T0049
1969/DS

1969.10
043(D.E)

# 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

*Pierre* G R O H

Centre National de la

------

<u>1ère thèse</u> : *ETUDE DE LA PLASTICITE DE MONOCRISTAUX FILAMENTAIRES DE FER α EN TRACTION ET FLUAGE AUX BASSES TEMPERATURES*

<u>2ème thèse</u> : *PROPOSITIONS DONNEES PAR LA FACULTE*

Soutenues le 17 décembre 1969 devant la Commission d'Examen

MM. L. NEEL — Président

B. DREYFUS
R. CONTE
B. ESCAIG
} Examinateurs

FACULTE DES SCIENCES — UNIVERSITE DE GRENOBLE

# L I S T E  DES  P R O F E S S E U R S

DOYEN HONORAIRE : M. MORET

DOYEN : M. BONNIER

PROFESSEURS TITULAIRES :

| | | |
|---|---|---|
| MM. | NEEL Louis | Chaire de Physique Expérimentale |
| | HEILMANN René | Chaire de Chimie |
| | KRAVTCHENKO Julien | Chaire de Mécanique Rationnelle |
| | CHABAUTY Claude | Chaire de Calcul Différentiel et Intégral |
| | BENOIT Jean | Chaire de Radioélectricité |
| | CHENE Marcel | Chaire de Chimie Papetière |
| | FELICI Noël | Chaire d'Electrostatique |
| | KUNTZMANN Jean | Chaire de Mathématiques Appliquées |
| | BARBIER Reynold | Chaire de Géologie Appliquée |
| | SANTON Lucien | Chaire de Mécanique des Fluides |
| | OZENDA Paul | Chaire de Botanique |
| | FALLOT Maurice | Chaire de Physique Industrielle |
| | KOSZUL Jean-Louis | Chaire de Mathématiques |
| | GALVANI O. | Mathématiques |
| | MOUSSA André | Chaire de Chimie Nucléaire |
| | TRAYNARD Philippe | Chaire de Chimie Générale |
| | SOUTIF Michel | Chaire de Physique Générale |
| | CRAYA Antoine | Chaire d'Hydrodynamique |
| | REULOS R. | Théorie des Champs |
| | BESSON Jean | Chaire de Chimie |
| | AYANT Yves | Physique Approfondie |
| | GALLISSOT | Mathématiques |
| Melle | LUTZ Elisabeth | Mathématiques |
| | BLAMBERT Maurice | Chaire de Mathématiques |
| | BOUCHEZ Robert | Physique Nucléaire |
| | LLIBOUTRY Louis | Géophysique |
| | MICHEL Robert | Chaire de Minéralogie et Pétrographie |
| | BONNIER Etienne | Chaire d'Electrochimie et d'Electrométallurgie |
| | DESSAUX Georges | Chaire de Physiologie Animale |
| | PILLET E. | Chaire de Physique Industrielle et Electrotechnique |
| | YOCCOZ Jean | Chaire de Physique Nucléaire Théorique |
| | DEBELMAS Jacques | Chaire de Géologie Générale |
| | GERBER R. | Mathématiques |
| | PAUTHENET R. | Electrotechnique |
| | VAUQUOIS B. | Chaire de calcul électronique |

PROFESSEURS TITULAIRES (Suite)

| | | |
|---|---|---|
| MM. | BARJON R. | Physique Nucléaire |
| | BARBIER Jean-Claude | Chaire de Physique |
| | SILBER R. | Mécanique des Fluides |
| | BUYLE-BODIN Maurice | Chaire d'Electronique |
| | DREYFUS B. | Thermodynamique |
| | KLEIN J. | Mathématiques |
| | VAILLANT F. | Zoologie et Hydrobiologie |
| | ARNAUD Paul | Chaire de Chimie |
| | SENGEL P. C | Chaire de Zoologie |
| | BARNOUD F. | Chaire de Biosynthèse de la Cellulose |
| | BRISSONNEAU P. | Physique |
| | GAGNAIRE | Chaire de Chimie Physique |
| Mme | KOFLER L. | Botanique |
| | DEGRANGE Charles | Zoologie |
| | PEBAY-PEROULA J.C. | Physique |
| | RASSAT A. | Chaire de Chimie Systématique |
| | DUCROS P. | Chaire de Cristallographie Physique |
| | DODU Jacques | Chaire de Mécanique Appliquée I.U.T. |
| | ANGLES D'AURIAC P. | Mécanique des Fluides |
| | LACAZE A. | Thermodynamique |

PROFESSEURS SANS CHAIRE

| | | |
|---|---|---|
| MM. | GIDON P. | Géologie et Minéralogie |
| | GIRAUD P. | Géologie |
| | PERRET R. | Servomécanisme |
| Mme | BARBIER M.J. | Electrochimie |
| Mme | SOUTIF J. | Physique |
| | COHEN J. | Electrotechnique |
| | DEPASSEL R. | Mécanique des Fluides |
| | GASTINEL A. | Mathématiques Appliquées |
| | GLENAT R. | Chimie |
| | BARRA J. | Mathématiques Appliquées |
| | COUMES A. | Electronique |
| | PERRIAUX J. | Géologie et Minéralogie |
| | ROBERT A. | Chimie Papetière |
| | BIAREZ J.P. | Mécanique Physique |
| | BONNET G. | Electronique |
| | CAUQUIS G. | Chimie Générale |
| | BONNETAIN L. | Chimie Minérale |
| | DEPOMMIER P. | Etude Nucléaire et Génie Atomique |
| | HACQUES Gérard | Calcul Numérique |
| | POLOUJADOFF M. | Electrotechnique |

PROFESSEURS ASSOCIES

| | | |
|---|---|---|
| MM. | NAPP-ZINN | Botanique |
| | RODRIGUES Alexandre | Mathématiques Pures |
| | STANDING Kenneth | Physique Nucléaire |

MAITRES DE CONFERENCES

| | | |
|---|---|---|
| MM. | LANCIA Roland | Physique Atomique |
| Mme | KAHANE J. | Physique |
| | DEPORTES C. | Chimie |
| Mme | BOUCHE L. | Mathématiques |
| | SARROT-REYNAUD | Géologie Propédeutique |
| Mme | BONNIER M.J. | Chimie |
| | KAHANE A. | Physique Générale |
| | DOLIQUE J.M. | Electronique |
| | BRIERE G. | Physique M.P.C. |
| | DESRE G. | Chimie S.P.C.N. |
| | LAJZEROWICZ J. | Physique M.P.C. |
| | VALENTIN P. | Physique M.P.C. |
| | BERTRANDIAS J.P. | Mathématiques Appliquées T.M.P. |
| | LAURENT P. | Mathématiques Appliquées T.M.P. |
| | CAUBET J.P. | Mathématiques Pures |
| | PAYAN J.J. | Mathématiques |
| Mme | BERTRANDIAS F. | Mathématiques Pures M.P.C. |
| | LONGEQUEUE J.P. | Physique |
| | NIVAT M. | Mathématiques Appliquées |
| | SOHM J.C. | Electrochimie |
| | ZADWORNY F. | Electronique |
| | DURAND F. | Chimie Physique |
| | CARLER G. | Biologie Végétale |
| | AUBERT G. | Physique M.P.C. |
| | DELPUECH J.J. | Chimie Organique |
| | PFISTER J.C. | Physique C.P.E.M. |
| | CHIBON P. | Biologie Animale |
| | IDELMAN S. | Physiologie Animale |
| | BOUVARD Maurice | Hydrologie |
| | RICHARD Lucien | Botanique |
| | PELMONT Jean | Physiologie Animale |
| | BLOCH D. | Electrotechnique I.P. |
| | BOUSSARD J. Claude | Mathématiques Appliquées I.P. |
| | MOREAU René | Hydraulique I.P. |
| | BRUGEL L. | Energétique I.U.T. |
| | SIBILLE R. | Construction Mécanique I.U.T. |
| | ARMAND Yves | Chimie I.U.T. |
| | BOLLIET Louis | Informatique I.U.T. |
| | KUHN Gérard | Energétique I.U.T. |
| | GERMAIN Jean-Pierre | Construction Mécanique I.U.T. |
| | CONTE René | Thermodynamique |
| | JOLY Jean-René | Mathématiques Pures |
| | PIERY Yvette | Biologie Animale |

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

| | | |
|---|---|---|
| MM. | SAWCZUK A. | Mécanique des Fluides |
| | CHEEKE J. | Thermodynamique |
| | YAMADA O. | Physique du Solide |
| | NATR Lubomir | B.M.P.V. |
| | NAYLOR Arch | Physique Industrielle |
| | SILBER Léo | Radioélectricité |
| | NAZAKI Akihiro | Mathématiques Appliquées |
| | RUTLEDGE Joseph | Mathématiques Appliquées |
| | DONOHO Paul | Physique Générale |
| | EGGER Kurt | B.M.P.V. |

Ce travail a été effectué, dans le cadre du C. N. R. S., au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures à Grenoble.

Qu'il me soit permis de rendre un hommage respectueux à la mémoire du Doyen Louis WEIL qui a assuré la direction de mes recherches avec son dynamisme si fécond jusqu'à sa disparition prématurée.

Je suis profondément reconnaissant à Monsieur le Professeur L. NEEL, membre de l'Institut, et à Monsieur le Professeur B. DREYFUS pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu accorder à ce travail.

Monsieur R. CONTE et Monsieur B. ESCAIG m'ont apporté leur aide efficace , l'un sur le plan pratique, l'autre sur le plan théorique, tout au long de cette étude. Je suis heureux de les remercier ici de leurs nombreux conseils et encouragements.

Enfin, ma gratitude va à tous les membres du laboratoire, professeurs, chercheurs, techniciens et secrétaires, en particulier, à ceux qui ont collaboré à ces recherches avec compétence et affabilité.

-:-:-

# S O M M A I R E

INTRODUCTION

Chapitre I - Généralités

I.1. ESSAIS MECANIQUES EN TRACTION

I.1.1. Définitions

I.1.2. Déformation de la machine en traction et relaxation

I.1.3. Problème posé par le fluage.

I.2. PHENOMENES ACTIVÉS THERMIQUEMENT

I.2.1. Contraintes internes

I.2.2. Activation thermique

I.2.3. Phénomène avec durcissement pur

I.2.4. Phénomène avec durcissement et restauration

Chapitre II - Techniques Expérimentales

II.1. ECHANTILLONS

II.1.1. Elaboration des échantillons

II.1.2. Sélection des échantillons

II.1.3. Pureté des échantillons

II.1.4. Systèmes de glissements

II.2. APPAREIL DE TRACTION

II.2.1. Mesure des allongements

II.2.2. Mesure des charges

II.2.3. Balance de traction

II.3. APPAREIL DE FLUAGE

II.3.1. Ressort de fluage

II.3.2. Balance de fluage

II.4. TEMPERATURES

II.4.1. Ensemble cryogénique

II.4.2. Obtention et mesure des températures

## Chapitre III - Résultats expérimentaux

III.1. ESSAIS DE TRACTION A $\dot{\varepsilon}$ = Cte

- III.1.1. Courbes de traction
- III.1.2. Variation thermique de la limite élastique
- III.1.3. Courbes de consolidation

III.2. ESSAIS DIFFERENTIELS EN TRACTION

- III.2.1. Changements de la vitesse de traction
- III.2.2. Changements de la température en cours de traction
- III.2.3. Volumes et énergies d'activation

III.3. ESSAIS DE RELAXATION DE LA CONTRAINTE APPLIQUEE

- III.3.1. Courbes de relaxation
- III.3.2. Limites micro et macroélastique
- III.3.3. Volumes d'activation
- III.3.4. Restauration

III.4. ESSAIS DE FLUAGE

- III.4.1. Microdéformation
- III.4.2. Courbes de fluage
- III.4.3. Essais différentiels : volumes d'activation
- III.4.4. Essais différentiels : énergies d'activation
- III.4.5. Fluage linéaire - Restauration

## Chapitre IV - Discussion

IV.1. VARIATION THERMIQUE DE LA LIMITE ELASTIQUE

- IV.1.1. Généralités
- IV.1.2. Hypothèses
- IV.1.3. Modèle théorique de Dorn et Rajnak
- IV.1.4. Modèle théorique d'Escaig
- IV.1.5. Microdéformation

IV.2. DEFORMATION PLASTIQUE

- IV.2.1. Généralités
- IV.2.2. Durcissement
- IV.2.3. Restauration

IV.3. EVOLUTION DE LA PLASTICITE

CONCLUSION

# I N T R O D U C T I O N

Les propriétés plastiques des cristaux sont régies par les mouvements des dislocations qu'ils contiennent. L'étude à basse température de la déformation plastique de monocristaux soumis à une contrainte simple, telle qu'une traction, est donc une méthode de choix pour connaître le comportement des dislocations durant la plasticité et pour aborder, de manière fondamentale, les propriétés mécaniques des corps cristallins.

De tels travaux, nombreux sur les métaux de structures cubique face centrée (c.f.c.) et hexagonale compacte (h.c.), sont rares et moins complets sur ceux de structure cubique centrée (c.c.) et en particulier sur le plus commun d'entre eux, le fer $\alpha$ . Ce fait est dû, avant tout, aux plus grandes difficultés rencontrées dans l'élaboration de monocristaux de bonne pureté à partir de ces métaux. Notons, cependant, que depuis les toutes dernières années, avec les nouvelles techniques d'élaboration et de purification des monocristaux, de nombreuses études tant expérimentales que théoriques apparaissent sur ce sujet. La déformation plastique des métaux de structure cubique centrée devient un des problèmes majeurs de la physique des dislocations.

Les résultats de telles expériences sont d'autant plus facilement exploitables que les échantillons présentent une meilleure qualité cristalline et qu'ils contiennent moins d'impuretés ; pour cette raison, il nous a paru intéressant d'uti-

liser des "whiskers" de fer.

Les "whiskers" métalliques ont suscité, il y a quelques années, un intérêt technologique à cause des propriétés mécaniques exceptionnelles des plus fins d'entre eux (I)-(3). Ces propriétés, proches de celles du cristal parfait (sans dislocations), sont dues à la petite taille des échantillons : leurs dimensions sont inférieures à celles des réseaux de dislocations que l'on trouve habituellement dans les cristaux. Des travaux, effectués au laboratoire (4) (5), ont montré que les "whiskers" de section assez grande ($> 50\mu \times 50\mu$) présentaient un réseau de dislocations comparable à celui rencontré dans les monocristaux massifs, tout en conservant une bonne pureté chimique.

Le comportement plastique des métaux de structure cubique centrée présente des différences notables avec celui des métaux des structures compactes, surtout dans les tous premiers stades de la déformation aux températures inférieures à l'ambiante. La principale caractéristique de la déformation de ces métaux est la très forte variation thermique de la limite élastique à basse température. Elle a été longtemps attribuée à la présence d'impuretés : soit sous forme d'atomes intersticiels (6) soit sous forme de fins précipités dans le cas de métaux moins purs (7). Toutefois, le phénomène persistant dans les métaux de grande pureté, une interaction entre les dislocations et le réseau lui-même a été envisagée. Cette interaction est le plus souvent décrite en termes de forces de Peierls (8)-(I0). Mais la mise en évidence d'une microdéformation avant la limite élastique habituelle (II) (I2) et l'observation de longues dislocations vis rectilignes après une faible déformation à basse température (I3)-(I5) ont conduit à une interprétation moins formelle de ce frottement du réseau. Si on remarque que les dislocations vis dans la structure c.c. se dissocient de manière sessile (I6) (I7),

la microdéformation correspondrait au mouvement des portions coins des dislocations préexistantes, tandis que les parties vis développées au cours de cette microdéformation, ne deviendraient mobiles qu'après recombinaison partielle, ceci à la limite élastique généralement observée (I8)_(20).

Après cette limite élastique, la plasticité se poursuivrait en trois stades successifs (glissement facile, durcissement linéaire et durcissement parabolique) comme pour les monocristaux de structure c.f.c.. Les premières courbes de consolidation présentant nettement les trois stades n'ont été obtenues que voici peu de temps (2I) (22) et les interprétations sont peu avancées. Il semble cependant que les phénomènes soient assez comparables à ceux apparaissant dans les trois stades de déformation des métaux c.f.c. (23).

Ce travail est essentiellement une étude des propriétés mécaniques en traction de monocristaux filamentaires de fer. Nous aurions voulu l'accompagner d'une observation en microscopie électronique des dislocations introduites dans le cristal au cours de la déformation, malheureusement, il n'a pas été possible d'obtenir, à partir de nos échantillons, les lames minces nécessaires à cette étude complémentaire. Un ensemble d'expériences aussi complet que possible a été mené en traction, relaxation et fluage, dans de bonnes conditions de précision et sur une large gamme de températures.

Le chapitre I de ce mémoire est consacré à quelques définitions et à l'exposé des méthodes d'étude des phénomènes observés. Nous y avons en particulier développé les interprétations générales des mesures en supposant qu'un seul phénomène activé thermiquement gouverne le mouvement des dislocations (24) dans le cas d'un simple durcissement par écrouissage et dans le cas où celui-ci est concurrencé par une restauration (25).

Pour effectuer nos essais de manière correcte, il a fallu opérer une sélection sévère des échantillons et construire une machine de traction de grande sensibilité permettant de faire les divers essais à des températures comprises entre 4 et 330°K. Ces techniques expérimentales sont décrites au chapitre II.

Dans le chapitre III, nous avons rassemblé les résultats expérimentaux. On constate que nos échantillons ont un comportement tout à fait comparable à celui de monocristaux "massifs" de fer. Des mesures faites en relaxation et en fluage mettent nettement en évidence une faible déformation plastique précédant la limite élastique habituelle. Le phénomène gouvernant cette microdéformation semble être différent de celui qui contrôle le début de la déformation plastique proprement-dite. De plus, un autre processus accompagné d'une restauration, intervient dans la déformation plastique au-dessous de l'ambiante, au moins pour des taux d'écrouissage élevés.

Enfin dans la discussion qui constitue le chapitre IV, nous reprenons nos principaux résultats afin d'essayer d'en donner une interprétation aussi précise que possible, compte tenu des résultats expérimentaux d'autres chercheurs et des développements théoriques existants. Nous espérons ainsi avoir contribué à une meilleure compréhension des mécanismes régissant la déformation plastique des cubiques centrés.

