandit. Franck suppose qu'une dislocation ancrée en un point intérieur déplace son extrémité sur la surface libre jusqu'à ce qu'elle trouve une position d'équilibre ; elle pourra tourner ainsi indéfiniment autour de son point d'émergence chaque tour correspondant à un accroissement égal au vecteur de Burgers.

Des poils peuvent aussi se former à l'intérieur d'un four, à la surface ou dans les cavités des métaux coulés, à la surface des scories ; cette formation paraît reliée à l'existence

d'un gradient de température au cours du refroidissement, l'intérieur du métal se refroidissant moins vite que la surface libre. A l'heure actuelle les observations sur la croissance des poils sont assez fragmentaires, les réactions chimiques fondamentales sont souvent indéterminées et ne permettent pas une interprétation théorique satisfaisante.

II - 3- PREPARATION DE NOS ECHANTILLONS.

La méthode que nous avons utilisée est la réduction du chlorure ferreux ou cuivreux par l'hydrogène vers 650°C (19)-(20)-(21). Diverses variantes de préparation ont été proposées par le Pr. Weil en vue d'améliorer le rendement de cette production. Des poils de fer de diverses longueurs (parfois 4 cm) et de différents diamètres (de quelques microns à quelques dizaines de microns) étaient facilement obtenus. Les poils de cuivre en général plus fins présentaient parfois une croissance en vrille légèrement différente du "tire bouchon" photographié par W.J. Allan et W.W. Webb (21).

II - 4- DESCRIPTION - MESURE DES DIMENSIONS

Les poils de fer se présentent sous forme de fines aiguilles brillantes souvent groupées en véritables touffes enchevêtrées. Suivant l'éclairage on remarque les faces brillantes comme des miroirs ; certains présentent des ramifications nombreuses. Les échantillons employés dans nos expériences étaient dépourvus de ces ramifications et étaient choisis parmi ceux qui offraient des surfaces les plus brillantes et ne décelant pas de déformations dues à la croissance ou à la manipulation.

Après avoir effectué diverses mesures, les poils étaient désolidarisés du montage expérimental et leur dimensions étaient évaluées avec un microscope permettant également la photographie

après un grossissement de 150 ou 300 ; deux clichés permettaient de déterminer deux dimensions de la section. Afin d'avoir des précisions sur sa forme certains poils ont été enrobés d'araldite, puis, après un polissage normal à l'axe, la section était observée au microscope. Ces mesures n'ont pas donné entière satisfaction car d'inévitables bavures, même après polissage électrolytique rendaient les bords de cette section incertains.

L'erreur ainsi commise sur les dimensions est estimée de l'ordre de 10 %.

- CHAPITRE III -

MONTAGE EXPERIMENTAL et ETUDE STATIQUE

DES CYCLES

III - 1- Montage expérimental.

Le tracé des cycles couple-torsion nécessite un montage relativement simple. Schématiquement, il suffit de pouvoir tordre le monocristal d'un angle déterminé, puis de mesurer le couple appliqué. Les mesures étant faites à température ambiante mais aussi à basse température le système doit être contenu dans un cryostat spécial. L'ensemble est représenté figure 10.

Le couple est créé par un fil de tungstène de caractéristiques mécaniques et géométriques connues, dont l'une des extrémité est fixe, et l'autre, solidaire du monocristal, supporte un petit miroir. La mesure du couple se réduit à la mesure d'un angle, effectuée optiquement : un faisceau lumineux étant envoyé sur le miroir est réfléchi vers un suiveur de spot "Sefram". Un système d'engrenages permet de tourner d'un angle déterminé l'extrémité supérieure de l'échantillon. Cette dernière est collée avec de la colle de Jauge (Glue GM 4479 for Philip strain gauges) sur un cylindre de cuivre monté sur roulement à billes afin que le mouvement transmis à l'échantillon soit purement une rotation, le jeu du roulement ayant été éliminé par un pivot.

Le vase Dewar est d'un type classique déjà décrit⁽²⁴⁾. La partie inférieure est démontable donnant ainsi accès à l'enveloppe intérieure contenant le bain froid ; l'extrémité inférieure de cette enveloppe comportant le roulement à bille, le support de l'échantillon et les engrenages, il est ainsi facile de monter le poil qui sera refroidi par conduction. La pièce supportant l'extrémité inférieure du fil de tungstène est en cuivre massif en contact thermique étroit avec le bain réfrigérant. La tige de sortie de la commande de rotation est un tube

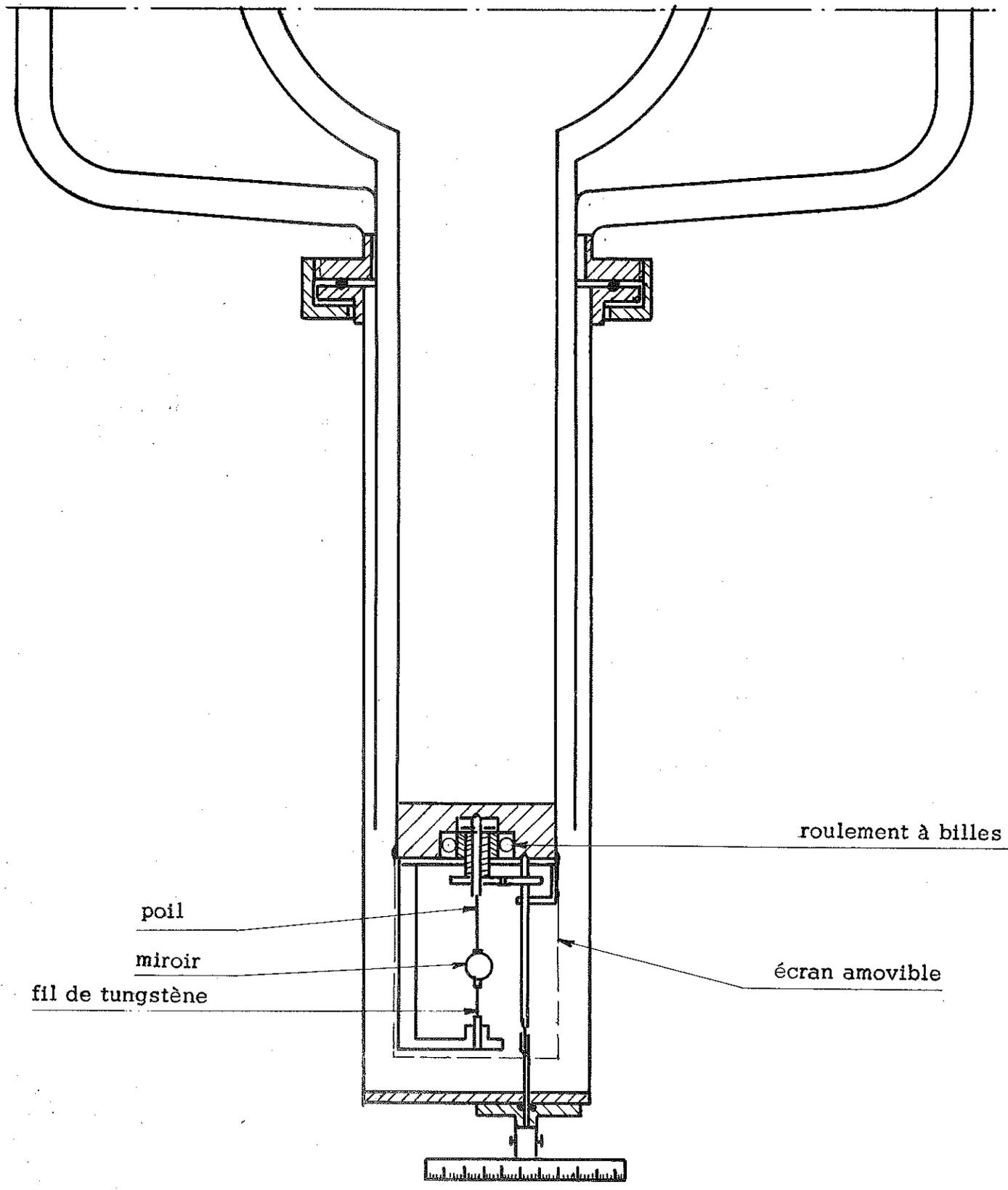
de constantan de 1 mm de diamètre et de 1/10 mm d'épaisseur. L'ensemble ainsi décrit est entouré complètement par un écran en cuivre argenté extérieurement, en contact thermique avec le bain et ne comportant qu'une petite ouverture réglable pour le passage du faisceau lumineux. Un deuxième écran peut être superposé au premier, prolongement de l'écran en cuivre existant déjà, dont le rôle est de supprimer la chemise d'air liquide dans la queue du vase. Outre le tracé des cycles couple torsion, ce système permet des mesures de frottement interne. A cet effet, le fil de tungstène est supprimé et l'extrémité du monocristal supportant le miroir est pourvu de deux masselottes situées à une distance déterminée l'une de l'autre. Les oscillations libres du pendule de torsion ainsi constitué sont amorcées par le jeu des engrenages déjà décrits.

III - 2-1 MARCHE de L'EXPERIENCE.

Partant d'un monocristal vierge soumis à un couple nul et n'ayant aucune torsion initiale, nous le tordons d'un angle α_1 , le couple prend une valeur déterminée Γ_1 mesurée optiquement, puis, la torsion est augmentée jusqu'à une valeur α_2 ; le couple correspondant Γ_2 est mesuré, et ainsi de suite. Les courbes couple-torsion sont ainsi tracées point par point et non d'une manière continue. Ce procédé d'étude a permis de mettre en évidence un phénomène commun à tous les échantillons étudiés (au nombre d'une vingtaine) : dans la région pré-plastique et la région plastique le couple appliqué varie en fonction du temps et tend vers une limite atteinte en général au bout de quelques dizaines de secondes à la température ambiante. Nous examinerons plus loin la manière suivant laquelle ce couple limite est atteint en fonction du temps et dans cette première partie nous présenterons des courbes couple limite torsion, ou cycles statiques.

III - 2-2 CYCLES STATIQUES à la TEMPERATURE AMBIANTE.

Les cycles des figures 11 et 12 relatifs à deux des



PARTIE INFÉRIEURE DU VASE DEWAR

FIG. 10

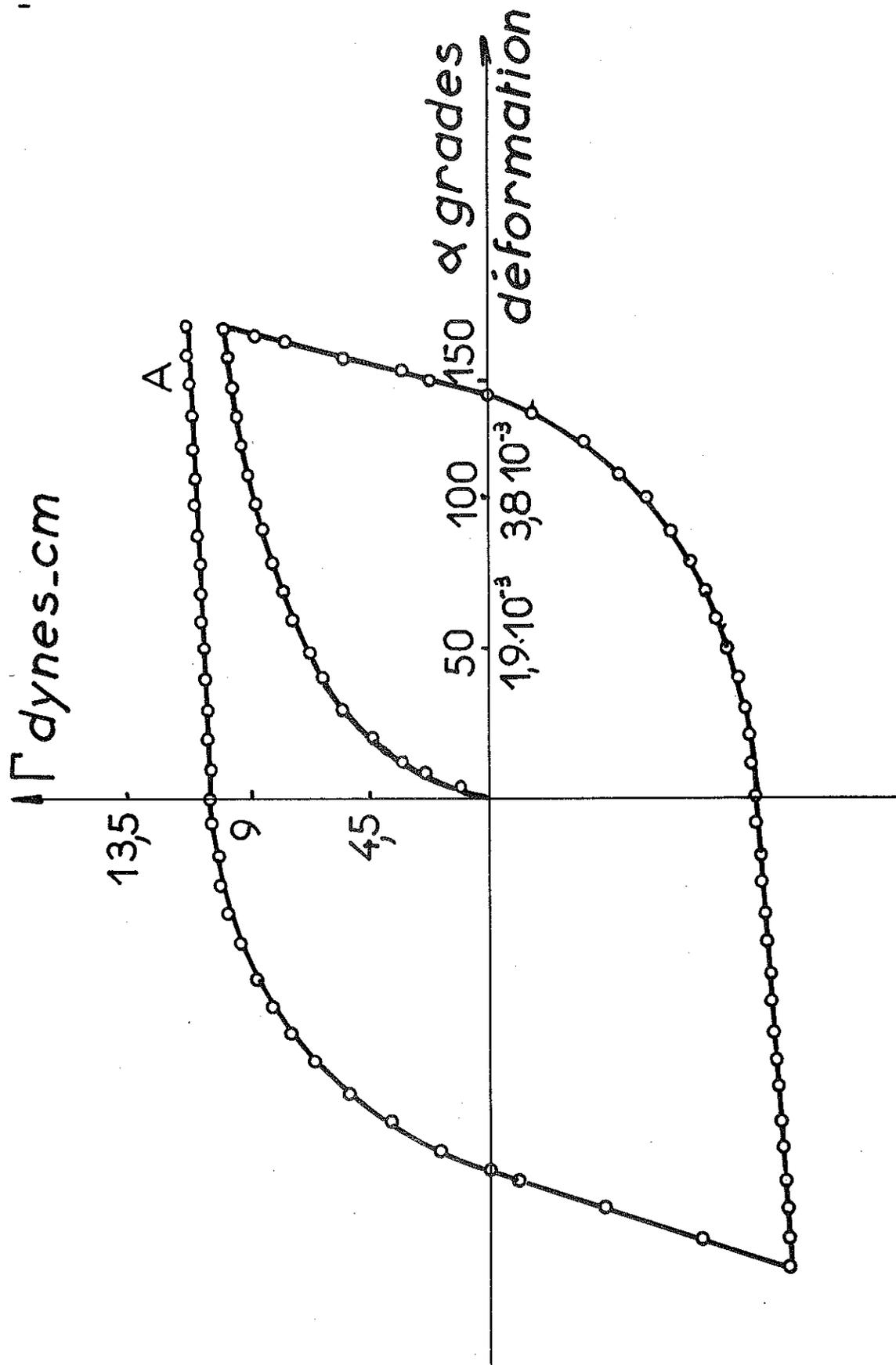


FIG. II

CYCLE EXPERIMENTAL

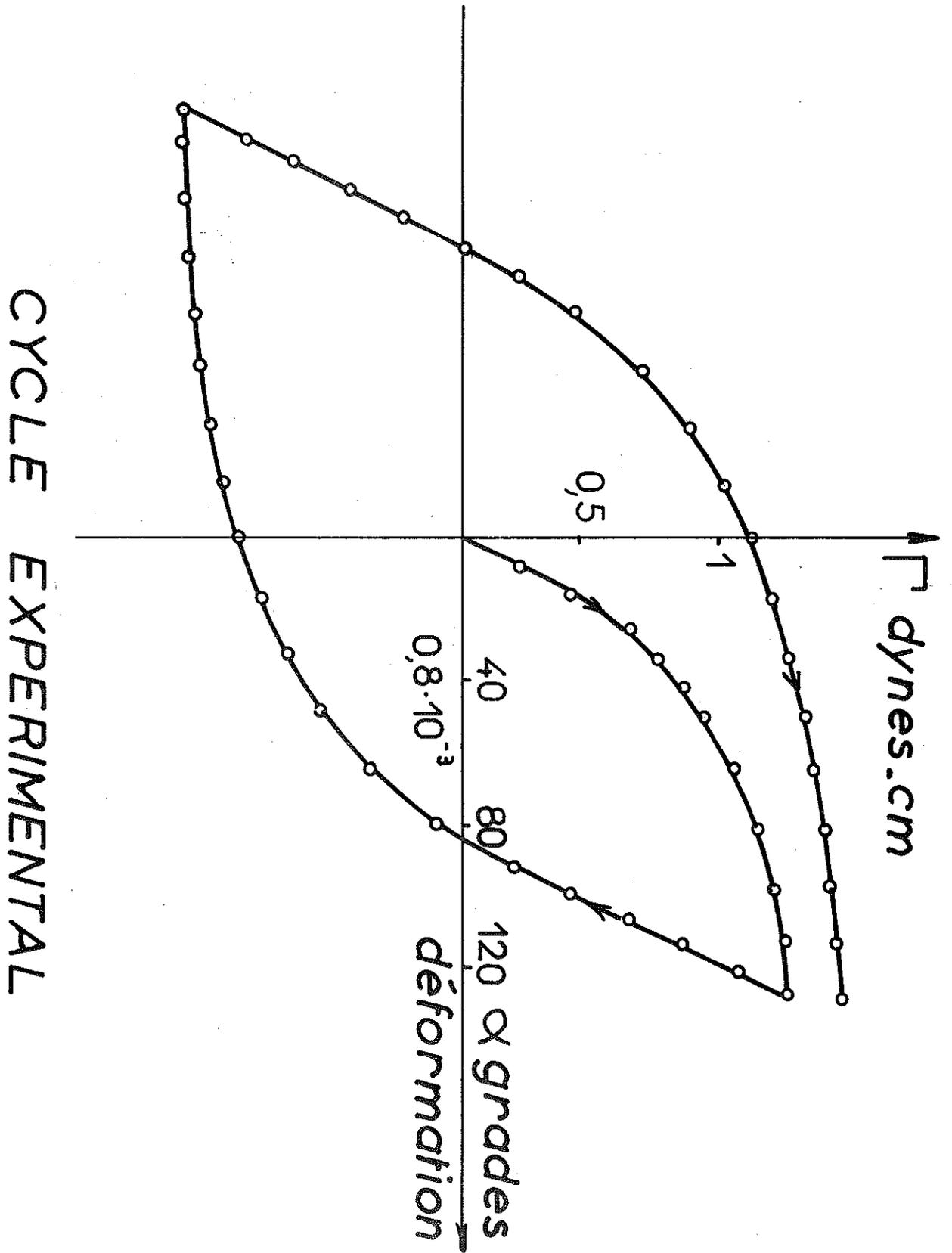


FIG. 12

monocristaux étudiés, ont une allure normale ; on retrouve une partie élastique rectiligne, un coude (région pré-plastique), puis une saturation du couple (région plastique). Il n'apparaît pas de "Yield Point" nettement défini. Lors de la décroissance de l'angle de torsion la partie correspondante du cycle est rectiligne, parallèle à la droite élastique initiale. Dans toutes nos expériences nous n'avons pu avoir une fermeture du cycle du fait d'un durcissement de l'échantillon (Work hardening) important. Les cycles tracés permettent de définir avec une assez bonne précision le couple limite τ_e supporté par le monocristal, et avec une moins bonne précision la limite d'élasticité α_0 . Dans deux expériences nous avons tordu le poil jusqu'à la rupture ; il est intéressant de remarquer que si α_0 est de l'ordre de quelques dizaines de grades, la rupture n'apparaît que pour des angles de torsion de l'ordre d'une vingtaine de tours complets, soit sous une déformation relative $\alpha R/\rho$ de l'ordre de $6 \cdot 10^{-1}$.

Des cycles ont également été décrits dans les parties rectilignes des courbes couple-torsion ; ces cycles se réduisent pratiquement à des droites parallèles entre elles et parallèles à la droite élastique. Ce comportement est identique à celui du matériau massif, il rend également compte du blocage des dislocations dans ces régions (fig.13).

Les cycles expérimentaux obtenus ont une forme semblable aux cycles déduits du modèle exposé au chapitre 1. Un des traits de ce modèle est de supposer des phénomènes homogènes le long du poil, il n'introduit pas de bandes de glissement ou de bandes de Lüders.

Une étude aux rayons X sur un monocristal vierge, puis sur des monocristaux ayant décrit divers cycles et désolidarisés du montage avec une torsion rémanente déterminée, a été effectuée par W.W. Webb dans les laboratoires de l'Union Carbide Metals Company à Niagara Falls. Cette étude a permis de dégager au moins deux faits remarquables vérifiant les hypothèses avancées :

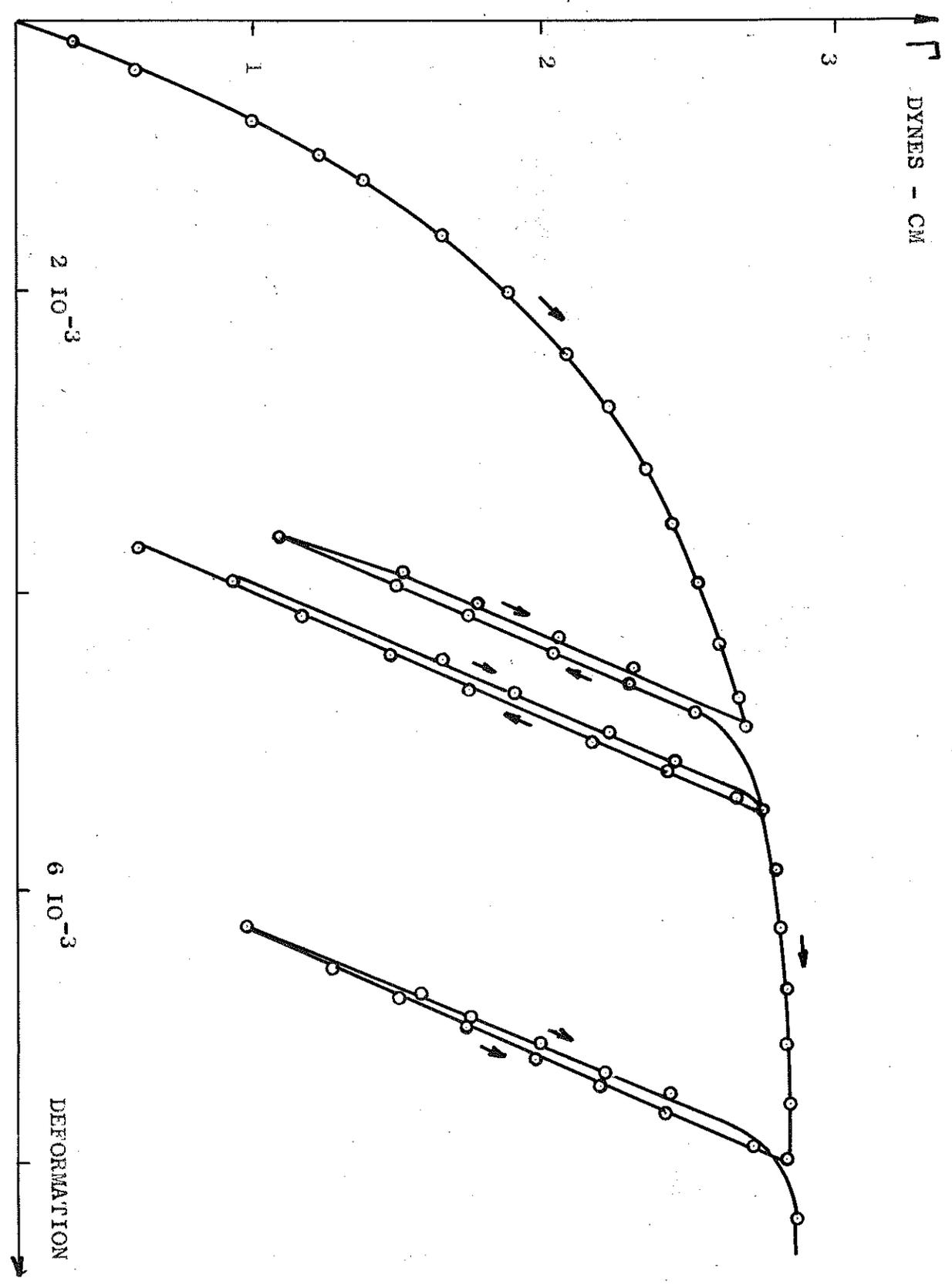


FIG. 13

a) une déformation parfaitement homogène le long de l'échantillon

b) l'absence de bandes de glissement et de bandes de Lüders.

Ces deux constatations indiquent d'autre part l'absence d'empilements de dislocations.

III - 2-3 DURCISSEMENT par le TRAVAIL

La figure 14 montre que lorsque la torsion est constamment croissante le durcissement du poil est relativement faible, s'il existe ; on ne peut estimer la valeur $d\sigma_c/d\varepsilon$ (ε étant la déformation). Ceci montre que l'accroissement régulier du nombre de dislocations de même signe, et probablement à partir des mêmes sources ne modifie pas sensiblement σ_c . Par contre il suffit d'effectuer une torsion de signe opposé pour observer un net durcissement de l'échantillon. Ceci se manifeste sur les courbes par la non fermeture des cycles. L'accroissement de σ_c peut facilement être supérieur à 10 % (fig.14) L'explication de ce phénomène sort du cadre du modèle exposé où l'on supposait un mouvement réversible des dislocations. On peut cependant imaginer deux processus, qui peut être, interviennent simultanément.

a) Les sources de dislocations positives dont la tension d'activation est σ_c peuvent être "désactivées" lors d'une torsion de signe opposé. Cette possibilité qui a notre connaissance n'a jamais été proposée, existe dès qu'une source de Frank Read se trouve en présence d'une frontière.

Pour des torsions positives, une source proche d'une frontière fonctionnera comme l'indique le schéma a de la figure 15 ; en b, elle se retrouve prête à émettre une boucle. Après une torsion négative les schémas c et d montrent que la source peut commencer à fonctionner mais que rapidement elle est "désactivée" ou plus exactement remplacée par deux

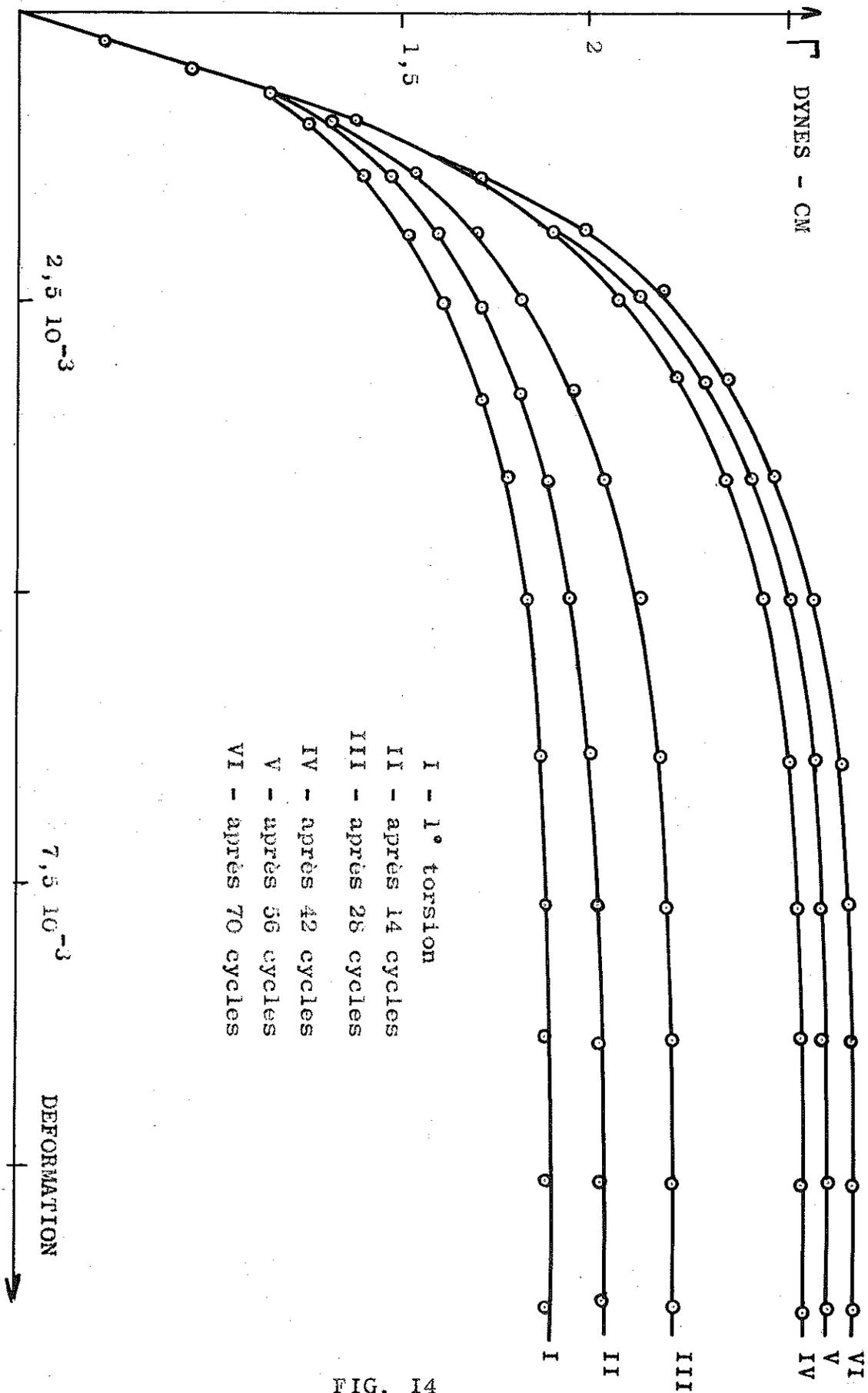


FIG. 14

sources de tension d'activation supérieure. Il se peut ainsi qu'on augmente petit à petit les tensions d'activation au cours des cycles.

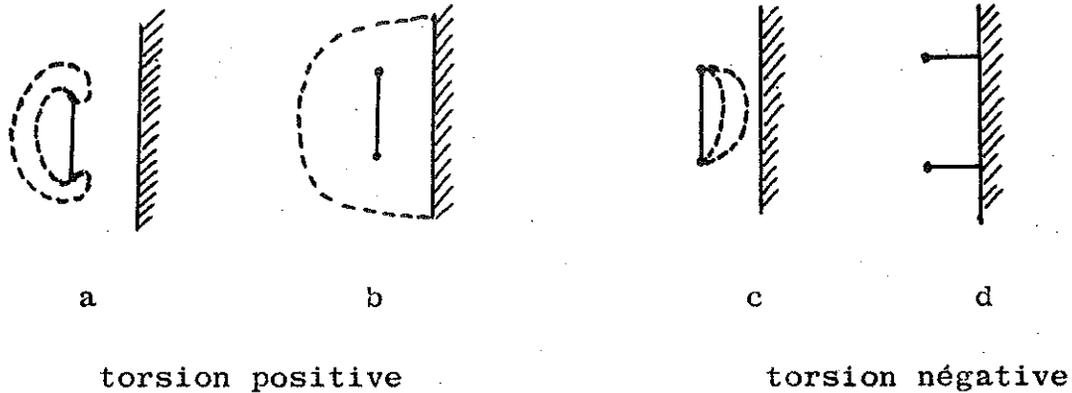


FIG. 15

b) Il est possible également qu'après avoir été déplacées pendant la torsion les dislocations vont s'ancrer dans des puits de potentiel (impuretés, autres dislocations), lors de la détorsion ces dislocations ne bougent plus. Il faut alors pour diminuer la tension, créer des dislocations de signe opposé, qui, à leur tour resteront en place lorsqu'on retordra dans le sens initial. On arrive ainsi à créer deux réseaux de dislocations de signe opposé qui peuvent se gêner mutuellement et augmenter σ_c .

Friedel⁽¹⁴⁾ a montré que les interactions entre dislocations introduites par écrouissage conduisent à un durcissement :

$$\Delta \sigma_c = \alpha \mu_0 b \rho^{1/2}$$

où α est un facteur numérique, μ_0 le module de rigidité, b le vecteur de Burgers et ρ l'augmentation de la densité des dislocations. Saada⁽²⁵⁾ a montré que α est égal à $1/2\pi$ dans le cas d'un seul sys-

tème de dislocations et égal à 1/3 pour deux systèmes dont les plans de glissement se coupent. Dans les deux cas cette formule conduit à un $\Delta\sigma_c$ négligeable et est par conséquent insuffisante dans le cas d'un renversement de la déformation. Il faut alors supposer que les processus a) et b) sont responsables du durcissement observé après renversement de la déformation.

III - 2-4 EVALUATION DU DOMAINE ELASTIQUE EN FONCTION DE LA DIMENSION DU POIL.

Nous avons estimé sur les cycles expérimentaux la limite élastique α_0 . La théorie prévoit pour un poil de section circulaire une valeur :

$$\alpha_0 = \frac{\sigma_c}{\mu R}$$

Sur la figure 16 sont représentés les résultats relatifs à 13 des échantillons étudiés, la courbe en traits discontinus a pour équation :

$$\alpha_0 = \frac{0,5 \cdot 10^{-3}}{R}$$

donnant ainsi un rapport $\frac{\sigma_c}{\mu} = 0,5 \cdot 10^{-3}$ assez remarquablement indépendant de l'échantillon et de son diamètre. Pour apprécier la dispersion des points il faut tenir compte de la difficulté pour déterminer le début de courbure de la courbe couple-torsion d'une part (défaut de yield-point) et d'autre part de l'erreur commise sur le diamètre équivalent du poil.

III - 2-5 VALEURS du MODULE de RIGIDITE .

Les valeurs du module de rigidité déduites de la pente de la droite élastique des courbes couple-torsion sont assez dispersées, mais pour tous les échantillons étudiés on note des écarts importants par rapport à la valeur de 11.800 Kg/mm² (suivant l'axe [100] pour le fer ..). Ces valeurs sont notées tableau I.