# C H A P I T R E  I

## GENERALITES

## I-1. ESSAIS MECANIQUES EN TRACTION

### I.1.1 - *Définitions*

Nous avons regroupé sous le terme "essais mécaniques en traction" une série d'essais mécaniques pendant lesquels un échantillon filiforme subit une contrainte longitudinale qui tend à augmenter sa longueur.

Nous appellerons essai de traction, sans autre précision, un essai qui consiste à allonger un échantillon avec une vitesse constante et à mesurer la force F qu'il oppose à un tel allongement $\Delta l = Kt$ ; c'est un essai à vitesse constante d'allongement. Cet essai est différent de celui pratiqué le plus souvent dans l'industrie, qui se fait en augmentant à vitesse constante la force de traction F et en mesurant l'allongement $\Delta l$ qui en résulte. Ce dernier est un essai de traction à vitesse de mise en charge constante.

Les résultats de ces deux sortes d'essais, c'est-à-dire les courbes de la contrainte $\sigma = \frac{F}{s_o}$ en fonction de l'allongement relatif $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_o}$ , sont le plus souvent différents dès que l'on quitte la zone de déformation élastique.

Si, au cours d'un essai de traction, on arrête instantanément la déformation, on observe une diminution de la con-

trainte qu'oppose l'échantillon à l'allongement constant auquel il est soumis : il y a relaxation de la contrainte. Nous appellerons cet essai un essai de relaxation.

Si, instantanément, on soumet un échantillon à une contrainte constante, il en résulte un allongement de celui-ci qui varie avec le temps ; l'échantillon flue. C'est un essai de fluage.

Ce sont les trois types d'essais ainsi définis que nous avons fait subir à nos whiskers.

Lorsqu'un monocristal est soumis à un essai de traction ou de fluage, sa déformation se traduit par le déplacement de petites tranches de cristal glissant les unes par rapport aux autres suivant un plan cristallographique P et dans une direction cristallographique $\vec{g}$ (fig. Ia et Ib). C'est-à-dire que l'essai de traction produit en réalité un cisaillement du cristal sous l'action d'une cission $\tau$ qui est la composante de $\sigma$ dans la direction de glissement ramenée au plan de glissement. Par suite, l'allongement relatif $\varepsilon$ est dû aux glissements des tranches de cristal. On peut caractériser la déformation par un glissement relatif $\gamma$ . En respectant les notations de la figure Ib, on a les relations :

$$\tau = \sigma \cos\lambda \cos\varphi \qquad \text{I.1}$$

$$\text{et} \quad \gamma = \frac{\varepsilon}{\cos\lambda \cos\varphi} \qquad \text{I.2}$$

$\mathcal{S} = \cos\lambda \cos\varphi$ est le facteur de Schmid.

Au cours de la traction (fig. Ic et Id) les angles $\lambda$ et $\varphi$ varient : il y a rotation de la direction de glissement

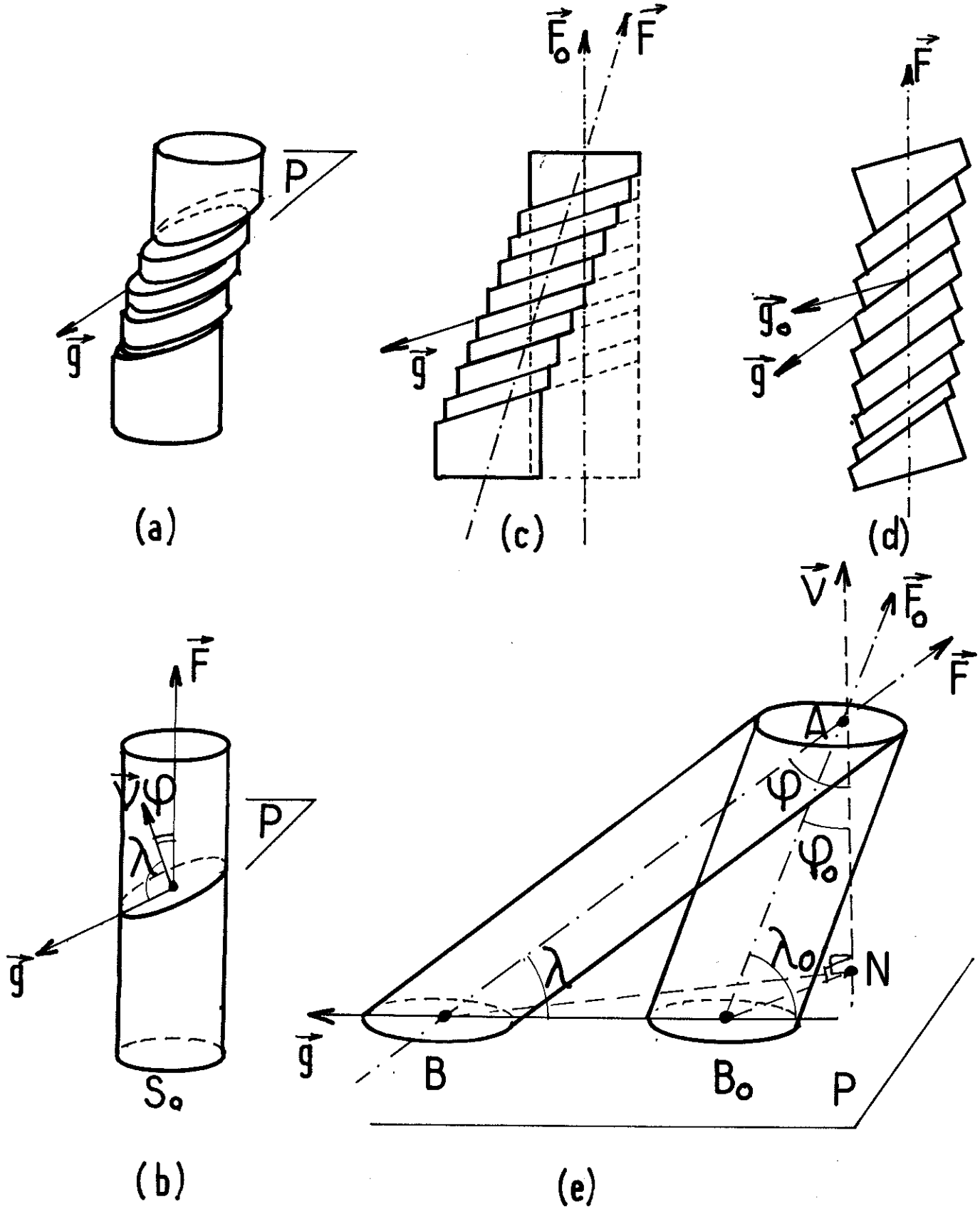



fig.1

vers l'axe de traction. De plus, l'allongement de l'échantillon produit une diminution de sa section. Avec les notations de la figure Ie, où l'indice 0 indique que $\varepsilon = 0$ ce qui correspond à l'état du cristal avant l'expérience, on obtient (26) :

$$\tau = \sigma \mathcal{S}_0 R_1(\varepsilon) = \sigma \cos\lambda_0 \cos\varphi_0 \left[ \frac{\sqrt{(1+\varepsilon)^2 - \sin^2\lambda_0}}{(1+\varepsilon)\cos\lambda_0} \right] \qquad \text{I.3}$$

$$\gamma = \frac{\varepsilon}{\mathcal{S}_0 R_2(\varepsilon)} = \frac{\varepsilon}{\cos\lambda_0 \cos\varphi_0} \left[ \frac{\cos\lambda_0 \sqrt{(1+\varepsilon)^2 - \sin^2\lambda_0} - \cos^2\lambda_0}{\varepsilon} \right] \qquad \text{I.4}$$

si on considère que la déformation est homogène sur toute la longueur de l'échantillon.

A l'aide des relations I.3 et I.4, on déduit de la courbe expérimentale $\sigma(\varepsilon)$ une courbe $\tau(\gamma)$ qui est la courbe de consolidation du cristal. Sauf autres précisions les contraintes dont nous parlerons seront toujours les contraintes de cisaillement ou cissions $\tau$ , de même les allongements seront toujours des glissements relatifs $\gamma$ .

### I.1.2 - *Déformation de la machine en traction et relaxation*

Une machine de traction peut se schématiser par une machoire fixe et une machine mobile, entre lesquelles est fixé l'échantillon à déformer. La machoire mobile est reliée par un dispositif mécanique à un moteur qui assure son mouvement linéaire à vitesse constante. Au cours de la traction, ce dispositif, de même que l'échantillon, est soumis à une force de tension F que l'on mesure. Sous l'action de cette force, l'échantillon et le dispositif de transmission se déforment ; la machine est conçue pour que sa déformation soit aussi faible que possible devant celle de l'échantillon et qu'en particulier

la vitesse d'allongement de ce dernier reste sensiblement constante dans le temps. Nous avons cependant tenu compte de cette déformation dans nos mesures.

La dimension des pièces de la machine est prévue pour que leur déformation soit faible et reste élastique (c'est-à-dire linéaire et reversible) jusqu'à une valeur $F_m$ de la force de traction qui est la capacité maximale de la machine. On définit la dureté D de la machine comme étant le rapport de la tension F appliquée à la déformation $\mathcal{Z}$ qui en résulte pour celle-ci.

En fonctionnement, avec un échantillon de longueur et section initiales $\mathcal{L}_0$ et $S_0$, on impose au moteur une vitesse $\dot{y} = Cte$. Il en résulte, à un instant donné, un déplacement $y$ au niveau du moteur qui est compensé par une déformation $\mathcal{Z}$ de la machine et un allongement $\Delta\mathcal{L}$ de l'échantillon. Cet allongement $\Delta\mathcal{L}$ se décompose en une partie élastique $\Delta\mathcal{L}_e$ et une partie plastique $\Delta\mathcal{L}_p$. Soit :

$$y = \mathcal{Z} + \Delta\mathcal{L}_e + \Delta\mathcal{L}_p \qquad \text{I.5}$$

ou encore si on considère les vitesses de déformation :

$$\dot{y} = \dot{\mathcal{Z}} + \dot{\mathcal{L}}_e + \dot{\mathcal{L}}_p \qquad \text{I.6}$$

En revenant aux grandeurs $\sigma = \frac{F}{S_0}$ et $\varepsilon = \frac{\Delta\mathcal{L}}{\mathcal{L}_0}$, il vient :

$$\mathcal{Z} = \frac{F}{D} = \frac{\sigma S_0}{D} \quad , \quad \Delta\mathcal{L}_p = \varepsilon_p \mathcal{L}_0$$

et en prenant la définition du module d'Young : $\Delta\mathcal{L}_e = \frac{\sigma \mathcal{L}_0}{E}$

De même, on rapporte le déplacement $y$ à la longueur

initiale de l'échantillon, soit : $y = \varepsilon_m \ell_o$

L'équation I.5 s'écrit alors :

$$\ell_o \varepsilon_m = \frac{s_o \sigma}{D} + \frac{\ell_o \sigma}{E} + \ell_o \varepsilon_p$$

ou encore :

$$\varepsilon_p = \varepsilon_m - M\sigma \qquad \text{I.7.}$$

en posant $M = \left(\frac{s_o}{\ell_o D} + \frac{1}{E}\right)$

De même l'équation I.6 devient :

$$\dot{\varepsilon}_p = \dot{\varepsilon}_m - M\dot{\sigma} \qquad \text{I.8.}$$

La relation I.7 permet d'obtenir la courbe réelle $\sigma(\varepsilon_p)$ à partir de la courbe expérimentale $\sigma(\varepsilon_m)$ . De cette courbe $\sigma(\varepsilon_p)$ on déduit, comme exposé précédemment, la courbe de consolidation $\tau(\gamma)$ .

La relaxation est obtenue en arrêtant la traction, soit $\dot{y} = 0$ (ou $\dot{\varepsilon}_m = 0$ ), la relation I.8 devient alors :

$$\dot{\varepsilon}_p = -M\dot{\sigma}$$

Si la relaxation est produite après un allongement $\varepsilon_R$ de l'échantillon et que l'on passe à $\tau$ et $\gamma$ à l'aide des relations I.3 et I.4, il vient :

$$\dot{\gamma} = -\frac{M}{\varphi_o^2 R_1(\varepsilon_R) R_2(\varepsilon_R)} \dot{\tau},$$

ou bien :

$$\dot{\gamma} = -M'\dot{\tau} \qquad \text{I.9}$$

si on pose :

$$M' = \frac{M}{\varphi_o^2 R_1(\varepsilon_R) R_2(\varepsilon_R)} = \frac{M}{\cos^2 \varphi_o} \cdot \frac{1+\varepsilon_R}{\varepsilon_R} \left[1 - \frac{\cos \lambda_o}{\sqrt{(1+\varepsilon_R)^2 - \sin^2 \lambda_o}}\right]$$

La relation I.9 permet de déduire de la diminution de contrainte observée durant la relaxation la vitesse d'allongement qu'il aurait fallu imposer en traction à l'échantillon pour obtenir la même contrainte dans les mêmes conditions d'écrouissage.

I.1.3 - *Problème posé par le fluage*

Durant un essai de fluage, la contrainte appliquée à l'échantillon doit rester constante. Dans le cas d'un échantillon polycristallin, il suffit que la tension appliquée diminue proportionnellement à la section pendant l'allongement de celui-ci. Par contre, pour un monocristal, il faudrait maintenir la cission $\tau$ constante, soit :

$$\tau = \frac{F}{s_0} \cos\lambda_0 \cos\varphi_0 \left[ \frac{\sqrt{(1+\varepsilon)^2 - \sin^2\lambda_0}}{(1+\varepsilon)\cos\lambda_0} \right] = C^{te}$$

quand $\varepsilon$ varie.

En toute rigueur, l'échantillon devrait être soumis à une tension de la forme :

$$F = \frac{F_0 (1+\varepsilon)\cos\lambda_0}{\sqrt{(1+\varepsilon)^2 - \sin^2\lambda_0}} \qquad \text{I.10}$$

durant le fluage, si $F_0$ est la tension initiale. En faisant un développement limité au voisinage de $\varepsilon = 0$, la relation I.10 devient :

$$F = F_0 \left[ 1 - \varepsilon\, tg^2\lambda_0 + \frac{3}{2}\varepsilon^2 (1 + tg^2\lambda_0)\, tg^2\lambda_0 + \ldots \right] \qquad \text{I.11}$$

Pour obtenir des courbes de fluage correctes, il faut que le système d'application de la contrainte permette de suivre le mieux possible la variation donnée par I.10.

## I.2 - PHENOMENE ACTIVE THERMIQUEMENT

### I.2.1 - *Contraintes internes*

La déformation plastique d'un cristal est obtenue par déplacement des dislocations à l'intérieur de celui-ci. A basse température il y a, en général, glissement des dislocations dans des plans parallèles suivant une direction donnée. Si une dislocation traverse le cristal de part en part dans un plan de glissement, le cristal présente un cisaillement de b, b étant le vecteur de Bürgers de la dislocation ; plus généralement, la vitesse de cisaillement relatif d'un cristal est donnée par :

$$\dot{\gamma} = \rho b \bar{v} \qquad \text{I.12}$$

où $\rho$ est la densité de dislocations et $\bar{v}$ leur vitesse moyenne.

Pour provoquer la déformation d'un cristal par glissement, il faut appliquer une contrainte $\tau$ qui agit dans le plan de glissement, suivant la direction de glissement et qui permet aux dislocations de se mouvoir. Il existe donc dans le cristal des contraintes internes s'opposant au mouvement des dislocations. Ce sont ces contraintes qui vont être succinctement analysées ici. Elles ont trois origines :

a) le réseau cristallin,

b) les autres dislocations présentes dans le cristal,

c) les impuretés, au sens large, c'est-à-dire en plus des impuretés proprement-dites, les lacunes et les interstitiels. Dans des cristaux très purs, on peut supposer que ces impuretés sont toutes ponctuelles.

a) Les contraintes internes dues au réseau, c'est-à-dire aux interactions entre les atomes autour de la dislocation, sont généralement nommées Forces de Peierls Nabarro. Elles présentent les propriétés suivantes :

- elles sont strictement périodiques,
- leur période, leur amplitude et leur forme sont uniquement fonction du plan de glissement et de la dislocation considérée, en particulier elles ne varient pas avec la déformation (si le glissement ne change pas de plan).

- leur période est égale à la distance de deux rangées d'atomes dans le plan de glissement, soit de l'ordre de b ou quelques b.

b) Les contraintes internes dues aux dislocations peuvent se diviser en deux :

- les contraintes à longue distance provenant des interactions élastiques entre la dislocation considérée et les dislocations ou parties de dislocations assez éloignées ($d >$ quelques b).

- les contraintes de contact entre la dislocation et celles qui percent son plan de glissement à des distances inférieures à quelques b.

Il faut remarquer que les dislocations se multiplient au cours de la déformation, donc que ces interactions sont susceptibles de varier avec l'écrouissage.

Le champ de contraintes à longue distance est sensiblement périodique, il varie lentement, étant donné le grand nombre de dislocations concernées. Sa longueur d'onde est au

moins de l'ordre de la taille $\ell = \rho^{-1/2}$ du réseau de dislocations soit si $10^8 < \rho < 10^{12}\ cm^{-2}$, $\ell \simeq 10^2$ à $10^4 b$. Son amplitude est de la forme $\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2}$ où $\mu$ est le module de rigidité et $\alpha$ une constante de l'ordre de 0,1 à 0,01 (27). La longueur d'onde et l'amplitude changent avec la déformation, l'une diminue et l'autre augmente.

Les contraintes de contact ont un effet à courte distance (quelques b) ce qui produit un champ de contraintes pratiquement nul sauf aux points d'intersection avec une autre dislocation, où on a un pic de contrainte d'une largeur de quelques b. Ces pics sont séparés en moyenne de $\ell$, distance qui diminue avec l'écrouissage.

c) Les impuretés ponctuelles donnent lieu aussi à des interactions élastiques à grande distance et à des contraintes de contact. Les interactions à grande distance sont le plus souvent négligeables devant celles des dislocations. Par contre, il faut tenir compte des interactions de contact qui peuvent provoquer un épinglage des dislocations. Pour quelques p.p.m. d'impuretés, ces points d'épinglage sont distants de quelques 10 b ; la largeur d'interaction étant de l'ordre de b.