On pourrait penser que la cause du désaccord est d'origine géométrique : section irrégulière, forme conique de certains échantillons, défauts de croissance, etc ... Cependant nous rap-

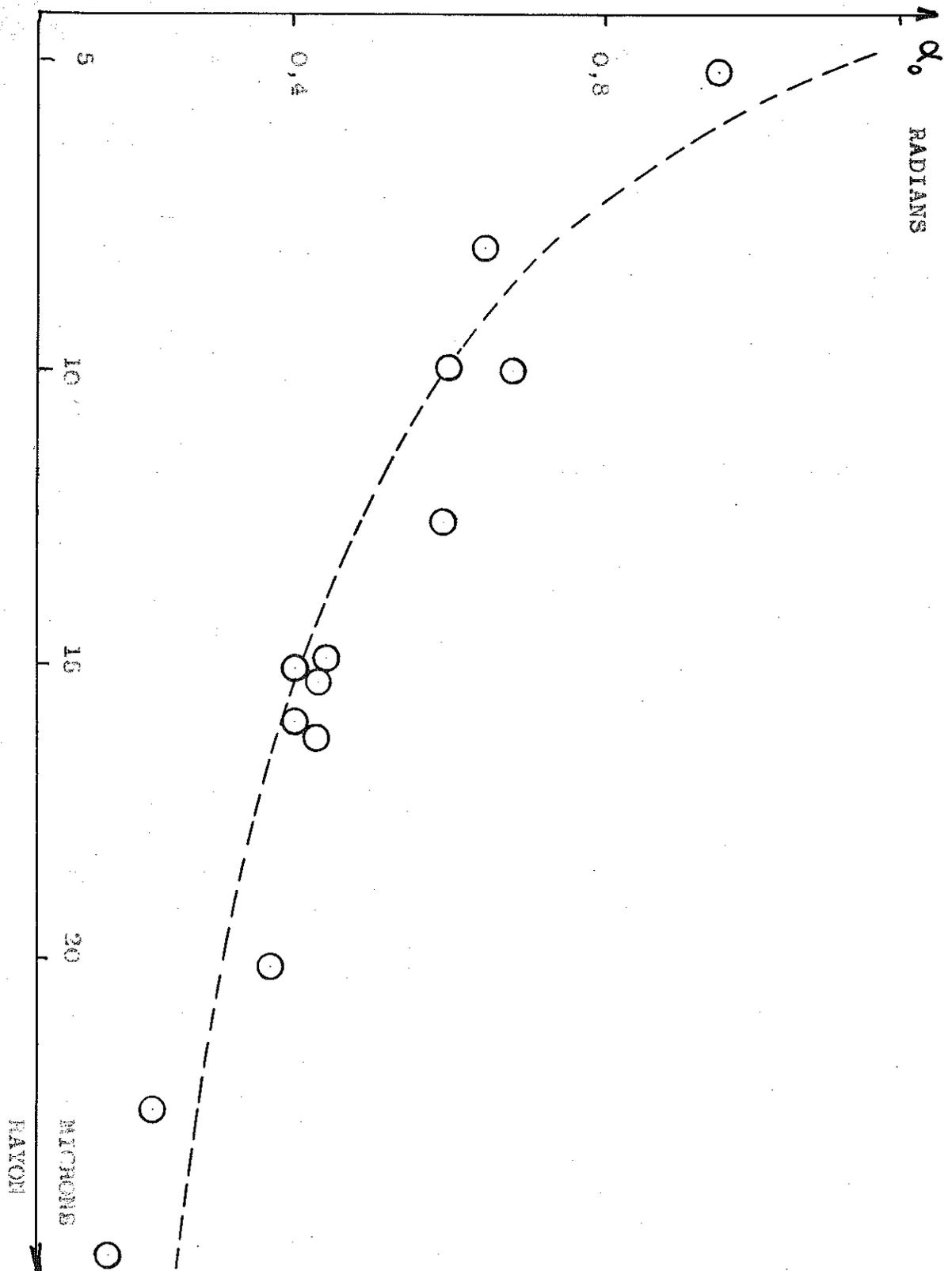


FIG. 16

prochons ces résultats de ceux obtenus sur les poils irradiés (tableau III chapitre VI) pour lesquels la valeur de μ observée est beaucoup plus proche de la valeur théorique. Eshelby ⁽²⁶⁾, Mott ⁽²⁷⁾, Nabarro ⁽²⁸⁾ supposent qu'avant de sauter irréversiblement sous l'effet d'une tension critique, les dislocations sont susceptibles de mouvements réversibles qui augmentent la déformation du cristal pour une tension donnée en simulant une déformation élastique (ou si l'on préfère qui abaissent μ). Cet abaissement de μ peut fort bien être indépendant de la température et de l'écroutissage ainsi que nous l'avons observé. Dans les cristaux relativement purs (non irradiés) les impuretés ou défauts n'influent que faiblement sur ces déplacements réversibles ; au contraire, dans le cas d'un échantillon irradié l'influence des défauts introduits l'emporte et empêche ces mouvements ce qui a pour effet d'augmenter μ . Pour cette raison, nous pensons que la faible valeur de μ observée sur les poils non irradiés est due principalement aux mouvements réversibles d'arcs de dislocations.

Le couple limite permet de définir une valeur de σ_c :

$$\Gamma_{\text{limite}} = \frac{2\pi\sigma_c R^3}{3}$$

et par là une nouvelle détermination de σ_c/μ , indépendante de la précédente, déduite de α_0 . La dispersion est moins importante que celle qui est observée sur le module μ , en effet la première fait intervenir seulement R :

$$\sigma_c/\mu \sim \frac{\Gamma_c}{c} R$$

alors que le calcul de μ fait intervenir R^4 . Pour cette raison si l'erreur estimée sur les dimensions est de 10 %, la précision sur le module n'est que de 40 %.

- TABLEAU I -

Diamètre en microns $\pm 10\%$	μ Kg/mm ² $\pm 40\%$	σ_c/μ (à partir de σ_c limite) $\pm 10\%$
50	2,5 10^3	10^{-3}
30	3,2 10^3	10^{-3}
40	2 10^3	0,8 10^{-3}
30	2,7 10^2	0,8 10^{-3}
30	3,5 10^3	1,2 10^{-3}
30	5 10^3	10^{-3}
32	3,5 10^3	10^{-3}
45	4,5 10^3	0,8 10^{-3}
recuits (70	3,4 10^3	4 10^{-3}
à (60	3,2 10^3	5 10^{-3}
1000°C (

Les deux dernières valeurs correspondent à deux poils recuits à 1000°C. Le recuit a pour effet d'augmenter la région élastique et de durcir l'échantillon. Cet effet a été observé sur différents métaux et alliages et signalés par Friedel⁽¹⁴⁾ ; il s'explique par la diffusion des défauts ou impuretés vers les dislocations au cours de l'opération. Cet effet s'observe également dans les mesures de frottement interne (chapitre V). Ici la dureté caractérisée par le rapport σ_c/μ est multipliée par un facteur de l'ordre de 5 après recuit. Il faut cependant tenir compte du diamètre plus important des échantillons utilisés.

III - 2-6 ESTIMATION du NOMBRE de DISLOCATIONS PRESENTES dans le POIL.

Il peut être intéressant d'évaluer à l'aide de nos formules la densité des dislocations introduites lors d'une torsion. Si nous considérons un état du poil représenté par le point A de la figure 11, la relation (4) donne un nombre de dislocations de l'ordre de 300 compte tenu d'un vecteur de Burgers de 2,48 Å° pour le fer.

La densité moyenne des dislocations introduites est alors :

$$\frac{n}{s} \approx 10^7 \text{ dislocations/cm}^2$$

Nous pouvons également calculer la densité des dislocations à la périphérie du poil. En effet

$$\begin{aligned} dB(r) &= \beta(r) r dr \\ \text{ici } dB(r) &= \beta(R) R dR \\ \beta(R) &= \frac{1}{R} \frac{dB}{dR} \end{aligned}$$

$$\text{avec } \frac{dB}{dR} = 2\alpha R - \frac{\sigma_c}{\mu}$$

Nous trouvons ainsi une densité périphérique de l'ordre de 10^8 dislocations/cm². Ce nombre n'apparaît pas déraisonnable pour une déformation $\alpha R/\rho$ de l'ordre de 10^{-2} , comparé aux mesures directes ou par rayons X (16) (29). Il s'agit cependant de densité algébrique de dislocations et la densité réelle peut être plus grande, mais probablement pas d'un ordre de grandeur.

III - 3-1 CYCLES COUPLE TORSION DECRITS à BASSE TEMPERATURE - VARIATION DE σ_c et μ AVEC la TEMPERATURE.

Des cycles similaires ont été décrits non seulement à la

température ambiante mais aussi à 80°K et 20°K. Un abaissement de la température se traduit par un durcissement de l'échantillon, c'est à dire une augmentation de la tension critique σ_c . En moyenne un abaissement de la température de 300 à 80°K multiplie σ_c par un facteur de l'ordre de 5 tandis qu'un abaissement de 300 à 20°K le multiplie par un facteur voisin de 8,5. La figure 17 est relative à un même échantillon étudié aux températures précitées.

Cette variation de σ_c avec la température est en accord avec la variation donnée par Cottrell⁽³⁰⁾ puis par Conrad⁽³¹⁾ dans l'hypothèse d'un fer pur. D'autres auteurs signalés par Friedel⁽¹⁴⁾ ont trouvé une limite élastique supérieure pour le fer doux variant approximativement en raison inverse de la température. Il n'existe pas actuellement de théorie satisfaisante sur la variation thermique de σ_c qui nous permette de conclure.

Les courbes de la figure 17 montrent que la pente élastique, donc le module de rigidité ne varient pas d'une manière appréciable avec la température.

III - 3-2 FRAGILISATION ET DENTELURE DES COURBES à BASSE TEMPERATURE.

Il est remarquable qu'à 20°K l'échantillon présente encore une telle plasticité, la transition rupture ductile-rupture fragile survenant en général à des températures supérieures pour le fer et les aciers⁽³²⁾. On sait le rôle joué par l'orientation du cristal dans l'apparition de la rupture fragile en traction,⁽³⁴⁾ mais nous ne pouvons conclure ici si l'orientation de nos échantillons est responsable de leur ductilité à basse température. Il est possible que les empilements de dislocations responsables d'un clivage dans certaines régions, ne se

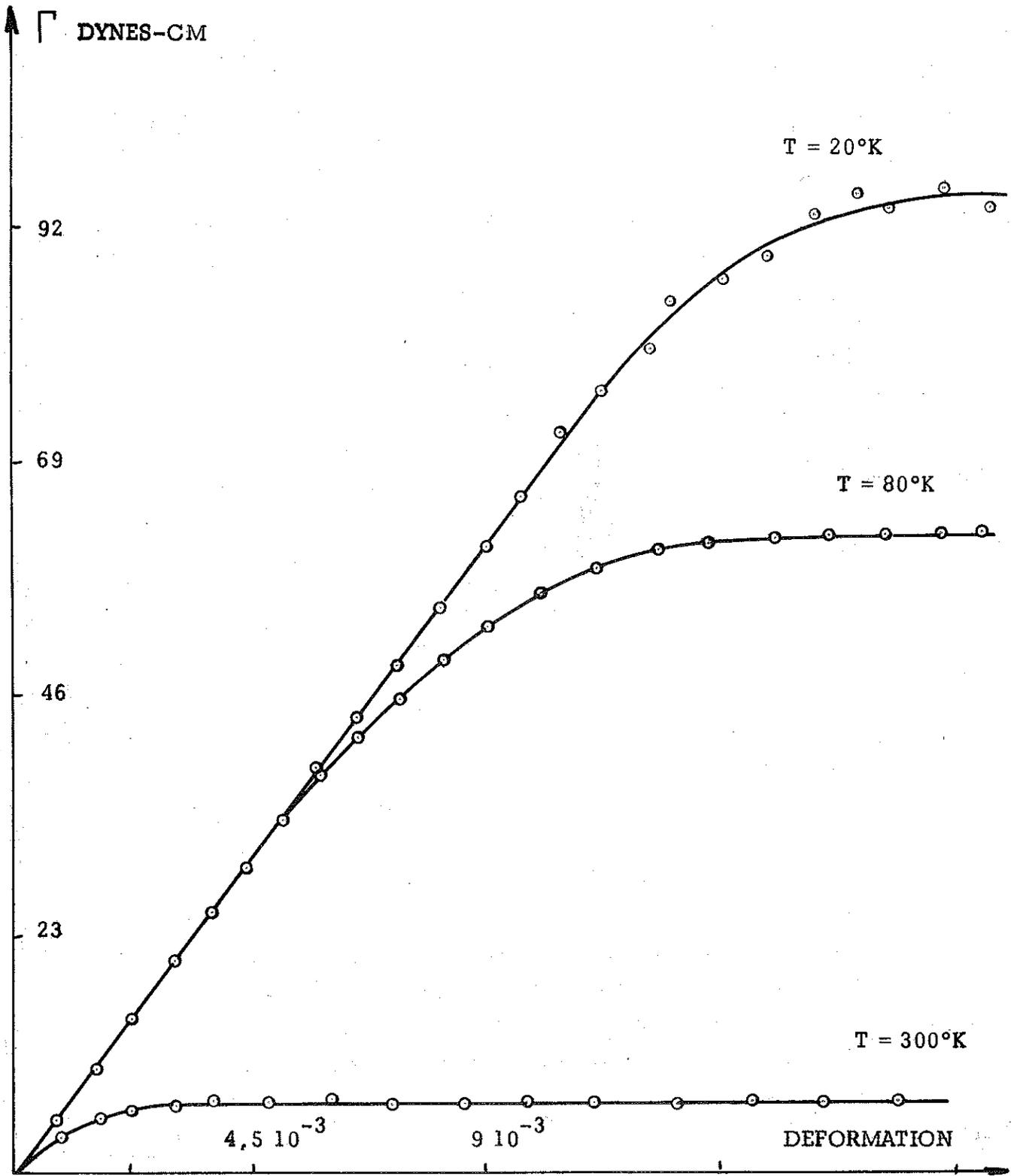


FIG. 17

produisent pas dans les poils ; un examen au microscope n'a pas révélé de bandes de glissement sur plusieurs échantillons écrouis. Wessel, cité par Rosenberg⁽³²⁾ pense que l'on peut réduire la possibilité de formation de ces empilements en ayant des grains très fins, ce qui est vérifié par les travaux de Basinski⁽³³⁾ ou encore en ayant des métaux très purs. Une autre possibilité existe dans notre cas, c'est l'existence pour les dislocations mises en jeu, de plusieurs plans de glissement qui permet d'éviter en quelque sorte un "embouteillage". On sait également que les cristaux massifs maclent à basse température, les macles doivent être si fines dans notre cas, que leur croisement et les empilements qu'elles pourraient créer ne concentrent pas assez la contrainte appliquée pour amener la rupture par clivage.

Nous remarquons aussi sur la figure 17 que les points expérimentaux tracés à 20°K "encadrent" seulement une courbe régulière. Si l'on joint exactement ces points, on obtient une courbe légèrement dentelée (serrated curve). De telles dentures, plus marquées, ont été observées par Wessel à basse température⁽³²⁾ ainsi que par Uzick⁽³²⁾ sur des aciers. Ces courbes sont interprétées en général par un "éclatement" des empilements de dislocations sous l'effet de la contrainte appliquée, éclatement accompagné d'une déformation plastique abaissant provisoirement la valeur de σ_c ; les dislocations ainsi libérées réagissent sur d'autres et limitent à nouveau la déformation jusqu'à un nouvel éclatement. Dans notre cas, nous expliquons l'absence de rupture fragile par la pureté de nos échantillons dépourvus de joints ou de précipités favorisant les empilements de dislocations, ainsi que par le petit nombre et la géométrie de ces dislocations. L'apparition des dentelures à basse température rend cependant probable l'existence d'embryons d'empilements, non suffisants pour amorcer la rupture fragile mais se manifestant pas la dentelure des cycles.

III - 3-3 REFROIDISSEMENT de 300 à 80°K d'un ECHANTILLON
EVOLUANT en un POINT d'un CYCLE TORSION

La figure 18 représente une expérience de refroidissement de 300 à 80°K d'un échantillon évoluant en un point d'un cycle couple-torsion. Quelle que soit la position à partir de laquelle le refroidissement a lieu, nous obtenons en continuant la torsion des droites parallèles entre elles, une partie coudée, et nous atteignons dans tous les cas une valeur identique de la saturation du couple. Cette expérience se comprend aisément dans le cadre du modèle déjà proposé, à condition de supposer que σ_s est fonction de la température et que la distribution des dislocations dépend de l'histoire du poil, ce qui exclut ici l'existence d'une équation d'état mécanique (35).

Si l'on a tourné d'un angle α à la température ambiante, la distribution des dislocations est représentée figure 19a ; un refroidissement correspond à une augmentation de σ_s et nous obtenons la représentation de la figure 19 b. Ensuite, nous devons tourner d'un angle $\alpha' > \alpha$, pour augmenter à nouveau le nombre de dislocations et quitter le domaine élastique. α' est déterminé par la relation :

$$\alpha R - \frac{\sigma_s}{\mu} = \alpha' R - \frac{\sigma_s'}{\mu}$$

c'est à dire :

$$\alpha' - \alpha = \frac{\sigma_s' - \sigma_s}{\mu} = \alpha'_0 - \alpha_0$$

α_0 et α'_0 étant les limites élastiques respectivement à 300 et 80°K.

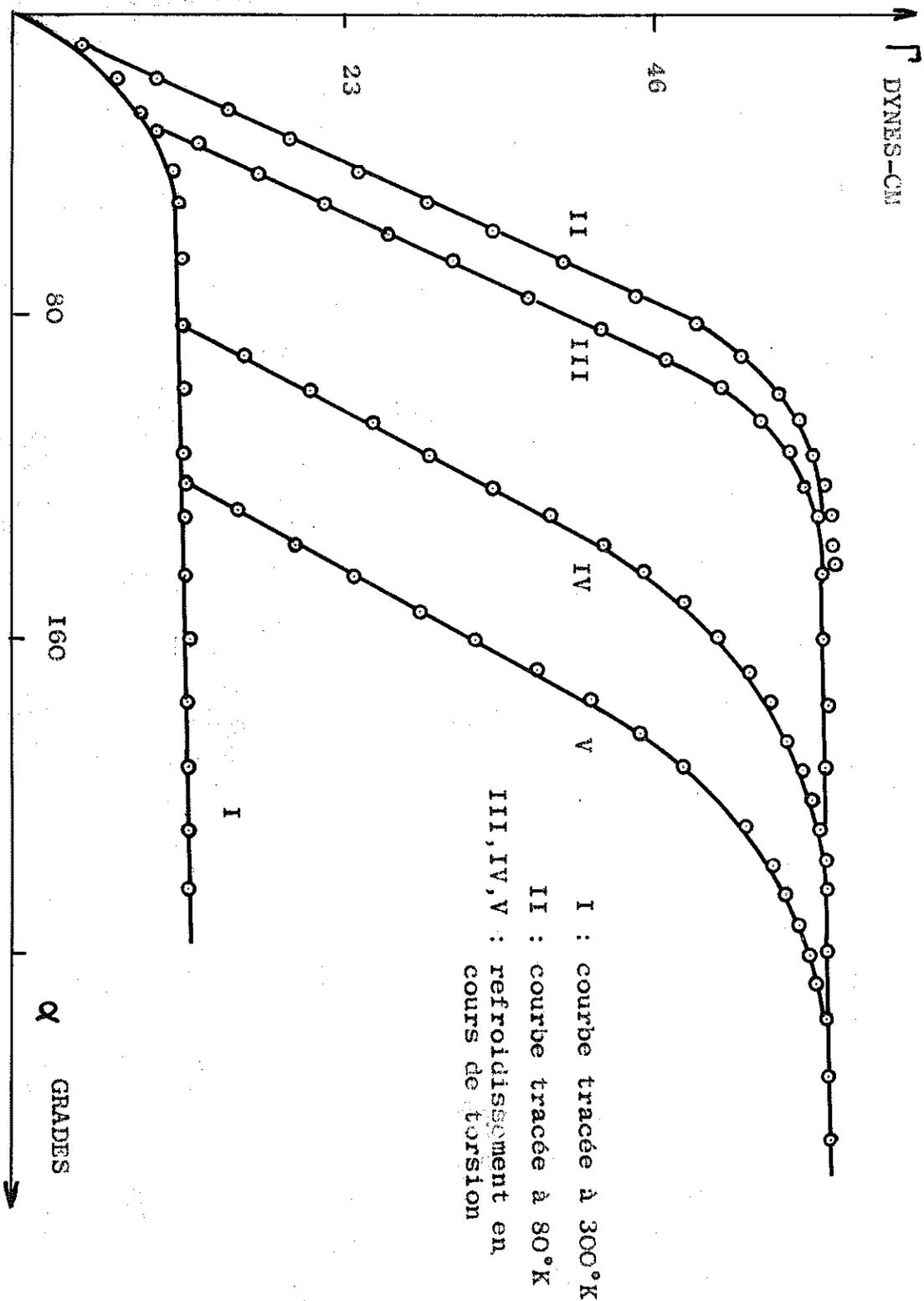


FIG. 18

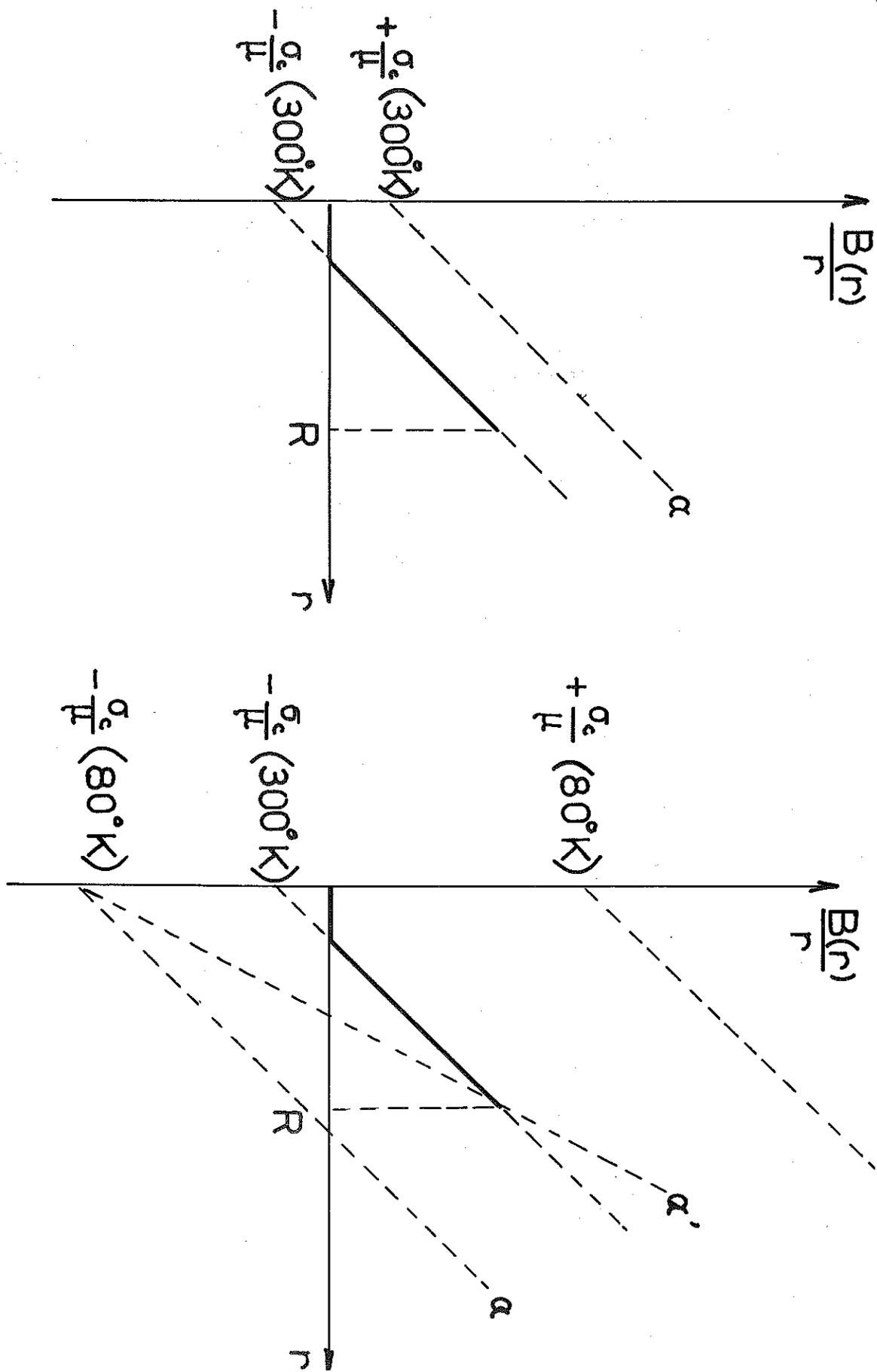


FIG. 19

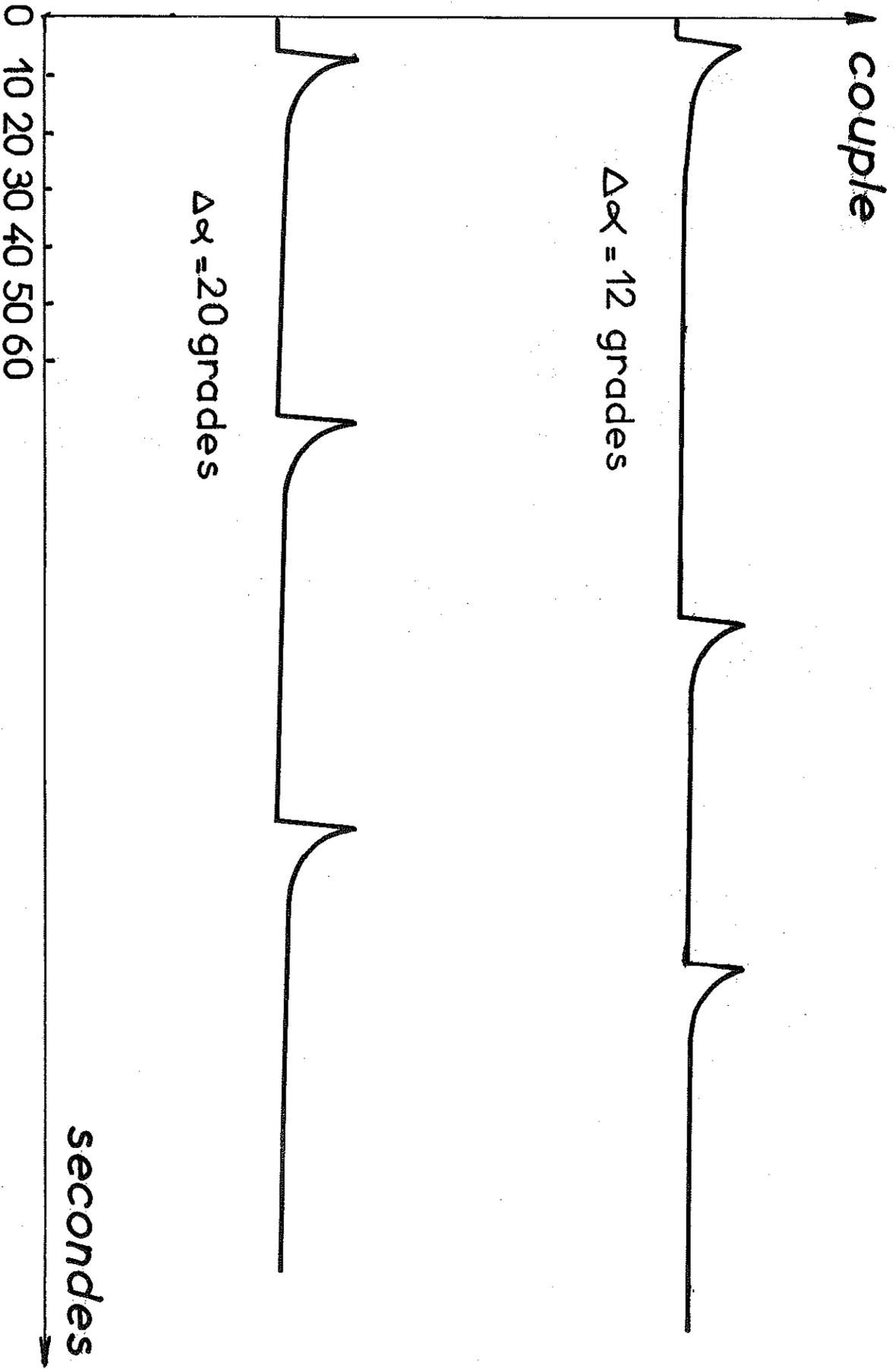


FIG. 20

CHAPITRE IV

ETUDE DYNAMIQUE - RELAXATION

IV - 1- DESCRIPTION DU PHENOMENE.

Comme nous l'avons déjà indiqué, les cycles couple-torsion sont décrits point par point. Lorsque nous opérons dans la région élastique, une augmentation de l'angle de torsion $\Delta\alpha$ se traduit par une augmentation correspondante du couple appliqué qui prend une valeur déterminée et constante dans le temps ; une nouvelle augmentation $\Delta\alpha$ de l'angle, donne une nouvelle augmentation du couple qui est enregistré et ainsi de suite. Cet enregistrement (faisceau lumineux repéré par un suiveur de spot muni d'un scripteur), nous a permis de mettre en évidence le fait suivant :

Lorsqu'on a dépassé la limite élastique et que l'on augmente la torsion d'un angle $\Delta\alpha$ le couple exercé prend une valeur maximum immédiatement consécutive à la torsion, puis, décroît au cours du temps pour tendre vers une valeur limite. C'est cette valeur limite qui était reportée sur les cycles "statiques" présentés au chapitre précédent.

La figure 20 représente un spécimen d'enregistrement de cette "détorsion" qui peut, si l'on travaille dans la partie plastique du cycle avec de grands incréments angulaires, atteindre jusqu'à 50 % du couple initial. La figure 21 représente une branche de cycle sur lequel on a porté la valeur maximum et la valeur limite du couple.

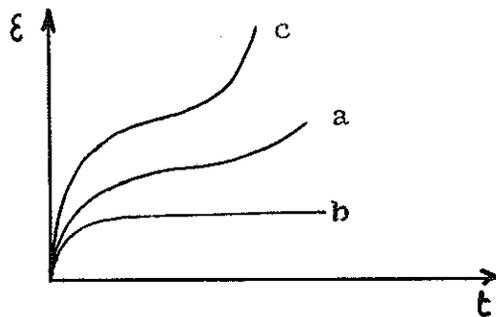
Ce phénomène transitoire, relaxation de la contrainte à déformation pratiquement constante (grâce au rapport des constantes de torsion du poil et du fil de tungstène), présente certainement un intérêt, d'autant plus qu'il ne semble pas avoir été observé avec autant de facilité sur les matériaux massifs.

IV - 2- THEORIES EXISTANTES DU FLUAGE et de la RELAXATION.

Il n'existe pas de théorie propre à la relaxation mais on retrouve des lois analogues à celles du fluage⁽³⁶⁾. En effet, il existe une parenté entre les deux phénomènes : si le fluage est la déformation $\xi(t)$ qui suit la déformation initiale ξ_0 quand on maintient la contrainte appliquée à une valeur constante σ , la relaxation, elle, est la diminution en fonction du temps de la contrainte nécessaire pour maintenir une déformation constante.

Dans les matériaux massifs usuels la limite de la relaxation n'apparaît qu'au bout de plusieurs heures, parfois de plusieurs jours. Dans nos expériences le temps nécessaire pour atteindre une limite du couple à déformation constante est de l'ordre de quelques dizaines de secondes à la températures ambiante. Nous rappellerons brièvement les lois existantes du fluage⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾ qui paraissent régir également la relaxation.

La figure ci-dessous représente les trois formes caractéristiques des courbes de fluage.



Courbe a : forme classique

Courbe b : faible contrainte
et basse température

Courbe c : grande contrainte
et haute température

Dans chacune de ces courbes on remarque une partie initiale très abrupte.

En négligeant cette partie de déformation instantanée, on peut représenter la vitesse de fluage par une loi de la forme :

$$\xi' = A t^{-n}$$

A et n étant des constantes et $0 < n < 1$

Si $n = 1$ on a le fluage logarithmique $\xi = \alpha \text{Log } t$

Cette loi est celle qui convient le mieux à basse température (par exemple $T = 200^\circ\text{K}$ pour le cuivre polycristallin). Pour des températures plus élevées, voisines de l'ambiante, la valeur $n = 2/3$ est plus courante et l'on arrive ainsi à la loi d'Andrade:

$$\xi = \beta t^{1/3}$$

Ces formules donnent la loi du fluage transitoire qui domine au commencement de l'expérience puis devient ensuite très lent avant de disparaître. Pour des températures intermédiaires la loi est de la forme :

$$\xi = \alpha \text{Log } t + \beta t^{1/3}$$

L'équation de la vitesse montre que le fluage initial doit être infiniment grand à toute température et cela a été montré expérimentalement par Meissner et Palanyi sur des monocristaux de cadmium à 4° , 2° et 1°K .⁽¹⁵⁾

Bases des théories du fluage.

Les lois expérimentales déjà citées s'appliquent à beaucoup de solides métalliques ou non, poly, monocristallins ou amorphes. Elles peuvent s'expliquer par des propriétés générales communes à ces solides et non toujours à des dislocations qui n'appartiennent qu'à quelques uns des corps pouvant fluer.

Il y a d'après Cottrell⁽¹⁵⁾ deux groupes de théories

1°) des théories formelles partant de considérations générales,

2°) des théories structurales expliquant le processus atomique influençant le fluage.

Les bases des théories formelles reposent d'après Becker et Orowan cités par Cottrell⁽¹⁵⁾ sur les trois idées principales suivantes :

a) pendant le fluage la vitesse est limitée car des fluctuations thermiques sont nécessaires pour activer le processus de déformation plastique.

On pourra définir une force critique (Yield Stress), force appliquée, pour laquelle le fluage apparaît sans le secours des fluctuations thermiques. Pendant le fluage la force appliquée est inférieure à cette force critique et des fluctuations thermiques compensent la différence entre les deux. En effet, les dislocations les plus mobiles "sautent" les premières, et, au cours du temps celles qui restent sont plus difficiles à activer.

b) Au commencement du phénomène la force appliquée est égale à la force critique précédemment définie, l'énergie thermique d'activation est négligeable et le fluage initial est très grand même à basse température.

c) Si la déformation de fluage croît, la force critique croît, devient supérieure à la force appliquée, l'énergie d'activation croît également il faudra des fluctuations thermiques de plus en plus importantes et au bout de quelques temps la vitesse de fluage diminuera et tendra vers zéro.

Théorie de l'épuisement du fluage transitoire (exhaustion theory of transient creep) de Mott et Nabarro⁽³⁶⁾ (1948)

Le spécimen qui flue est ici considéré comme l'ensemble d'un grand nombre d'éléments qui sont des boucles de dislocations accrochées par exemple à un précipité, un joint etc.. Chaque élément est indépendant de son voisin et n'est pas affecté par le saut d'un de ces derniers. Chacun possède une force d'activation σ_a et ne peut fluer que lorsque la force appliquée a dépassé cette valeur, l'énergie d'activation correspondante est une fonction croissante de σ_a . Quand un élément a été activé il fait un "saut" qui donne un accroissement de

déformation plastique, et n'affecte pas la tension d'activation des autres éléments.

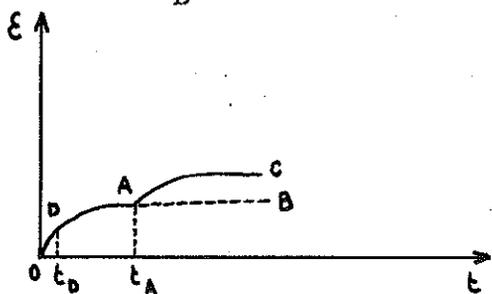
Une théorie du fluage peut être déduite de ce modèle et la loi qui en découle est de la forme:

$$\epsilon = (\text{Log } \gamma t)^{1/m}$$

rendant bien compte du fluage logarithmique. Wyatt⁽³⁸⁾ cité aussi par Cottrell⁽¹⁵⁾ a également étudié le fluage logarithmique notamment sur le cuivre et l'aluminium polycristallins à basse température. La loi trouvée est du type :

$$\epsilon = \alpha \text{Log} t$$

Wyatt remarque que si l'on obtient une courbe de fluage OA sous force constante jusqu'à un temps t_A ou une petite augmentation de la force est appliquée, insuffisante pour causer une déformation instantanée, la courbe continue le long de AC au lieu de AB, et si on porte la partie AC vers la gauche elle recouvre la courbe initiale jusqu'à un point D correspondant à un temps t_D .



A partir de ce fait Wyatt montre que le fluage logarithmique obéit à une équation mécanique d'état de la forme :

$$f(\sigma, \epsilon, \epsilon', T, t) = 0$$

A température constante par exemple la vitesse en un temps t dépend des valeurs actuelles de la force et de la déformation à cet instant et non pas des valeurs anciennes. Le spécimen qui flue n'est pas doué de mémoire.

Théorie récente du fluage logarithmique (1953)

On suppose ici que les déformations à basse température sont

réglées par le croisement de dislocations fixes de densité ρ_F (forêt de dislocations) par des dislocations mobiles de densité ρ_M (14) (39). Sous l'action de la contrainte appliquée σ , la ligne de dislocation se courbe autour des obstacles qu'elle rencontre. Si σ est faible, la dislocation ne coupe à travers ces obstacles que grâce à l'agitation thermique, par une succession de sauts. Si l'aire balayée par une dislocation au cours d'un saut est \mathcal{A} et s'il y a N arcs de dislocations par cm^3 la déformation correspondante sera

$$\epsilon = N \mathcal{A} b$$

Il vient :

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \gamma N \mathcal{A} b \exp. - \frac{U}{kT} \quad (7)$$

si $\gamma dt \exp. - \frac{U}{kT}$ est la probabilité de saut d'une dislocation pendant le temps dt ; γ étant la fréquence d'oscillation de la dislocation telle que $\gamma = \gamma_0 \frac{b}{\ell}$ où γ_0 est la fréquence de Debye, ℓ la longueur d'un arc. \mathcal{A} doit être égale à l'aire moyenne décrite par arbre coupé soit ρ_F^{-1} ; ρ_M/ρ_F étant le nombre de dislocations par cm^3 il vient :

$$\frac{d\epsilon_p}{dt} = \frac{\rho_M \gamma_0 b^2}{\rho_F \ell^2} \exp. - \frac{U}{kT} \quad (8)$$

Lors du croisement de deux dislocations il y a formation de crans et l'énergie U sera égale à l'énergie de formation de crans $2U_c$ diminuée du travail de la force appliquée pendant la formation des crans :

$$\frac{d\epsilon_p}{dt} = \frac{\rho_M \gamma_0 b^2}{\rho_F \ell^2} \exp. \left\{ \frac{2U_c - (\sigma - \sigma_c) b d \ell}{kT} \right\} \quad (9)$$

où ϵ_p est la déformation de fluage, σ la tension appliquée, d la largeur de la dislocation.

IV - 3- RELAXATION INSTANTANÉE et RELAXATION TRANSITOIRE.

Avant de présenter les résultats expérimentaux nous définirons les notations suivantes : partant d'un point d'équilibre A sur la courbe couple-torsion (fig 21) nous augmentons la torsion d'une valeur $\Delta\alpha$. Immédiatement après cette torsion le système se trouve représenté par le point B. Nous appelons relaxation instantanée la valeur du couple CB, CA étant parallèle à la droite élastique. Ensuite le couple est lentement relaxé et le point figuratif du système évolue de B vers A'. Nous appellerons ce dernier phénomène (représenté sur la figure par BA') la relaxation transitoire.

a) Relaxation instantanée.

Une étude sur plusieurs poils nous a mené aux observations suivantes :

- la relaxation instantanée n'apparaît que pour une déformation supérieure à un certain seuil (fig 21) ; en particulier, dans la région élastique il n'existe pas de relaxation instantanée.

- lorsqu'on est sur le palier de saturation la relaxation instantanée devient indépendante du point de départ A et dépend seulement de l'incrément angulaire. Ce fait nous permet de représenter cette relaxation instantanée sur le palier de saturation) en fonction de $\Delta\alpha$ (fig 22).

- sur la fig 22 on voit que la relaxation instantanée n'apparaît qu'au delà d'un certain seuil et croît ensuite linéairement avec $\Delta\alpha$. La pente de cette droite est légèrement inférieure à la pente de la droite élastique (de 20 à 40 % en moyenne).

- il est assez remarquable que la courbe $\Gamma_i(\Delta\alpha)$ ainsi constituée ne dépend pas de la température. La figure 22 comporte également une courbe du couple limite $BA' = \Gamma_p = C\Delta\alpha - \Gamma_i$,

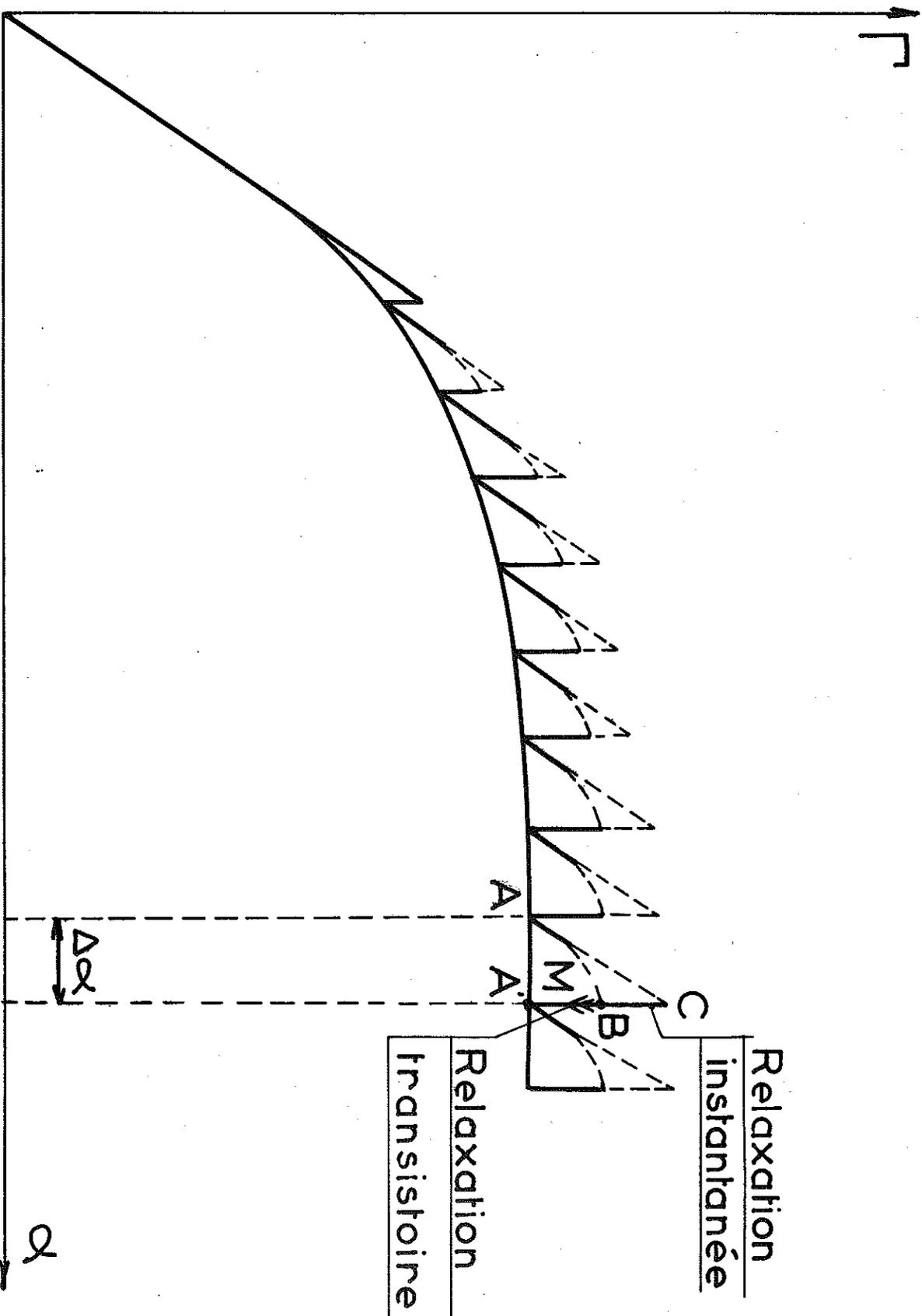


FIG. 21

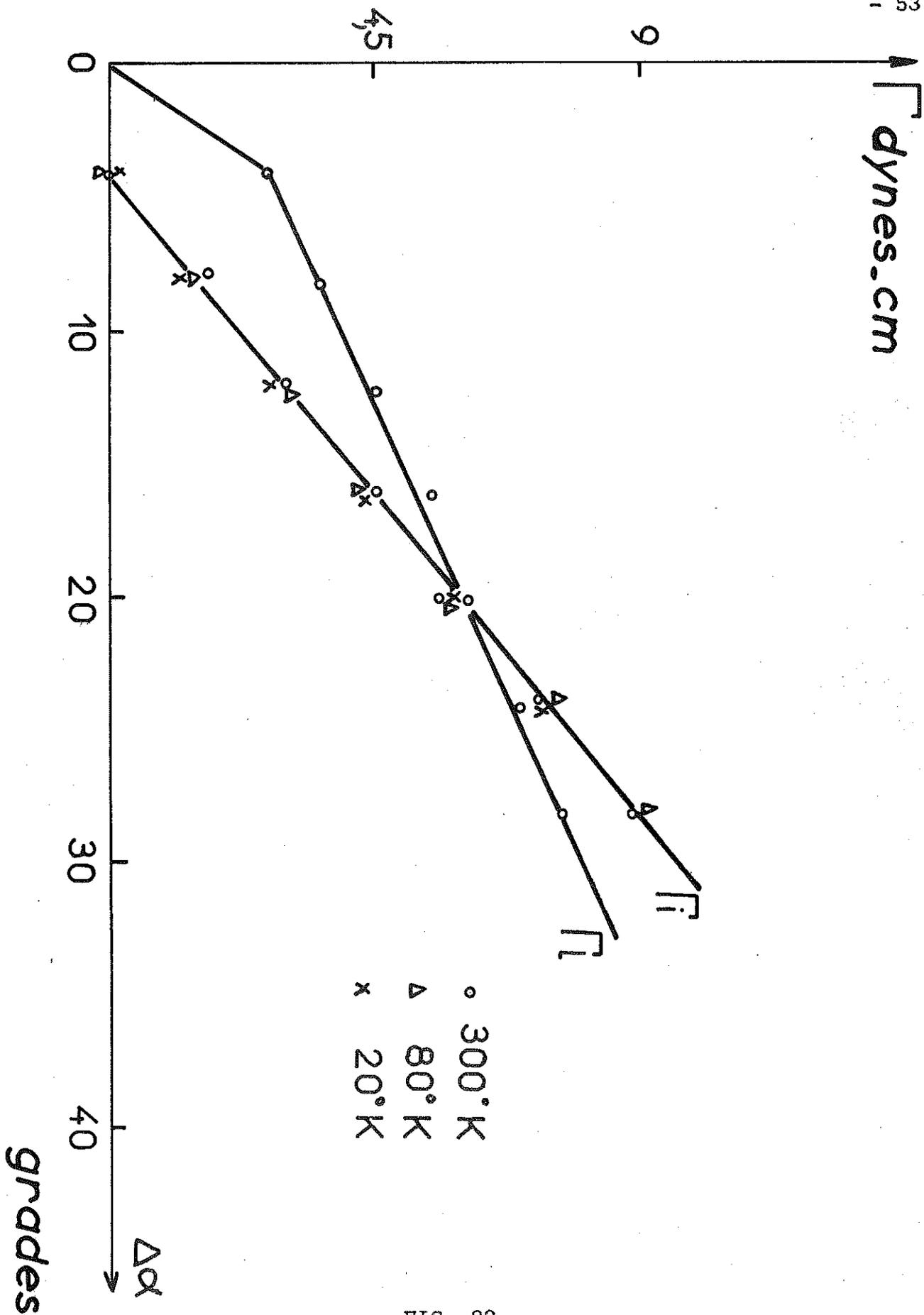


FIG. 22

couple limite supporté instantanément par l'échantillon. La variation de Γ en fonction de $\Delta\alpha$ est également linéaire et ne dépend pas de la température. Cette circonstance étonnante n'est pas vérifiée sur les poils irradiés.

b) Relaxation transitoire.

Sur la figure (23) on a porté avec la même origine des courbes de relaxation $BM(t) = \Gamma(t)$. Elles représentent l'évolution du couple relaxé en fonction du temps pour diverses valeurs de l'incrément angulaire $\Delta\alpha$. Toutes les courbes ont été relevées sur un même poil, à la température ambiante et partant de points A sur le palier de saturation.

Nous avons constaté d'une manière générale que toutes ces courbes sont des arcs d'une seule et même courbe caractéristique du poil et de la température. Par exemple, les points O_1 O_2 ----- O_5 sont les origines qu'il faut donner à la courbe $\Delta\alpha = 2$ grades pour la faire coïncider avec les arcs des courbes $\Delta\alpha = 4,8$ ----- 20 grades, après deux translations.

L'équation de la courbe caractéristique correspondant à l'incrément $\Delta\alpha$ maximum étudié (ici 20 grades) est de la forme :

$$\Gamma(t) = \frac{B}{\sqrt{t_0}} - \frac{B}{\sqrt{t+t_0}}$$

La figure 24 montre que l'accord entre l'expérience et une loi de ce type est bon.

La vitesse de relaxation est alors de la forme :

$$\Gamma'(t) = \frac{1}{2} \frac{B}{t^{3/2}}$$

A basse température les courbes de relaxation ont une forme différente (fig 25) Néanmoins, on remarque encore que toutes les courbes obtenues sont des arcs d'une même courbe caractéristique, mais cette fois-ci l'équation de cette courbe est de la

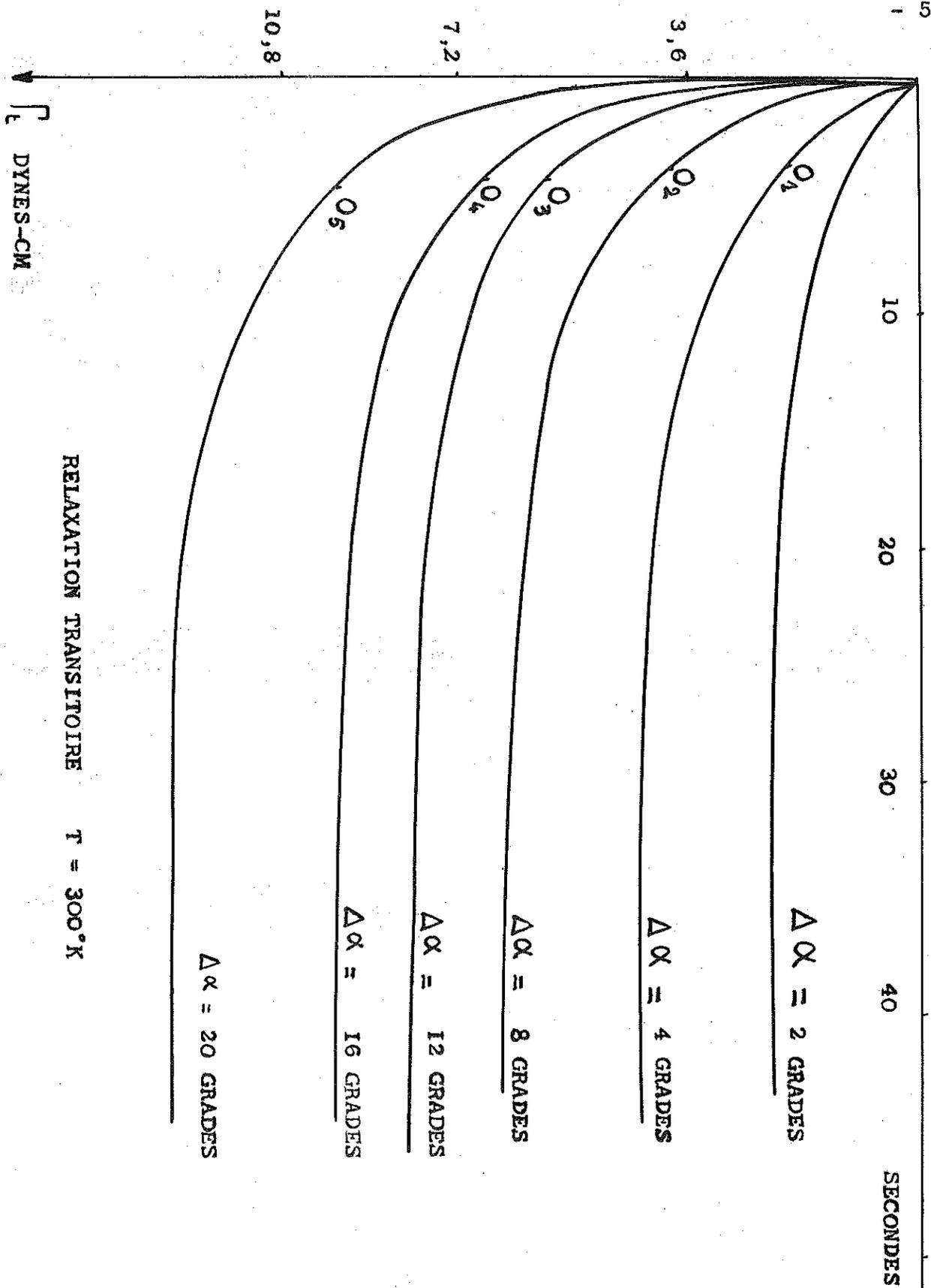


FIG. 23

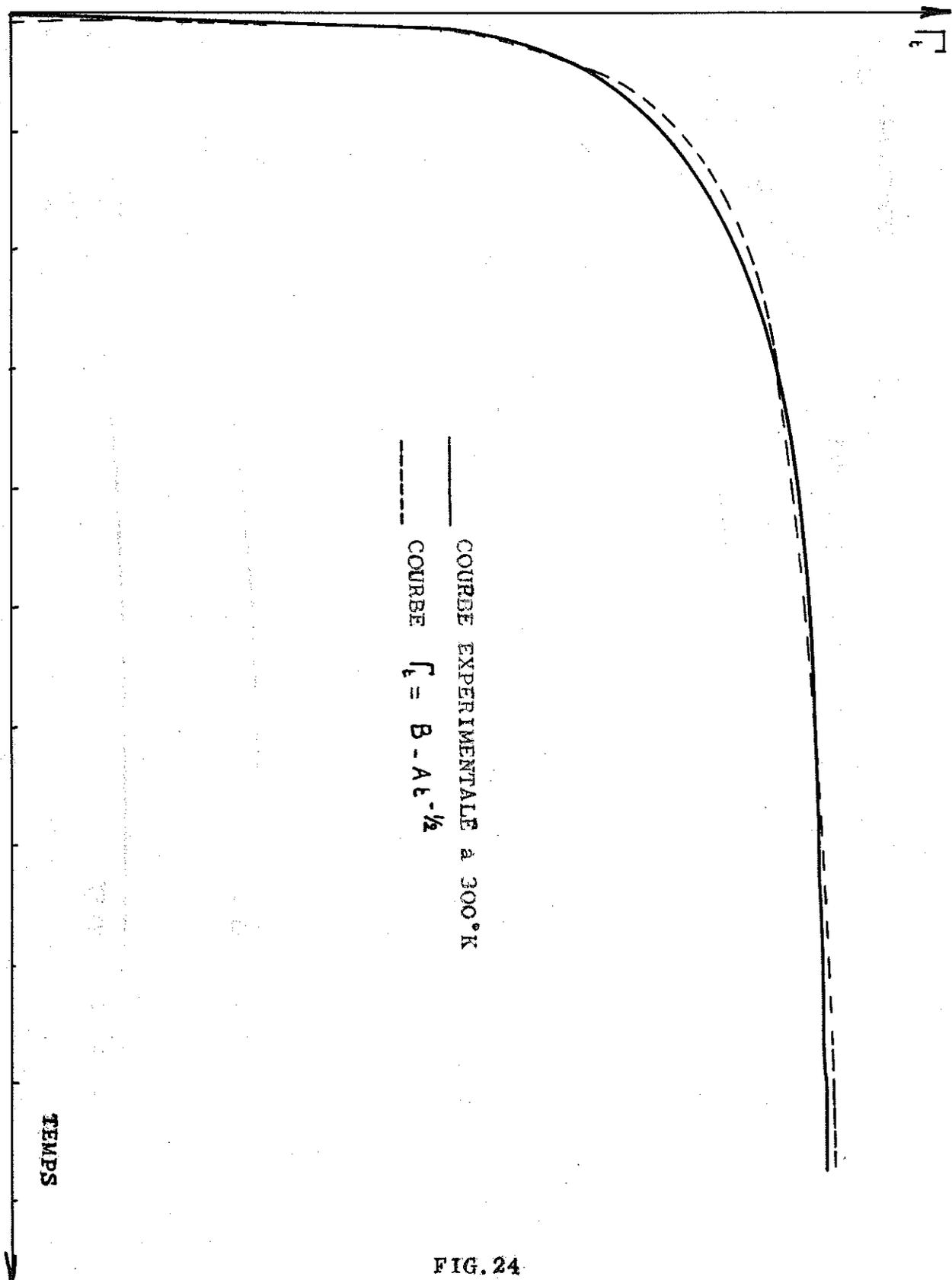


FIG. 24

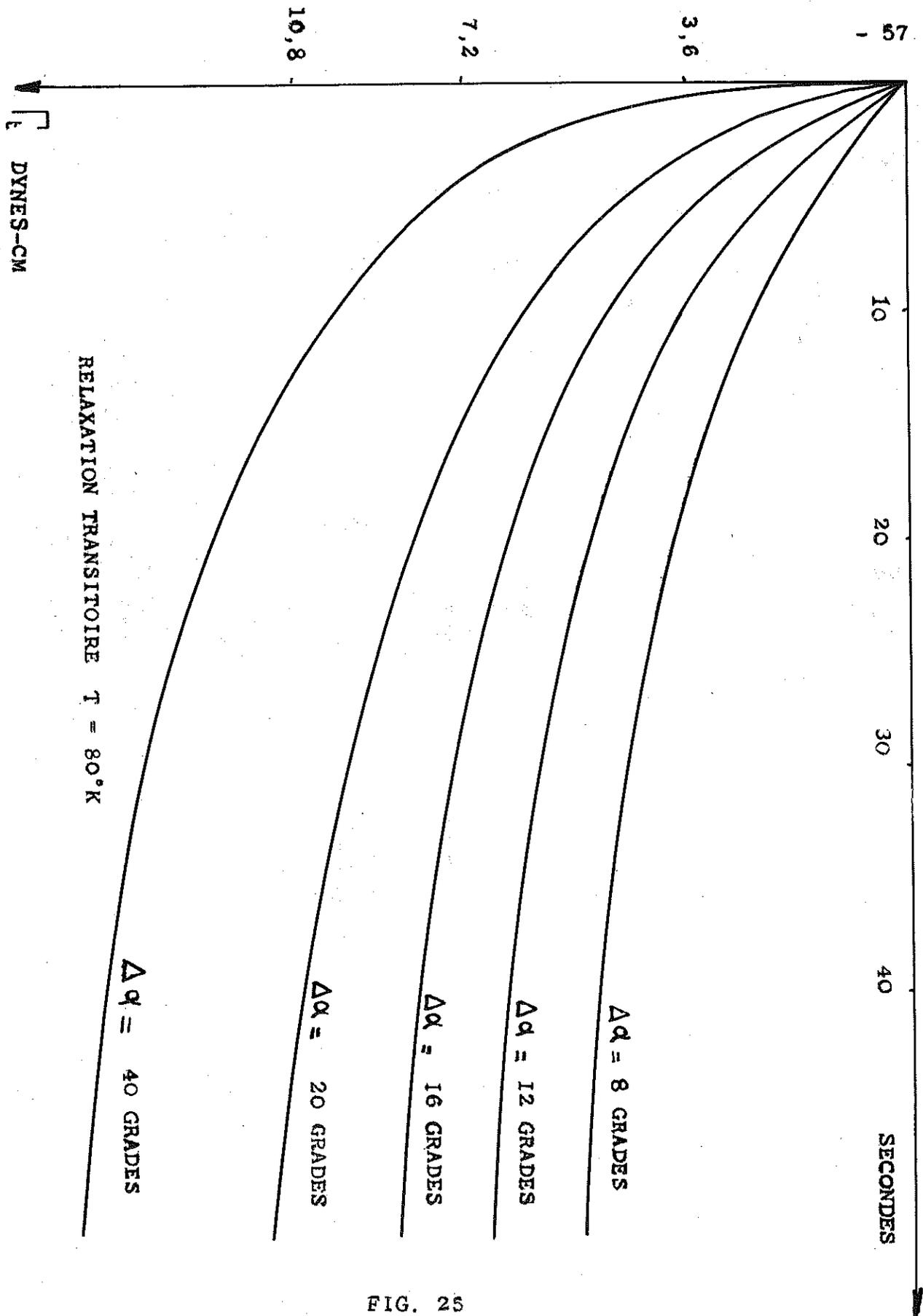


FIG. 26

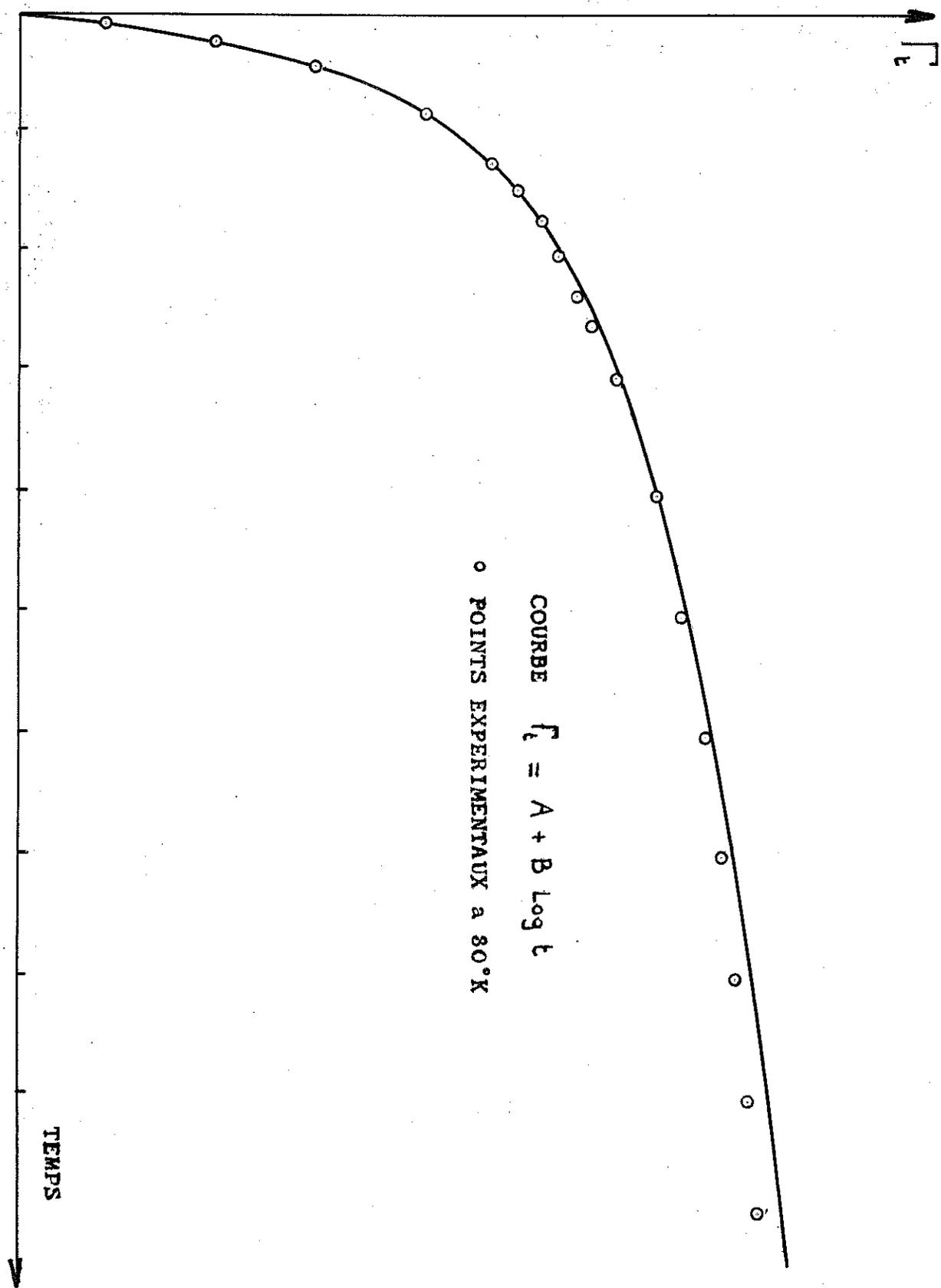


FIG. 26

forme :

$$\Gamma(t) = A + B \text{Log } t$$

L'accord avec une équation de ce type est reporté sur la fig 26.