Le champ de contraintes internes auquel sont soumises les dislocations mobiles par glissement est la somme de tous ces champs. Bien qu'a priori on ne connaisse pas la valeur relative des interactions à courte distance, on peut dire que ce champ se décompose en deux parties :

- un champ à grande longueur d'onde rendant compte des interactions élastiques à distance avec les autres dislocations présentes,

- un champ d'interactions à courte distance, donc de plus faible énergie que le précédent, rendant compte des obstacles que rencontre la dislocation dans son mouvement (réseau, autres dislocations, impuretés ...).

I.2.2 - *Activation thermique*

Dans un état donné d'écrouissage, une dislocation est toujours ancrée en certains points (noeuds du réseau de dislocations, impuretés, crans, ...) ; un segment de dislocation ancré à ses extrêmités distantes de $\ell$ vibre sous l'action de l'agitation thermique à une fréquence $\nu \# \nu_D \frac{b}{\ell}$ où $\nu_D$ est la fréquence de Debye ( $\nu_D \# 10^{13} s^{-1}$ ) (27). A température T, un tel segment de dislocation a une probabilité

$$p = \frac{\nu_D b}{\ell} e^{-\frac{\Delta G_o}{kT}}$$

de franchir une barrière d'énergie $\Delta G_o$.

Le champ de contrainte que doit vaincre une dislocation pour glisser (I.2.1) est décrit schématiquement fig. 2 :

a) dans le cas où les interactions avec le réseau cristallin sont très grandes devant les interactions de contact avec les dislocations et les impuretés,

b) dans le cas contraire.

Pour un segment de dislocation de longueur $\ell$ et de vecteur de Bürgers b, le champ de force est en $\tau b \ell$ ; les barrières dues aux interactions à courte distance ont pour hauteur $\tau_o^* b \ell$ et pour largeur $\lambda$ , et $\tau_i b \ell$ et $\lambda'$ pour celles à grande distance. $\lambda$ est de l'ordre de b à quelques b, tandis que $\lambda'$ est beaucoup plus grande (au moins quelques 100 b).

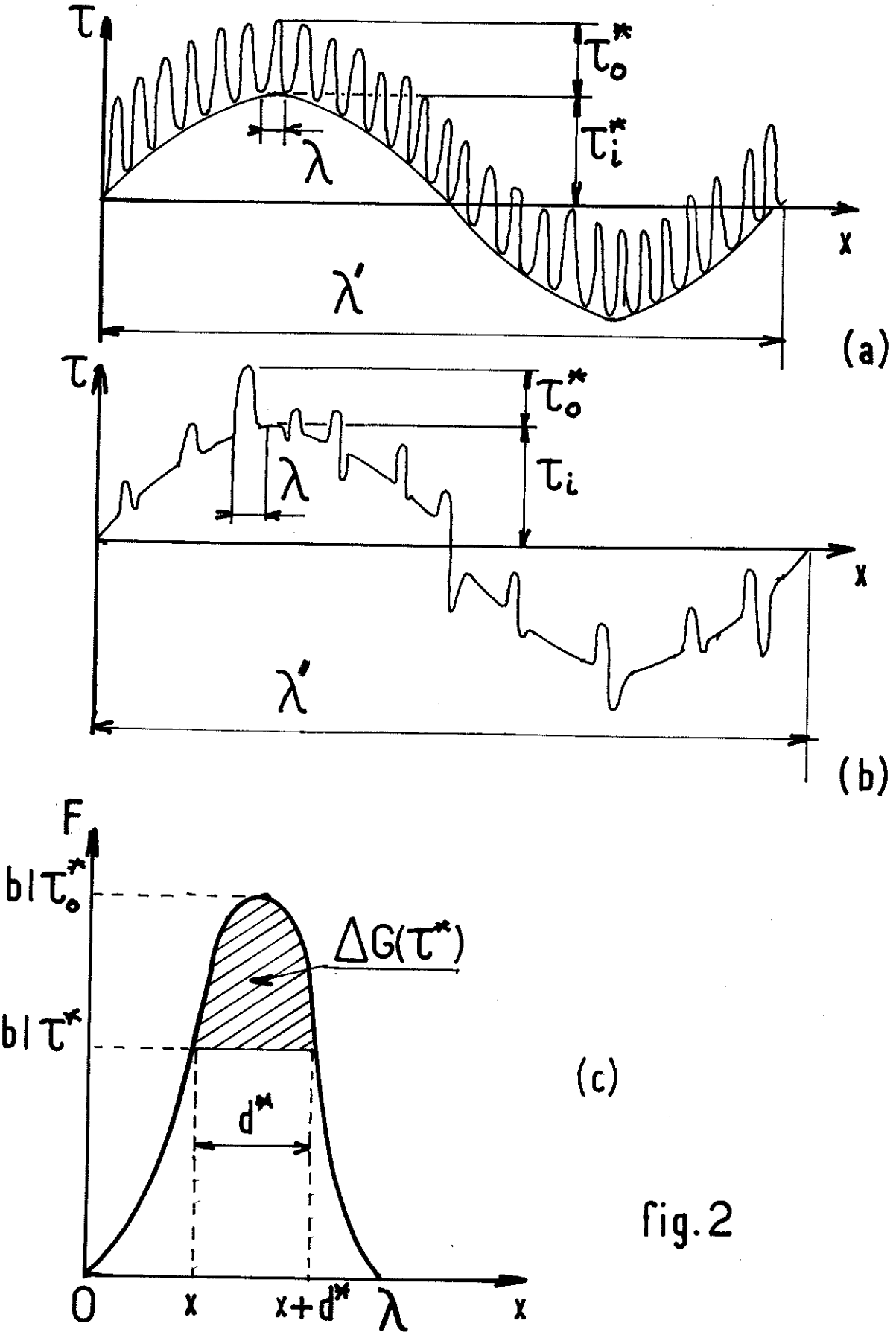



fig. 2

En présence d'une contrainte appliquée $\tau = \tau^* + \tau_i$ avec $\tau^* < \tau_o^*$ la barrière d'énergie à franchir à l'aide de l'agitation thermique devient $\Delta G(\tau^*) < \Delta G_o$ (fig. 2 c). La probabilité de saut est alors :

$$p = \frac{\nu_D b}{\ell} e^{-\frac{\Delta G(\tau^*)}{kT}} ;$$

après chaque saut réussi, la dislocation peut balayer une aire $\bar{A}$ du plan de glissement, sa vitesse moyenne est donc égale à :

$$\bar{v} = \frac{\bar{A}}{\bar{\ell}} \frac{\nu_D b}{\bar{\ell}} e^{-\frac{\Delta G(\tau^*)}{kT}},$$

et d'après I.12, la vitesse de cisaillement relatif du cristal s'écrit :

$$\dot{\gamma} = \Gamma e^{-\frac{\Delta G(\tau^*)}{kT}}, \qquad \text{I.13}$$

si on pose :

$$\Gamma = \rho \frac{b^2}{\bar{\ell}^2} \bar{A} \nu_D . \qquad \text{I.14}$$

$\Gamma$ dépend de la structure des dislocations présentes dans le cristal, par l'intermédiaire de $\rho$, $\bar{\ell}$ et $\bar{A}$.

Dans un état d'écrouissage donné, en dérivant $\Delta G$ par rapport à T on obtient (24) (28) :

$$\left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma},\tau^*} = \frac{\Delta G}{T} - kT \left(\frac{\partial \operatorname{Log} \dot{\gamma}}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma},\tau^*},$$

ou encore, puisque $\left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma},\tau^*} = \Delta S$ ,

$$kT^2 \left(\frac{\partial \operatorname{Log} \dot{\gamma}}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma},\tau^*} = \Delta H . \qquad \text{I.15}$$

Si au cours d'un essai de fluage ($\tau^* = Cte$) , on fait varier brusquement la température, pour $\gamma$ donné, on peut mesurer $\Delta H$ :

$$\Delta H = k \left( \frac{\partial Log \dot{\gamma}}{\partial \frac{1}{T}} \right)_{\gamma, \tau^*} \quad . \qquad \text{I.16}$$

La mesure de l'énergie $\Delta H$ est également possible à partir d'essais différentiels en traction puisque :

$$\Delta H = -kT^2 \left( \frac{\partial Log \dot{\gamma}}{\partial \tau^*} \right)_{\gamma, T} \left( \frac{\partial \tau^*}{\partial T} \right)_{\gamma, \dot{\gamma}} \quad . \qquad \text{I.17}$$

Un second paramètre d'activation est défini :

$$V = - \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau^*} \right)_{T, \gamma} \quad ,$$

le volume d'activation que l'on peut obtenir à partir d'essais différentiels en traction ou en fluage à température constante :

$$V = kT \left( \frac{\partial Log \dot{\gamma}}{\partial \tau^*} \right)_{T, \gamma} \quad . \qquad \text{I.18}$$

D'après Schoeck (24), on a la relation :

$$\Delta G = \frac{\Delta H + T \frac{\partial \mu}{\partial T} \frac{\tau}{\mu} V}{1 - \frac{T}{\mu} \frac{\partial \mu}{\partial T}}$$

le module de rigidité $\mu$ ne varie pratiquement pas avec la température au-dessous de l'ambiante dans le fer, on peut admettre que $\Delta G \# \Delta H$. $\Delta H$ est improprement appelé $U$ "énergie d'activation", le volume d'activation est alors égal à $- \frac{\partial U}{\partial \tau^*}$ nous adopterons cette écriture dans le reste de ce travail.

En considérant la figure 2 c, on remarque que $V$ est de l'ordre de $b\ell d$ et donne une valeur approximative de la largeur de la barrière.

La contrainte appliquée $\tau$ à un échantillon en cours de traction est fonction de trois variables indépendantes :

- la température T
- la vitesse de traction $\dot{\gamma}$
- l'état d'écrouissage que nous caractérisons par l'allongement relatif $\gamma$ soit :

$$\tau = \tau(\gamma, \dot{\gamma}, T) \quad \text{ou encore}$$

$$\tau = \tau(\gamma, t, T) \quad \text{puisque} \quad \dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} .$$

Cette contrainte est la somme de deux composantes :

$\tau = \tau^* + \tau_i$ , nous envisagerons les deux hypothèses suivantes ;

A) $\tau^*$ est fonction uniquement de $\dot{\gamma}$ et T, et $\tau_i$ de $\gamma$ seulement : phénomène avec durcissement pur.

B) $\tau^*$ est toujours fonction de $\dot{\gamma}$ et T seulement, mais $\tau_i$ varie avec $\gamma$ et t : phénomène avec durcissement et restauration.

Dans les deux cas, $\tau^*$ est gouvernée par un phénomène activé thermiquement et on peut écrire :

$$\delta\tau^* = \frac{kT}{\dot{\gamma}V}\delta\dot{\gamma} - \frac{\Delta H}{VT}\delta T \quad , \qquad \text{I.19}$$

ou encore :

$$\delta\tau^* = \frac{\dot{\gamma}^{\circ} kT}{\dot{\gamma}V}\delta t - \frac{\Delta H}{VT}\delta T \quad . \qquad \text{I.20}$$

I.2.3 - *Phénomène avec durcissement pur*

A la limite élastique, la contrainte appliquée s'écrit :

$$\tau_E = \tau_i(0) + \tau^*(\dot{\gamma}, T)$$

$\tau_i(0)$ dépend de l'état du cristal avant déformation et est de la forme $\alpha \mu b \rho_0^{1/2}$ si $\rho_0$ est la densité de dislocations dans le cristal vierge.

Au cours de la déformation plastique seul $\tau_i$ augmente, nous avons alors la relation :

$$\delta\tau = \delta\tau_i + \delta\tau^* = \left(\frac{\partial \tau_i}{\partial \gamma}\right)_{\dot{\gamma},T} \delta\gamma + \left(\frac{\partial \tau^*}{\partial \dot{\gamma}}\right)_{\gamma,T} \delta\dot{\gamma} + \left(\frac{\partial \tau^*}{\partial T}\right)_{\gamma,\dot{\gamma}} \delta T ,$$

soit, si on définit un coefficient de durcissement $\theta = \left(\frac{\partial \tau_i}{\partial \gamma}\right)_{\dot{\gamma},T}$, il vient :

$$\delta\tau = \theta \delta\gamma + \frac{kT}{\dot{\gamma} V} \delta\dot{\gamma} - \frac{\Delta H}{VT} \delta T , \qquad \text{I.21}$$

ou encore :

$$\delta\tau = \theta \delta\gamma + \frac{\dot{\gamma}_\infty kT}{\dot{\gamma} V} \delta t - \frac{\Delta H}{VT} \delta T . \qquad \text{I.22}$$

La courbe de consolidation est donnée par :

$$\tau = \tau_E + \theta(\gamma).\gamma . \qquad \text{I.23}$$

Un essai de relaxation s'effectue avec $\gamma$ et T constants, soit :

$$d\tau = d'\tau^* = \frac{\dot{\gamma}_\infty}{\dot{\gamma}} \frac{kT}{V} dt . \qquad \text{I.24}$$

Si nous tenons compte de I.9, il vient :

$$\dot{\tau}^* = \frac{\dot{\tau}^{\infty *}}{\dot{\tau}^{\circ *}} \frac{kT}{V}$$

qui conduit après intégration, en supposant que V reste constant, à la relation :

$$\tau_o^* - \tau^* = \frac{kT}{V} \, Log\left(\frac{V}{kT} \frac{\dot{\gamma}_o^{\circ}}{M'} t + 1\right) \qquad \text{I.25}$$

où $\tau_o^*$ et $\dot{\gamma}_o^{\circ}$ sont respectivement la composante thermique de la contrainte et la vitesse relative de cisaillement au début, t = 0, de la relaxation.

De telles courbes de relaxation, on déduit le volume d'activation du phénomène activé thermiquement qui gouverne la déformation.

L'essai de fluage a lieu à température et contrainte constantes, la relation I.22 devient :

$$\theta d\gamma + \frac{\dot{\gamma}^{\infty}}{\dot{\gamma}^{\circ}} \frac{kT}{V} dt = 0$$

qui, après intégration, V et $\theta$ étant supposés constants, conduit à :

$$\gamma - \gamma_o = \frac{kT}{\theta V} \, Log\left(\frac{V\theta}{kT} \dot{\gamma}_o^{\circ} t + 1\right) \qquad \text{I.26}$$

où $\gamma_o$ et $\dot{\gamma}_o^{\circ}$ sont respectivement le cisaillement relatif et la vitesse de cisaillement au départ, t = 0, du fluage.

Les équations des courbes de fluage et de relaxation que nous venons d'établir, ont la même forme que celles proposées par d'autres auteurs (27) (29). Ils les avaient introduites pour expliquer des mécanismes bien particuliers de déformation ; ici la démonstration est beaucoup plus générale,

puisque la seule hypothèse faite est que la déformation plastique est gouvernée par un phénomène activé thermiquement peu influencé par l'écrouissage. D'autre part, la méthode de calcul reste valable même si cette hypothèse n'est pas vérifiée ; nous en donnons un exemple au paragraphe suivant.

### I.2.4 - *Phénomène avec durcissement et restauration*

Comme dans le cas précédent, seul $\tau_i$ varie au cours de la déformation plastique, mais si on observe un durcissement dû à l'écrouissage, celui-ci est compensé par un adoucissement au cours du temps. On peut traduire ceci par la relation :

$$\delta\tau_i = \left(\frac{\partial\tau_i}{\partial\gamma}\right)_{t,T}\delta\gamma + \left(\frac{\partial\tau_i}{\partial t}\right)_{\gamma,T}\delta t$$

ou encore :

$$\delta\tau_i = \theta\,\delta\gamma - r\,\delta t \qquad \text{I.27}$$

avec $r = -\left(\frac{\partial\tau_i}{\partial t}\right)_{\gamma,T}$ qui est un coefficient de restauration.

La variation $\delta\tau = \delta\tau^* + \delta\tau_i$ s'écrit alors :

$$\delta\tau = \theta\,\delta\gamma + \left(\frac{\dot\gamma^\infty}{\dot\gamma}\frac{kT}{V} - r\right)\delta t - \frac{\Delta H}{VT}\,\delta T\,. \qquad \text{I.28}$$

Une courbe de consolidation tracée dans ces conditions à une température T et à une vitesse $\dot\gamma = \dot\gamma_0$ présente un durcissement :

$$\frac{d\tau}{d\gamma} = \theta - \frac{r}{\dot\gamma_0} \qquad \text{I.29}$$

plus faible que celui observé sans restauration.

Si nous calculons comme précédemment la forme des courbes de relaxation, la relation I.28 devient :

$$\dot{\tau} = \frac{\dot{\gamma}^{\infty}}{\dot{\gamma}} \frac{kT}{V} - r$$

qui, après intégration, en supposant que V et $r$ restent constants durant la relaxation, conduit à une courbe de la forme

$$\tau_0 - \tau = \frac{kT}{V} \operatorname{Log}\left[\frac{\dot{\gamma}_0}{M'r}\left(e^{\frac{rV}{kT}t} - 1\right) + 1\right] \qquad \text{I.30}$$

Au début de la relaxation (quand $t \longrightarrow 0$ ) la relation I.30 est proche de :

$$\tau_0 - \tau = \frac{kT}{V} \operatorname{Log}\left(\frac{\dot{\gamma}_0}{M'} \frac{V}{kT} t + 1\right)$$

soit de I.25. Ce qui permet d'obtenir tout de même le volume d'activation à partir de courbes de relaxation tracées dans des conditions où se produit une restauration.

A la fin de la relaxation (quand $t \longrightarrow \infty$ ), la courbe d'équation I.30 tend vers une droite de pente $-r$ ; cette droite est atteinte lorsque $\tau^* = 0$ et on observe alors que $\tau_i$ diminue à une vitesse égale à $r$.

Pour le fluage, de la même manière, I.28 s'écrit :

$$d\gamma = \left(\frac{r}{\theta} - \frac{\dot{\gamma}^{\infty}}{\dot{\gamma}} \frac{kT}{V\theta}\right) dt$$

qui, si $V, \theta$ et $r$ sont supposés constants, conduit après intégration, à la relation :

$$\gamma - \gamma_0 = \frac{kT}{V\theta} \operatorname{Log}\left[\frac{\dot{\gamma}_0 \theta}{r}\left(e^{\frac{rV}{kT}t} - 1\right) + 1\right] \qquad \text{I.31}$$

qui tend vers la forme logarithmique I.26 lorsque t devient petit et vers une droite de pente $\frac{r}{\theta}$ c'est-à-dire un fluage linéaire lorsque t prend des valeurs assez grandes.

# C H A P I T R E  II

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

## II-1. ECHANTILLONS

### II.1.1 - *Elaboration des échantillons*

Les "whiskers" que nous avons utilisés ont été préparés suivant une méthode voisine de celle de Brenner (30) : réduction du chlorure ferreux par l'hydrogène vers 600°C.

Le mode expérimental est le suivant :

Du chlorure ferreux "purifié desséché" fourni par "Prolabo" et placé dans une nacelle en alumine frittée. L'ensemble est disposé au centre d'un four tubulaire dans lequel on maintient un faible courant d'Argon pur ; la montée en température du four se fait avec deux paliers : le premier à 500°C pendant un quart d'heure afin d'éliminer au maximum les produits dégazés, le second à 650°C pendant Ih30 pour produire la sublimation de $FeCl_2$. Cette température étant maintenue, on remplace le courant d'Argon par un courant d'hydrogène pur pendant cinq heures : durant cette période $FeCl_2$ en phase gazeuse est réduit par $H_2$ ; le fer obtenu se dépose en partie sur la nacelle sous forme de fins filaments : les whiskers. On laisse ensuite le four se refroidir en conservant le courant d'hydrogène et on récupère le nacelle qui est placée sous

vide jusqu'à utilisation des échantillons afin d'éviter l'oxydation.

Les résultats obtenus sont très irréguliers, en particulier les températures et temps donnés sont des moyennes, car il faut souvent modifier légèrement les conditions expérimentales pour obtenir les échantillons désirés.

### II.1.2 - *Sélection des échantillons*

Les whiskers sont obtenus sous forme de touffes de filaments adhérant à la nacelle. Ces filaments sont soit rectilignes, soit brisés, dans ce cas les angles sont le plus souvent égaux à 90°. Ils peuvent se ramifier, les angles des ramifications sont droits en général. Quelquefois, ils forment dans la nacelle un véritable grillage à trois dimensions, les whiskers sont alors déformés et les noeuds du grillage se présentent sous forme de soudures à facettes d'où émergent les whiskers.

Nous ne nous intéressons qu'aux échantillons rectilignes fixés sur la nacelle à une seule extrémité.

Les très nombreuses observations que nous avons faites de ces échantillons au microscope métallographique montrent qu'ils ont le plus souvent la forme de parallélépipèdes ou de troncs de pyramides à angles au sommet très faibles. Les faces sont très brillantes, lisses et se raccordent à angles vifs ; cependant, il arrive qu'elles portent des défauts, ramifications, marches ou autres qui ont toujours une géométrie très simple.

Les sections de ces filaments sont variables ; elles sont, dans 90 % des cas, carrées ou rectangulaires ; on rencontre plus rarement des sections hexagonales, octogonales ou en losanges. Nous choisissons, pour nos expériences, les échantillons à section carrée ou rectangulaire ayant un rapport des côtés compris entre 0,9 et 1.

Les études cristallographiques faites sur des whiskers de fer (3) (31), tels que ceux-ci, montrent que leur croissance s'effectue suivant l'axe $\langle 100 \rangle$ et qu'ils sont limités par quatre plans (100). Ceci concorde avec les clichés de rayons X faits par Webb (32) sur certains de nos monocristaux.

Le choix des échantillons ainsi que la mesure de leur section se fait au microscope métallographique. Nous ne conservons que ceux présentant une taille suffisante - faces de largeur comprise entre 80 et 150 $\mu$ - afin d'éliminer "l'effet de taille" existant sur les plus fins (5). De plus, il faut que cette section reste constante sur la longueur de l'échantillon et que les faces ne présentent pas de défauts visibles par cette méthode. La largeur de chacune des faces est mesurée au moins en trois endroits différents distants de plusieurs millimètres par comparaison avec un micromètre : chaque mesure est faite à 0,5 $\mu$ près. Si la variation de section par cm dépasse 2 %, l'échantillon est rejeté, c'est-à-dire que, compte tenu de cette variation possible sur la longueur, la section est toujours appréciée à mieux de 5 %.

La longueur des monocristaux utilisés est de l'ordre du cm, de manière à garder après fixation sur l'appareil une longueur utile de 4 mm environ (seules les mesures de fluage à basse température demandent des longueurs supérieures pour répondre aux conditions fixées en I.1.3). Cette longueur utile est mesurée à l'aide d'un comparateur optique ; le manque de précision vient surtout de la mauvaise définition des deux

points exacts de fixation à l'intérieur des soudures : on peut estimer à 10 % l'erreur commise sur la mesure de la longueur utile.

### II.1.3. *Pureté des échantillons*

Le produit de départ est un chlorure de pureté moyenne, 99 % au minimum d'après le fournisseur. Nous n'avons pas employé de produit plus pur car un tel chlorure n'a jamais fourni de whiskers, malgré de nombreux essais ; il est probable qu'une ou plusieurs des impuretés servent de catalyseurs à la formation des whiskers. De toute manière, le dégazage qui est effectué à 500°C, et surtout la sublimation, doivent notablement purifier le chlorure qui entre en réaction.

L'hydrogène utilisé a subi un passage dans les purificateurs du liquéfacteur ce qui élimine pratiquement tous les gaz en impuretés sauf l'hélium. Les whiskers obtenus peuvent contenir un peu d'hydrogène en inclusion mais leur conservation sous vide pendant au moins 48 heures doit provoquer une diffusion rapide de ce gaz vers l'extérieur à cause des faibles dimensions des échantillons.

Leur faible volume, de l'ordre de $10^{-4}$ $cm^3$, rend difficile une analyse individuelle. Nous avons seulement tenté d'avoir un ordre de grandeur de la pureté. Des mesures du rapport des résistivités entre 273 et 4°K ont été menées sur des échantillons identiques à ceux utilisés en traction. Les rapports $\rho_{273°K}/\rho_{4°K}$ obtenus étaient compris entre 500 et 1000 en champ magnétique nul, pour un courant de 1 mA. Rosenmann (33), sur nos échantillons et dans les mêmes conditions de

champ et de courant, a trouvé des rapports de 1000 à 2000 en prenant des précautions pour éviter les contraintes sur les échantillons lors du refroidissement. De tels rapports correspondraient à un taux d'impuretés de l'ordre de 10 ppma (34)-(36).

Rappelons que Conte (4), sur les mêmes échantillons, avait fait des mesures de frottement interne et n'avait observé aucune variation de l'amortissement en fonction de la température entre 20 et 120°C. En particulier, il n'a pas pu mettre en évidence les pics du carbone et de l'azote en inclusion qui, pour la fréquence d'oscillation utilisée (1 Hz), auraient dû apparaître vers 30 et 40°C environ.

Nous avons essayé d'analyser les métaux se trouvant en substitution dans les whiskers à l'aide d'un spectrographe à flamme après avoir mis en solution les whiskers de plusieurs mois de production : de tous les métaux recherchés (Ni, Cu, Co, ...) seul Mn a été détecté (environ 10 ppma étaient présents) ; la sensibilité de l'appareil est de l'ordre du ppm. Ce résultat peut confirmer la présence sur la surface des whiskers de fer de fines particules de MnO qui auraient servi de catalyseur pour leur formation (37).

Toutes ces mesures indiquent que les échantillons contiendraient certainement moins de 100 ppm d'impuretés et peut-être même moins de 10 ppm.

### II.1.4 - *Systèmes de glissement*

Dans les métaux de structure cubique centrée, les systèmes de glissement sont assez mal définis. En effet, si la

direction de glissement correspond toujours à la direction $\langle 111 \rangle$ la plus sollicitée, les plans de glissement sont variables et, en particulier, le plan de glissement primaire :

- Taylor et Elam (38) n'ont pas observé de plan de glissement bien défini, cependant celui-ci avait lieu suivant une surface voisine du plan de cission maximale, ils ont émis l'hypothèse du "pencil glide".

- Barrett et al (38) ont constaté que trois familles de plans $\{110\}$ $\{112\}$ $\{123\}$ pouvaient servir au glissement dans le fer.

- Jaoul et Gonzalès (40) ont remarqué que le plan de glissement était toujours proche du plan de cission maximale.

Un tableau de Bowen et al (41) montre que toutes les observations faites depuis ont conduit à des résultats semblables et aussi dispersés.

Deux règles, souvent contredites par l'expérience, ont été proposées pour déterminer ce plan de glissement:

- Andrade et Chow (42) supposent que le plan de glissement est lié à la température T de l'expérience ; Tf étant la température de fusion du métal, on aurait :

- si $T/T_f < 0,25$ glissement suivant $\{112\}$
- si $0,25 < T/T_f < 0,5$ glissement suivant $\{110\}$
- pour $T$ grand, glissement suivant $\{123\}$

- Opinsky et Smoluchowski (43) admettent que le glissement a lieu dans le plan des familles $\{110\}$ $\{112\}$ ou $\{123\}$ le plus voisin du plan de cission maximale.

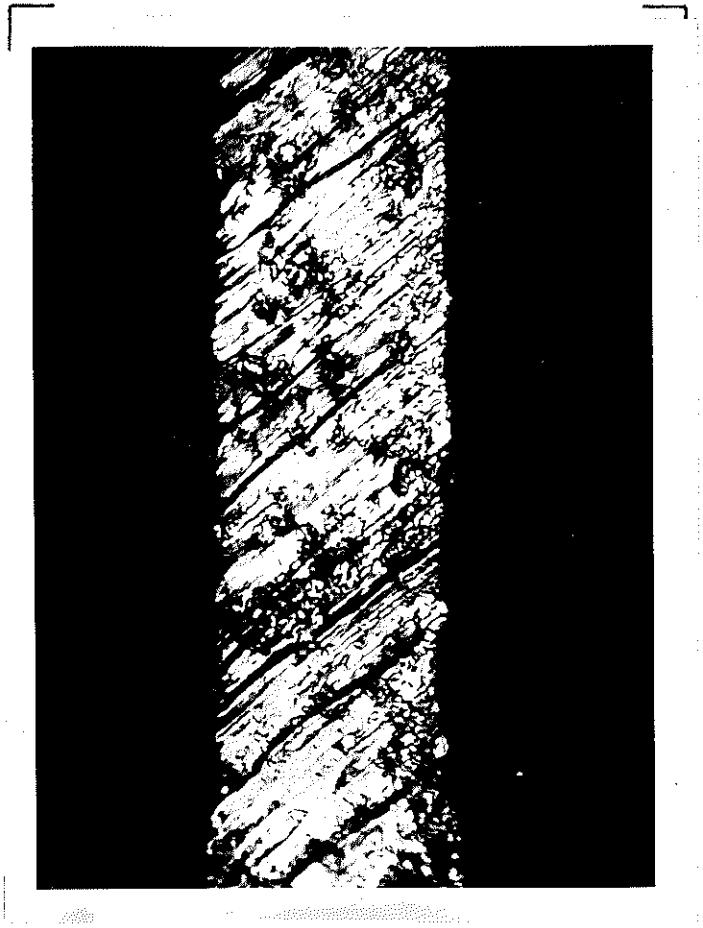


photo.1

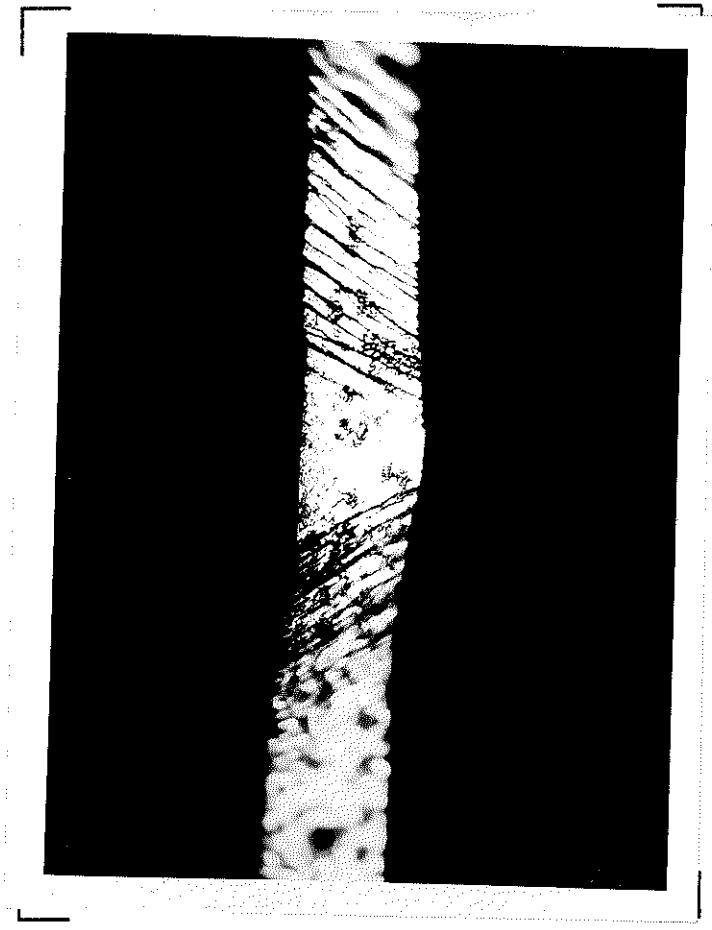


photo.2

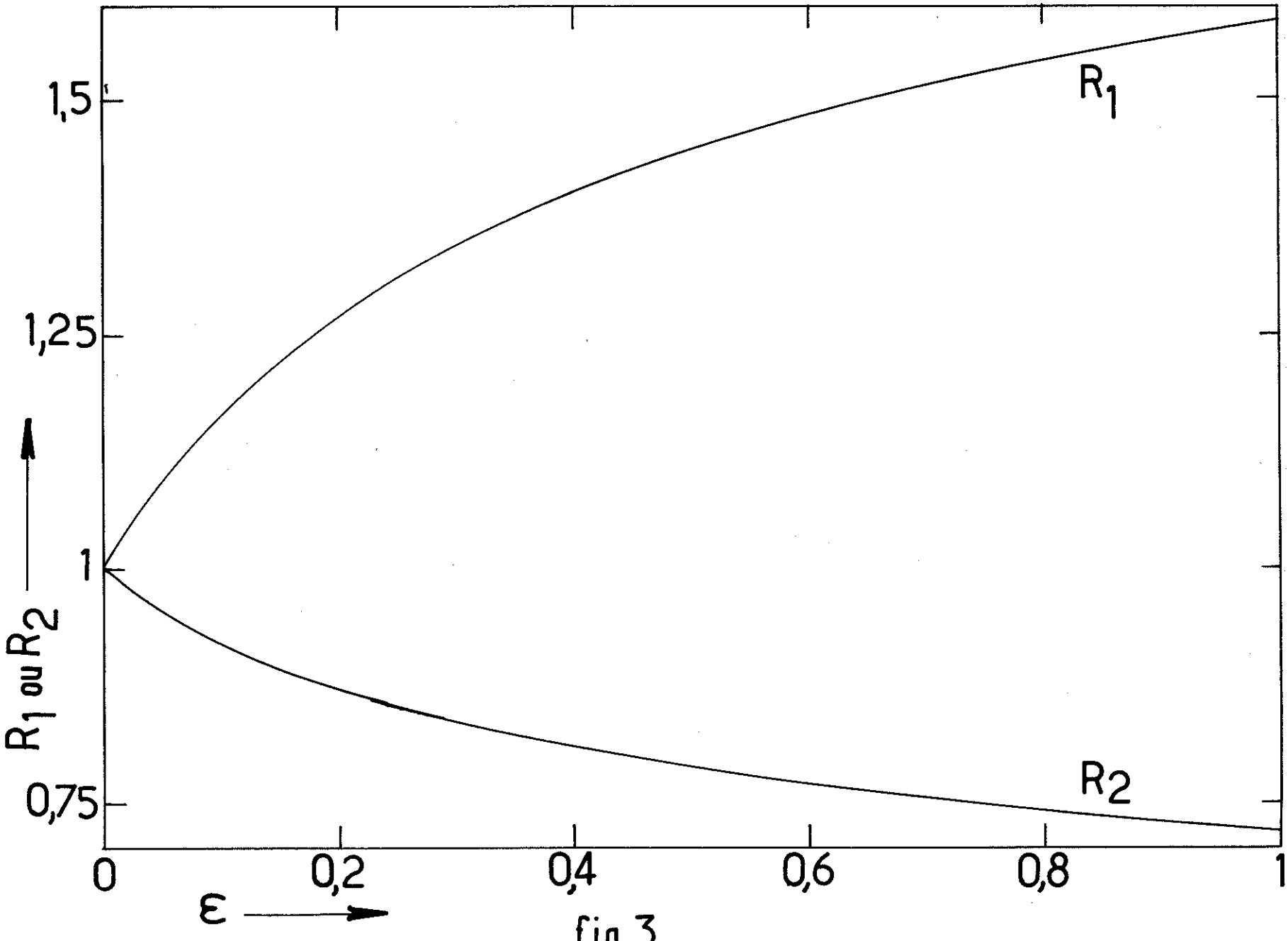



fig.3

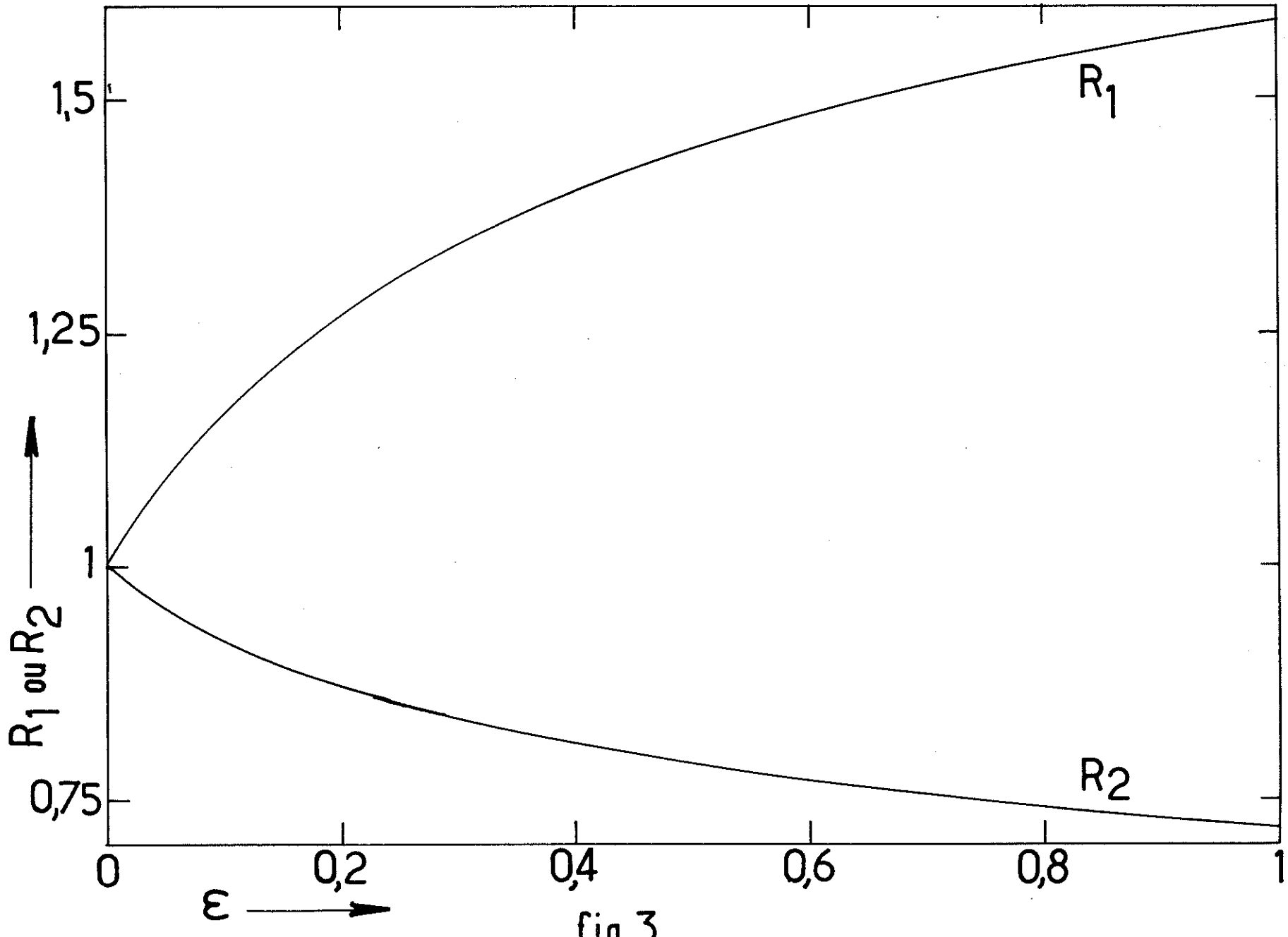



fig.3

Dans le cas de nos échantillons, l'axe étant [100] les plans et directions de cission maximale sont :