La vitesse de relaxation est alors du type :

$$\Gamma'(t) = \frac{B}{t+t_0}$$

A plus basse température (20°K) la relaxation est encore logarithmique, les courbes obtenues sont aussi des arcs d'une même courbe mais le phénomène n'est plus absolument reproductible ; sur une dizaine d'expériences par exemple, à incrément angulaire constant, on obtiendra cinq courbes différentes, chacune étant logarithmique et chacune étant une portion d'une même courbe mais les origines paraissent différentes. Cela semble lié à l'irrégularité des cycles statiques à ces températures, et l'explication doit en être analogue.

Nous remarquons que quelle que soit la température, la partie initiale de la courbe de relaxation est très abrupte ce qui indique au départ une grande vitesse de relaxation et ceci même à basse température. La loi générale donnant la vitesse de relaxation paraît être de la forme :

$$\frac{d\Gamma}{dt} = \frac{k}{(t+t_0)^n} \quad (10)$$

où k est une constante dépendant de la température et n un exposant égal à 1 à basse température et tendant vers 3/2 à la température ambiante.

t_0 dépend uniquement de l'incrément angulaire et exprime que les diverses courbes sont des arcs décalés dans le temps, d'une seule courbe.

Ces lois de la relaxation transitoire sont assez analogues à celles déjà rencontrées pour le fluage, mais pour expliquer

le phénomène de relaxation instantanée nous avons été amenés à reconsidérer la théorie de Mott et Nabarro.

IV - 4- ADAPTATION des THEORIES du FLUAGE pour la RELAXATION INSTANTANEE.

Etant donné la parenté physique entre la relaxation et le fluage, nous avons essayé d'adapter la théorie du fluage de Mott et Nabarro⁽³⁷⁾ en tenant compte ici de cette caractéristique nouvelle : les dislocations ont des mouvements qui ne sont plus indépendants ; lorsqu'une dislocation saute, la tension dans le cristal est diminuée et l'arrachement des autres dislocations se fait plus difficilement. Au repos, les dislocations se trouvent ancrées dans des puits de potentiel à cause des impuretés ou d'autres dislocations ; soit σ_a l'excès de tension par rapport à σ_c , nécessaire pour arracher irréversiblement la dislocation de sa position d'équilibre ; σ_a est la tension d'activation de la dislocation. Soit :

$$dn(\sigma_a) = g(\sigma_a) d\sigma_a$$

le nombre de dislocations dont les tensions d'activation sont comprises entre σ_a et $\sigma_a + d\sigma_a$.

Imposons au cristal une torsion d'angle $\Delta\alpha$. Avant la torsion la tension vaut σ_c : après la torsion elle vaut σ . Tant que $\sigma - \sigma_c$ reste inférieur à σ_a (tension seuil ou tension d'activation minimum), aucune dislocation ne bouge et $\sigma - \sigma_c$ varie avec $\Delta\alpha$ selon les lois de l'élasticité. En négligeant la variation avec r nous avons (voir aussi figure 27).

$$\sigma - \sigma_c = c' \Delta\alpha$$

avec :
$$c' = \frac{MR}{\rho}$$

Lorsque $\sigma - \sigma_c = \sigma_a$, les dislocations (σ_a) sont brutalement éjectées et vont remplir des sites dont les tensions d'activation sont encore

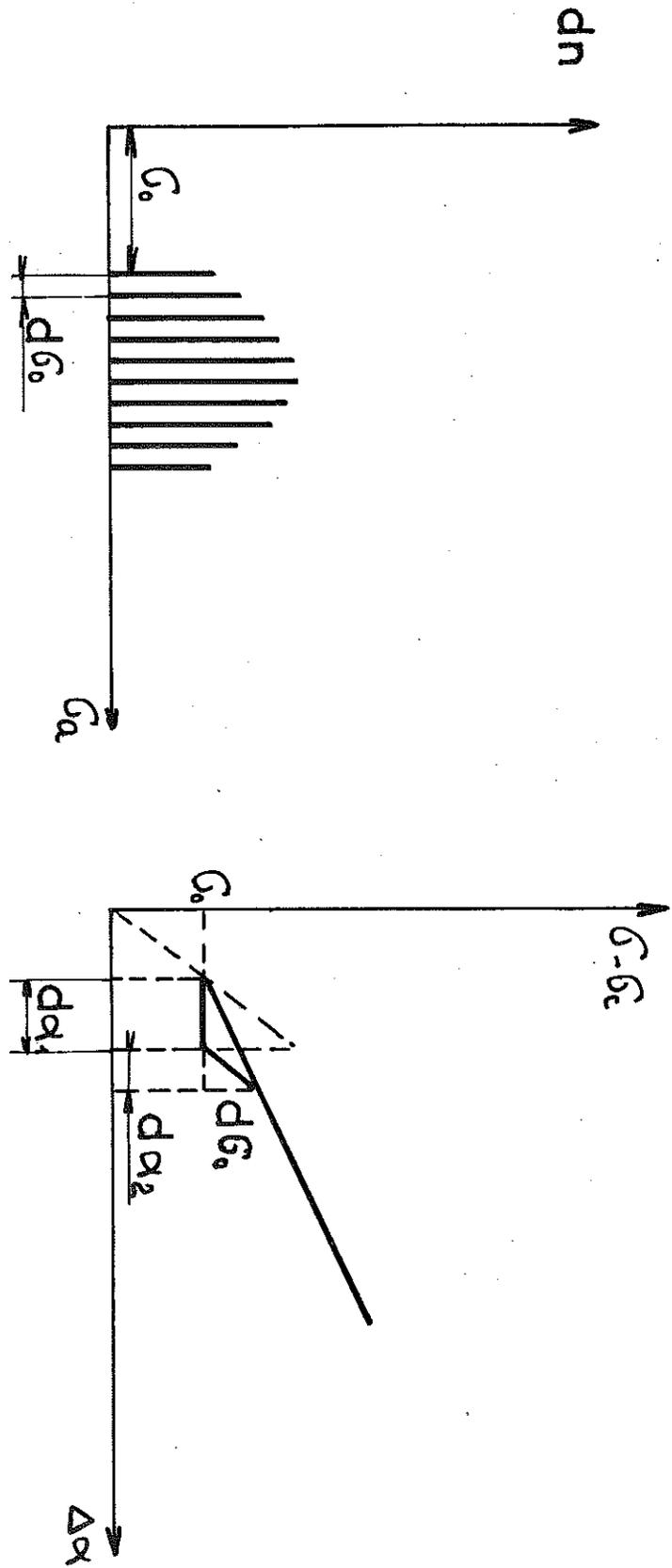


FIG 27

positives. Au cours de cette éjection, chaque dislocation libère plastiquement un certain couple, donc une certaine quantité de tension, qui dépend (outre de la position initiale de la dislocation) de la distance moyenne franchie par la dislocation jusqu'à sa prochaine position d'équilibre.

Nous appelons β' la tension ainsi libérée par le saut irréversible d'une dislocation,

Pour épuiser les dislocations (σ_0) il faut ainsi, pour maintenir la tension constante, tourner d'un angle $d\alpha_1$, tel que :

$$c' d\alpha_1 = \beta' dn(\sigma_0)$$

Il faut ensuite continuer à tourner le poil d'un angle $d\alpha_2$ pour atteindre les dislocations du site suivant $\sigma_0 + d\sigma$:

$$c' d\alpha_2 = d\sigma$$

Ainsi il a fallu tourner de $d\alpha_1 + d\alpha_2$ pour éjecter les $dn(\sigma_0)$ dislocations de l'intervalle $\sigma_0, \sigma_0 + d\sigma$ et augmenter la tension de $d\sigma$.

D'où :

$$\frac{d\sigma}{d\alpha_1 + d\alpha_2} = \frac{c'}{1 + \beta' g(\sigma)}$$

on peut passer de l'augmentation de tension à l'augmentation de couple, il vient :

$$\frac{d\Gamma_t}{d\alpha} = \frac{c'}{1 + \beta g(\sigma)}$$

C étant la constante de torsion du poil.

Nous allons maintenant voir à quelles conditions cette relation permet d'interpréter les résultats relatifs à la relaxation instantanée.

Il faut d'abord admettre que $g(\sigma_a)$ (densité des dislocations de tension d'activation σ_a) est nulle jusqu'à la valeur σ_0 (tension seuil) puis que le produit $\beta g(\sigma)$ soit :

- a) sensiblement constant ensuite,
- b) indépendant du point de fonctionnement sur le cycle
- c) indépendant de la température.

La condition a) est réalisée si β est indépendant de σ et si $g(\sigma)$ a une forme rectangulaire. La condition b) nécessite que le produit $\beta g(\sigma)$ soit indépendant du nombre total de dislocations, ce qui peut paraître étonnant, vu que $g(\sigma)$ est proportionnel au nombre de dislocations mises en jeu : ou bien ce nombre est constant et n'a rien à voir avec le nombre total de dislocations présentes, ou bien, ce qui est également plausible β est inversement proportionnel à $g(\sigma)$. En effet β correspond à une sorte de libre parcours moyen entre deux positions d'équilibre ; comme les dislocations individuelles se repoussent il est normal que β soit une fonction décroissante de la densité. Nous expliquons ainsi la forme de la courbe. Quant à la condition c) elle entraîne la remarque suivante : les phénomènes d'arrachement sont indépendants de la température (σ_0 indépendant de T), alors que la tension critique σ_c varie d'un facteur de l'ordre de 8 dans l'intervalle des températures étudiées. Ceci est possible si les deux phénomènes sont indépendants physiquement. Sans connaître le mécanisme qui conduit à σ_c , nous pouvons montrer que σ_0 s'explique à peu près par l'énergie de formation de crans lors du croisement de deux dislocations. Si effectivement le mécanisme d'arrachement est celui qui correspond à la formation de crans on a :

$$\frac{d\varepsilon_p}{dt} = \frac{\rho_n \gamma_0 b^2}{\rho_f l^2} \exp \left\{ - \frac{2 U_c - (\sigma - \sigma_c) b d l}{kT} \right\}$$

Expérimentalement nous appliquons un incrément de déformation ϵ à un rythme $\frac{d\epsilon}{dt}$ estimé de l'ordre de 10^{-3} sec^{-1} . Il n'y aura pratiquement pas de relaxation instantanée tant que :

$$\frac{d\epsilon}{dt} \gg \frac{d\epsilon_p}{dt}$$

ou $\frac{d\epsilon_p}{dt}$ est la vitesse de déformation plastique. Soit encore :

$$\sigma - \sigma_c < \frac{1}{b d l} \left\{ 2 U_c - kT \text{Log} \frac{\rho_n \gamma_0 b^2}{\rho_f l^2 \frac{d\epsilon}{dt}} \right\}$$

avec $\rho_n \approx \rho_f \approx 10^7$; $l^2 = \rho_f^{-1} = 10^{-7}$; $d \approx b \approx 2,5 \text{ \AA}$; $T = 80^\circ \text{K}$

$\gamma_0 = 10^{13} \text{ sec}^{-1}$. Le second terme dans le crochet est de l'ordre de 0,1 eV donc assez petit devant $2 U_c$; la tension pour laquelle la relaxation instantanée commence est peu fonction de la température, elle est à peu près donnée par :

$$\sigma - \sigma_c \approx \frac{2 U_c}{b d l}$$

avec : $U_c \approx \frac{\mu b^2 d}{10}$

Il vient :

$$\sigma - \sigma_c \approx \frac{\mu b}{5 l} = \sigma_0$$

Le couple correspondant est :

$$\Gamma_0 = 2\pi \int_0^R (\sigma - \sigma_c) r^2 dr = \frac{2\pi R^3}{3} (\sigma - \sigma_c)$$

Dans le cas d'un poil de 25 microns de rayon, Γ_0 calculé est de l'ordre de 2 CGS et en bon accord avec l'expérience. (Γ_0 mesuré de l'ordre de 2,7 CGS). Cette coïncidence peut être en partie fortuite à cause du nombre d'hypothèses incontrôlables utilisées pour l'estimation de U_c et de γ_0 .

IV - 5- GENERALISATION DU FLUAGE LOGARITHMIQUE POUR LA RELAXATION TRANSITOIRE A BASSE TEMPERATURE.

Le phénomène de la relaxation transitoire peut également se déduire du modèle précédent, comme généralisation du fluage logarithmique⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾. La différence entre les deux phénomènes réside essentiellement dans la remarque suivante : à mesure que des dislocations sont activées thermiquement, elles libèrent plastiquement une certaine quantité de tension qui augmente la tension d'activation des autres dislocations.

Soit $\sigma_a(t)$ la tension d'activation d'une dislocation au temps t . On peut écrire :

$$\sigma_a(t) = \sigma(0) + \rho(t)$$

$\sigma(0)$: tension d'activation (excès de tension) au début de la relaxation transitoire.

$\rho(t)$: augmentation de la tension d'activation due à la libération plastique de tension par les dislocations déjà "évaporées". Soit $f(\sigma_a) dt$ la probabilité de saut pendant le temps dt , d'une dislocation dont la tension d'activation est σ_a ⁽¹⁵⁾:

$$f(\sigma_a) dt = \gamma \exp. - \left\{ \frac{U(\sigma_a)}{kT} \right\} dt$$

γ étant la fréquence d'oscillation de la dislocation, $U(\sigma_a)$ est l'énergie d'activation que nous prendrons directement proportionnelle à la tension d'activation (diverses formes ont été proposées pour cette énergie):

$$U(\sigma_a) = A \sigma_a$$

La tension libérée plastiquement au temps τ est donnée par le nombre total de dislocations évaporées :

$$\rho(\tau) = \beta \int_0^\tau dt \int d\sigma_a f(\sigma_a) g(\sigma_a)$$

On peut par un glissement d'origine pour ϕ intégrer de 0 à l'infini et supposer que $g(\phi_0)$ est constant. Il vient finalement :

$$\Delta\sigma(t) = \frac{kT}{A} \text{Log } \beta g \gamma \left(t - \frac{1}{\beta g \gamma} \right) \quad (11)$$

Dans un tel modèle où l'énergie est proportionnelle à la tension d'activation, au début de chaque torsion on se trouve dans des conditions rigoureusement identiques et l'on ne peut expliquer l'existence des arcs de courbe.

Des valeurs de l'énergie d'activation $U(\phi_0)$ et de la fréquence d'oscillation des dislocations ont été calculées par la relation (11) à partir des données expérimentales à 80°K. $U(\phi_0)$ a été trouvé de l'ordre de 10^{-2} eV. Cette valeur paraît faible comparée aux valeurs usuelles⁽¹⁴⁾ de l'ordre de 0,7 à 1,5 eV. Elle est obtenue sans utiliser de modèle microscopique particulier et nous conduit à mettre en doute le mécanisme de formations de crans et en particulier la formule (9). Elle peut s'expliquer par la géométrie des dislocations mises en jeu beaucoup plus mobiles que celles créées par flexion ou traction, et aussi par le jeu d'obstacles rencontrés du fait de la pureté du matériau. Les fréquences d'oscillations de l'ordre de 7 sec^{-1} sont en accord avec les valeurs expérimentales de Davies et Thomson cités par Cottrell. Cette valeur paraît faible vis à vis de la fréquence d'oscillation des atomes (10^{12} à 10^{13} sec^{-1}) ; Mott, cité par Cottrell pense que le processus observé expérimentalement est dû à des sauts de dislocations, qui déclenchent eux-mêmes une avalanche de sauts et l'extra énergie mise ainsi en jeu se traduit par une valeur apparente de la fréquence beaucoup plus

basse. La formule (9) peut également rendre compte du phénomène de relaxation transitoire. Une fois que l'on a déformé rapidement le poil en élevant la contrainte de σ_c à σ la déformation élastique initiale $\Delta \varepsilon = \frac{(\sigma - \sigma_c)_{initial}}{\mu}$ se transforme peu à peu en déformation plastique $\Delta \varepsilon_p$, en ramenant la contrainte à σ_c . D'après la figure 2I le durcissement, c'est à dire en particulier la variation de ρ_m , ρ_f et ℓ avec ε_p , est négligeable. Dans ce cas on peut appliquer l'équation (9) avec $\ell = cte$ et :

$$\Delta \varepsilon_p + \frac{\sigma - \sigma_c}{\mu} = \Delta \varepsilon = cte$$

en éliminant $\sigma - \sigma_c$ il vient :

$$\exp. \left\{ \frac{\mu b d \ell}{kT} \right\} \frac{d \Delta \varepsilon_p}{dt} = \frac{\rho_m \gamma b^2}{\rho_f \ell^2} \exp. \left\{ - \frac{2 U_c - \mu b d \ell \Delta \varepsilon}{kT} \right\}$$

d'où par intégration :

$$\mu \Delta \varepsilon_p = \frac{kT}{b d \ell} \left[\text{Log} \left(1 + \left(\frac{\mu b d \ell}{kT} \frac{\rho_m \gamma b^2}{\rho_f \ell^2} \exp. \left\{ - \frac{2 U_c - \mu b d \ell \Delta \varepsilon}{kT} \right\} \right) \right) \right] \quad (12)$$

avec :

$$\sigma - \sigma_c = \mu (\Delta \varepsilon - \Delta \varepsilon_p) \quad (13)$$

en utilisant pour $\sigma - \sigma_c$ la relation (9) c'est à dire si $\sigma - \sigma_c$ est limité par la relaxation instantanée on a :

$$U = kT \text{Log} \frac{\rho_m \gamma b^2}{\rho_f \ell^2 \left(\frac{d \varepsilon}{dt} \right)_{initial}} \approx 0,1 \text{ eV}$$

U est proportionnel à T ; ce n'est donc pas une vraie chaleur d'activation.

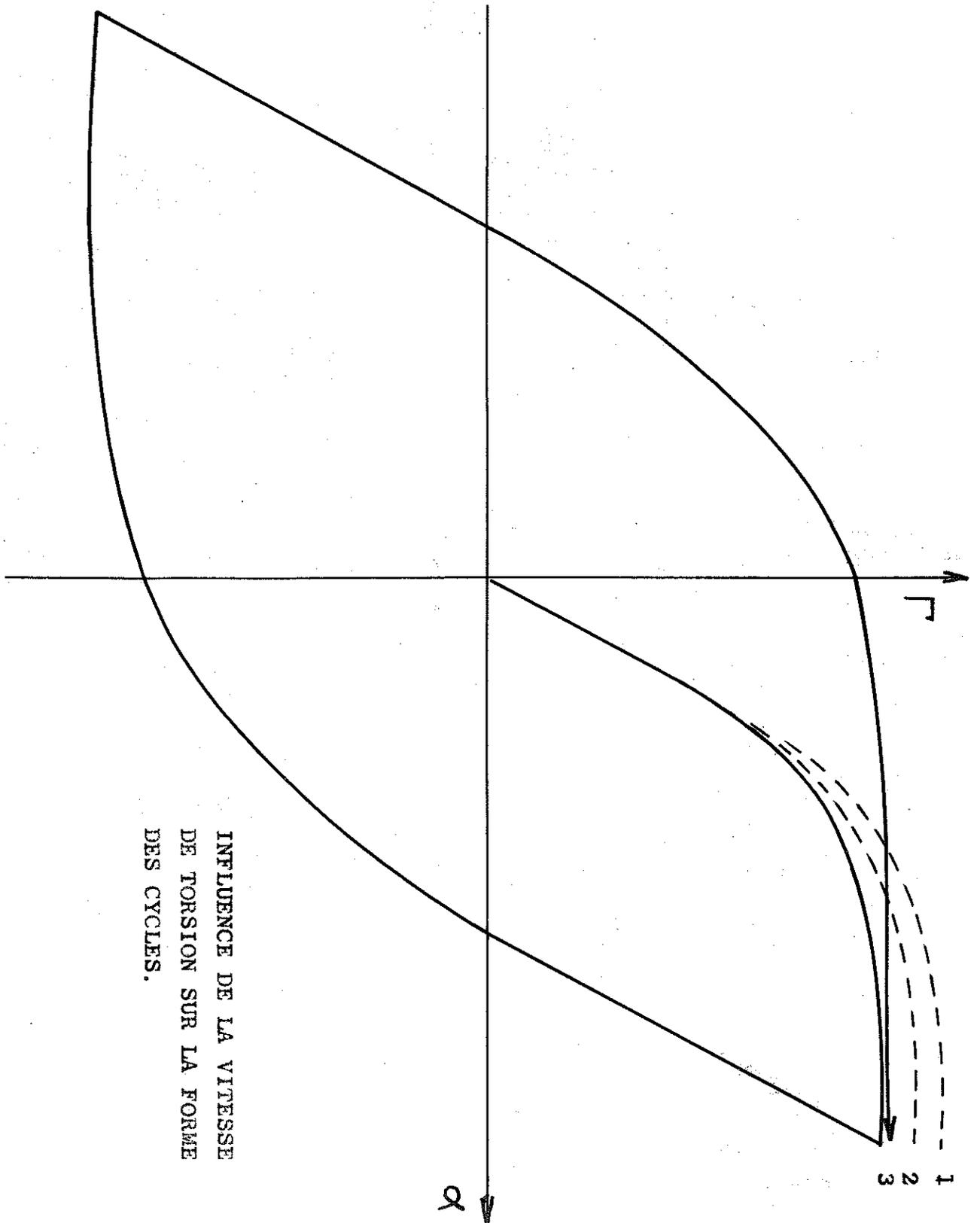
Les relations (12) et (13) nous permettent de passer à la variation de la tension et de là à la variation du couple c'est à dire à la relaxation transitoire. On retrouve bien la loi logarithmique à basse température mais cette fois il n'y a pas accord d'ordre de grandeur avec l'expérience. Il paraît alors raisonnable de penser que le mécanisme de formation de crans ne convient pas ici.

IV - 6- CYCLES COUPLE TORSION DECRITS D'UNE MANIERE CONTINUE A DIFFERENTES VITESSES.

Dans les expériences décrites précédemment les torsions du Whisker étaient effectuées manuellement et par variations discontinues et pratiquement instantanées de l'angle, $\Delta\alpha$. Ce procédé a permis de mettre en évidence le phénomène de relaxation, mais il nous a paru également intéressant de faire croître l'angle de torsion d'une manière continue et à vitesse finie. Pour cela nous avons remplacé le tambour de commande manuelle par un flexible relié à un ensemble moteur-engrenage permettant trois vitesses de rotation différentes.

La figure 28 représente un cycle (3) décrit à la vitesse la plus faible (0,975 degrés par seconde) ainsi que deux branches (2) et (1) décrites à des vitesses supérieures, respectivement 3°30 et 8°37 par seconde.

Nous remarquons que la courbe (3) est plus "aplatie" que les courbes décrites à des vitesses supérieures. Suivant que la vitesse est plus grande le cristal apparaît plus "dur". Ce pseudo-durcissement ne peut être confondu ici avec le durcissement par le travail car les courbes ont été décrites dans l'ordre indiqué



INFLUENCE DE LA VITESSE
DE TORSION SUR LA FORME
DES CYCLES.

FIG. 28

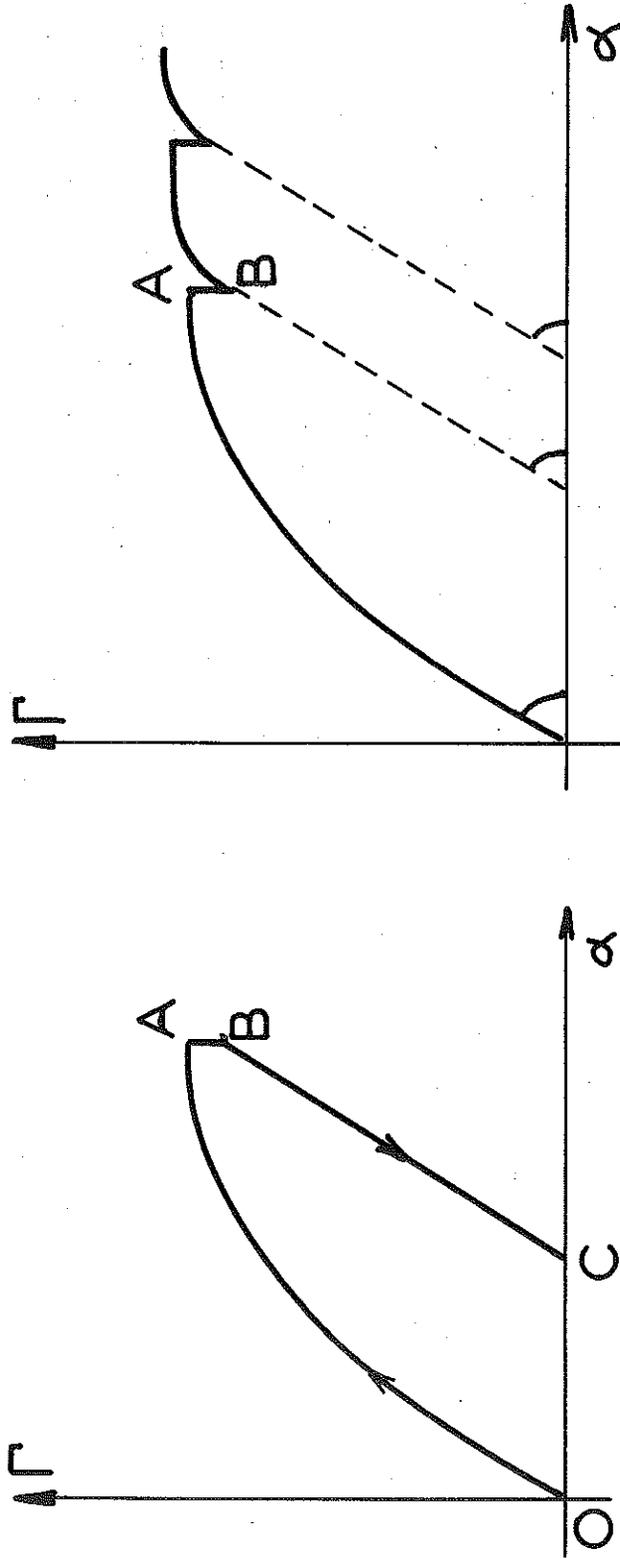
1,2 et 3 en dernier. La vitesse initiale de relaxation du couple étant supérieure à la vitesse de torsion, cette relaxation apparente est plus importante lorsque la vitesse de rotation est plus faible. On peut supposer qu'à grande vitesse on obtiendrait la courbe qui est le lieu des points de couple maximum supporté par le cristal immédiatement après une augmentation de torsion pratiquement instantanée (fig 21), et qu'à vitesse infiniment lente on obtiendrait les courbes "statiques" lieu des points de couple limite atteints après relaxation.

La fig 29 montre également ce qui se passe après un arrêt de la torsion. Plus la vitesse de torsion est grande et plus la partie AB relative à la relaxation transitoire est importante ce qui est en accord avec l'explication précédente.

Il était également intéressant d'étudier le comportement de l'échantillon lorsque après avoir atteint la limite de la relaxation en un point de la branche plastique de la courbe couple-torsion on continuait la torsion à vitesse finie. La figure 29 montre qu'alors l'échantillon commence par décrire une droite très sensiblement parallèle à la droite élastique comme s'il avait subi une restauration de ses propriétés mécaniques. Ceci avait été supposé dans le paragraphe "relaxation transitoire" mais n'avait pu être observé expérimentalement lorsque l'échantillon subissait des incréments de torsion pratiquement instantanées.

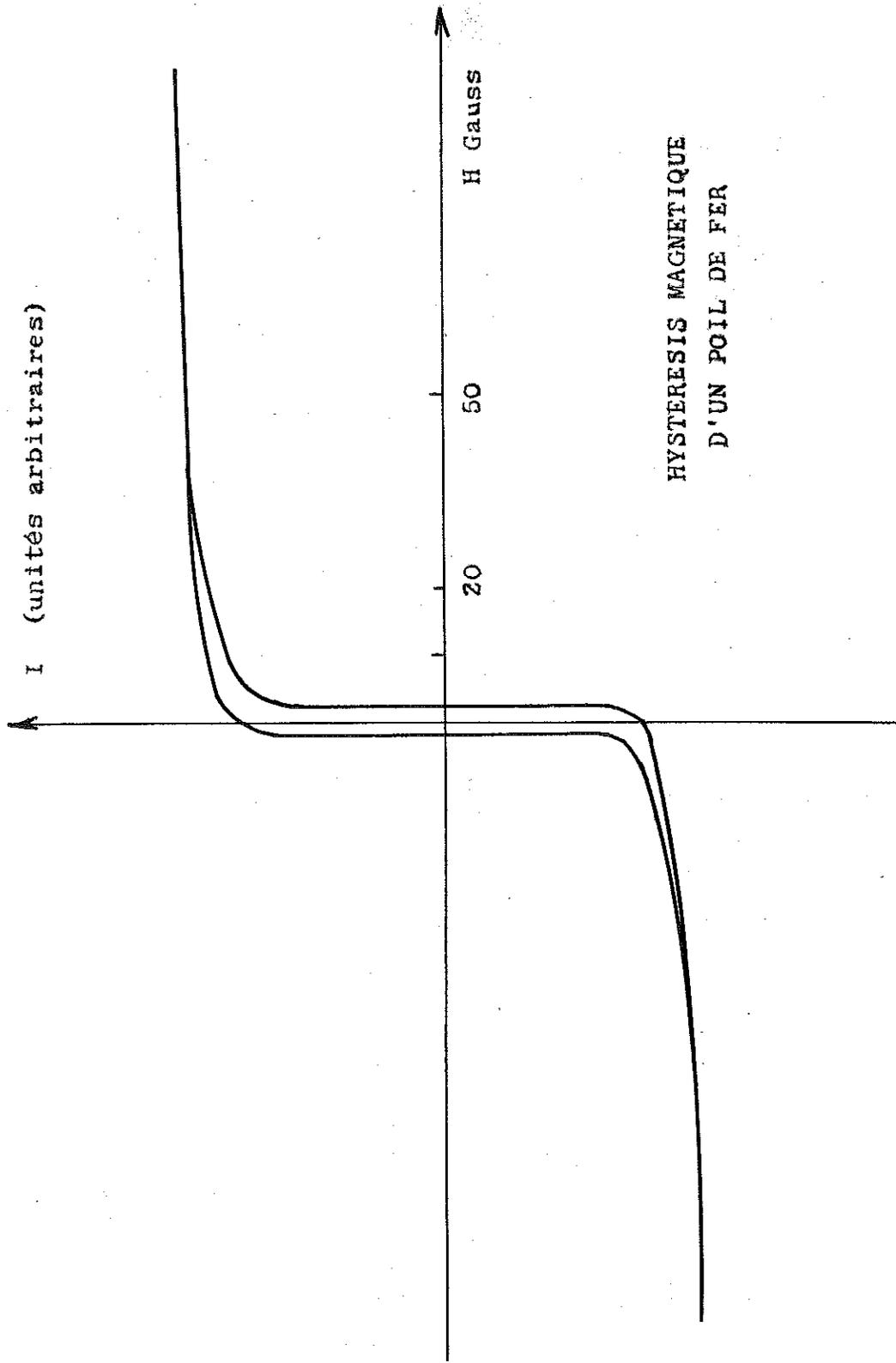
IV - 7- APPLICATION D'UN CHAMP MAGNETIQUE PENDANT LA TORSION ET LA RELAXATION.