$$[111]\ (11\bar{2}) \qquad [\bar{1}11]\ (1\bar{1}2)$$
$$[11\bar{1}]\ (112) \quad \text{et} \quad [1\bar{1}1]\ (\bar{1}12)$$

on devrait donc observer quatre systèmes de glissement. Jaoul et Gonzalès (40) l'ont effectivement vu : les quatre systèmes interviennent dans des zones privilégiées du cristal.

Le plus souvent, nos whiskers montrent un seul système de glissement $\{112\}\ \langle 111\rangle$ ; dans de rares cas nous en avons observés deux dans des régions différentes de l'éprouvette (voir photos).

Comme nous le verrons plus loin, il est certain que les quatre systèmes de glissement sont actifs mais un seul semble prédominer et, macroscopiquement, la déformation de l'éprouvette correspond à ce seul glissement.

Pour passer des courbes de traction $\sigma(\varepsilon)$ aux courbes de consolidation $\tau(\gamma)$ nous avons fait l'hypothèse qu'un seul des systèmes intervenait. Le facteur de Schmid $\varphi_0 = \cos\lambda_0 \cos\varphi_0$ est alors égal à $\sqrt{2}/3 \# 0{,}4714$ et les corrections dues à la rotation de la direction de glissement vers l'axe de traction - derniers facteurs des formules I.3 et I.4 - sont portées figure 3.

Ce sont ces grandeurs qui permettent de passer des courbes $\sigma(\varepsilon)$ aux courbes $\tau(\gamma)$ telles qu'elles sont présentées dans ce travail.

## II.2 - APPAREIL DE TRACTION

### II.2.1 - *Mesure des allongements*

Il s'agit de mesurer des allongements atteignant quelques mm avec une précision de l'ordre du % et une sensibilité inférieure au micron. Nous avons utilisé un transformateur différentiel "Cimatran" type T 30 N suivi d'un enregistreur "Cimatie" type E.R. 100.

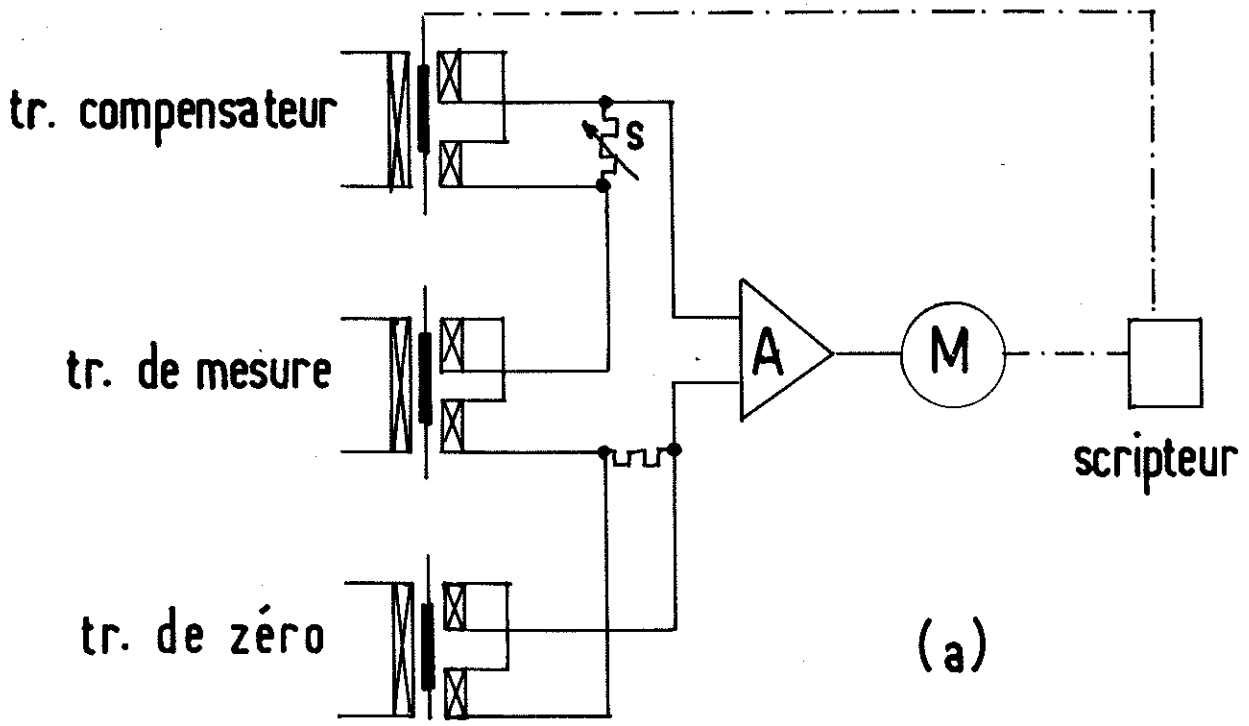
Le transformateur différentiel se compose d'un noyau magnétique mobile dans une bobine constituée d'un primaire et de deux secondaires identiques disposés symétriquement de chaque côté du primaire et montés en opposition. Le principe de fonctionnement est celui d'une variation linéaire du flux entre le primaire et les deux secondaires lorsque l'on déplace le noyau magnétique devant les bobinages. Si la tension primaire est constante, la tension secondaire varie proportionnellement au déplacement du noyau sur une certaine longueur (1,5 mm de chaque côté de la position symétrique).

L'enregistreur est un servomécanisme composé :

- d'un transformateur différentiel compensateur identique à celui qui sert à la mesure, monté en opposition avec celui-ci et dont la position du noyau est liée mécaniquement à celle du scripteur,

- d'un amplificateur du signal donné par ces deux transformateurs,

- d'un servomoteur alimenté par ce signal amplifié, qui entraîne le scripteur (fig. 4a).


tr. compensateur
s
tr. de mesure
A
M
scripteur
tr. de zéro
(a)

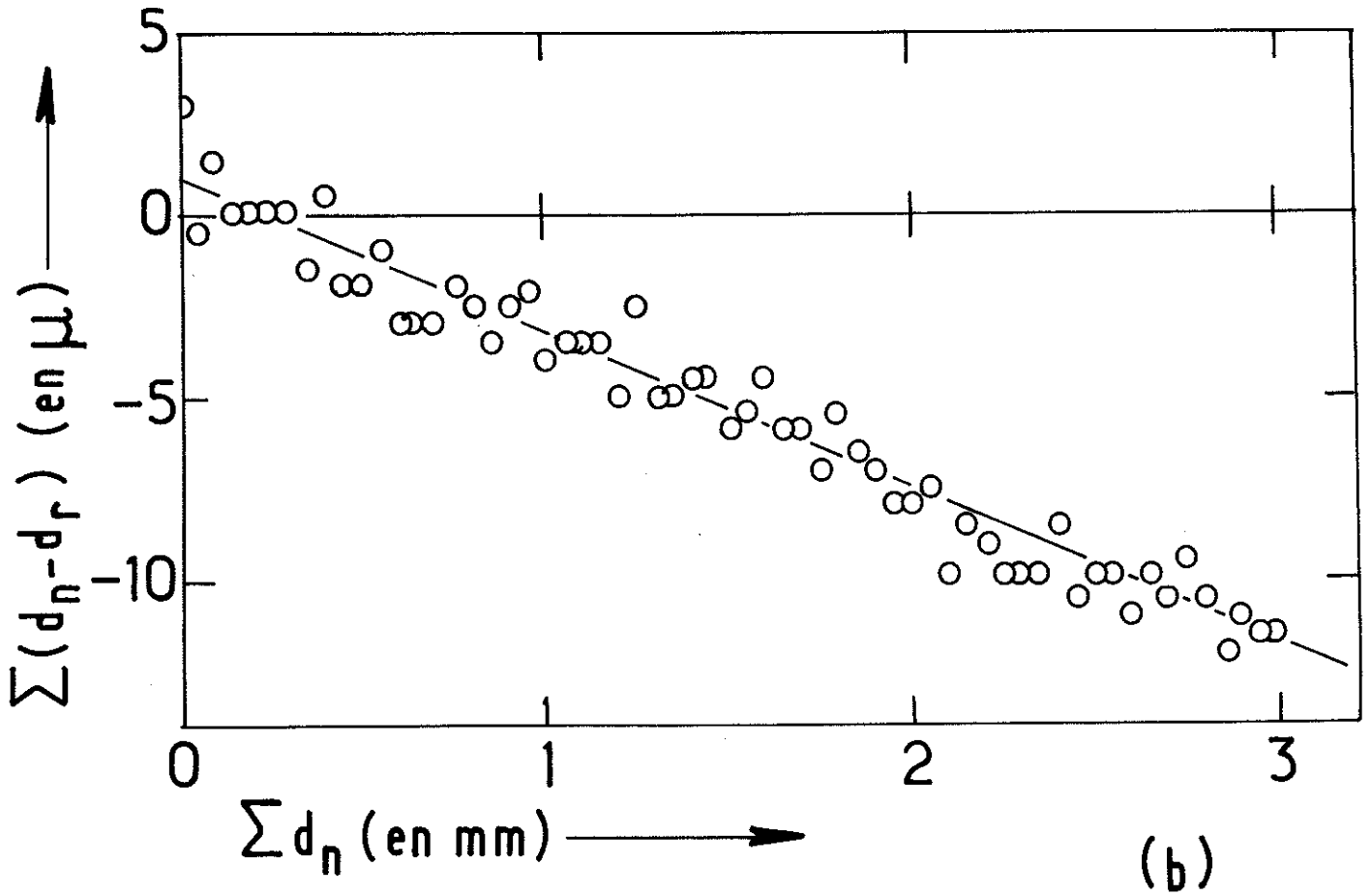
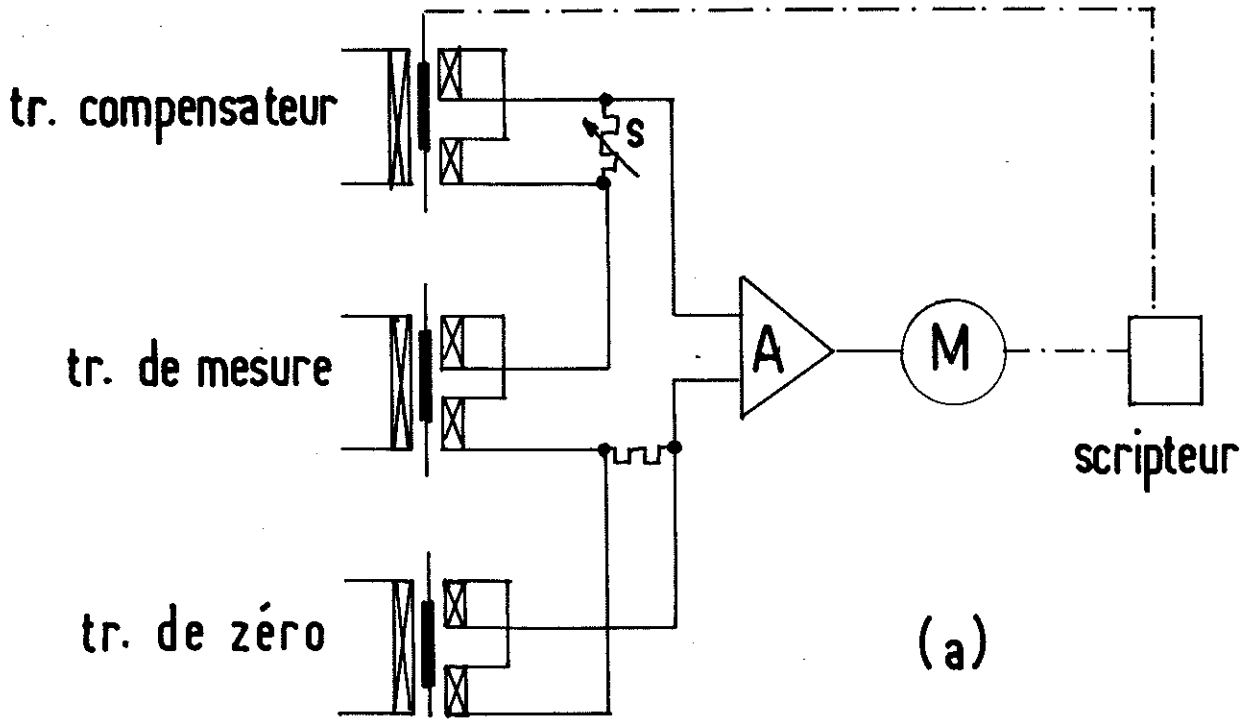

5
0
-5
-10
0
1
2
3
$\sum(d_n-d_r)$ (en $\mu$)
$\sum d_n$ (en mm)
(b)

fig.4


tr. compensateur
s
tr. de mesure
A
M
scripteur
tr. de zéro
(a)

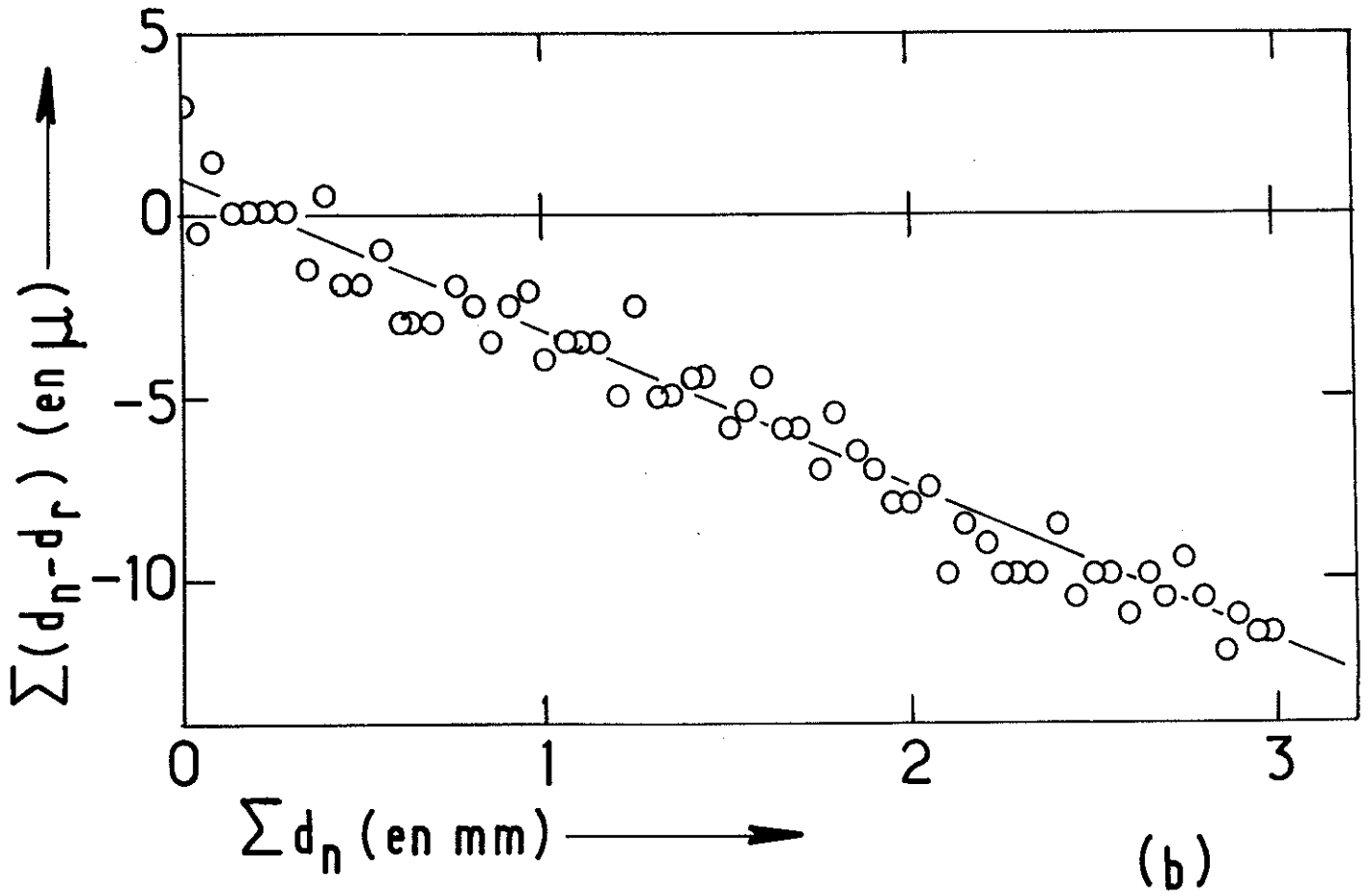

5
0
-5
-10
$\Sigma(d_n-d_r)$ (en μ)
0
1
2
3
$\Sigma d_n$ (en mm)
(b)

fig.4

## II.2 - APPAREIL DE TRACTION

### II.2.1 - *Mesure des allongements*

Il s'agit de mesurer des allongements atteignant quelques mm avec une précision de l'ordre du % et une sensibilité inférieure au micron. Nous avons utilisé un transformateur différentiel "Cimatran" type T 30 N suivi d'un enregistreur "Cimatie" type E.R. 100.

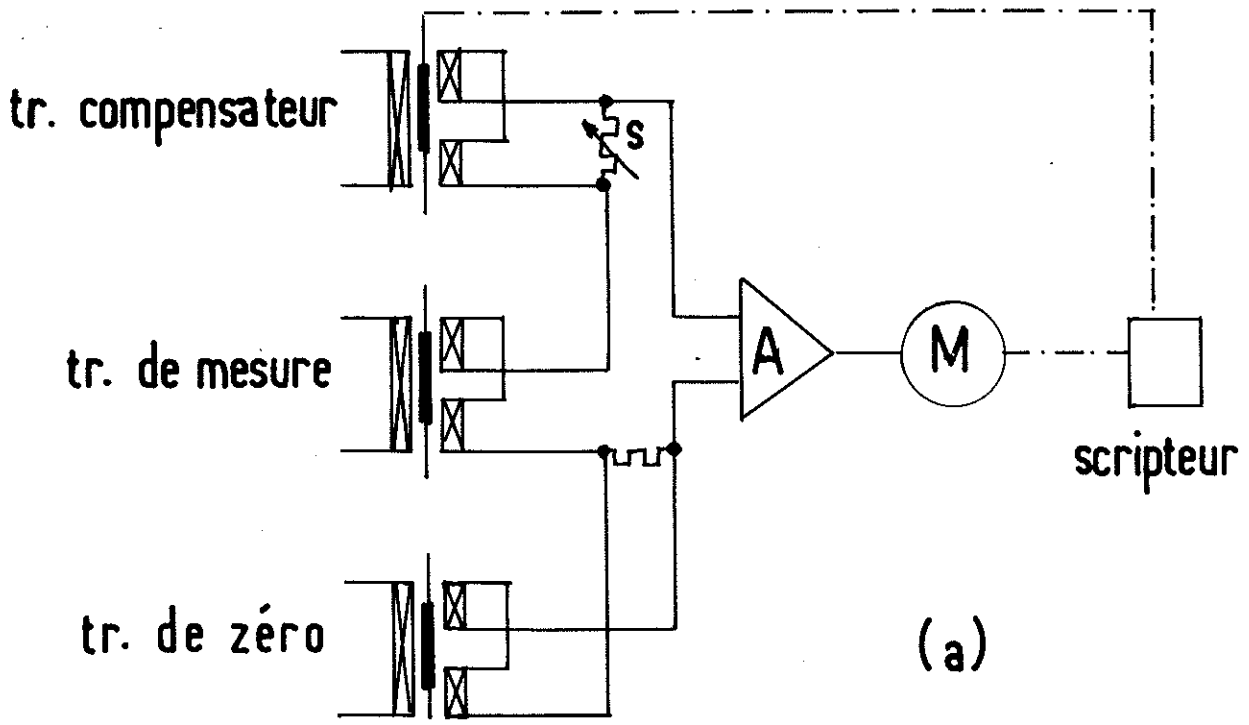
Le transformateur différentiel se compose d'un noyau magnétique mobile dans une bobine constituée d'un primaire et de deux secondaires identiques disposés symétriquement de chaque côté du primaire et montés en opposition. Le principe de fonctionnement est celui d'une variation linéaire du flux entre le primaire et les deux secondaires lorsque l'on déplace le noyau magnétique devant les bobinages. Si la tension primaire est constante, la tension secondaire varie proportionnellement au déplacement du noyau sur une certaine longueur (1,5 mm de chaque côté de la position symétrique).

L'enregistreur est un servomécanisme composé :

- d'un transformateur différentiel compensateur identique à celui qui sert à la mesure, monté en opposition avec celui-ci et dont la position du noyau est liée mécaniquement à celle du scripteur,

- d'un amplificateur du signal donné par ces deux transformateurs,

- d'un servomoteur alimenté par ce signal amplifié, qui entraîne le scripteur (fig. 4a).


tr. compensateur
s
tr. de mesure
A
M
scripteur
tr. de zéro
(a)

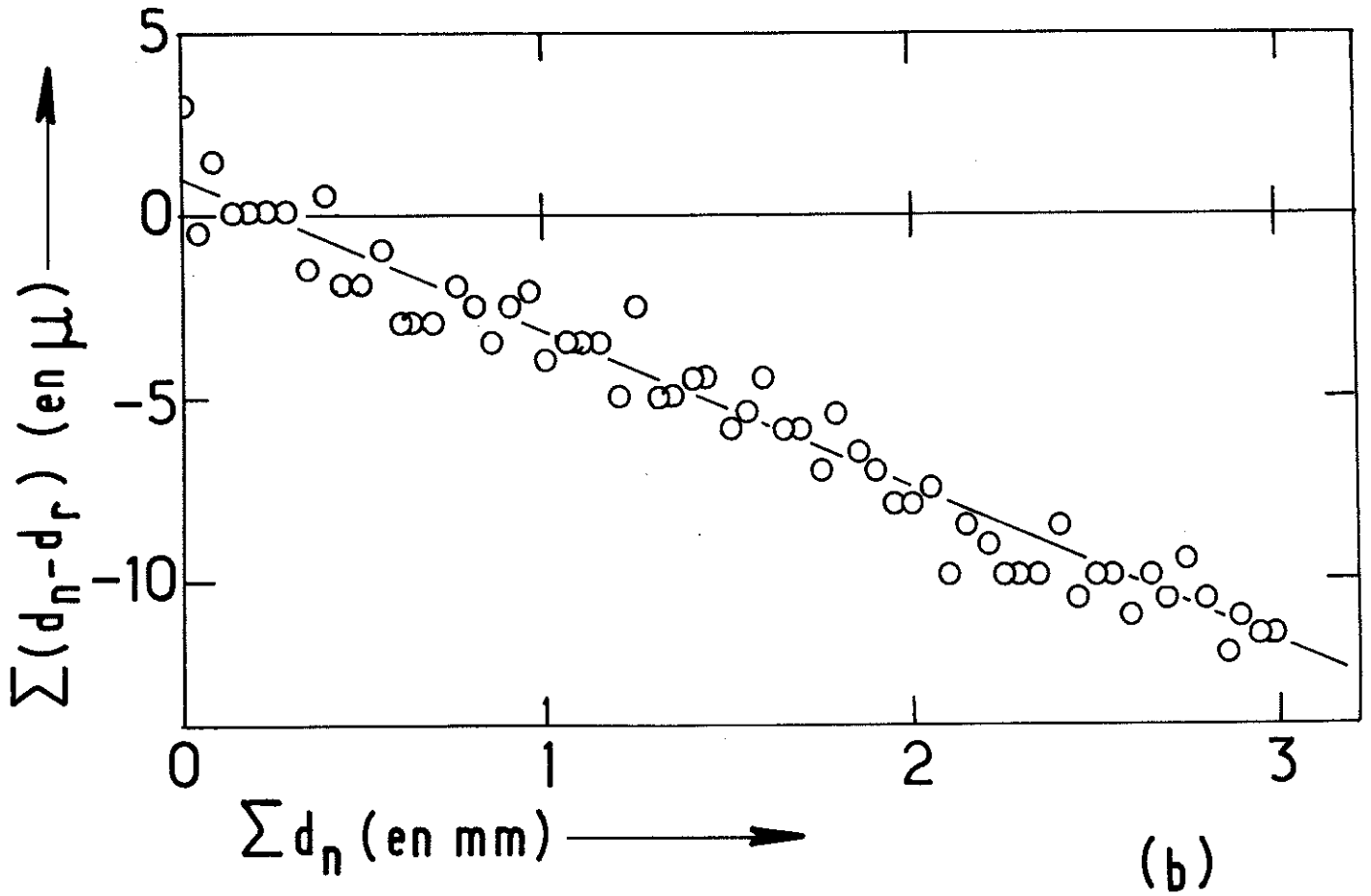

5
0
-5
-10
0
1
2
3
$\Sigma(d_n-d_r)$ (en $\mu$)
$\Sigma d_n$ (en mm)
(b)

fig.4

## II.2 - APPAREIL DE TRACTION

### II.2.1 - *Mesure des allongements*

Il s'agit de mesurer des allongements atteignant quelques mm avec une précision de l'ordre du % et une sensibilité inférieure au micron. Nous avons utilisé un transformateur différentiel "Cimatran" type T 30 N suivi d'un enregistreur "Cimatie" type E.R. 100.

Le transformateur différentiel se compose d'un noyau magnétique mobile dans une bobine constituée d'un primaire et de deux secondaires identiques disposés symétriquement de chaque côté du primaire et montés en opposition. Le principe de fonctionnement est celui d'une variation linéaire du flux entre le primaire et les deux secondaires lorsque l'on déplace le noyau magnétique devant les bobinages. Si la tension primaire est constante, la tension secondaire varie proportionnellement au déplacement du noyau sur une certaine longueur (1,5 mm de chaque côté de la position symétrique).

L'enregistreur est un servomécanisme composé :

- d'un transformateur différentiel compensateur identique à celui qui sert à la mesure, monté en opposition avec celui-ci et dont la position du noyau est liée mécaniquement à celle du scripteur,

- d'un amplificateur du signal donné par ces deux transformateurs,

- d'un servomoteur alimenté par ce signal amplifié, qui entraîne le scripteur (fig. 4a).

On peut agir sur la sensibilité de l'appareil en diminuant la réaction du transformateur compensateur à l'aide de la résistance variable $\mathcal{S}$ . Un transformateur identique aux précédents sert à faire varier le zéro électrique de l'ensemble par déplacement de son noyau, ce qui permet de garder une bonne sensibilité sur toute la zone de linéarité du transformateur de mesure.

Nous avons étalonné ce dispositif pour quatre sensibilités nominales $S_n$ à l'aide d'une vis micrométrique graduée tous les 0,01 mm. Pour chaque gamme de $S_n$, nous avons fait 60 déplacements de $d_n$ = 0,05 mm afin de couvrir les 3 mm de course linéaire du noyau du transformateur de mesure, en pratiquant les changements d'origine nécessaires. Les courbes $\Sigma(d_n - d_r)$ en fonction de $\Sigma d_n$ où $d_r$ est le déplacement mesuré correspondant au déplacement imposé $d_n$ , ont permis malgré l'insuffisance de précision sur les $d_n$ de connaître l'erreur systématique sur la sensibilité $\Delta S/S$ . Une de ces courbes est représentée fig. 3b et les résultats pour les quatre sensibilités sont réunis dans le tableau suivant:

| $S_n$ (mm/$\mu$) | $\mathcal{S}$ ($\Omega$) | $\Delta S/S$ (%) |
|---|---|---|
| 2,5 | 2,2 | + 0,4 |
| 1,25 | 6,8 | + 0,1 |
| 0,5 | 22 | - 0,4 |
| 0,25 | $\infty$ | + 0,3 |

Sur la plus grande sensibilité, on détecte aisément un déplacement de 0,2 $\mu$ ; un déplacement de 1 $\mu$ est mesuré à 20 % près et dès 10 $\mu$ on tombe à quelques % d'incertitude.

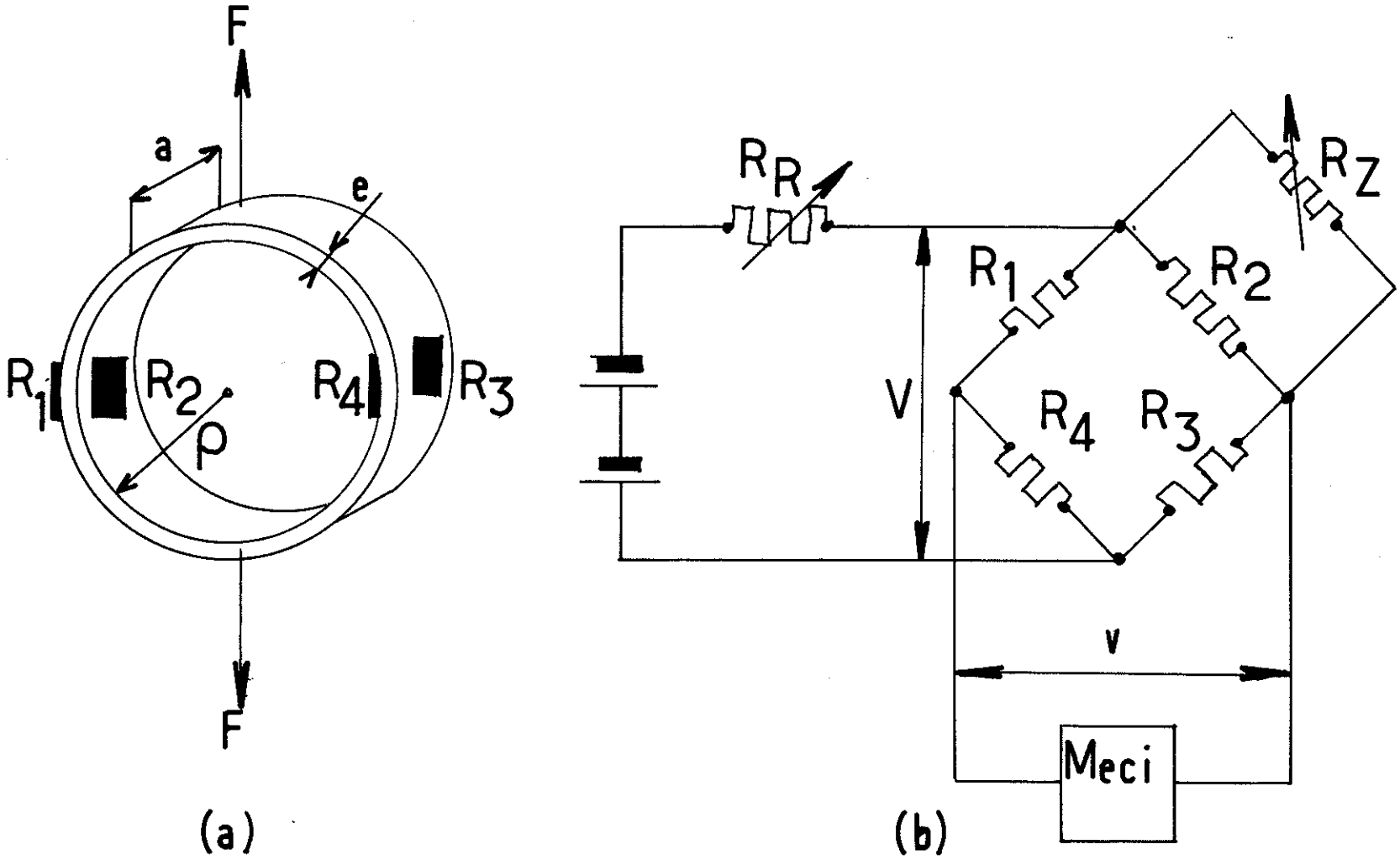



fig.5

II.2.2 - *Mesure des charges en traction*

Il nous faut mesurer une tension sans trop perturber la rigidité du système de transmission de celle-ci : nous avons choisi un anneau dynamométrique.

Cet anneau doit être mis en série avec l'échantillon et si nous voulons garder sur ce dernier une vitesse d'allongement à peu près constante, il faut que la déformation de l'anneau soit faible devant celle de l'éprouvette : nous nous sommes fixé une flèche admissible de 50 $\mu$ pour 1 Kg.

L'anneau dynamométrique est un corps d'épreuve en acier inoxydable ; il porte sur le diamètre perpendiculaire à la tension 4 jauges de contraintes identiques (fig. 5a) montées en pont de Wheastone afin d'additionner leurs effets (fig. 5b).