Par une méthode d'extraction nous avons tracé des cycles d'hystérésis magnétique des monocristaux de fer. La figure 30 représente un tel cycle décrit à la température ambiante. Nous avons ainsi étudié une vingtaine de whiskers et dans tous les cas



OA : torsion continue
AB : arrêt de la torsion et relaxation
BC : détorsion

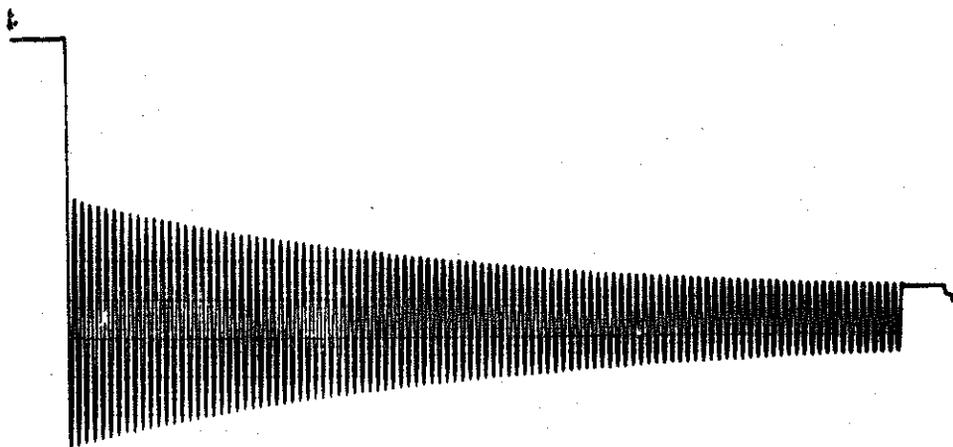
FIG. 29



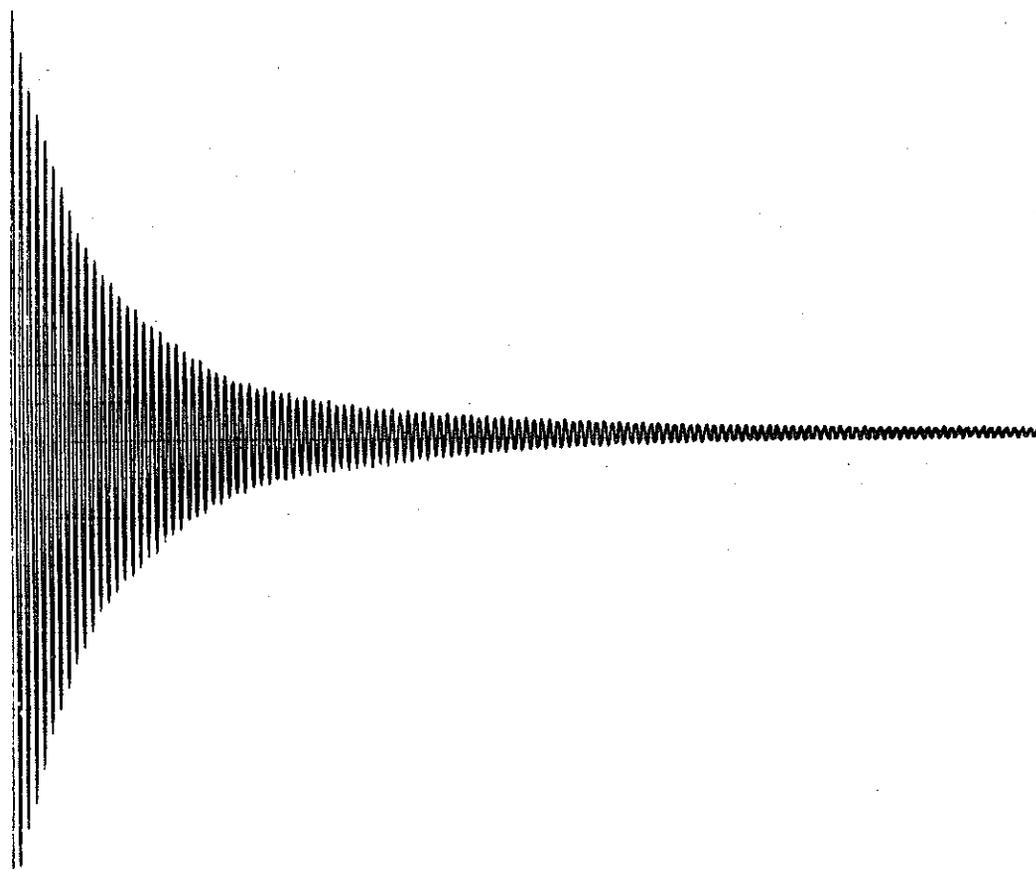
HYSTERESIS MAGNETIQUE
D'UN POIL DE FER

FIG. 30

une saturation était obtenue pour des champs inférieurs à 100 gauss, les champs coercitifs observés étant de l'ordre de 4 gauss. Nous avons appliqué des champs magnétiques de diverses valeurs allant jusqu'à 300 gauss environ pendant les expériences de torsion et de relaxation. Le champ appliqué est resté sans influence sur toutes les courbes ainsi tracées.



Oscillations avant déformation



même échantillon, après déformation de $4 \cdot 10^{-4}$

CHAPITRE V

ETUDE du FROTTEMENT INTERNE DANS les POILS de FER

V- 1- DEFINITION.

Le frottement interne est la propriété que possèdent les solides de dissiper irréversiblement l'énergie mécanique de vibration en la convertissant en chaleur ou en énergie interne. Cette dissipation d'énergie peut se révéler de différentes manières et donc se mesurer de diverses façons :

- a) Echauffement de l'échantillon pendant l'essai de fatigue.
- b) Amortissement d'un oscillateur livré à lui-même et isolé du milieu ambiant.
- c) Limitation de l'amplitude d'oscillations d'un corps en résonance etc ...

Les mesures du frottement interne sont intéressantes du fait que ce dernier est souvent plus sensible aux défauts d'homogénéité ou aux modifications physico-chimiques que les autres caractéristiques mécaniques. Sa connaissance peut donner des indications sur la pureté ou les défauts que contient l'échantillon (maximum de l'amortissement dû au carbone dissous par exemple).

Plusieurs théories du frottement interne existent⁽⁴⁰⁾⁽⁴¹⁾⁽⁴²⁾⁽⁴³⁾; dans les polycristaux une des principales sources de frottement est due aux courants thermiques inter-cristallins liés aux variations de température existant entre divers cristaux, résultat de l'application d'une force ; dans les ferromagnétiques, le mouvement des domaines intervient également. Dans notre cas nous pensons que le frottement interne est dû aux mouvements des dislocations⁽⁴¹⁾⁽⁴²⁾⁽⁴³⁾⁽⁴⁴⁾ hypothèse qui semble vérifiée par l'expérience, elle-même en accord avec le modèle de Granato et Lücke⁽⁴³⁾ exposé dans la théorie de l'amortissement dû aux dislocations.

V - 2- METHODE et MONTAGE EXPERIMENTAUX.

La méthode que nous avons utilisée est celle citée à l'alinéa b du paragraphe précédent : mesure de l'amortissement d'oscillations libres de l'échantillon, isolé du milieu ambiant. Le poil de fer à étudier constitue la suspension d'un petit pendule de torsion comportant deux masselottes de plomb permettant d'ajuster la période à une valeur déterminée, et un miroir réfléchissant un spot lumineux. Ce pendule oscille dans la partie inférieure du vase Dewar déjà décrit, où règne un vide de l'ordre de 10^{-6} mm Hg. Le pendule monté sur roulement à billes, est mis en oscillations par le système d'engrenages commandés de l'extérieur. La période est de l'ordre de la seconde et l'enregistrement du spot lumineux renvoyé par le miroir peut ainsi se faire aisément et donner lieu à une mesure facile du décrement logarithmique et de la période.

L'échantillon est monté de telle sorte que seule une de ses extrémités est manipulée avec une fine pince d'horloger (arrachage de la nacelle réfractaire et pose sur le support). De nombreux essais ont permis un montage correct, et, l'extrémité inévitablement abimée, enrobée de colle, n'intervient pas dans les oscillations.

V - 3- FROTTEMENT INTERNE et DECREMENT LOGARITHMIQUE.

En général on mesure le frottement interne par un nombre sans dimension : le rapport de l'énergie dépensée à l'énergie élastique maximum au cours d'un cycle, rapport Ψ appelé souvent capacité d'amortissement. Cette définition qui assimile le frottement intérieur à un défaut de rendement, permet une comparaison de tous les matériaux et a une valeur qui, au coefficient 2 près, est égale au décrement logarithmique δ :

$$\delta = \text{Log} \frac{\alpha_n}{\alpha_{n+1}} = \text{Log} \left(1 + \frac{\Delta\alpha}{\alpha} \right) \sim \frac{\Delta\alpha}{\alpha}$$

Si C est la constante de rappel, l'énergie potentielle maximum de l'éprouvette est :

$$W = \int_0^{\alpha} c \alpha d\alpha = \frac{1}{2} c \alpha^2$$

d'où l'on tire :

$$\frac{\Delta W}{W} = \frac{2 \Delta\alpha}{\alpha}$$

on a donc bien :

$$\psi = 2\delta \quad ; \quad \Delta W = c \alpha^2 \delta$$

Nous avons dans ce travail caractérisé le frottement interne par le décrement logarithmique δ .

V - 4- EVALUATION de L'AMORTISSEMENT DÛ au GAZ RESIDUEL.

Nous avons évalué le terme dû au frottement de l'air résiduel dans le cas de notre expérience, avec la formule empirique due à Knudsen⁽⁴⁵⁾.

$$f \frac{d\alpha}{dt} = 6 \pi \eta R \rho \frac{d\alpha}{dt} \left[1 + 0,683 \frac{d}{R} + 0,354 \frac{\lambda}{R} \exp. - \frac{1,845 R}{\lambda} \right]$$

avec

$$d = \frac{\sqrt{\pi}}{0,309} \frac{\eta}{\sqrt{p}} \frac{1}{p}$$

- η : étant la viscosité de l'air
- R : le rayon d'une masselotte
- ρ : distance de l'axe à l'une des masselottes
- p : pression du gaz résiduel
- ρ : densité de ce gaz

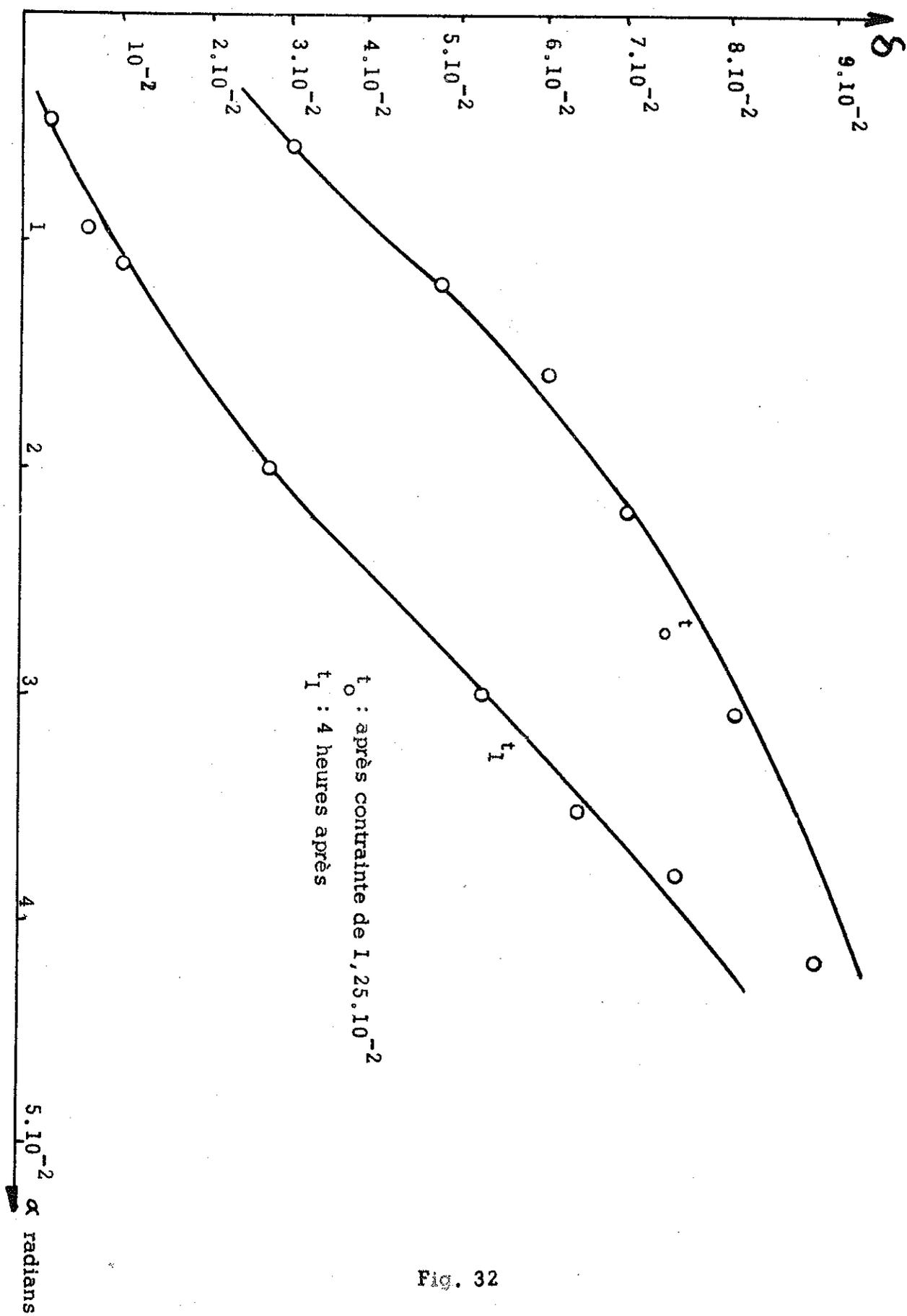


Fig. 32

L'amortissement ainsi calculé, de l'ordre de 10^{-4} est négligeable dans nos mesures.

V - 5- RESULTATS EXPERIMENTAUX.

V - 5-1 Influence d'un champ magnétique.

On sait⁽⁴⁶⁾ que l'amortissement des oscillations d'un fil de fer, de nickel, ou plus généralement d'un matériau ferromagnétique dépend beaucoup du champ magnétique dans lequel il se trouve placé, le frottement interne minimum étant obtenu dans les champs élevés capables de saturer l'échantillon c'est à dire d'immobiliser les parois des domaines de Weiss.

Pour cette raison nous avons appliqué des champs atteignant 2000 oersteds dans une direction parallèle à l'axe de nos échantillons, lorsque ceux-ci oscillaient.

Quelle que soit la valeur du champ appliqué ce dernier est resté sans effet décelable sur l'amortissement. Nous en avons conclu que la contribution du mouvement des domaines est négligeable devant les autres causes d'amortissement.

V - 5-2 Influence de l'amplitude de l'oscillation sur δ .

La figure 32 représentant la variation du décrement logarithmique en fonction de la contrainte alternative de l'oscillation, d'un poil venant de subir une déformation relative de $1,25 \cdot 10^{-2}$, puis de ce même poil quelques heures après, amène les remarques suivantes :

a) l'amortissement peut atteindre des valeurs élevées de l'ordre de 10^{-1} (pour le fer électrolytique $\delta \# 10^{-3}$).

b) à partir d'une certaine valeur de la contrainte il varie sensiblement avec l'amplitude de cette contrainte.

c) après un temps de quelques heures, l'amortissement qui avait augmenté avec la déformation, a décru très sensiblement.

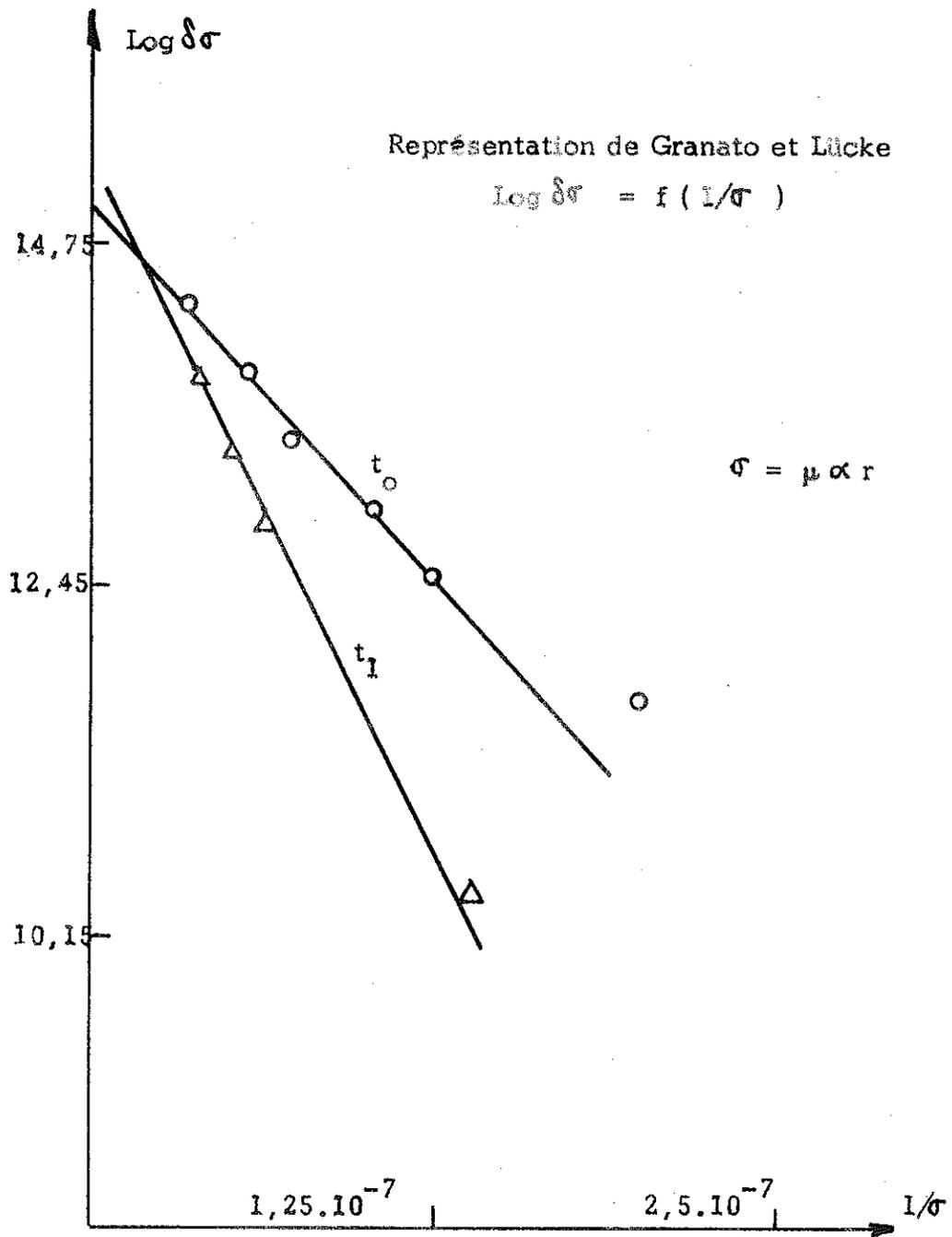


Fig. 33

Les courbes expérimentales d'amortissement obéissent assez bien à une loi de la forme :

$$\delta = \frac{C_1}{\alpha} \exp - \frac{C_2}{\alpha}$$

α étant l'amplitude de l'oscillation, C_1 et C_2 , deux constantes pendant la durée d'une mesure.

Les points expérimentaux reportés dans un diagramme semi logarithmique :

$$\text{Log } \delta \sigma = f\left(\frac{1}{\sigma}\right) \quad \text{avec } \sigma = \mu \alpha R$$

sont représentés figure 33.

V - 5-3 Modèle de Granato et Lücke pour l'amortissement dû aux dislocations.

S'il existe quelques théories qualitatives, il n'existe à notre connaissance qu'une seule théorie complète du frottement interne dépendant de l'amplitude. Cette étude est due à Granato et Lücke ; elle est basée sur une idée plus ancienne de Koehler (47) qui remarqua que dans un cristal les dislocations peuvent osciller sous l'influence d'une force, de la même manière qu'une corde tendue accrochée à ses deux extrémités.

Ces auteurs supposent que le réseau de dislocations dans le cristal est constitué de sections de lignes de dislocations de longueurs égales ancrées par des imperfections ou des impuretés à divers intervalles le long de cette section (fig. 34). Il y a deux longueurs caractéristiques dans leur modèle : la longueur du réseau L_N et la longueur L_C déterminée par les impuretés. L_N détermine les points d'accrochage "fermes" aux noeuds du réseau de dislocations, L_C les distances entre points accrochant moins fortement la dislocation et qui sont probablement des impuretés ou des défauts.

Ligne de dislocation ancrée sur des impuretés,
soumise à une contrainte croissante.

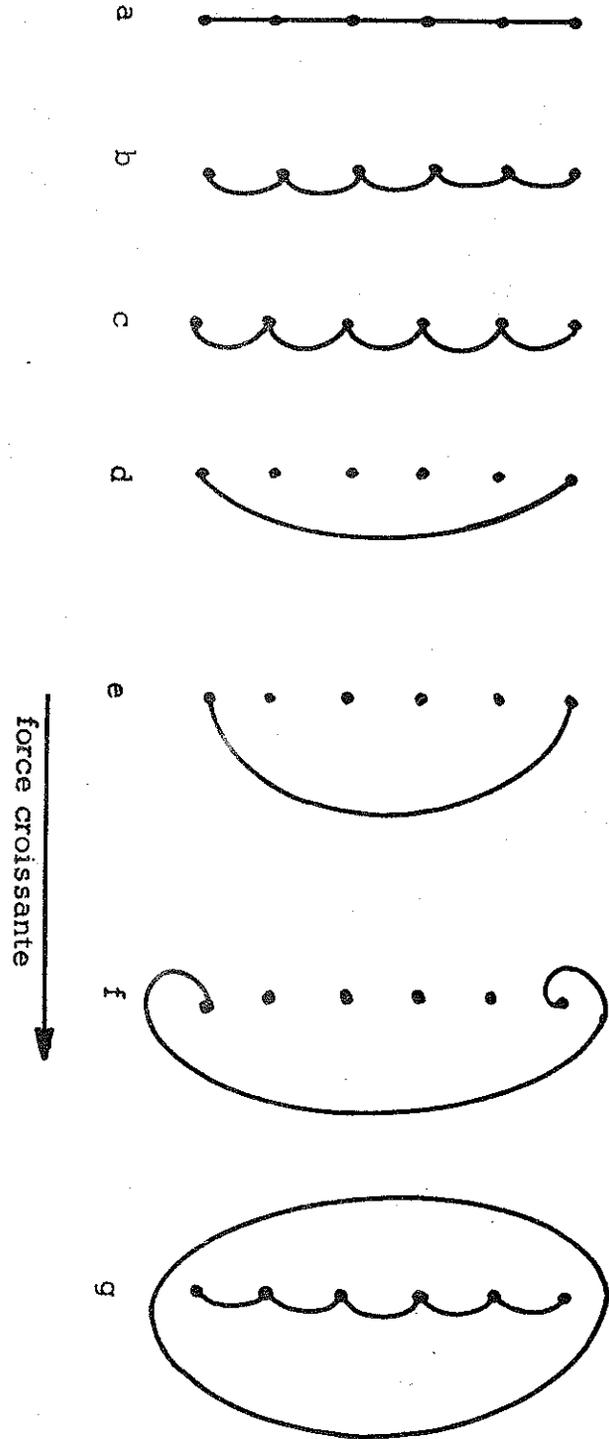


Fig. 34

Lorsqu'une contrainte est appliquée, chaque section de la dislocation est arquée (figure 34). Pour une valeur critique de la contrainte les dislocations sont arrachées des impuretés (break-away Process) puis forment une boucle ; si la contrainte augmente encore les dislocations se multiplient suivant le mécanisme de Franck et Read. Au moment de l'arrachement des impuretés le frottement interne devient dépendant de l'amplitude et ceci se produit avant que la limite élastique réelle soit dépassée. La courbe contrainte déformation n'est plus réversible, il y a hystérésis donc amortissement.

En vue de calculer l'aire de ces cycles pour une distribution de dislocations et d'impuretés réparties au hasard dans un cristal, Granato et Lücke font quelques hypothèses simplificatrices :

a) ils supposent que la longueur L_N entre noeuds du réseau est constante ;

b) la distribution des impuretés le long des segments de dislocations suit une loi exponentielle telle que le nombre des segments qui ont une longueur comprise entre l et $l + dl$ est donnée par la relation :

$$N(l)dl = \frac{\Lambda}{L^2} \exp\left(-\frac{l}{L}\right) dl$$

ou Λ est la densité des dislocations et L la longueur moyenne d'un segment.

Lorsque l'arrachement se produit il est catastrophique pour la distribution des impuretés. En effet, la force appliquée sur un arc de dislocation de longueur l_1 est $\sigma b l_1$ où σ est la contrainte extérieure. L'arrachement de la dislocation se produit lorsque cette force appliquée est supérieure à la force de liaison avec l'impureté :

$$\sigma b l_1 > F_e$$

or, lorsque deux arcs l_1 et l_2 ont été arrachés, la longueur de l'arc est devenue $l_1 + l_2$ et l'on a forcément :

$$\sigma b (l_1 + l_2) > \sigma b l_1 > F_e$$

d'où nouvel arrachement, et ainsi de proche en proche. La troisième hypothèse est que la distribution exponentielle initiale (au repos) devient une fonction de Dirac quand la force appliquée est devenue grande et que la ligne de dislocation est complètement dégagée des impuretés :

$$N(l) dl = \frac{\Lambda \delta(l - L_N) dl}{L_N}$$

où $\delta(\tau)$ est la fonction de Dirac.

Pour des contraintes intermédiaires la distribution est constituée de deux parties obéissant chacune à l'une des relations ci-dessus.

Connaissant la contribution d'un segment de longueur l à la déformation due aux dislocations sous une tension σ on peut tracer la courbe contrainte déformation due aux dislocations et établir l'amortissement :

$$S = \frac{\Delta w}{2w} = \frac{\Delta_0 \Lambda L_N^2}{\pi} \left(\frac{L_N}{L_c} \right) \left[\frac{\Gamma}{\sigma} + \dots \right] \exp - \frac{\Gamma}{\sigma} \quad (14)$$

$$\Delta_0 = \frac{4(1-\nu)}{\pi^2}, \quad \text{avec } \nu : \text{coefficient de Poisson}$$

Λ : densité des dislocations

Γ : tension nécessaire à l'arrachement de toutes les dislocations en supposant que celles-ci ont partout même longueur et :

$$\Gamma = \frac{\pi f_m b}{4 b^2 L_c} \quad (15)$$

b étant le vecteur de Burgers, $f_m b$ représente l'énergie de liaison impuretés dislocations.

V - 5-4 Discussion.

La représentation adoptée figure 33 montre que nos points expérimentaux obéissent bien à une loi de la forme :

$$\delta = \frac{C_1}{\sigma} \exp - \frac{C_2}{\sigma}$$

avec

$$C_1 = \frac{\Delta_0 \Lambda L_N^2}{\pi} \cdot \frac{L_N}{L_c} \cdot \frac{\pi f_m b}{4 b^2 L_c}$$

$$C_2 = \frac{\pi f_m b}{4 b^2 L_c}$$

et $\sigma = \mu \alpha R$ où R est le rayon du poil.

Dans la figure 33 représentant $\text{Log } \delta \sigma$ en fonction de $1/\sigma$ la pente des droites obtenues est proportionnelle à C_2 donc à $\frac{1}{L_c}$ qui désigne la concentration des impuretés le long de la ligne de dislocations ($C \sim \frac{a}{L_c}$)

L'intersection avec l'axe des ordonnées donne la valeur de C_1 .

La tension appliquée σ a été prise égale à $\mu \alpha R$, R étant le rayon du poil car nous pensons qu'en première approximation l'amortissement est principalement dû à la périphérie du poil :

$$\delta \sim \frac{\Delta W}{W}$$

$$W = \frac{\sigma^2}{\mu} dV$$

$$\Delta W = \delta W = \frac{C_1}{\sigma} \exp\left(-\frac{C_2}{\sigma}\right) \frac{\sigma^2}{\mu} 2\pi r dr$$

$$\delta_{\text{moyen}} \sim \frac{\Delta W}{W} = \frac{\int_0^R \frac{C_1}{\mu^2 \alpha r} \exp - \frac{C_2}{\mu \alpha r} (\mu \alpha r)^2 2\pi r dr}{\int_0^R (\mu \alpha r)^2 2\pi r dr}$$

Le décrement variant rapidement avec r on peut considérer seulement celui au voisinage de la périphérie du poil.

Les valeurs des constantes C_1 et C_2 ont été mesurées pour plusieurs poils. Quelques unes de ces valeurs sont consignées dans le tableau ci-dessous.

TABLEAU II

diamètre microns	$C_1 = \frac{\Delta_0 \Lambda L_N^2}{\pi} \left(\frac{L_N}{L_c} \right) \frac{\pi f_m b}{4 b^2 L_c}$	$C_2 = \frac{\pi f_m b}{4 b^2 L_c}$	$\frac{C_1}{C_2} = \frac{\Delta_0 \Lambda L_N^2}{\pi} \frac{L_N}{L_c}$
40	$5 \cdot 10^6$	$4 \cdot 10^7$	0,12
42	$3 \cdot 10^6$	$4 \cdot 10^7$	0,075
40	$5 \cdot 10^6$	$4,4 \cdot 10^7$	0,11
50	$7 \cdot 10^6$	$4,5 \cdot 10^7$	0,15
40	$3 \cdot 10^6$	$2,3 \cdot 10^7$	0,13
30	$3 \cdot 10^5$	10^7	0,03

Le rapport $\frac{C_1}{C_2}$ est de l'ordre de 0,1 et semble assez indépendant de l'échantillon pour des diamètres identiques.

La connaissance de C_2 va nous permettre de déterminer L_c puis le rapport $\frac{L_N}{L_c}$

La densité des dislocations estimée dans la première partie de ce travail est de l'ordre de: $\Lambda \# 10^7$ dislocations/cm².

Les énergies de liaison impuretés-dislocations s'expliquent par des interactions élastiques et sont de l'ordre de quelques dixièmes d'électrons volts⁽¹⁴⁾. Nous avons pris pour fmb une valeur de cet ordre :

$$f m b \# 0,3 e V$$

Le terme C_2 nous conduit à la valeur de L_c :

$$C_2 = \frac{\pi f_m b}{4 b^3 L_c} \longrightarrow L_c \# 10^{-5}$$

Le rapport $\frac{C_1}{C_2}$ également mesuré nous conduit à :

$$L_N \# 10^{-4} \text{ soit } 1 \text{ micron}$$

valeur en accord avec celles citées par divers auteurs⁽⁴⁰⁾⁽⁴²⁾, soit encore :

$$\frac{L_N}{L_c} = 10$$

Cette valeur de L_N n'apparaît pas déraisonnable si l'on considère que les dislocations introduites pendant la déformation plastique forment un réseau de Franck dont la maille a pour dimension 1 micron. Les travaux de Brenner par exemple⁽¹⁾ montrent que des poils d'un diamètre de l'ordre de micron ont un comportement se rapprochant du cristal idéal sans dislocations ; il est permis de penser que les dimensions étant devenues de l'ordre de la taille du réseau de Franck ces cristaux ne contiennent plus de dislocations.

Les valeurs numériques calculées dans ce paragraphe sont certainement des ordres de grandeur et non des valeurs exactes. En effet, on admet que pour un réseau de Franck on doit avoir $\Lambda L_N^2 = 1$. Avec les valeurs trouvées plus haut on a $\Lambda L_N^2 \sim 0,1$; compte tenu

Dépendance de l'amortissement avec le temps
(effet Koster)

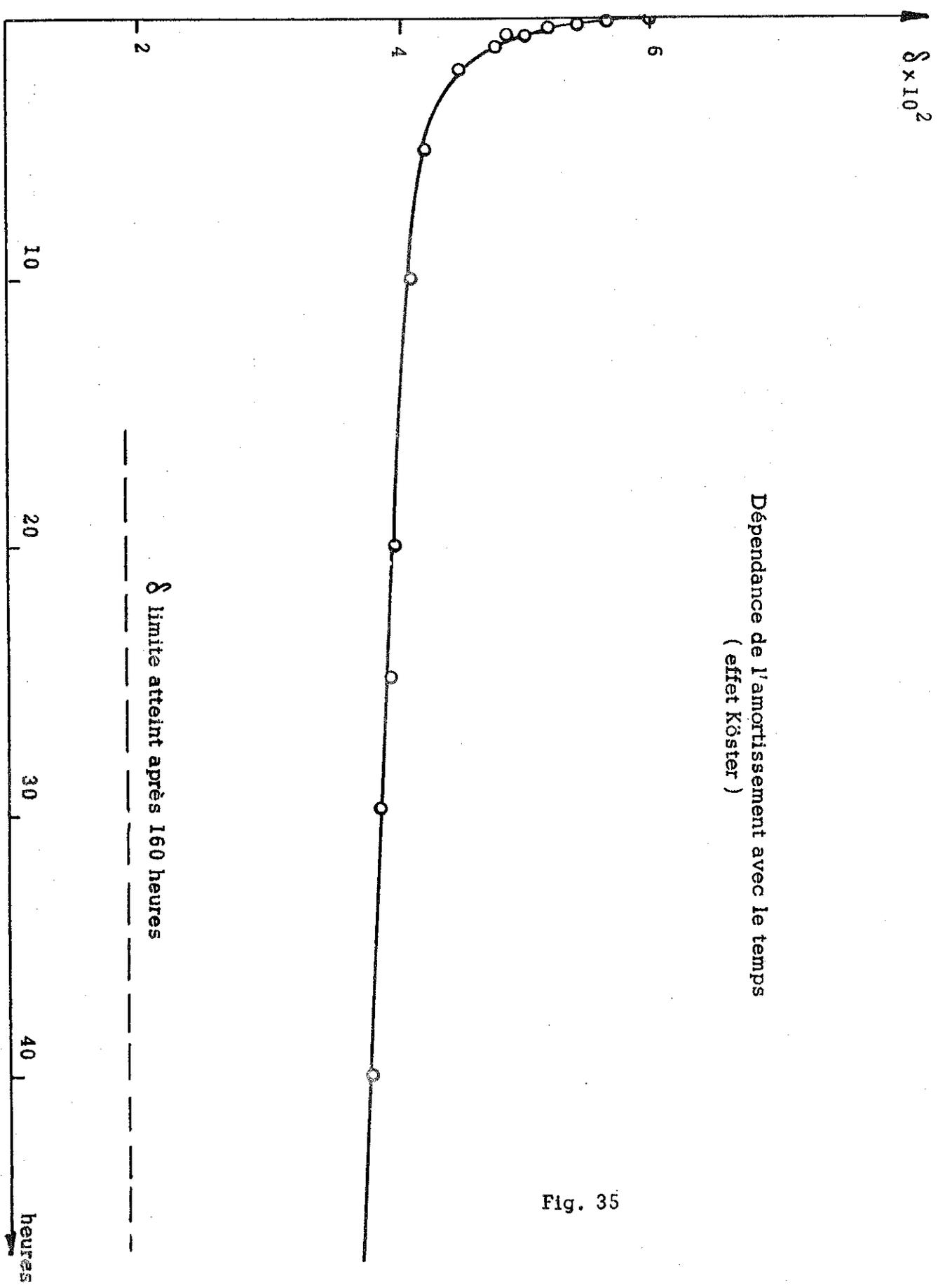


Fig. 35

des hypothèses aussi bien physiques que géométriques de la théorie de Granato et Lücke ce résultat peut être considéré comme satisfaisant.