Le système est régi par la relation électrique du pont :

$$v = \frac{V}{4}\left(\frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2} + \frac{\Delta R_3}{R_3} - \frac{\Delta R_4}{R_4}\right),$$

celles des jauges de contraintes :

$$\frac{\Delta R_i}{R_i} = K\varepsilon_i \,, \qquad \text{(avec i = 1, 2, 3 ou 4)}$$

et celles qui donnent les déformations mécaniques sur l'anneau :

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_3 = -\varepsilon_2 = -\varepsilon_4 = \frac{3Fp}{Eae^3}\left(1 - \frac{2}{\pi}\right);$$

la flèche de l'anneau est donnée par :

$$f = \frac{12\,Fp^3}{Eae^3}\left(\frac{\pi}{4} - \frac{2}{\pi}\right).$$

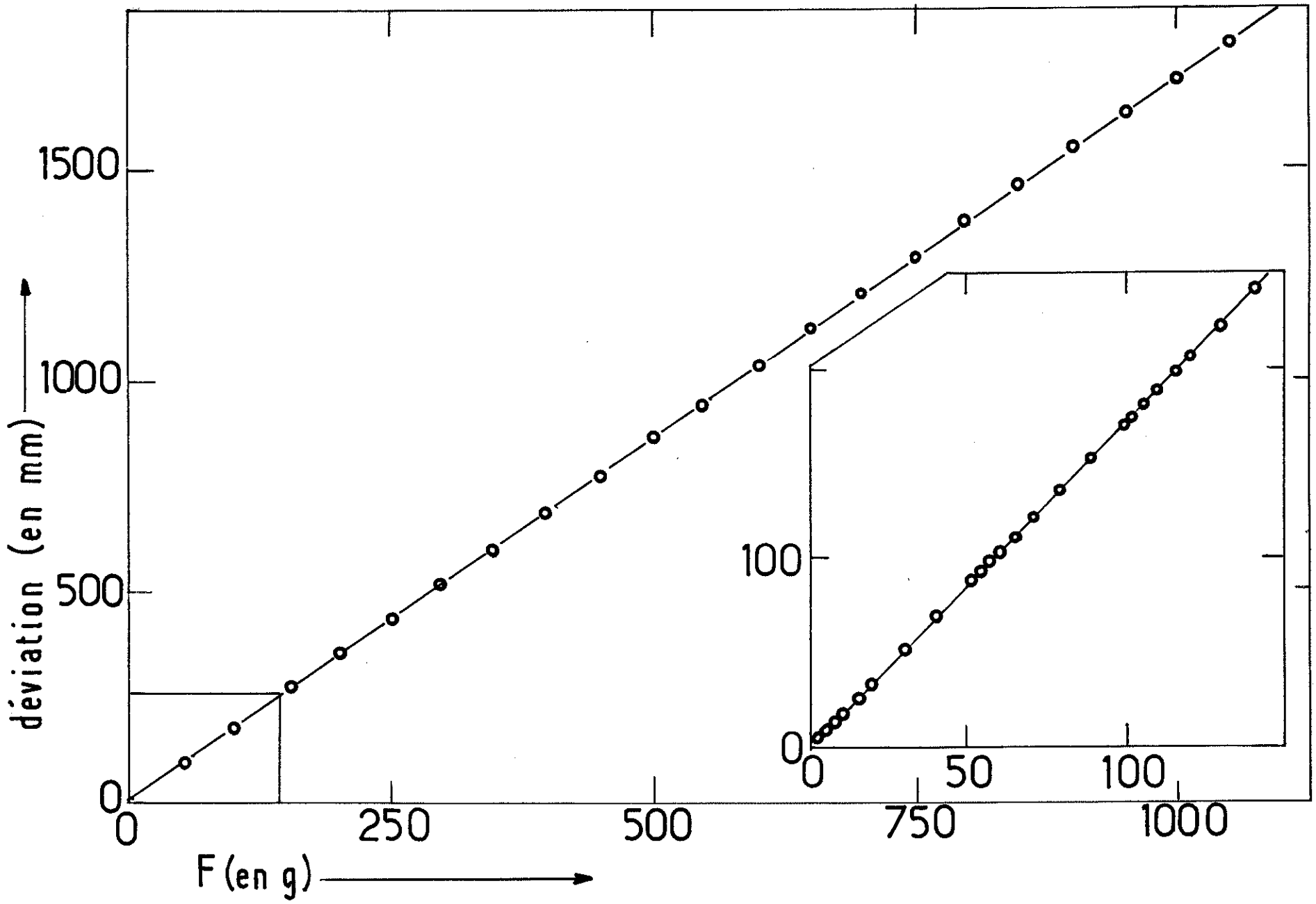

1500
1000
500
0
déviation (en mm)
0
250
500
750
1000
F (en g)
100
0
50
100

fig.6

Les notations utilisées sont définies sur la figure 5 et E représente le module d'Young de l'acier inoxydable, soit $E \# 20.000\ Kg/mm^2$.

En tenant compte de la déformation admissible de l'anneau, de la sensibilité des appareils de mesures électriques et des caractéristiques des jauges de contraintes existantes, nous avons déterminé les dimensions de l'anneau :

$\rho = 30$ mm  $e = 1,4$ mm  et  $a = 20$ mm

Les jauges utilisées sont des jauges "Kulite" en semi-conducteur, fournies par Budd S.A., type DB 112 de 120 $\Omega$ qui ont un facteur de jauge K = 58 à 20°C et une faible sensibilité à la température : $\frac{\Delta K}{K} = -3$ % pour 100°.

Le montage électrique est présenté fig.5 b ; l'alimentation est faite par deux accumulateurs de 2 V et une résistance $R_R$ de réglage du courant. Le détecteur est un enregistreur potentiométrique "Meci" de calibre 1 mV. La résistance $R_Z$ variant de 1 k$\Omega$ à 1 M$\Omega$ mise en parallèle sur une des jauges, permet de changer la position de l'origine en rééquilibrant le pont.

Afin de maintenir une dérive thermique acceptable (2 $\mu$V environ par heure), l'anneau est entouré de coton et avant chaque expérience, les jauges sont alimentées au moins 10 heures par leur courant de travail.

L'étalonnage a été effectué en suspendant à l'anneau des poids marqués ; aucune hystérésis n'a été constatée ; des étalonnages faits à plusieurs mois d'intervalle m'ont montré aucun vieillissement et aucune influence de la variation de température ambiante. Une telle courbe est présentée fig. 6 ; la

sensibilité est de 1,72 mm de déviation sur l'enregistreur par gramme de charge, nous estimons pouvoir détecter une charge de 0,3 g, 1 g est évalué à 30 % ; la précision au-dessus de 10 g est supérieure à 5 %.

### II.2.3 - *Balance de traction*

Un schéma de l'ensemble de l'appareil est présenté à la figure 7. La partie essentielle du montage est une balance analytique dont le support vertical en carré de laiton (40x40 mm) est fixé rigidement à une platine (1). Cette platine est elle-même solidaire d'un bâti en bois massif posé sur le sol. L'ensemble, très lourd (plus de 100 Kg) assure une bonne stabilité à l'appareil de traction et évite en grande partie la transmission des vibrations extérieures.

A l'un des bras de la balance est suspendu le noyau magnétique (2) du transformateur différentiel prolongé par un tube fin en acier inoxydable (3). Cet ensemble coulisse avec une force de frottement inférieure à 0,05 g, à l'intérieur des bobinages (5) et d'un second tube (4) en acier inoxydable. Ce second ensemble, coaxial au précédent, est fixé rigidement au support de la balance (6). Les deux extrémités de l'échantillon (8) sont soudées au "Castotin" à deux petits supports en laiton, eux-mêmes serrés par vissage au bas des tubes (3) et (4).

L'autre bras de la balance est relié à un moteur (10) générateur du déplacement par un ensemble rigide comprenant deux barres en duralumin et le capteur dynamométrique (9) décrit ci-dessus. La balance est déséquilibrée de 50 g du côté de l'éprouvette afin d'éliminer les jeux provenant de

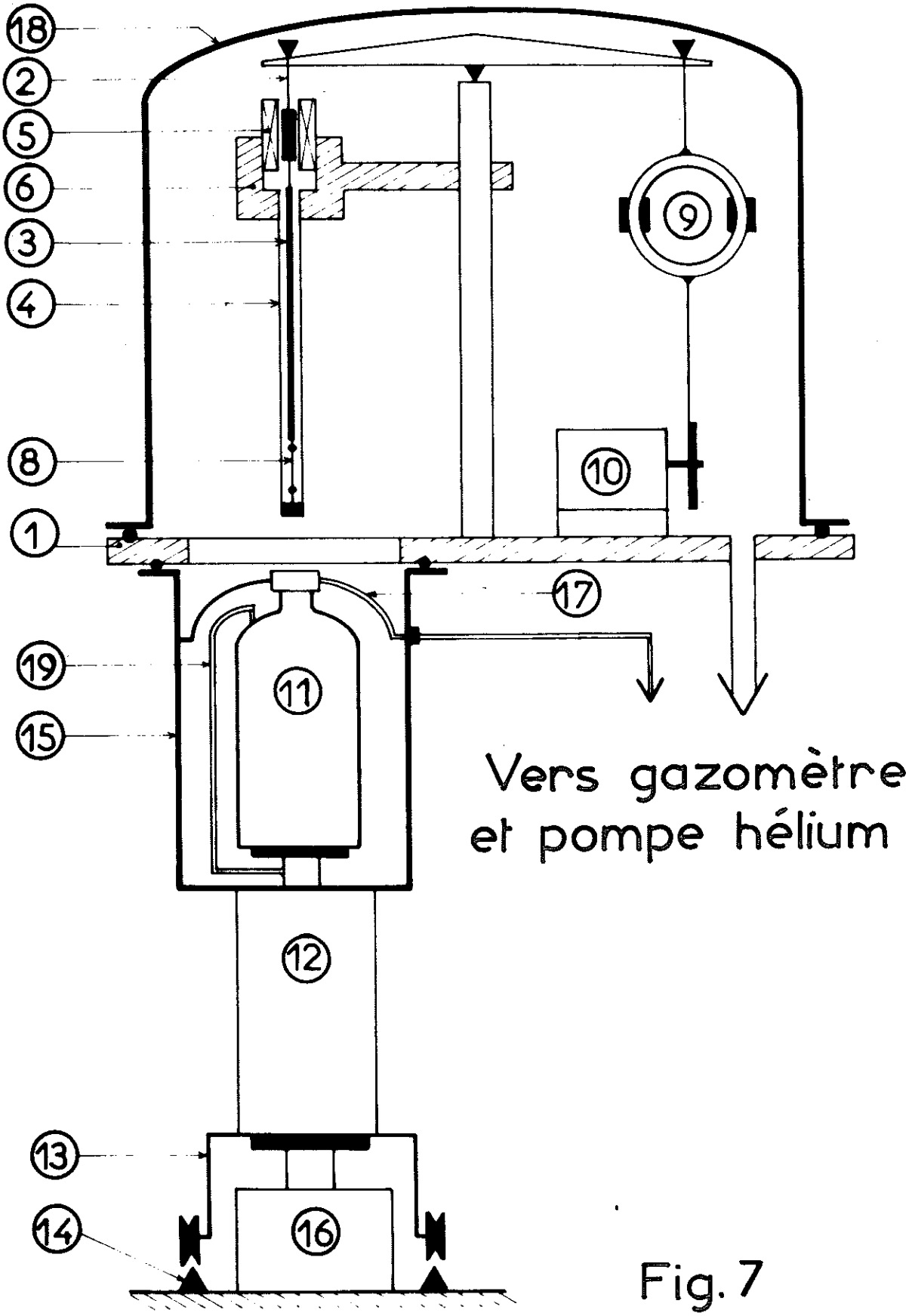

18
2
5
6
3
4
8
1
9
10
17
19
11
15
Vers gazomètre
et pompe hélium
12
13
14
16

Fig. 7

l'ensemble moteur. Ce dernier est un moteur synchrone SAPMI tournant à 3000 tr/mn à 50 Hz et muni d'un réducteur qui ramène sa vitesse à 1 tour en 10 jours. Sur l'axe de sortie du réducteur, une roue de 10 cm de diamètre entraîne tangentiellement la tige portant l'anneau dynamométrique. La vitesse de traction ainsi obtenue est de $\sim 0{,}2\ \mu/s$ soit une vitesse d'allongement relatif $\dot{\varepsilon} \sim 5.10^{-5}\ s^{-1}$ sur un échantillon de 4 mm de longueur. Le moteur est alimenté par un générateur TBF ; la fréquence d'alimentation peut ainsi varier de 15 à 150 Hz donnant une gamme de vitesses $\dot{\varepsilon}$ comprises entre $\sim 1{,}5\ 10^{-5}$ et $1{,}5\ 10^{-4}\ sec^{-1}$. Le contrôle des vitesses de traction a été effectué à l'aide du transformateur différentiel et même sous des charges atteignant 1 Kg, ces vitesses restent constantes à mieux de 10 % durant nos expériences.

Nous avons mesuré la dureté d'une telle machine ; pour cela, l'échantillon a été remplacé par une éprouvette massive dont la déformation est négligeable. On fait tourner le moteur pour charger la machine, sa déformation est mesurée par le transformateur différentiel. Celle-ci est linéaire et égale à : 140 $\mu$ par Kg, soit une dureté D = 7 Kg/mm. Nous avons évalué, avant montage, la déformation de quelques éléments : l'anneau dynamométrique se déforme de 47 $\mu$ par Kg et le groupe moteur-réducteur-roue de 66 $\mu$ par Kg ; le reste provient de la rigidité générale de l'appareil et de la déformation des autres organes.

## II.3 - APPAREIL DE FLUAGE

### II.3.1 - *Ressort de fluage*

Il faut créer une force connue qui diminue dans les conditions fixées au paragraphe I.1.3 avec l'allongement de l'échantillon : un ressort à boudin monté en série avec l'échantillon a été choisi.

La force appliquée est alors de la forme :

$$F = k x_0 - k l_0 \varepsilon ,$$

si $k$ est la constante du ressort, $x_0$ son allongement au début du fluage, et $l_0$ la longueur initiale de l'éprouvette.

Si nous reprenons l'équation I.11 avec dans le cas de nos whiskers $tg\,\lambda_0 = \sqrt{2}$ il vient :

$$F = F_0 (1 - 2\varepsilon + 9\varepsilon^2 \ldots\ldots),$$

c'est-à-dire que pour approcher les conditions idéales de fluage par cette méthode, il faut que :

$$x_0 = \frac{l_0}{2} .$$

L'allongement du ressort en début de fluage doit être égal à la moitié de la longueur de l'échantillon.

Etant donnéesla gamme de forcesà explorer et la taille des échantillons, il faut un ressort de constante $k$ voisine de 50 g/mm. Cette constante est donnée par :

$$k = \frac{\mu d^4}{8 D^3 n} ;$$

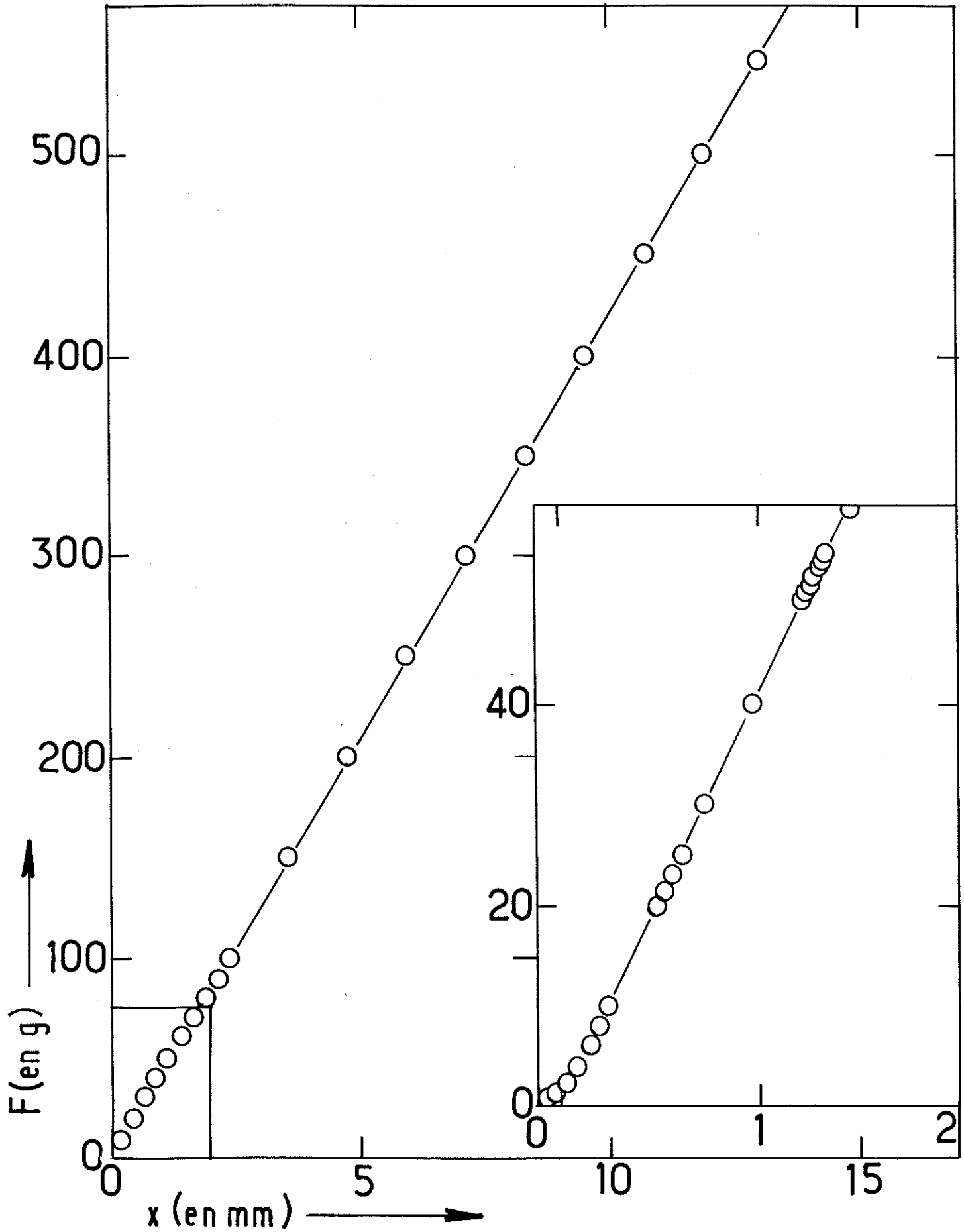



fig.8

les dimensions du ressort en acier "corde à piano" sont les suivantes :

40 spires de diamètre D = 20 mm dans du fil de diamètre d = 2 mm.

Après construction, nous avons procédé à l'étalonnage de ce ressort ; des poids marqués y ont été suspendus et les allongements correspondants mesurés à l'aide d'un comparateur optique donnant le 1/100 de mm. Cet étalonnage est porté figure 8, le phénomène est totalement reproductible, il n'y a aucune hystérésis. Un léger défaut de linéarité apparaît pour les charges inférieures à 5 g ; en dehors de cette zone, la contrainte d'élasticité est de 42 g/mm. Nous chargeons le ressort par un dispositif muni d'une vis micrométrique graduée en 1/100 de mm, les charges obtenues seront ainsi connues à moins de 1 g près.

## II.3.2 - *Balance de fluage*

Le dispositif expérimental est le même que pour la traction, seuf en ce qui concerne le second bras de la balance : l'anneau dynamométrique et le moteur sont enlevés. Le ressort calculé précédemment est suspendu à ce bras et la balance est alors strictement équilibrée en l'absence d'échantillon. Une tige traversant la platine (1) et commandée sous celle-ci par une vis micrométrique, permet de tirer sur le ressort pour appliquer la force de fluage à l'éprouvette.