V - 5-5 Variation de δ avec le temps. (effet Köster)

Des mesures d'amortissement faites quelques heures après le montage de l'échantillon puis successivement un jour, deux jours après, montrent que l'amortissement varie toujours avec l'amplitude en assez bon accord avec la relation de Granato et Lücke, mais, que pour une amplitude déterminée, il décroît pendant plusieurs jours pour atteindre une valeur limite.

Lorsque cet amortissement limite est atteint, si l'on soumet l'échantillon à une torsion de l'ordre de sa limite élastique ou supérieure à cette limite, l'amortissement croît brutalement puis décroît en fonction du temps suivant une loi représentée par la figure 35 (effet Köster). Le temps de relaxation de ce phénomène est de quelques jours, et l'on peut atteindre à nouveau l'amortissement initial (avant la pré-déformation) ou un amortissement un peu supérieur suivant que la pré-déformation ait augmenté sensiblement ou non le nombre des dislocations.

La figure 33 représente en ordonnée la quantité $\text{Log } \delta$ et en abscisses $1/\sigma$ pour différents temps, immédiatement après la déformation initiale (t_0), puis quelques heures après (t_1). Les quantités C_1 et C_2 définies précédemment augmentent avec le temps ce qui semble indiquer que la concentration des impuretés sur les dislocations ayant diminué sous l'action de la déformation initiale, augmente à nouveau avec le temps.

Nous devons signaler cependant que le terme :

$$C_1 = \frac{\Delta_0 \Lambda L_N^2}{\pi} \frac{L_N}{L_c} \frac{\pi f_m b}{4 b^2 L_c}$$

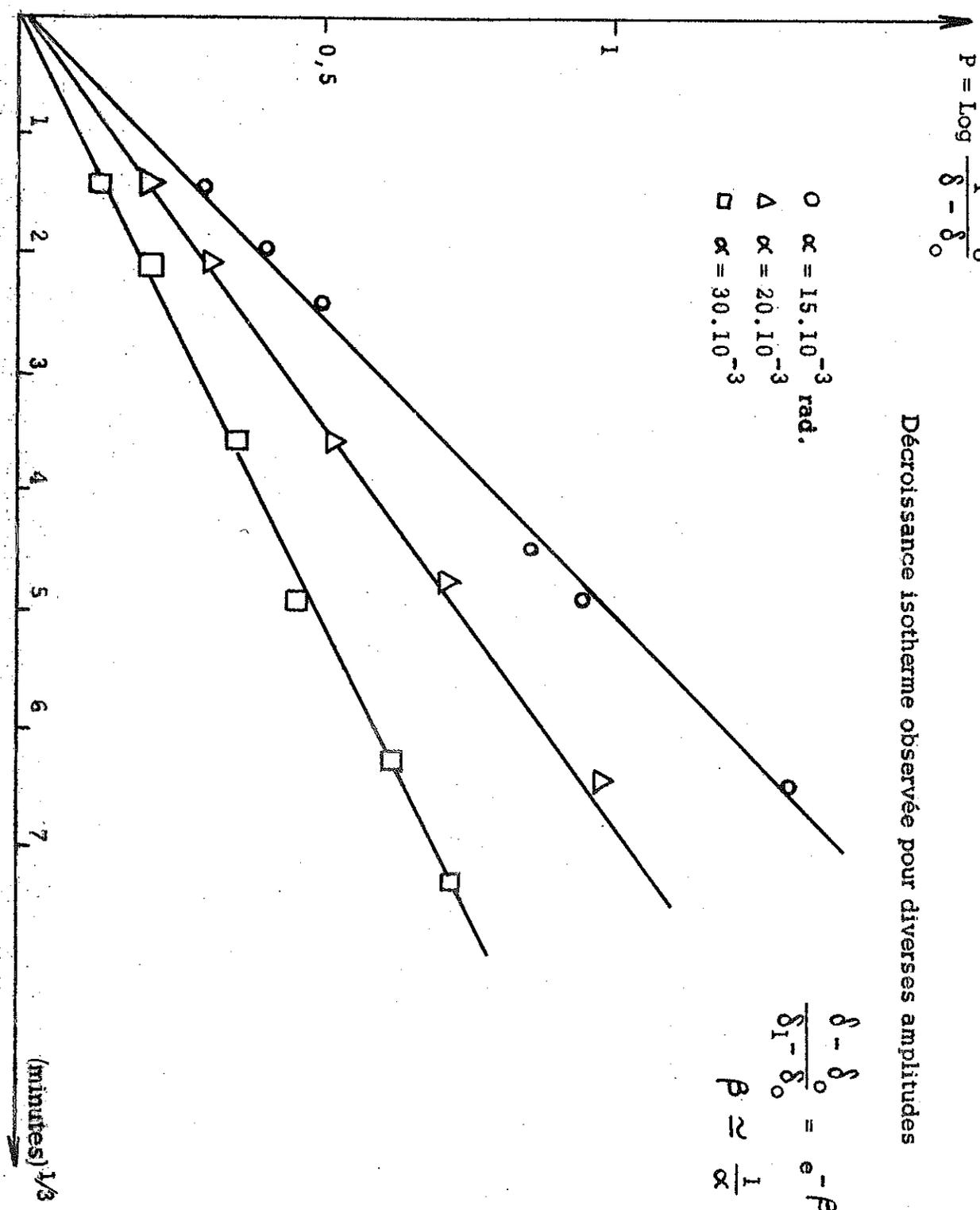


Fig. 36

devrait varier comme $\sqrt{L_c}$ c'est à dire comme le carré de la concentration, elle même déterminée par le terme C_2 , et qu'en fait, il varie très peu avec le temps. Nous pensons qu'avec le temps s'opère également une diffusion des dislocations qui s'évaporent en surface diminuant ainsi la valeur de Λ .

En tout état de cause nos expériences ont montré que la variation du terme C_1 était négligeable devant celle du terme C_2 . Dans un travail sur du cuivre, Beshers⁽⁴⁸⁾ n'a pu préciser le terme C_1 et à plus forte raison sa variation, la représentation semi logarithmique de Granato et Lücke étant composée de points par trop dispersés. Chambers et Smoluchowsky travaillant avec des monocristaux d'Aluminium et de Magnésium⁽⁴⁹⁾ ont mesuré une variation du terme C_2 et ont vérifié que le rapport C_1/C_2^2 restait approximativement constant avec le temps. Ces auteurs ont cependant développé le calcul suivant afin de trouver la loi de variation de l'amortissement avec le temps :

$$\delta\sigma = C_1 \exp. - \frac{C_2}{\sigma}$$

$$\Delta\delta(t) = C_1 \exp. - \frac{Kc(t)}{\sigma}$$

(C_1 variant peu devant $\exp. - \frac{Kc(t)}{\sigma}$) où $c(t)$ est la concentration d'impuretés au temps t et K une constante.

Si $C(0)$ est la concentration aussitôt après la déformation initiale alors :

$$C(t) = C(0) + C'(t) \text{ ou } C'(t) \text{ est une fonction telle que}$$

$$C'(0) = 0$$

$$C'(\infty) = \text{cte}$$

alors nous pouvons écrire :

$$\delta - \delta_0 \equiv \Delta\delta(t) = C_1 \exp. - \frac{Kc(t)}{\sigma} = C_1 \exp. - \frac{KC(0)}{\sigma} \exp. - \frac{KC'(t)}{\sigma}$$

ou

$$\frac{\Delta\delta(t)}{\Delta\delta(0)} = \exp. - \frac{KC'(t)}{\sigma}$$

c'est à dire :

$$\frac{\delta - \delta_0}{\delta_1 - \delta_0} = \exp. - \frac{K C'(t)}{\sigma}$$

δ_0 étant l'amortissement avant la contrainte
 δ_1 étant l'amortissement maximum atteint après la contrainte
 δ étant l'amortissement au temps t .

D'autre part si la relation de Cottrell et Bilby⁽³⁰⁾ pour le vieillissement est utilisée alors : $C'(t) \simeq (D/kT)^{2/3} t^{2/3}$; cette relation est valable dans le cas où la diffusion des impuretés vers les dislocations s'opère à partir d'une atmosphère cylindrique d'impuretés. Si les impuretés constituent une atmosphère plane au voisinage de la dislocation alors⁽⁵⁰⁾:

$$C'(t) \simeq (D/kT)^{1/3} t^{1/3}$$

Chambers et Smoluchowski⁽⁴⁹⁾ ont mesuré des variations en $t^{1/3}$ puis en $t^{2/3}$, Beshers⁽⁴⁸⁾ une variation en $t^{2/3}$.

Dans notre cas le terme C_1 variant très peu avec le temps le calcul précédent est applicable. Les courbes de la figure 36 montrent la variation de $\text{Log} \frac{\delta_1 - \delta_0}{\delta - \delta_0}$ en fonction de $t^{1/3}$ pour trois amplitudes différentes de l'oscillation.

La loi de variation de la concentration :

$$C'(t) \simeq (D/kT)^{1/3} t^{1/3}$$

semble bien vérifiée. Nous devons cependant noter qu'après plusieurs déformations répétées lorsque la déformation plastique est devenue importante, nous avons parfois mesuré des variations de la concentration en $t^{2/3}$

Dans le cas d'une telle diffusion des impuretés revenant vers la ligne de dislocations la diffusivité obéit à la loi classique :

$$D = D_0 \exp. -\frac{Q}{RT}$$

Afin de pouvoir mesurer Q chaleur d'activation de la diffusion nous avons effectué des mesures à différentes températures.

V - 5-6 Influence de la température sur δ .

Pour des raisons technologiques il était difficile de faire des mesures à des températures au-dessus de l'ambiante.

Nous avons cependant opéré jusqu'à 120°C. L'échantillon était serti et soudé à un support constitué par un capillaire métallique. L'élévation de température, mesurée par un couple cu-constantan situé au proche voisinage de l'échantillon, se faisait par une résistance électrique. Ces mesures effectuées sur un monocristal au "repos" depuis une dizaine de jours, donc ayant atteint un amortissement limite, montrent qu'il n'existe aucune anomalie entre l'ambiante et 120°C (fig. 38) ; des mesures effectuées en abaissant la température redonnent les mêmes valeurs expérimentales.

Des mesures de l'amortissement ont été effectuées à basse température (80°K et 20°K). L'amortissement plus faible à ces températures (fig. 38) varie toujours avec l'amplitude, mais, si on fait subir une déformation à l'échantillon son amortissement croît puis ensuite reste constant avec le temps. Des mesures faites à 24 heures d'intervalle redonnent la même valeur de l'amortissement. Pour étudier la variation thermique de l'effet Köster et calculer Q nous nous sommes, pour ces raisons, cantonnés à des températures voisines de l'ambiante. La figure 37 montre la variation du terme $\text{Log} \frac{\delta_1 - \delta_0}{\delta - \delta_0}$ en fonction de $t^{1/3}$ (pour une amplitude identique chaque fois) à trois températures différentes (20°C, 0°C, -12°C) La valeur de Q , chaleur d'acti-

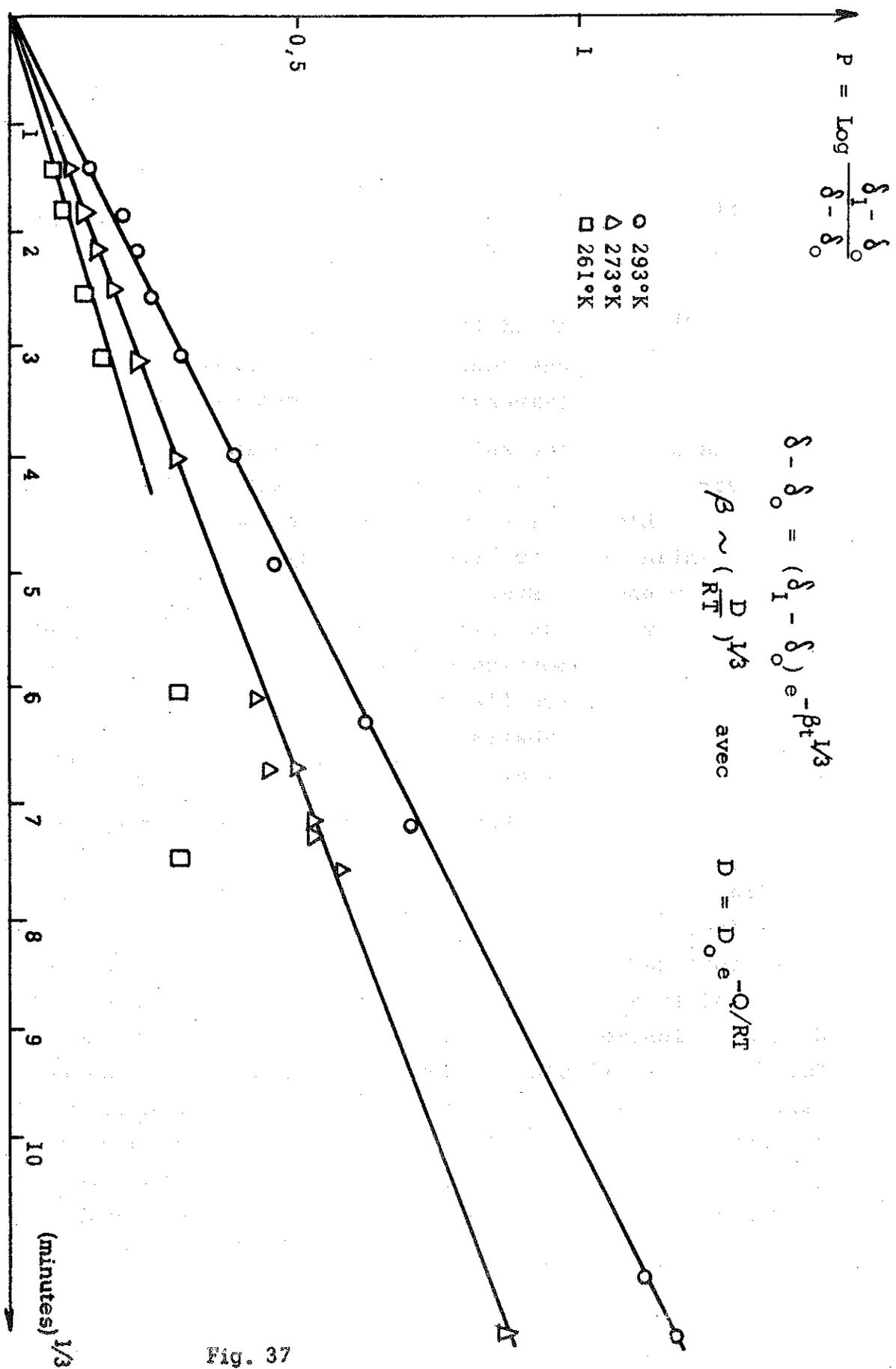


Fig. 37

vation de la diffusion, déduite de ces mesures a été trouvée égale à 7 K cal/mole soit de l'ordre de 0,3 e V par atome.

V - 5-7 Hypothèses sur la nature des impuretés ou défauts.

De l'ensemble de ces mesures, du modèle de Granato et Lücke, il est permis de penser que les impuretés ou les défauts, placés sur la ligne de dislocation, en sont séparés lorsque la dislocation se déplace sous l'action d'une contrainte extérieure. La concentration des impuretés sur la ligne de dislocations est alors devenue la concentration moyenne existant dans le cristal, mais, avec le temps, les impuretés ou défauts attirés par la dislocation vont diffuser vers elle et tendre à recréer la concentration initiale (avant l'écroutissage). Avec le temps donc, la concentration sur la ligne de dislocation augmente ce qui a pour effet, nous l'avons vu, de diminuer l'amortissement.

Le fait d'une décroissance de l'amortissement obéissant à une loi en $t^{1/3}$ indique que les impuretés forment une atmosphère plane au voisinage de la dislocation, le fait que l'exposant $2/3$ a été parfois observé pour des déformations plus importantes ou après plusieurs déformations répétées indique que cette atmosphère se modifie pour former une atmosphère cylindrique tout autour de la dislocation.

La faible chaleur d'activation mesurée fait supposer que les impuretés ou défauts sont des gaz occlus (N_2 , H_2), des bilacunes ou des interstitiels. Les lacunes ayant une énergie d'activation plus importante, de l'ordre de 1,3 e V ⁽⁵¹⁾ ne doivent pas intervenir. L'absence d'un pic de l'amortissement entre 15 et 110°C exclut la présence de carbone ou d'azote ^{(40) (41)}. L'hydrogène inévitablement introduit lors de l'élaboration des poils

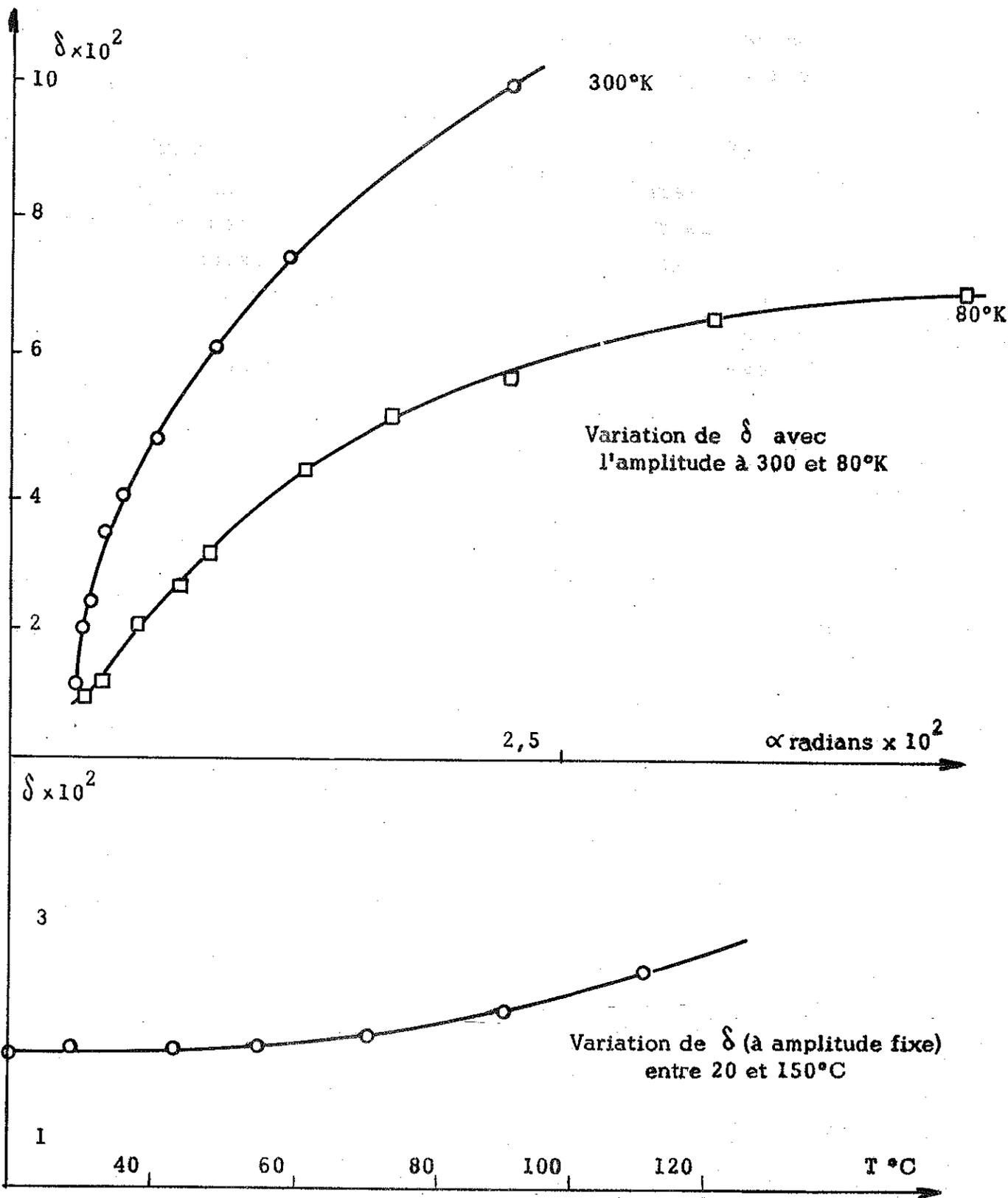


Fig. 38

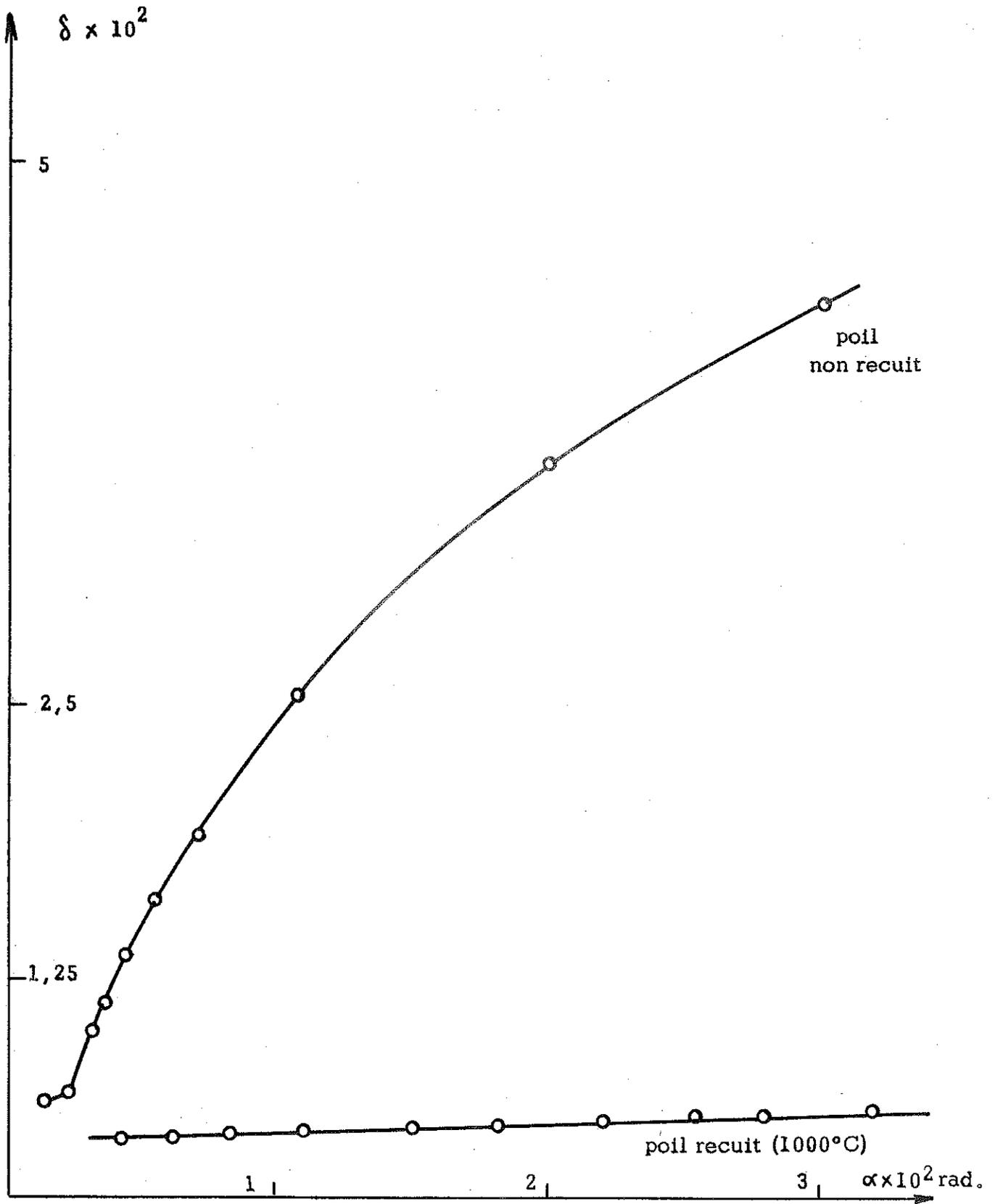


Fig. 39



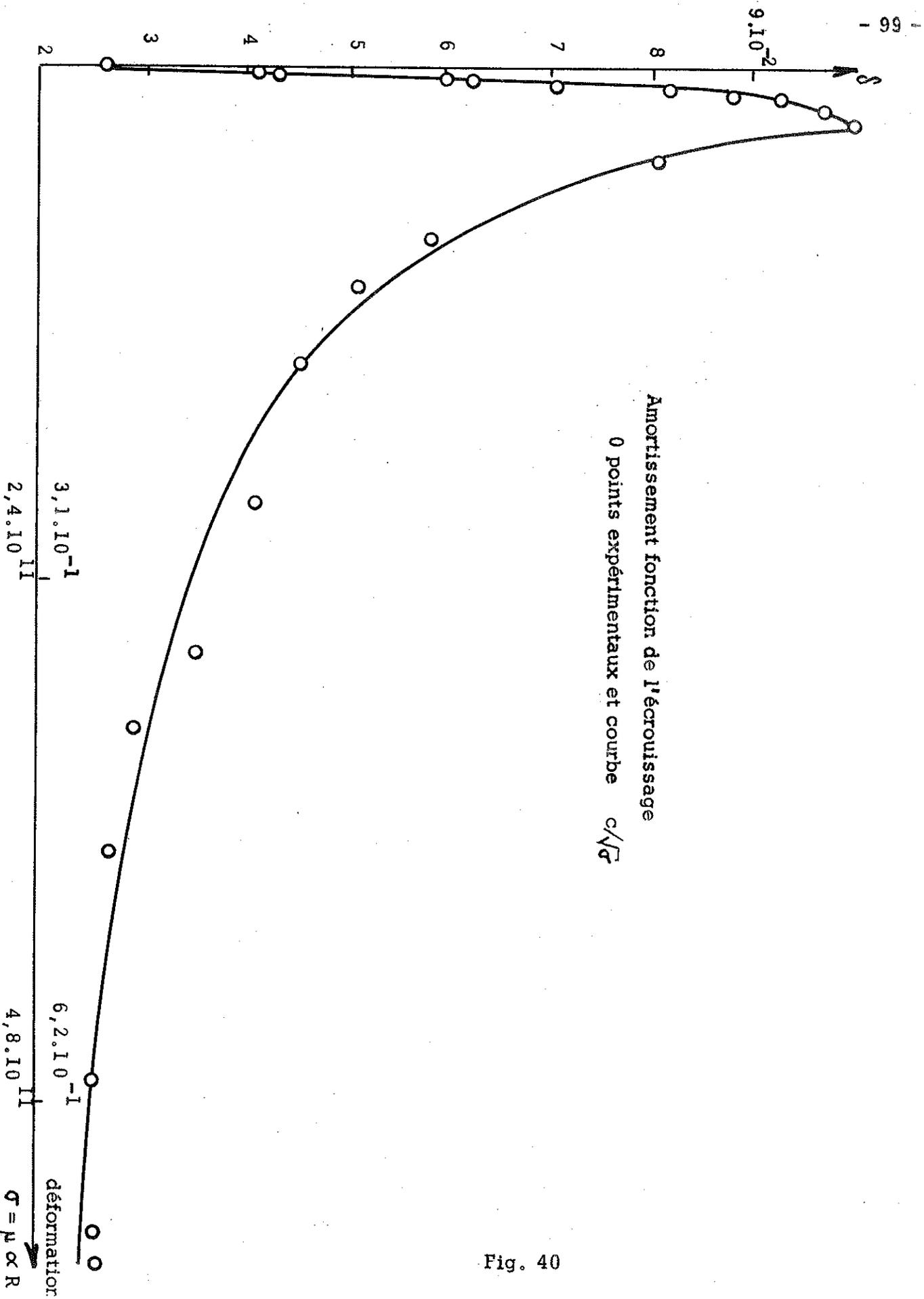


Fig. 40

croissait pas à partir d'une certaine contrainte, les dislocations introduites formant un réseau de maille L_n de plus en plus petite, et si enfin, lorsque L_n étant devenu suffisamment petit, le processus d'arrachement des impuretés n'agissait plus, donnant lieu à un amortissement indépendant de l'amplitude comme dans le fer sous forme de fil ordinaire.

La figure 40 nous montre la croissance de δ jusqu'à un maximum, puis sa décroissance et enfin sa valeur constante avec l'écroutissage après une déformation de l'ordre de 6.10^{-1} . La rupture survenue après une déformation de 9.10^{-1} indique la plasticité de l'échantillon.

Dans la région gauche de la figure où δ est une fonction croissante de la déformation subie, δ varie avec l'amplitude suivant les lois déjà vérifiées, puis, après le maximum, il en dépend de moins en moins, pour finalement ne plus en dépendre du tout. De tels résultats ont été obtenus sur le cuivre par Weertman et Köhler⁽⁵⁵⁾ et Caswell⁽⁵⁶⁾.

Granato et Lücke pensent que le fait d'un maximum de δ en fonction de l'écroutissage est en bon accord avec leur théorie. En effet, le décrement logarithmique doit varier comme ΛL_n^3 (voir formule n°14) La croissance initiale de δ est associée à l'augmentation de la densité des dislocations, puis ensuite elle est compensée quand la densité des dislocations est devenue si grande que la longueur L_n est réduite progressivement par écroutissage. Finalement quand la densité des dislocations devient si grande que L_n moyen devient plus petit que L_c moyen, le processus d'arrachement n'est plus possible et l'amortissement devient indépendant de l'amplitude, mais garde une valeur mesurable par un mécanisme non expliqué à l'heure actuelle.

Si nous considérons la partie gauche de la courbe δ devrait croître comme Λ c'est à dire comme σ , nous pouvons effectivement penser que cette partie est une droite.

Par la suite, le nombre de dislocations est grand, nous pouvons supposer qu'alors ces dernières se polygonisent et forment un réseau de Franck tel que $\Lambda L_N^2 = \text{cte}$. L_c restant constant (il a la valeur moyenne existant dans le cristal) l'amortissement peut s'écrire :

$$\delta = \frac{\Delta_0 \Lambda L_N^2}{\pi} \left(\frac{L_N}{L_c} \right) \frac{\Gamma}{\sigma_0} \exp - \frac{\Gamma}{\sigma_0} = \text{cte} \cdot \frac{L_N}{\sigma_0} \exp - \frac{\Gamma}{\sigma_0}$$

et pour une amplitude déterminée : ($\sigma_0 = \text{cte}$)

$$\delta \approx L_N$$

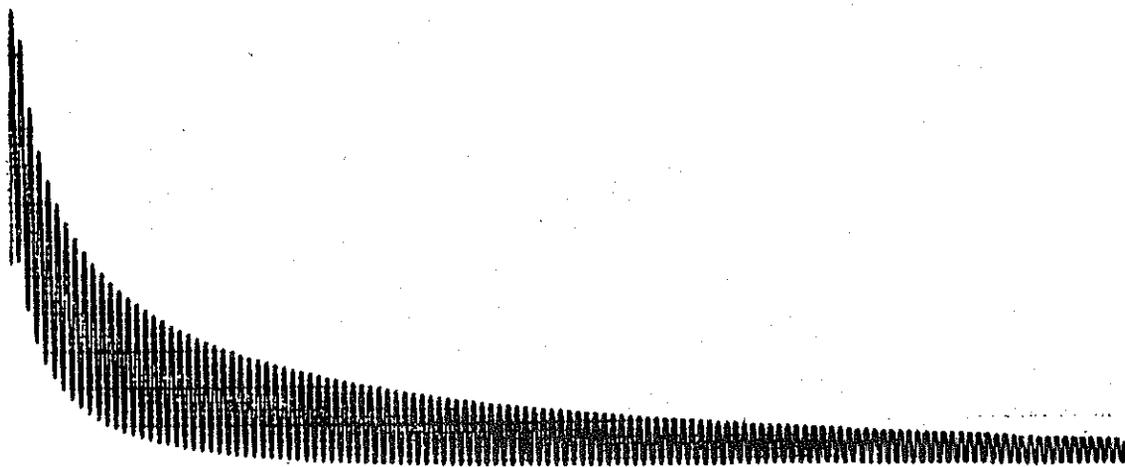
$$\text{mais } \Lambda L_N^2 = \text{cte} , \text{ d'où } L_N = \frac{\text{cte}}{\sqrt{\Lambda}}$$

$$\text{donc } \delta \approx \frac{\text{cte}}{\sqrt{\Lambda}} \approx \frac{\text{cte}}{\sqrt{\sigma}}$$

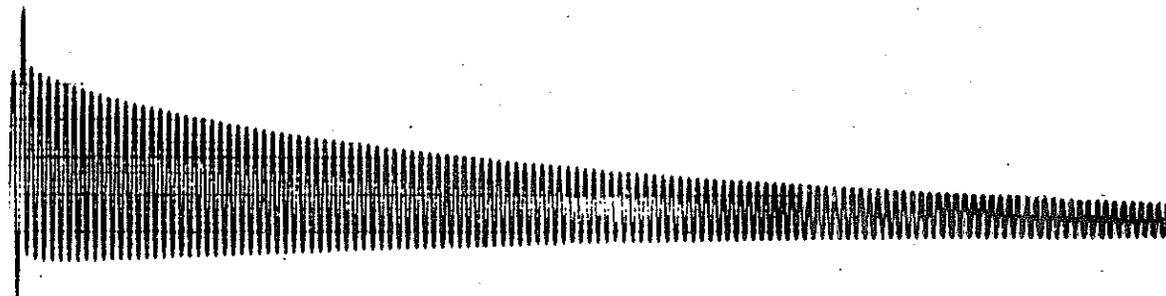
puisque le nombre des dislocations est proportionnel à σ , σ étant ici la contrainte initiale ($\sigma = \mu \alpha R$) où α est l'angle de déformation initiale. Le frottement interne devrait donc varier comme $1/\sqrt{\sigma}$. La figure 40 montre l'accord existant entre la courbe expérimentale et la courbe théorique en $1/\sqrt{\sigma}$.

V - 5-10 Mesures de l'amortissement en un point du cycle. Couple Torsion et pendant la relaxation du couple appliqué.

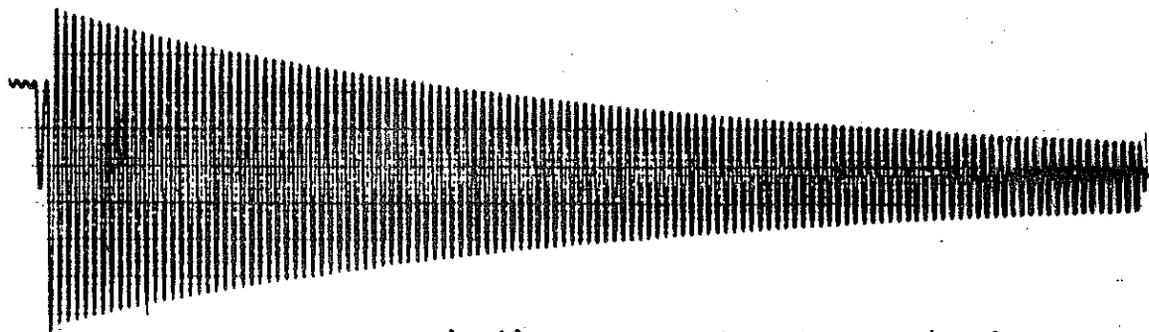
Dans la première partie de ce travail nous avons mis en évidence la relaxation du couple appliqué à nos échantillons, relaxation résultant d'un saut irréversible des dislocations. Dans



oscillations pendant la relaxation du couple



oscillations en un point du palier
de saturation



oscillations dans la zone élastique

Fig. 41

une deuxième partie nous avons étudié le frottement interne résultant lui aussi d'un mouvement réversible des dislocations. Il nous a paru intéressant d'étudier les deux phénomènes simultanément pour voir leur influence mutuelle, en particulier pour savoir si de petites oscillations autour de l'équilibre favoriseraient l'évaporation des dislocations et modifieraient profondément le phénomène de la relaxation.

Pour ces raisons nous avons mesuré l'amortissement en différents points d'un cycle couple-torsion. Comme pour le tracé des cycles nous avons un fil de tungstène couplé à l'échantillon, un miroir, mais aussi deux masselottes permettant les oscillations de l'ensemble.

La figure 41 montre de telles oscillations, d'une part lors de la relaxation du couple, puis sur le palier de saturation et enfin dans une région purement élastique.

Nous avons pu vérifier que le module de rigidité ne varie pas au delà de la précision de nos mesures durant la relaxation :

$$\frac{\Delta M}{M} \leq \frac{2 \Delta f}{f} \quad \text{et} : \quad \frac{\Delta f}{f} \approx 0,2$$

Nous remarquons la dissymétrie des oscillations dans la zone plastique.

Nous avons reporté figure 42 une représentation semi-logarithmique de Granato et Lücke pour ces oscillations en cours de relaxation. La représentation est correcte sauf pour de petites amplitudes. Cet écart à la loi, dû à un amortissement résiduel est observé sur des échantillons de haute pureté et n'est pas expliqué. Les auteurs du modèle pensent que ces écarts n'infirmement pas leur relation théorique. L'erreur commise sur la mesure des faibles amortissements influe également sur la valeur de cet écart.

Représentation de Granato et Lücke
pour l'amortissement en cours de
Relaxation du couple appliqué

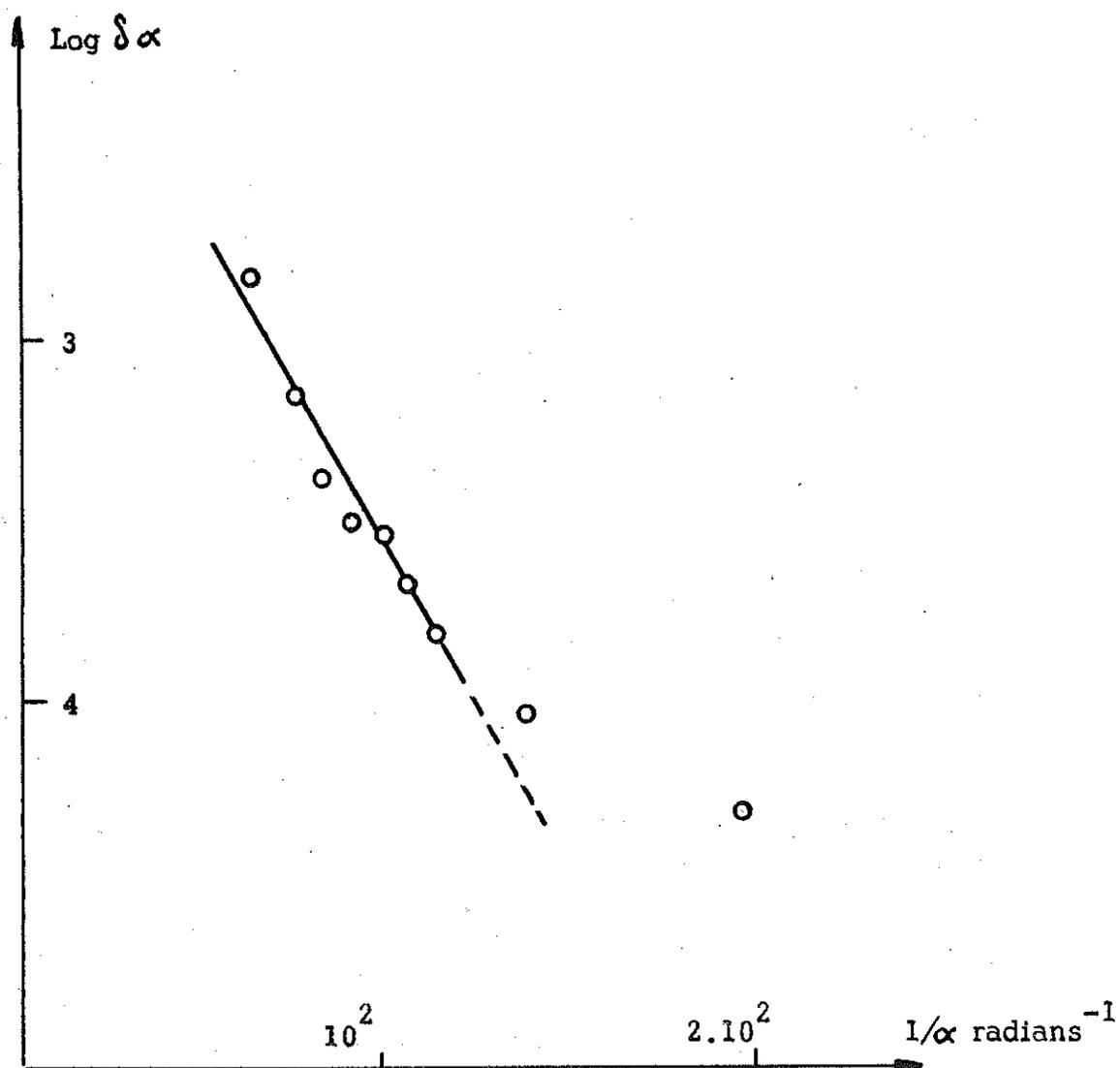


Fig. 42

La courbe moyenne décrite en cours d'oscillations varie comme $t^{1/2}$ de la même manière que pour la relaxation ordinaire telle que nous l'avons déjà étudiée.

Par ces expériences, nous vérifions que le frottement interne et la relaxation du couple (liée au fluage) sont deux phénomènes indépendants qui peuvent se superposer sans interagir. Les dislocations qui ont sauté en cours de relaxation ne modifient pas la variation du frottement interne. Nous pouvons supposer alors qu'il s'agit du mouvement de deux sortes de dislocations. Cette idée avait déjà été avancée par Boulanger⁽⁵⁷⁾ et Nowick⁽⁴⁰⁾ pour interpréter la restauration de l'amortissement (effet Köster) qui ne s'accompagne pas de la modification des autres propriétés mécaniques telle que le module élastique ou la dureté.

CHAPITRE VI

EFFETS D'UNE IRRADIATION PAR NEUTRONS RAPIDES SUR LES PROPRIETES MECANIKES DES POILS DE FER

I - INTRODUCTION.

Depuis que E.P. Wigner⁽⁵⁸⁾ remarqua la possibilité de créer des défauts dans les solides, par irradiation, de très nombreux travaux ont été faits dans ce domaine. Les défauts ainsi créés sont de plusieurs sortes. Nous noterons seulement ceux qui résultent d'une irradiation par neutrons rapides :

a) des lacunes, qui sont des sites du réseau demeurant vides, peuvent être créés par collision de particules énergétiques avec des atomes du réseau. L'énergie transférée dans ces collisions est généralement suffisante pour que l'atome chassé crée d'autres lacunes par d'autres collisions. Chaque collision primaire donne lieu à une cascade de collisions secondaires donnant naissance à d'autres lacunes.

b) des interstitiels : des atomes sont déplacés de leur position d'équilibre et sont stoppés dans une situation interstitielle. Ils peuvent se recombinaer avec une lacune proche.

c) des atomes d'impuretés : ils sont formés par transmutation après bombardement neutronique, il y a donc introduction de produits de fission.

d) des petits morceaux du matériau ayant recristallisé après échauffement local (thermal spikes). Une particule de grande énergie se mouvant à travers le réseau ou un atome excité par choc, vibrant avec une grande amplitude sans être déplacé, transfèrent rapidement leur énergie aux voisins. Une partie du matériau

sera fortement échauffée de ce fait ; cette région de haute température se déplace rapidement et est suivie d'une décroissance rapide de la température. Des zones du matériau pourront fondre, se recristalliser et les fortes contraintes en résultant peuvent donner lieu à la formation de dislocations par exemple.

VI - 2- DEFAUTS PRODUITS DANS LE FER.

Les isotopes du fer créés par irradiation, les produits qu'ils donnent par réaction nucléaire sont les suivants :

Fe 54	5,8 %	Cr	durée de vie 27 jours
Fe 56	91,7 %	Mn 56	durée de vie 2 heures
Fe 57	2,2 %		
Fe 58	0,3 %		

Le fer 56 donne du Mn 56 en assez grande quantité. Pour un flux de 10^{18} neutrons/cm² on obtient environ 50 p.p.m de Mn 56 qui redonne du Fe 56 par réaction inverse.

La proportion de chrome venant du Fer 54 lui-même en faible proportion est négligeable.

Les impuretés produites par irradiation paraissent être en proportion négligeable⁽⁵⁹⁾.

VI - 3- IRRADIATION DE NOS ECHANTILLONS.

Les poils de fer étudiés ont été soumis à une irradiation de 10^{18} neutrons/cm² à température de l'azote liquide dans la pile Melusine du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble. Ils ont été utilisés deux mois environ après leur irradiation.

VI - 4- CALCUL DU NOMBRE D'ATOMES DEPLACES DONC DE LACUNES CREEES.

La formule utilisée est⁽⁶⁰⁾ :

$$N_0 = \phi t n_0 \sigma_0 \gamma$$

N_0 = nb d'atomes déplacés par cm^3

ϕt étant le flux intégré de neutrons rapides

n_0 = le nombre d'atomes par cm^3 dans l'échantillon

σ_0 : section efficace en barns

γ : nombre moyen d'atomes déplacés par atome primaire expulsé.

La section efficace a été prise égale à 2,2 barns. Cette valeur convient si l'on suppose que la presque totalité des neutrons rapides incidents a une énergie inférieure à 7 Mev⁽⁶¹⁾. Pour le fer le nombre d'atomes déplacés par primaire est évalué à 390 d'après le modèle de Kinchin et Pease cités par Dienes et Vineyard⁽⁶⁰⁾

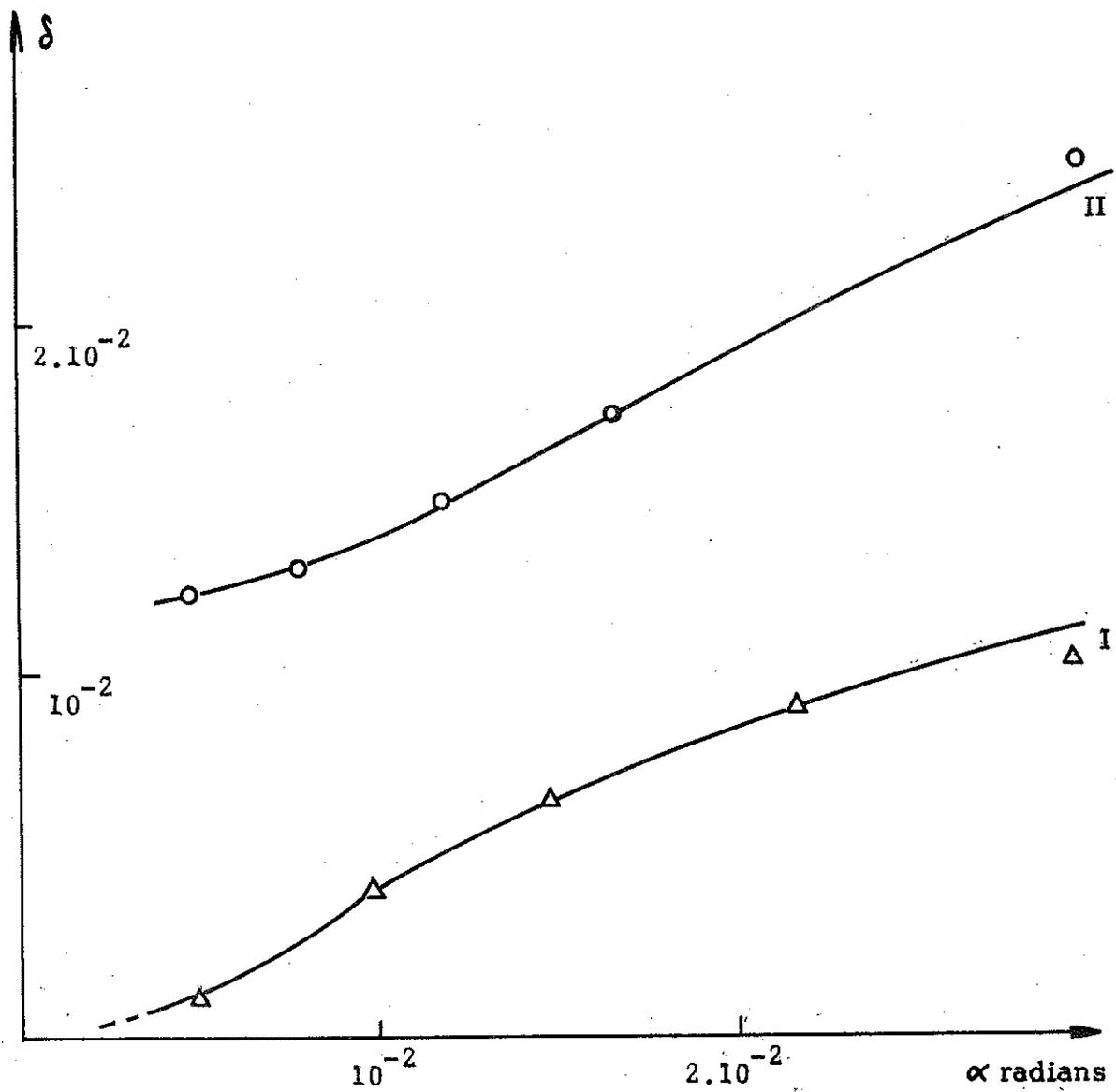
Avec ces hypothèses nous trouvons :

$$\frac{N_0}{n_0} = 860 \cdot 10^{-6} = 860 \text{ p.p.m.}$$

Compte tenu de la masse atomique de 56 et d'une densité de 7,8 nous pouvons évaluer N_D qui est de l'ordre de $7 \cdot 10^{19}$ lacunes et autant d'intersticiels. Lors d'un recuit à température ambiante des mesures de résistivité semblent indiquer qu'il reste 15 % des défauts ponctuels introduits⁽⁵⁹⁾. L'ordre de grandeur du nombre de défauts restant est alors $10^{19}/\text{cm}^3$, soit environ 130 p.p.m.

VI - 5-1 ETUDE DU FROTTEMENT INTERNE DES POILS IRRADIES.

Il était malheureusement impossible d'étudier le comportement mécanique d'un même poil avant et après irradiation



I - poil irradié avant déformation
II - poil irradié après déformation de $6 \cdot 10^{-4}$

Fig. 43

d'une part le transport du montage complet est impossible et d'autre part, si l'on veut désolidariser le poil du montage après une série de mesures, pour l'irradier et ensuite l'étudier à nouveau, on introduit un nombre non calculable de défauts lors de la manipulation ; ainsi, de toute façon, toute comparaison eut été illusoire, sans compter qu'il est connu que les effets d'une irradiation sont moins sensibles sur un échantillon écroui (62).

Pour un poil vierge non irradié, l'amortissement diminue après le montage pour tendre vers une valeur limite obtenue au bout de quelques jours, lorsque les impuretés détachées des dislocations lors de la manipulation ont à nouveau diffusé vers elles. Cette valeur limite mesurée pour une amplitude identique était sensiblement la même pour les poils d'un diamètre voisin. Pour un poil irradié l'amortissement reste constant dans le temps ; la valeur mesurée est la même quel que soit le moment où se fait la mesure (immédiatement ou une semaine après le montage). Pour une amplitude identique l'amortissement est plus faible après irradiation. La mesure de la période des oscillations montre une forte augmentation de μ en accord avec les valeurs déduites des cycles (Tableau III).

La variation de δ avec l'amplitude pour un poil irradié est représentée figure 43. Après une déformation initiale l'amortissement croît, peut atteindre des valeurs de l'ordre de 5.10^{-2} et dépend toujours de l'amplitude. Cet amortissement dépendant de l'amplitude obéit encore au modèle de Granato et Lücke. (figure 44.)

Le fait important est que l'augmentation d'amortissement consécutive à une déformation n'est pas suivie d'une décroissance dans le temps. Des mesures faites à une semaine d'intervalle redonnent des valeurs identiques de δ .

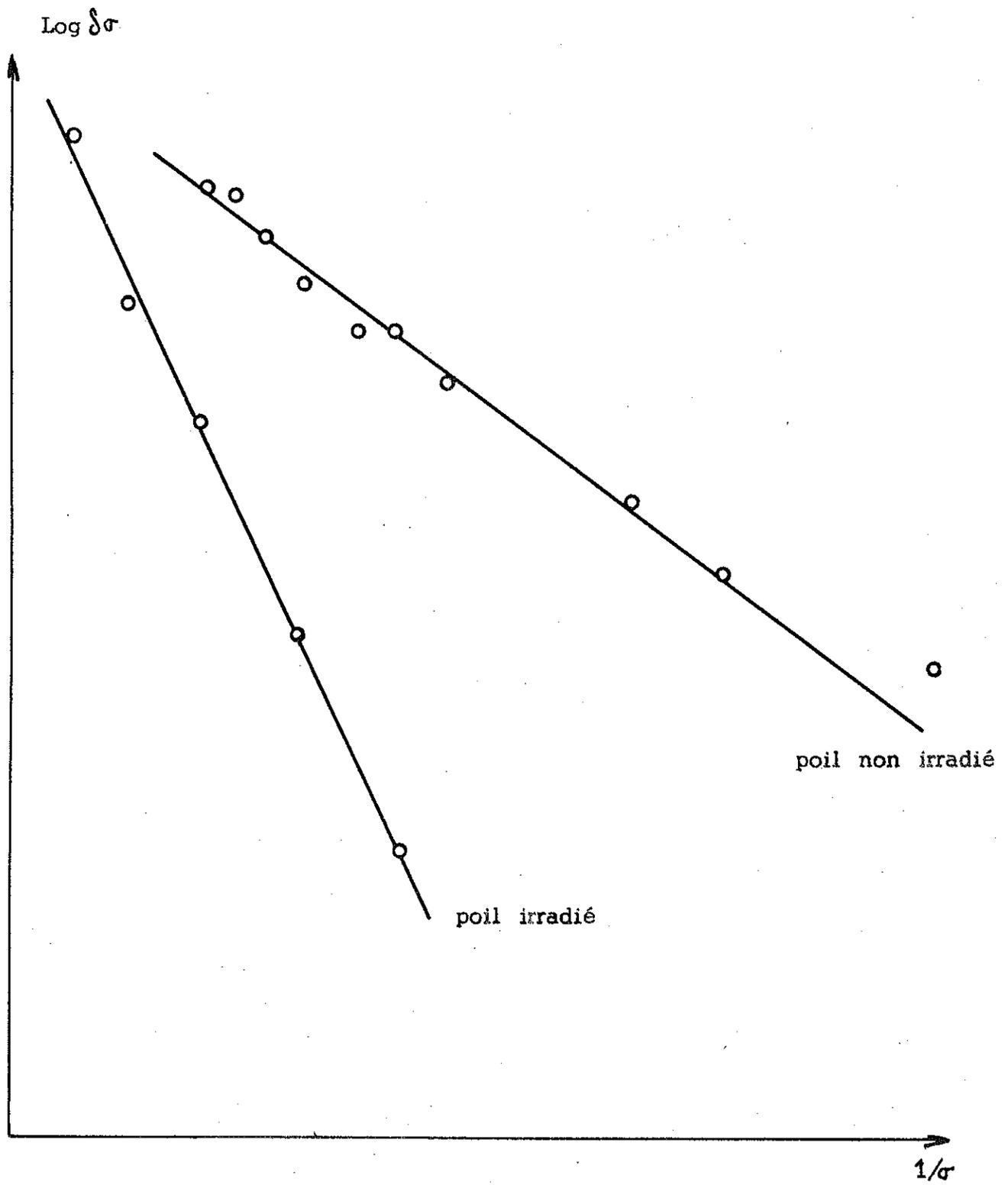


Fig. 44

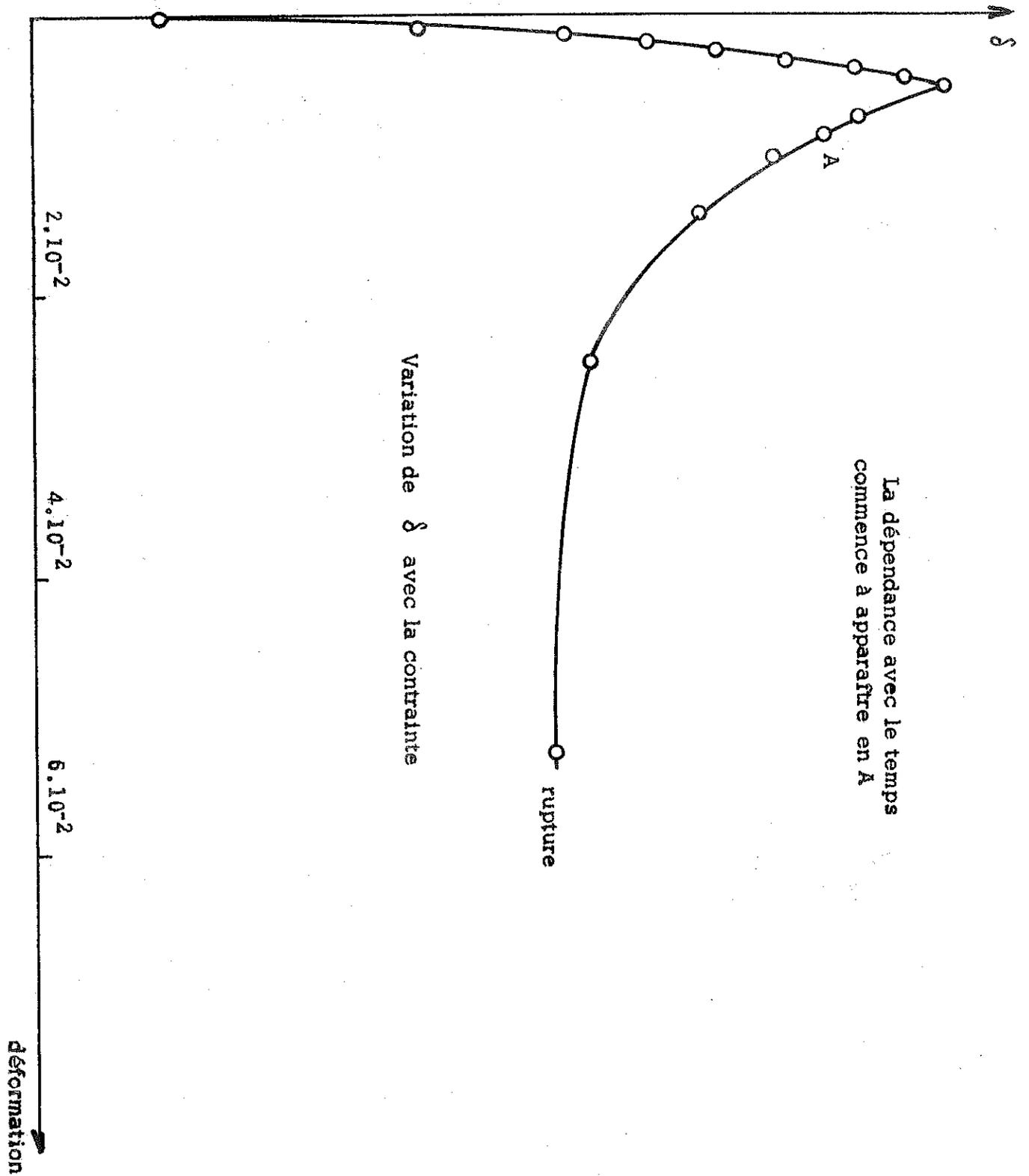


Fig. 45

Comme pour un poil non irradié on observe une variation croissante de l'amortissement avec l'écroutissage (toujours pour une amplitude déterminée) jusqu'à un maximum. Ce maximum peut se conserver d'une manière permanente puisque l'effet Köster n'existe plus, contrairement au cas de la figure 40 enregistrée pour un poil non irradié, où la mesure devait se faire immédiatement après la déformation. Passé ce maximum l'amortissement décroît avec l'écroutissage et l'on observe dans cette région une dépendance avec le temps, si on continue la déformation, la rupture survient plus rapidement que pour l'échantillon non irradié (figure 45.)

VI - 5-2 DISCUSSION.

Dans le chapitre V nous avons déduit des mesures d'amortissement la longueur caractéristique L_c conduisant à la densité des impuretés "actives" (celles qui sont susceptibles d'ancrer la dislocation).

Cette longueur, de l'ordre de 0,1 micron correspond à un défaut toutes les 350 distances atomiques.

En vue d'une nouvelle détermination de L_c nous avons adopté la représentation de Granato et Lücke pour un poil irradié et pour un autre non irradié, de dimensions semblables et sortant de la même nacelle de fabrication. Cette représentation est dessinée figure 44. La pente des deux droites doit être proportionnelle à la densité des impuretés actives. Sur la figure 44 les pentes varient comme 0,7 et 1,9 et donc la concentration sur la ligne paraît avoir été multipliée par 2,7 lors de l'irradiation. Nous avons estimé au début de ce chapitre le nombre de défauts ponctuels introduits par irradiation et restant à la température ambiante, soit 130 p.p.m, soit encore un défaut environ toutes les 20 distances atomiques dans le cas d'une ré-

partition homogène dans le cristal. Etant donné la grande différence entre la variation de la densité des défauts (dans le cas d'une répartition homogène) et la variation des pentes de la figure 44 il est impossible d'admettre que les défauts créés par irradiation sont répartis d'une manière homogène. On se doute par exemple que dans les "thermal spikes" il y a une région fortement perturbée de grande concentration de défauts qui peut agir comme "ancrage" et faire varier L_n .

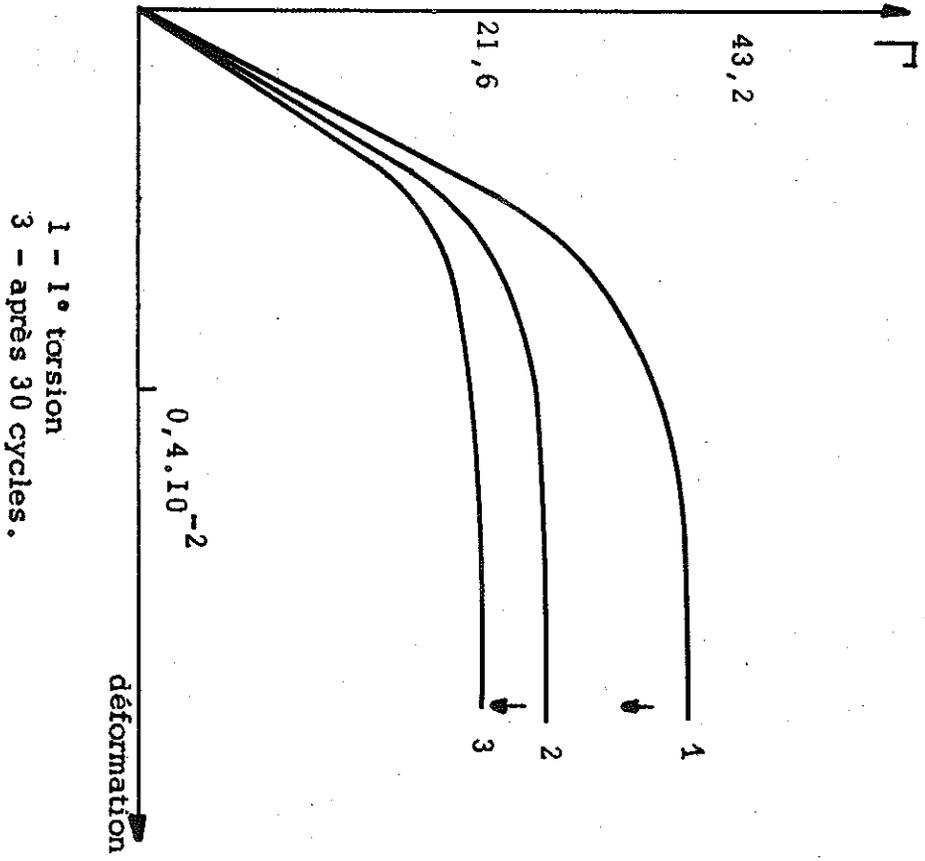
D'autre part, les lacunes peuvent se réunir pour former des trous (voids), des boucles, diminuant ainsi la concentration de défauts actifs. Il faudrait donc admettre que sur les défauts créés, seule une faible partie agit dans le processus d'amortissement les autres étant groupés en amas.

La disparition de l'effet Köster après irradiation semble à notre connaissance n'avoir pas été étudiée ou observée à ce jour; seules des variations d'amortissement en fonction du temps d'irradiation ont été faites. Dans le cas des poils non irradiés cet effet avait été attribué à la diffusion des impuretés vers la dislocation. Dans le cas présent il semble qu'il faille admettre que les impuretés sont incapables de ce mouvement de diffusion. Cela se pourrait par exemple s'il s'agissait de petits groupes de quelques lacunes ou interstitiels. Mais alors on comprend difficilement pourquoi (cf VI-6) par cycles successifs on observe une décroissance de ϕ_c . Peut être y a-t-il aussi une annihilation par combinaison lacune-interstitiel.

VI - 6 RESULTATS RELATIFS AUX CYCLES COUPLE-TORSION

a) Cycles décrits à température ambiante.

Les cycles statiques décrits par les échantillons irradiés ont quelques analogies avec ceux des poils non irradiés : une



1 - 1^o torsion
3 - après 30 cycles.

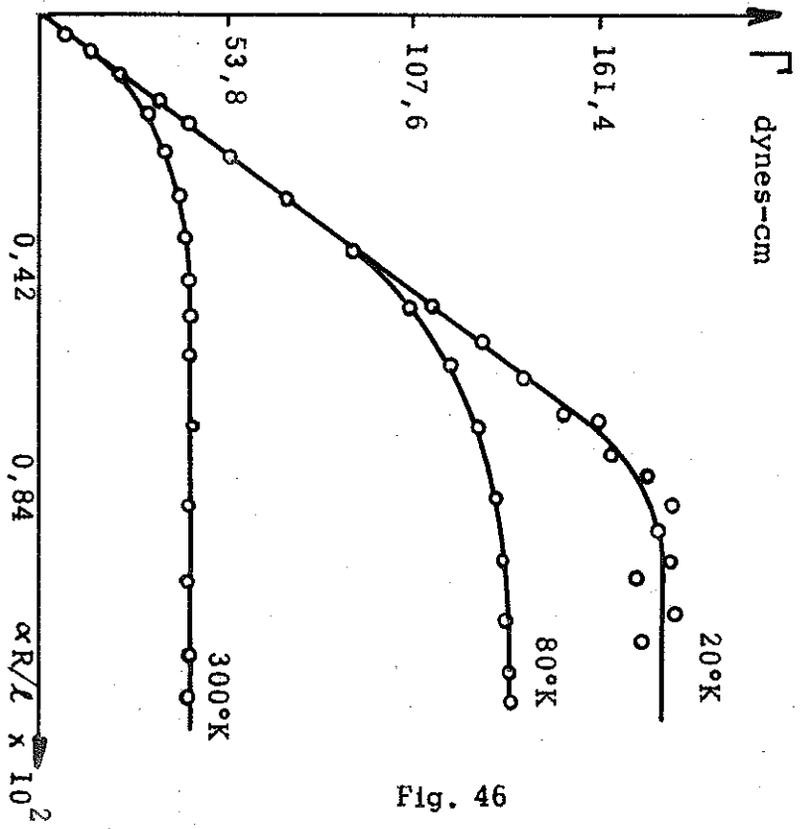


Fig. 46

partie élastique bien définie, une région pré-plastique puis une région de saturation du couple appliqué. Les valeurs de μ et du rapport σ_c/μ présentées tableau III montrent le durcissement résultant de l'irradiation comparativement aux valeurs mesurées sur un poil vierge (tableau I). Le cycle ne se referme pas, mais ici le résultat de l'érouissage est un "radoucissement" de l'échantillon : la branche finale du cycle est au-dessous de la branche de première torsion (figure 46). Après une série de cycles décroissants effectués pour revenir à l'état défini par $\Gamma = 0, \alpha = 0$, un nouveau cycle décrit présente encore une diminution du couple maximum supporté et ce qui est plus notable une diminution de la pente élastique, donc du module de rigidité.

Nous avons pu mettre ainsi en évidence une variation $\Delta\mu/\mu_{\text{final}}$ de l'ordre de 30 % accompagnée d'une variation $\Delta\sigma_c/\sigma_{c \text{ final}}$ de l'ordre de 70 %, après avoir décrit une trentaine de cycles décroissants. Lorsque l'on continue l'érouissage de l'échantillon on observe un durcissement normal et σ_c recommence à croître. Cette variation du module de rigidité avec l'érouissage ne pouvait être mise en évidence dans les expériences d'oscillations libres du fait de la faible fréquence :

$$\frac{\Delta\mu}{\mu} = \frac{2\Delta f}{f}$$

avec une période de l'ordre de la seconde, le système de mesure ne nous permettait pas d'évaluer une variation Δf de l'ordre de 15/100 de seconde.

b) Valeurs des constantes mécaniques.

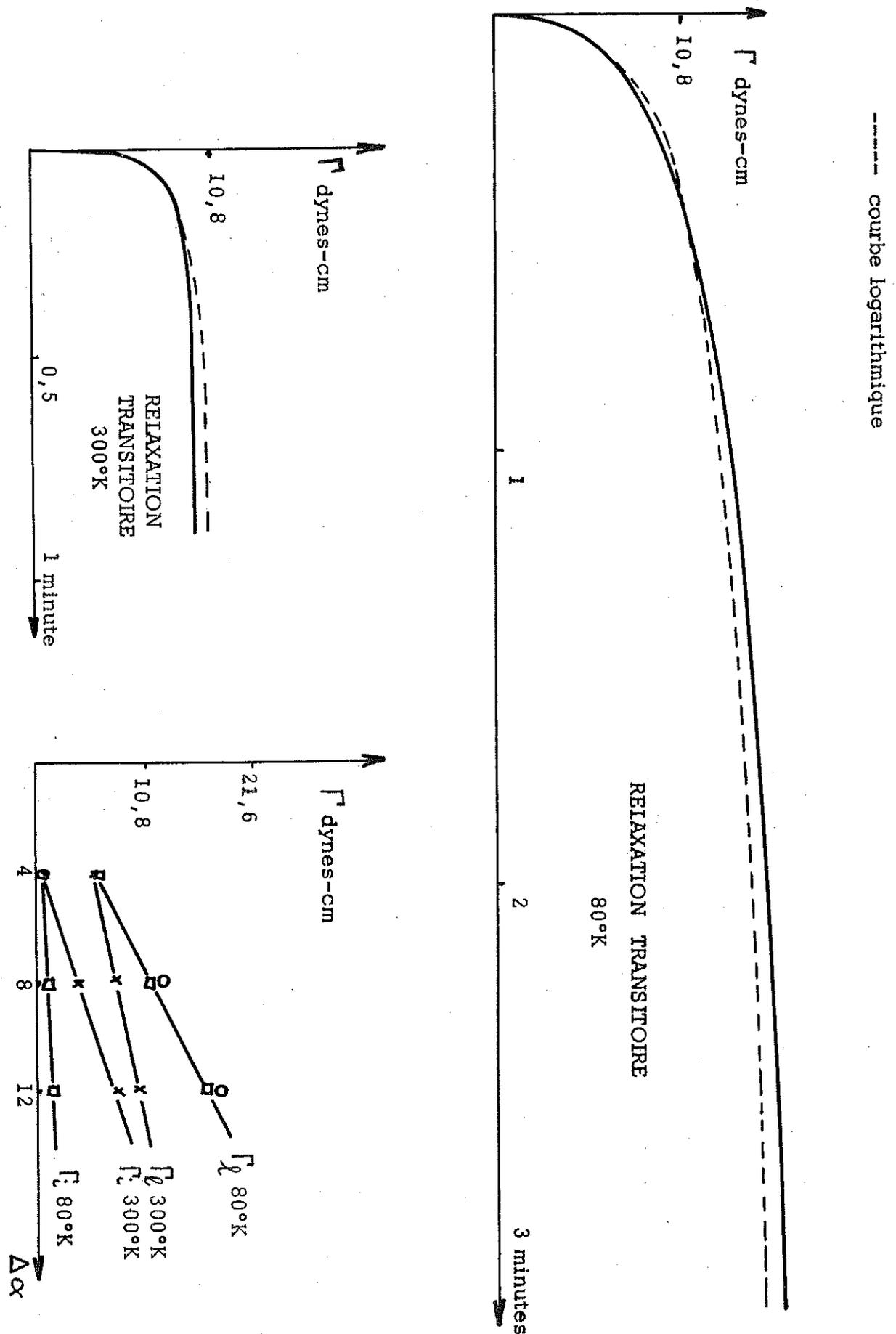


Fig. 47

TABLEAU III

Diamètre ± 10 %	μ Kg/mm ² ± 40 %	σ_c/μ ± 10%
40 microns	11.500	$7 \cdot 10^{-3}$
24 microns	15.000	$4 \cdot 10^{-3}$
32 microns	16.000	$3 \cdot 10^{-3}$

Nous pensons que les défauts ponctuels contrôlent ici totalement les mouvements des dislocations. En particulier les mouvements réversibles sont fortement réduits ce qui explique la remontée de μ . Une confirmation de ce point de vue réside dans le retour partiel aux propriétés initiales lors d'un écrouissage, qui a certainement pour effet de balayer les défauts introduits et de diminuer ainsi leur concentration tout au moins dans la plus grande partie du cristal.

c) Cycles décrits à basse température.

Des mesures ont été effectuées à 80°K puis à 20°K sur des échantillons déjà étudiés à température ambiante. Plusieurs d'entre eux n'ont pu être étudiés à 20°K par suite d'une rupture apparue à cette température.

On observe un durcissement lorsque la température est abaissée : σ_c croît dans les proportions de 1 à 3 en moyenne entre 300 et 80°K puis dans le rapport de 1 à 4,25 environ en passant de 300 à 20°K. Compte tenu d'un "radoucissement" pouvant encore se produire à basse température, la variation thermique

de \mathcal{C}_c est plus faible que pour un poil non irradié. A 20°K les courbes obtenues sont très irrégulières et les "dents de scie" très prononcées (voir figure 46).

d) Relaxation instantanée

Sur la figure 47 sont reportées les variations de $\bar{\Gamma}_i$ défini chapitre IV 4-2, en fonction de l'incrément angulaire, pour des températures de 300 et 80°K (les valeurs correspondant à 20°K sont trop dispersées du fait des dents de scie et ne sont pas mentionnées). Chacune des variations isothermes de $\bar{\Gamma}_i$ est linéaire, mais, lorsque la température décroît la valeur de $\bar{\Gamma}_i$ diminue et la pente de la droite représentative décroît également. A basse température la relaxation instantanée est très faible et elle devient pratiquement nulle à 20°K.

e) Relaxation transitoire.

La variation du couple relaxé avec le temps est maintenant assez bien représentée par une loi logarithmique même à température ambiante (figure 47). Comme nous l'avons déjà remarqué les courbes correspondant à des incréments angulaires différents sont des arcs d'une même courbe. Sur la figure 47 est également reportée la variation du couple maximum $\bar{\Gamma}_e$ supporté par le poil (couple maximum au début de la relaxation transitoire), avec l'incrément angulaire. Cette variation isotherme est encore linéaire. Lorsque la température décroît $\bar{\Gamma}_e$ croît et la pente de la droite représentative à basse température est plus importante qu'à température ambiante. Cette augmentation de $\bar{\Gamma}_e$ à basse température est suivie rappelle le d'une diminution du couple libéré instantanément. Il apparaît donc que le couple libéré instantanément diminue jusqu'à s'annuler lorsque la température décroît, alors que la relaxation

transitoire, quantité directement mesurable puisque enregistrée, devient plus importante à basse température.

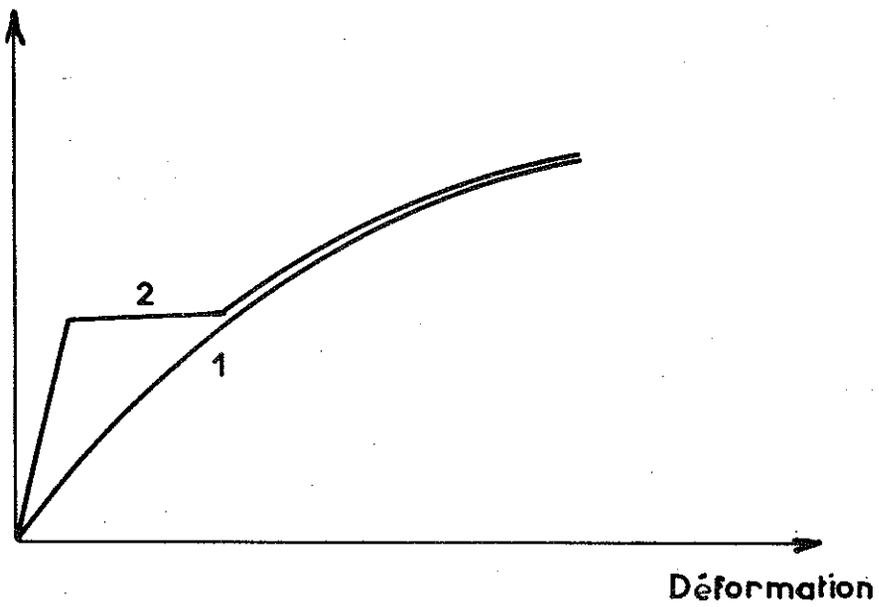
Les obstacles étant plus nombreux après irradiation, les dislocations ne peuvent plus sauter instantanément ; une activation thermique est devenue nécessaire. A basse température les dislocations n'ayant pu ainsi "s'évaporer" se relaxent plus lentement ce qui aura pour effet d'augmenter la relaxation transitoire. Cette gêne apportée aux mouvements des dislocations par les défauts d'irradiation a été d'ailleurs observée au microscope sur de minces feuilles d'aluminium⁽⁶⁵⁾.

VI - 7 EFFET D'UN RECUIT A 225°C

Les poils irradiés ayant subi un tel traitement sous hydrogène, pendant deux heures retrouvent partiellement leurs propriétés initiales. Après une déformation plastique l'amortissement croît puis décroît avec le temps suivant les lois déjà précisées. Lors du tracé des cycles la relaxation instantanée ne varie pas avec la température et la loi de relaxation transitoire est logarithmique seulement à basse température. L'écrouissage donne lieu à un durcissement de l'échantillon et non plus à un radoucissement.

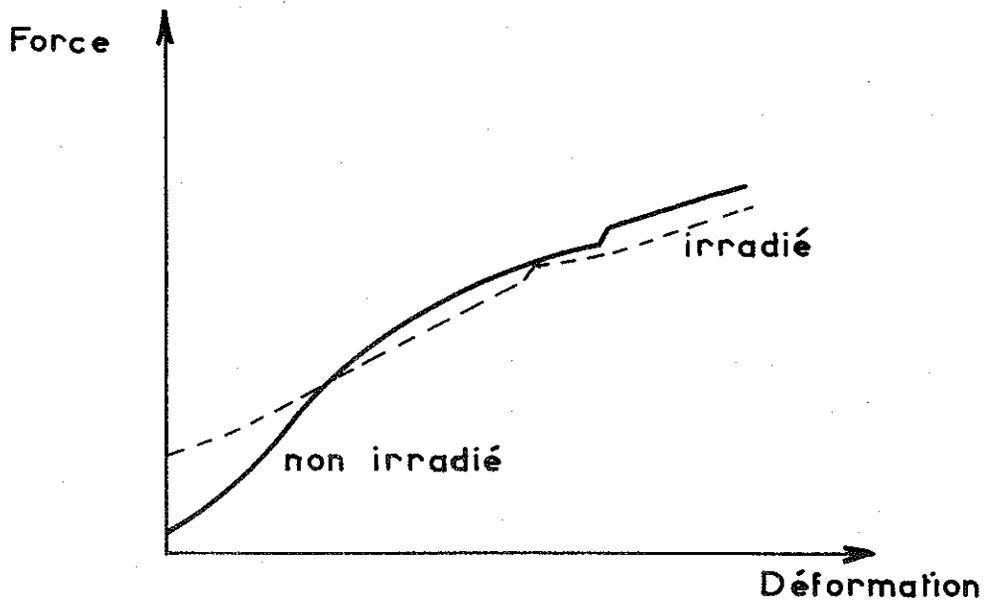
VI - 8 CONCLUSIONS

Si certains phénomènes ont déjà été observés après irradiation : croissance du module élastique⁽⁶⁰⁾⁽⁶³⁾⁽⁶⁴⁾, décroissance de l'amortissement⁽⁴¹⁾, il semble que la disparition de l'effet Köster, une augmentation aussi sensible du module et un retour partiel aux propriétés initiales par écrouissage sont



Courbe force déformation d'un polycristal (66)

- 1) avant irradiation
- 2) après irradiation



Courbe force déformation d'un monocrystal de cuivre (60)

des faits nouveaux illustrant le rôle des défauts dans les mouvements réversibles des dislocations. Notons cependant que pour des métaux massifs on a observé une restauration, moins importante et moins complète après un écrouissage (figure 48). La restauration partielle subie dans l'écrouissage par l'ensemble des phénomènes étudiés s'explique en admettant que les contraintes importantes produites dans les cycles répétés, en arrachant les dislocations de certains de leurs points fixes, entraînent un véritable "balayage" des défauts qui constituent les points d'ancrage, permettant leur annihilation, leur coalescence ou leur élimination en surface. Cependant l'absence d'effet Köster après irradiation implique des défauts incapables de diffuser, alors que la restauration des propriétés initiales par écrouissage implique des défauts très mobiles. On peut concilier ses deux hypothèses si l'on admet comme nous l'avons fait pour le fluage et l'amortissement qu'il ne s'agit pas des mêmes dislocations, ou encore que les défauts déplacés par une déformation plastique s'annihilent en cours de diffusion (recombinaison lacune interstitiel par exemple).

CHAPITRE VII

RESULTATS EXPERIMENTAUX RELATIFS AUX POILS
de CUIVRE

L'étude porte sur une douzaine d'échantillons. Seule la moitié de ceux-ci ont pu donner lieu à des mesures précises. En effet, les poils obtenus, beaucoup plus fins que les poils de fer, une fois montés, vibraient à la moindre secousse et l'enregistrement des cycles ou des oscillations, malgré les précautions prises, étaient parfois défectueux.

Les résultats présentés portent donc sur six monocristaux de diamètre variant de 10μ à 30μ . Les six autres plus fins (diamètre $< 10\mu$) semblent avoir eu un comportement identique.

VII - 1-1 Cycles couple torsion.

Les cycles statiques obtenus sont identiques à ceux que nous avons présentés au début de ce travail : une partie rectiligne élastique, un coude, puis une saturation ; il n'apparaît pas de "Yield point" nettement marqué. Notons un durcissement par le travail moins important que pour le fer (3 % environ après une quinzaine de cycles).

Le fait important est l'absence de relaxation transitoire du couple appliqué quelle que soit la température de mesure.

A basse température (80 et 20°K) le cuivre reste plastique. Les courbes couple-torsion ne présentent aucune irrégularité. La variation de G_c avec la température est inférieure à celle du fer. En effet entre 300 et 20°K G_c est multiplié par 2. Cette variation est analogue à celle du cuivre massif⁽³²⁾.

VII - 1-2 Mesure des constantes élastiques.

Ces constantes, mesurées dans les mêmes conditions que pour le fer sont mentionnés dans le tableau ci-après :

TABLEAU IV

diamètre ± 10 %	Module de rigidité μ ± 40 %	Rapport σ_c/μ ± 10 %
24 microns	4.100 Kg/mm ²	0,6 10 ⁻³
30	4.200	2,8 10 ⁻³
14	3.900	1,8 10 ⁻³
16	4.300	1,2 10 ⁻³
10	4.300	1,5 10 ⁻³

Les valeurs de μ peu dispersées sont très voisines de celles qui sont observées pour le cuivre massif (4.200 Kg/mm²). Le rapport σ_c/μ est plus dispersé ; il indique cependant encore une bonne dureté du métal (pour les cristaux usuels ce rapport est $\leq 10^{-4}$), mais reste néanmoins inférieur à la valeur théorique.

VII - 2- Frottement interne.

La technique employée est identique à celle pour l'étude du fer. Les monocristaux étudiés avaient des diamètres voisins de 10 microns. Pour tous les échantillons étudiés nous n'avons pas observé de variation du frottement interne avec l'amplitude de l'oscillation. Après une contrainte importante l'amortissement croît légèrement mais ensuite il ne varie pas avec le temps. L'effet Köster est inexistant même à la température ambiante. Parallèlement le "vieillissement" du poil après montage est pratiquement nul. L'amortissement est plus faible que pour le fer et les plus forts décrements logarithmiques observés sont de l'ordre de $5 \cdot 10^{-3}$.

VII - 3- Interprétation des résultats.

Les différences de comportement des poils de cuivre relativement aux poils de fer sont les suivantes:

- 1) un module élastique en meilleur accord avec celui qui est adopté pour le matériau sous forme usuelle
- 2) pas de relaxation transitoire du couple appliqué
- 3) pas d'amortissement dépendant de l'amplitude
- 4) pas d'effet Köster.

L'ensemble de ces résultats peut s'expliquer par la pureté plus grande et par la régularité géométrique de nos échantillons. Les poils de cuivre utilisés sont plus fins que les échantillons de fer ; leur forme est très régulière ; si nous admettons qu'ils sont de vrais "whiskers" la densité initiale de leurs dislocations est très faible. S'il en est ainsi, et si l'on considère que la température de préparation est plus proche de la température de fusion du métal que pour le fer, il est vraisemblable que les défauts formés en cours de croissance ont diffusé plus facilement hors du cristal et non vers les dislocations pratiquement inexistantes. Nous ne pouvons cependant conclure car les faits peuvent s'interpréter également dans l'hypothèse (assez improbable) de cuivre très impur dont toutes les dislocations seraient immobilisées.

Conclusions Générales.

Les poils que nous avons étudiés en torsion, n'ont pas, peut-être à cause de leur diamètre relativement élevé, un comportement aussi exceptionnel que celui constaté lors de la traction de poils beaucoup plus fins. Néanmoins ils nous ont permis d'observer facilement de nombreux phénomènes caractéristiques de monocristaux purs : hystérésis, relaxation du couple appliqué, amortissement dépendant de l'amplitude et du temps etc ...

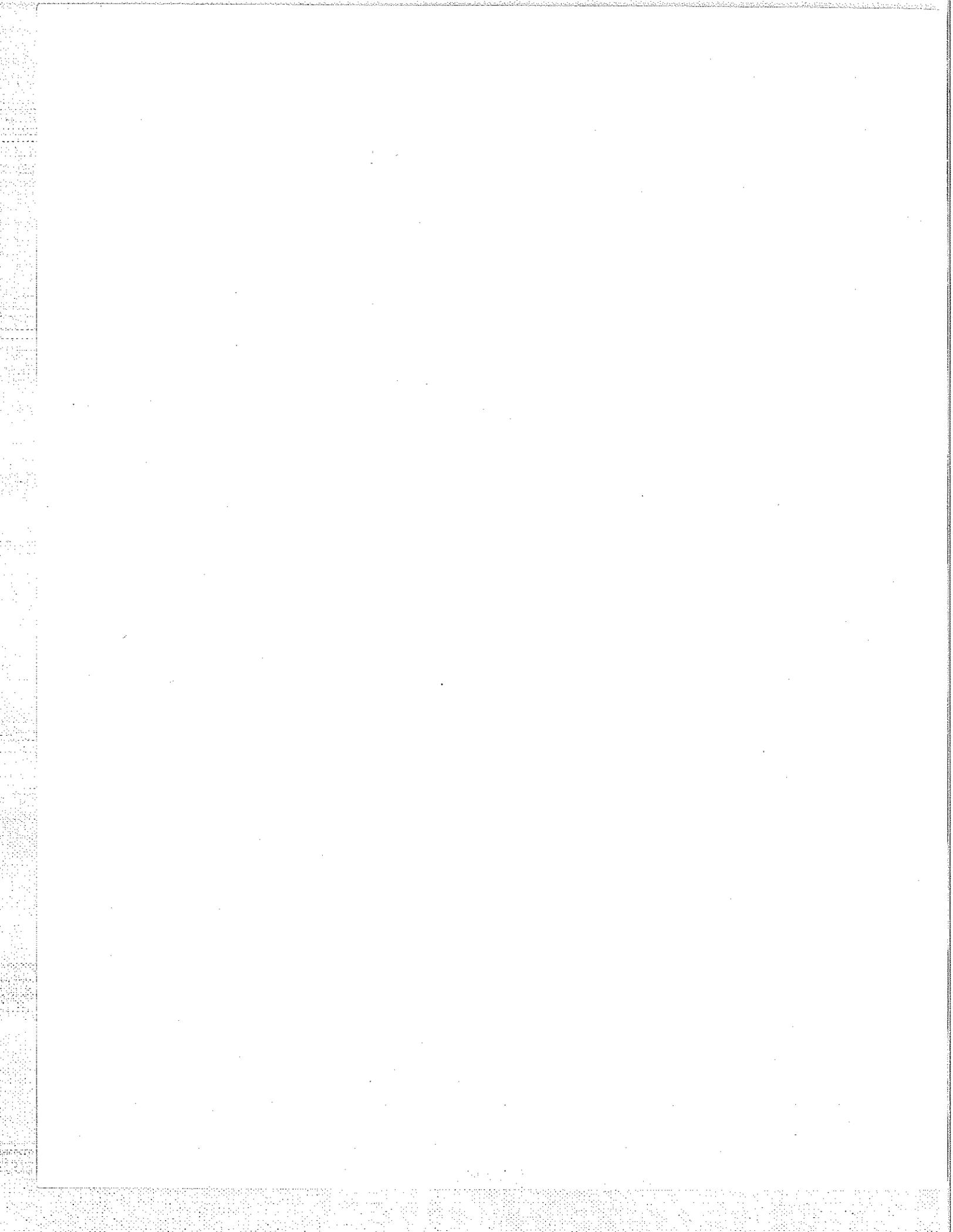
Un modèle simple de la torsion à partir de la théorie des dislocations nous a permis d'expliquer les propriétés statiques de nos échantillons et d'évaluer le nombre des dislocations présentes. Les phénomènes dynamiques ont été étudiés particulièrement ; nous en avons séparé deux types et introduit les notions nouvelles de relaxation transitoires et de relaxation instantanée. L'adaptation à notre cas des théories du fluage, a permis de mieux comprendre la relaxation, d'en calculer quelques paramètres, et de retrouver les lois logarithmiques à basse température.

Les mesures de l'amortissement des oscillations libres, dans le cadre de la théorie de Granato et Lücke, nous ont conduit à des déterminations de la concentration des défauts le long des lignes de dislocations, et à la chaleur d'activation de leur mouvement et à la forme de leur atmosphère autour des dislocations.

L'étude d'échantillons irradiés par neutrons rapides a montré les transformations subies après irradiation. La restauration partielle de leurs propriétés après un écrouissage, qui a les mêmes effets apparents qu'un recuit, a permis de

préciser le rôle des défauts dans les mouvements des dislocations et notamment dans les mouvements réversibles, responsables de la faiblesse des constantes élastiques.

Certes, il reste dans notre travail un certain nombre de points obscurs, qui nécessiteraient un développement des théories actuelles et une étude expérimentale encore plus approfondie, tant d'ailleurs sur les whiskers que sur des monocristaux de forme et de composition bien déterminées; quoi qu'il en soit, nous pensons avoir apporté quelques résultats utiles à une meilleure compréhension du comportement mécanique des métaux.



- BIBLIOGRAPHIE -

- 1 - S.S. BRENNER J. Appl. Phys. 27-1956-1484
- 2 - C. HERRING, J. K. GALT Phys. Rev. 85-1952-1060
- 3 - SEARS, GATTI, FULLMAN Act. Metal. 2-1954-727
- 4 - W.W. PIPER, W.L. ROTH Phys. Rev. 92-1953-503
- 5 - S.S. BRENNER J. Appl. Phys. 28-1957-1023
- 6 - Z.GYULAI, Z. Phys. 138-1954-317
- 7 - R.L. EISNER Act. Metal. 3-1955-419
- 8 - R.V. COLEMAN J. Appl. Phys. 29-1958-1487
- 9 - J. WEERTMAN Phys. Rev. 107-1957-1259
- 10 - M.O. PEACH J. Appl. Phys. 23-1952-1401
- 11 - F.C. FRANCK Phil. Mag. 44-1953-884
- 12 - J.D. ESHELBY J. Appl. Phys. 24-1953-176
Phys. Rev. 91-1953-755
- 13 - W.T. READ Jr. Les dislocations dans les métaux Paris -
Dunod - 1957
- 14 - J. FRIEDEL Les dislocations - Paris - Gauthier-Villars -1956
- 15 - A.H. COTTRELL Dislocations and Plastic Flow in Crystals -
Oxford - At the Clarendon Press 1953
- 16 - CH. KITTEL Introduction à la physique de l'état solide -
Paris - Dunod - 1958 -
- 17 - H.K. HARDY Progress in Metal Physics 6-1956-45
- 18 - W.O. OSTWALD cité par HARDY
- 19 - S.S. BRENNER Act. Metal. 4-1956-62
- 20 - W.W. WEBB, E.F. RIEBLING J. of Chim. Phys. 28-1958-1242
- 21 - W.J. ALLAN, W.W. WEBB Act. Metal. 7-1959-646
- 22 - A.R. VERMA Crystal Growth and dislocations - Butterworths
Scientific Publications - London - 1953 -
- 23 - S.E. KOONCE, S.M. ARNOLD J. Appl. Phys. 24-1953-365;
25-1954-134

- 24 - L.WEIL Bulletin de l'Institut International du Froid
Annexe 1951 - I - p. 131
- 25 - G.SAADA Métaux et Corrosion - n° 419-420-421- (1960)
- 26 - J.D. ESHELBY Phil. Mag. 40-1949-503
- 27 - F.R. N. NABARRO Adv. Phys. I-1952-271
- 28 - N.F. MOTT Phil. Mag. 43-1952-1151
- 29 - W.W. WEBB J. Appl. Phys. 31-1960-194
- 30 - A.H. COTTRELL, B.A. BILBY Proc. Phys. Soc. A 62 - 1949-49
- 31 - H. CONRAD Phil. Mag. 5-1960-745
- 32 - H.M. ROSENBERG Progress in Metal Physics. 7-1958-364
- 33 - Z.S. BASINSKI, A.SLEESWYK Act. Metal. 5-1957-176
- 34 - B.EDMONSON Proc. Roy. Soc. 264-1961-176
- 35 - C. ZENER, J.H. HOLLOWAY J. Appl. Phys. 17-1956-69
- 36 - P. LAURENT Rev. Metal. 47-1950-39
- 37 - N.F. MOTT, F.R.N. NABARRO Report on Strength of Solids
Phys. Soc. London 1-1948
- 38 - O.H. WYATT Nature 167-1951-866
- 39 - N.F. MOTT Phil. Mag. 44-1953-742
- 40 - A.S. NOWICK Progress in Metal Physics 4-1953-1
- 41 - D.H. NIBLETT, J. WILKS Adv. Phys. 9-1960-1
- 42 - F.SEITZ, T.A. READ J. Appl. Phys. 12-1941-101
- 43 - A. GRANATO, K. LÜCKE J. Appl. Phys. 27-1956-583
27-1956-789
- 44 - T.A. READ Phys. Rev. 58-1940-371
- 45 - M. KNUDSEN The Kinetic Theory of Gases - Methuen's
Monographs London 1933
- 46 - R.M. BOZORTH Ferromagnetism - Van Nostrand - New-York 1951
- 47 - J.S. KOELHER cité par (42) et (40)
- 48 - D.N. BESHERS J. Appl. Phys. 30-1959-252
- 49 - R.H. CHAMBERS, R. SMOLUCHOWSKI - Phys. Rev. 117-1960-725
- 50 - B.S. LEMENT, M. COHEN, Act. Metal. 4-1956-469

- 51 - A. LE CLAIRE Progress in Metal Physics 4-1953-265
- 52 - P. BASTIEN, P. AMIOT C.R. Acad. Sc. 242-1956-1455
- 53 - P. BASTIEN, P. AZOU C.R. Acad. Sc. 229-1949-549
- 54 - H.C. ROGERS Act. Metal. 2-1954-167, 4-1956-164,
5-1957-II2
- 55 - J. WEERTMAN, J.S. KOEHLER J. Appl. Phys. 24-1953-624
- 56 - H.L. CASWELL, J. Appl. Phys. 24-1953-624
- 57 - CH. BOULANGER C.R. Acad. Sc. 226-1948-1170
- 58 - E.P. WIGNER J. Appl. Phys. 17-1946-857
- 59 - C. CASSAYRE Diplôme Grenoble 1960
C. CASSAYRE, D. DAUTREPPE, J. PAULEVE C. R. Acad. Sc.
251-1960-370
- 60 - G.J. DIENES, J.H. VINEYARD Radiation Effects in Solids
Interscience Publishers Ltd London 1957
- 61 - MILLES Caractéristiques de la Pile Mélusine C.E.N.G.
Grenoble
- 62 - D.R. HARRIES J. Iron St. Inst. 194-1960-290
- 63 - D.O. THOMSON, D.K. OLMES J. Appl. Phys. 27-1956-191
27-1956-713
- 64 - F.W. KUNTZ, A.N. HOLDEN Act. Metal. 2-1954-816
- 65 - W.R. THOMAS, J.L. WHITTON Act. Metal. 9-1961-1075
- 66 - P. COULOMB, J. FRIEDEL Dislocations and Mechanical Pro-
perties of Crystals. International Conference held at
Lake Placid. September 6-8-1956

VU

Grenoble, le

Le Président de la Thèse,

VU,

Grenoble, le

Le Doyen de la Faculté des Sciences

VU, et permis d'imprimer

Le Recteur de l'Académie de
Grenoble