La déformation de la machine a été mesurée dans ce cas à l'aide du transformateur différentiel, l'éprouvette massive déjà utilisée étant en place. Cette déformation atteint 8 µ pour 1 kg de charge et est parfaitement linéaire.

La déformation élastique d'un de nos échantillons ( = $10^{-2}$ $mm^2$, = 4 mm et E = 13.600 $Kg/mm^2$) est de 30 µ par Kg environ. Il paraît donc possible de mettre en évidence une éventuelle microdéformation avant la limite élastique avec la balance de fluage ; mais, par contre, il ne saurait en être question au cours d'essais de traction à vitesse constante.

## II.4 - TEMPERATURES

### II.4.1 - *Ensemble cryogénique*

Cet ensemble est également représenté sur le schéma figure 7. Il est utilisé pour faire les essais à 20°K et 4°K avec comme fluides cryogéniques, l'hydrogène ou l'hélium liquides. Le principal problème à résoudre est la récupération des vapeurs d'hélium.

La mise en température de l'échantillon se fait par immersion lente des tubes (3) et (4) dans un vase Dewar métallique (11) contenant le liquide cryogénique. Ce vase est solidaire d'un premier élévateur hydraulique (12) monté sur un chariot (13). Cet élévateur étant en position basse, le vase Dewar est complètement entouré par l'enceinte métallique (15). Cet ensemble se déplace sur les rails (14) pour permettre le siphonnage du vase à l'extérieur du montage puis sa mise en place à la verticale de l'échantillon : à ce moment, il est aussi à l'aplomb du second élévateur (16).

Dans le cas d'une expérience à la température de l'hélium liquide, le vase plein est en communication avec un gazomètre par le tube (17). Une fois l'échantillon fixé et la cloche (18) abaissée sur la platine (1), l'élévateur (16) est mis en service jusqu'à ce que l'enceinte (15) vienne en butée

sous la platine par l'intermédiaire d'un joint torique. On peut alors faire le vide à l'intérieur de la cloche et de l'enceinte métallique et relier ce volume au gazomètre d'hélium. Le tube (17) est déconnecté du vase Dewar et basculé dans le plan horizontal afin de ne pas gêner la montée du vase qui s'effectue à l'aide de l'élévateur (12). Les vapeurs d'azote provenant de la chemise externe du vase Dewar sont évacuées vers l'extérieur par le tube (19), l'intérieur du piston et la partie du cylindre hors pression de l'élévateur (12).

Pour les essais à la température de l'hydrogène liquide, nous nous servons également de l'enceinte étanche formée par (18) et (15). Celle-ci est reliée à une conduite d'évacuation sortant du bâtiment afin d'éviter la présence d'hydrogène dans la salle.

La variation du niveau du liquide cryogénique, ainsi que les courants gazeux qui en résultent par convection dans la cloche, n'affectent pas nos mesures ; nous n'avons constaté ni dérive, ni oscillations dans les mesures au cours de temps bien supérieurs à ceux de nos expériences.

### I.4.2 - *Obtention et mesure des températures*

Les températures sont mesurées avec un thermocouple cuivre-constantan dont une des soudures est fixée sur le support inférieur en laiton contre l'échantillon. L'autre soudure est maintenue soit à la température de la glace fondante, soit à celle de l'azote liquide. La f.e.m. est mesurée à l'aide d'un enregistreur potentiométrique "Meci". Nous nous sommes servis de la courbe d'étalonnage fournie par ce constructeur,

en l'ajustant par des mesures de points fixes (373, 273, 195 et 77°K). De cette manière, nous estimons connaître la température au niveau de l'échantillon à moins de 1°K et déceler une variation de 0,1°.

La température de 273°K est obtenue dans une chaussette remplie d'alcool et plongée dans un Dewar contenant de la glace fondante. Pour les températures supérieures à 290°K, on utilise un bain thermostaté (type Prolabo) qui fournit une circulation d'eau à température régulée. Cette eau passe dans un échangeur plongé dans un Dewar, lui-même rempli d'eau, où nous plongeons l'échantillon. Les fluctuations de températures sont inférieures au 1/10 de degré.

L'obtention de la température de 195°K se fait de la même manière que celle de 273°K ; la glace fondante est simplement remplacée par de la neige carbonique en solution dans de l'acétone. On utilise le même montage, le vase Dewar étant rempli seulement sur 10 cm de la solution neige carbonique-acétone, pour explorer la gamme de température 210-250°K. La "chaussette" contenant de l'alcool est soumise à un gradient de température (195°K, $\sim$ 290°K) dans lequel nous plaçons l'échantillon. Par cette méthode rudimentaire, nous obtenons entre 210 et 250°K des températures stables à moins de 2/10 de degré pendant plus d'une heure, ce qui est suffisant dans toutes nos expériences.

L'éprouvette est plongée dans un Dewar d'azote liquide pour les expériences à 77°K. Le gradient de température existant au-dessus de l'azote en ébullition est utilisé pour les mesures aux températures supérieures. A cette fin, nous remplissons le fond d'un Dewar très haut et à col étroit d'azote liquide ; en plaçant l'échantillon dans ce col à différentes hauteurs, nous maintenons aisément celui-ci à des températures comprises entre 100 et 160°K avec une stabilité comparable à

la précédente (moins de 2/10 de degré par heure de dérive).

Pendant les mises en températures (ou les changements de températures) les régimes variables de dilatation des deux tubes (3) et (4) peuvent provoquer des contraintes parasites sur l'échantillon. Si dans le cas de la balance de fluage ces contraintes ne dépassent jamais les 1/20 g de frottement, il n'en est pas de même en traction où les différences de dilatation se transmettent à l'échantillon. Les mises en température doivent se faire avec précaution ; il est nécessaire de faire monter très lentement le vase Dewar en ménageant des arrêts fréquents pour éviter les déséquilibres trop importants. Les temps de mise en température peuvent atteindre plus d'une heure à l'hélium et les changements de température de 20° que nous faisons en traction prennent une dizaine de minutes. Dans ces conditions, nous ne soumettons jamais l'échantillon à des contraintes mesurées supérieures à 2 g, soit $\tau < 0{,}1 kg/mm^2$.

# C H A P I T R E  III

## RESULTATS EXPERIMENTAUX

### III.1 - ESSAIS DE TRACTION A $\dot{\varepsilon} = Cte$

#### III.1.1 - *Courbes de traction*

Ces courbes sont obtenues en imposant à la tête mobile de la machine une vitesse de 0,2 $\mu/s$ ; ce qui correspond à une vitesse de glissement relatif $\dot{\gamma}$ voisine de $10^{-4}s^{-1}$ sur les échantillons d'environ 4 mm de longueur que nous avons utilisés. La température de l'éprouvette a été maintenue constante durant la traction. Quelques-unes de ces courbes sont présentées figure 9.

Ni décrochement, ni palier après passage de la limite élastique n'apparaissent sur ces courbes, ceci indique que nos cristaux contiennent peu d'impuretés en inclusion et qu'ils ne sont pas soumis à des déformations hétérogènes (26). A basse température, aucun décrochement dû au mâclage n'est observé, bien que l'orientation de nos échantillons favorise ce phénomène (44).Les ruptures obtenues ne sont jamais purement fragiles ; elles sont parfaitement ductiles au-dessus de 100°K

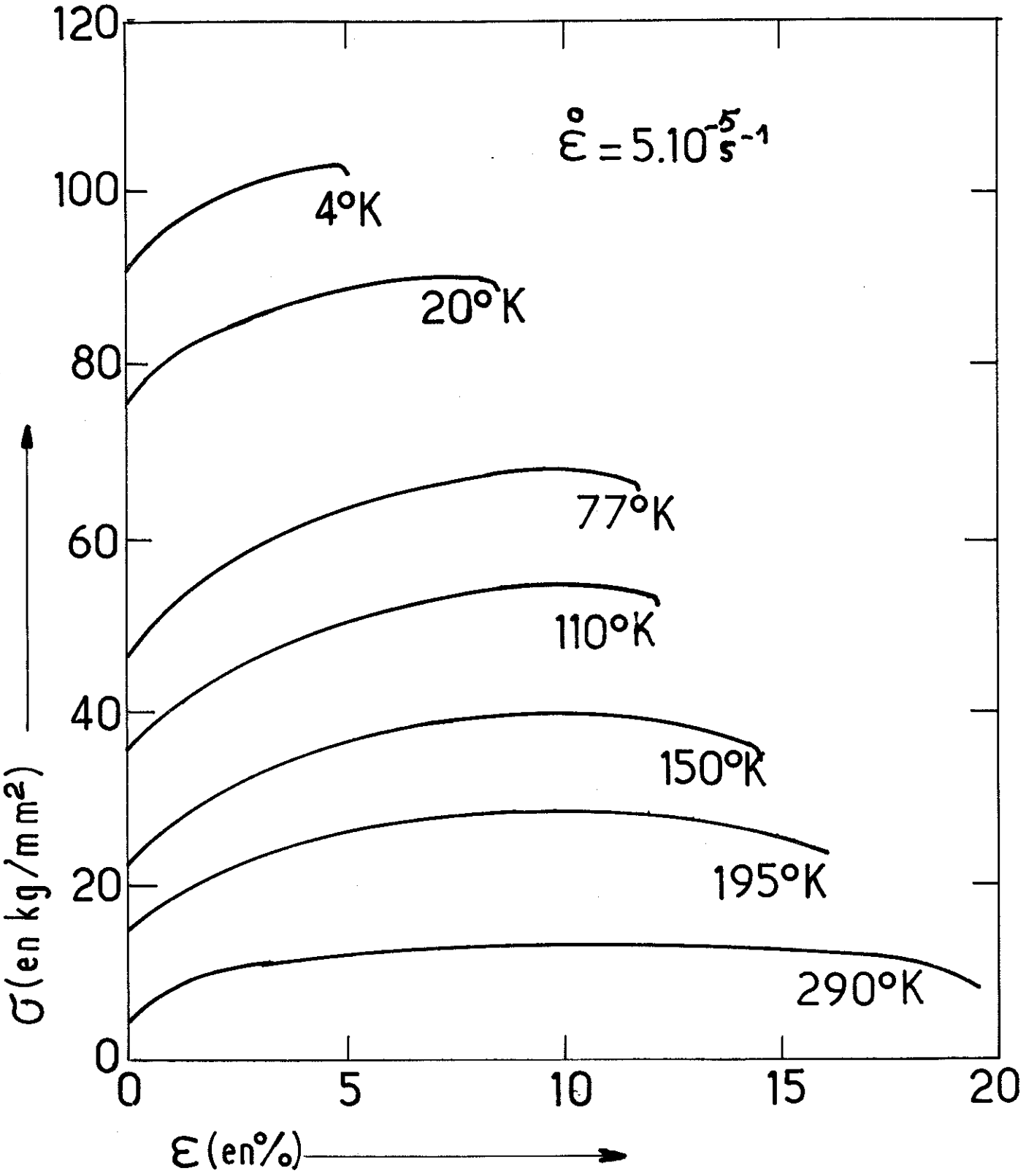

120
100
80
60
40
20
0
0
5
10
15
20
$\dot{\varepsilon} = 5.10^{-5} s^{-1}$
4°K
20°K
77°K
110°K
150°K
195°K
290°K
σ (en kg/mm²)
ε (en %)

fig.9

environ et montrent un début de fragilité au-dessous de cette température : la striction amorcée est limitée par une cassure nette.

Il semble que l'absence de mâclage et la persistance d'une déformation plastique aux plus basses températures soient des conséquences de la perfection de ces cristaux (44). Les courbes tracées à partir d'échantillons portant des défauts en surface montraient souvent à basse température des décrochements caractéristiques du mâclage et parfois une absence totale de plasticité. A plus haute température, de tels échantillons conduisaient à des courbes avec phase de déconsolidation après passage de la limite élastique. Ces phénomènes de déformation hétérogène ont paru favorisés par une augmentation de la vitesse de traction.

II.1.2 - *Variation thermique de la limite élastique*

Sur les courbes de la figure 8 on voit que la limite élastique augmente rapidement lorsque la température diminue. Nous avons porté figure 10 la cission $\tau_E$ correspondant à la limite élastique en fonction de la température, pour toutes les courbes tracées durant cette étude à $\dot{\varepsilon} \# 5.10^{-5} s^{-1}$.

Au-dessus de 300°K, $\tau_E$ est de l'ordre de 2 Kg/mm$^2$ et ne varie pratiquement plus lorsque la température croît. On peut donc décomposer $\tau_E$ en deux parties, l'une $\tau_{iE} \#$ 2 Kg/mm$^2$ qui dépend uniquement de l'état de l'échantillon, et l'autre $\tau^*$ qui varie avec la température et la vitesse de déformation. Au-dessous de 300°K $\tau^*$ s'ajoute à $\tau_{iE}$ et sert d'appoint à l'activation thermique pour permettre aux dislocations de franchir les barrières dues aux interactions à courte distance. La hauteur de ces barrières serait de l'ordre de 46 Kg/mm$^2$. La limite

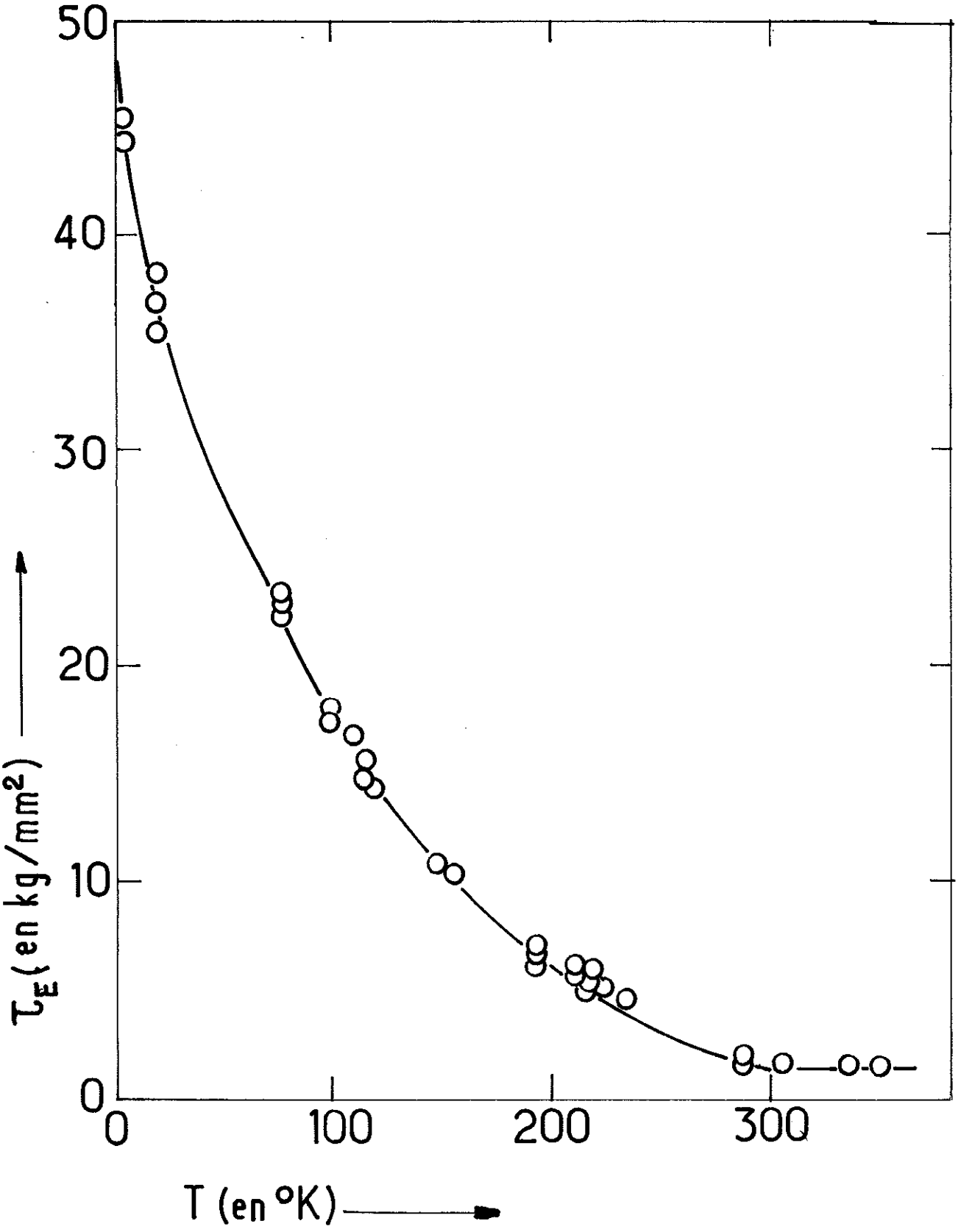



fig.10

élastique du fer est bien gouvernée par un phénomène activé thermiquement (28), (45), (46).

La variation thermique $\tau^*(T)$ observée se retrouve sur tous les métaux de structure cubique centrée et se produit aux températures inférieures à 0,2 Tf (Tf est la température de fusion) quel que soit le métal. La valeur $\tau^*(0°K)$ $\sim$ 46 Kg/mm$^2$ est tout à fait comparable à celles trouvées par d'autres auteurs pour le fer : valeurs qui voisinent toujours 50 Kg/mm$^2$ (12), (45), (47)_ (49).

## II.1.3 - *Courbes de consolidation*

Le passage des courbes de traction à celles de consolidation s'effectue à l'aide des résultats établis précédemment aux paragraphes I.1.1 et I.1.2. Sur la figure 11, une courbe de traction $\sigma \cos\lambda_0 \cos\varphi_0$ fonction de $\frac{\varepsilon}{\cos\lambda_0 \cos\varphi_0}$ tracée à 290°K, est comparée à la courbe $\tau(\gamma)$ correspondante ; celles déduites des courbes de traction de la figure 9 sont présentées figure 12.

Les courbes tracées à 195°K et 290°K sont en tous points semblables à celles obtenues par Key et Nakada (50) sur des monocristaux massifs de fer présentant la même orientation (001). Ces auteurs, sur des monocristaux du même matériau orientés pour un glissement unique, ont obtenu les courbes en trois stades caractéristiques de la déformation de la plupart des monocristaux de bonne qualité. Il est probable que les whiskers que nous utilisons auraient permis d'observer de telles courbes si nous avions pu en élaborer suivant ces orientations.

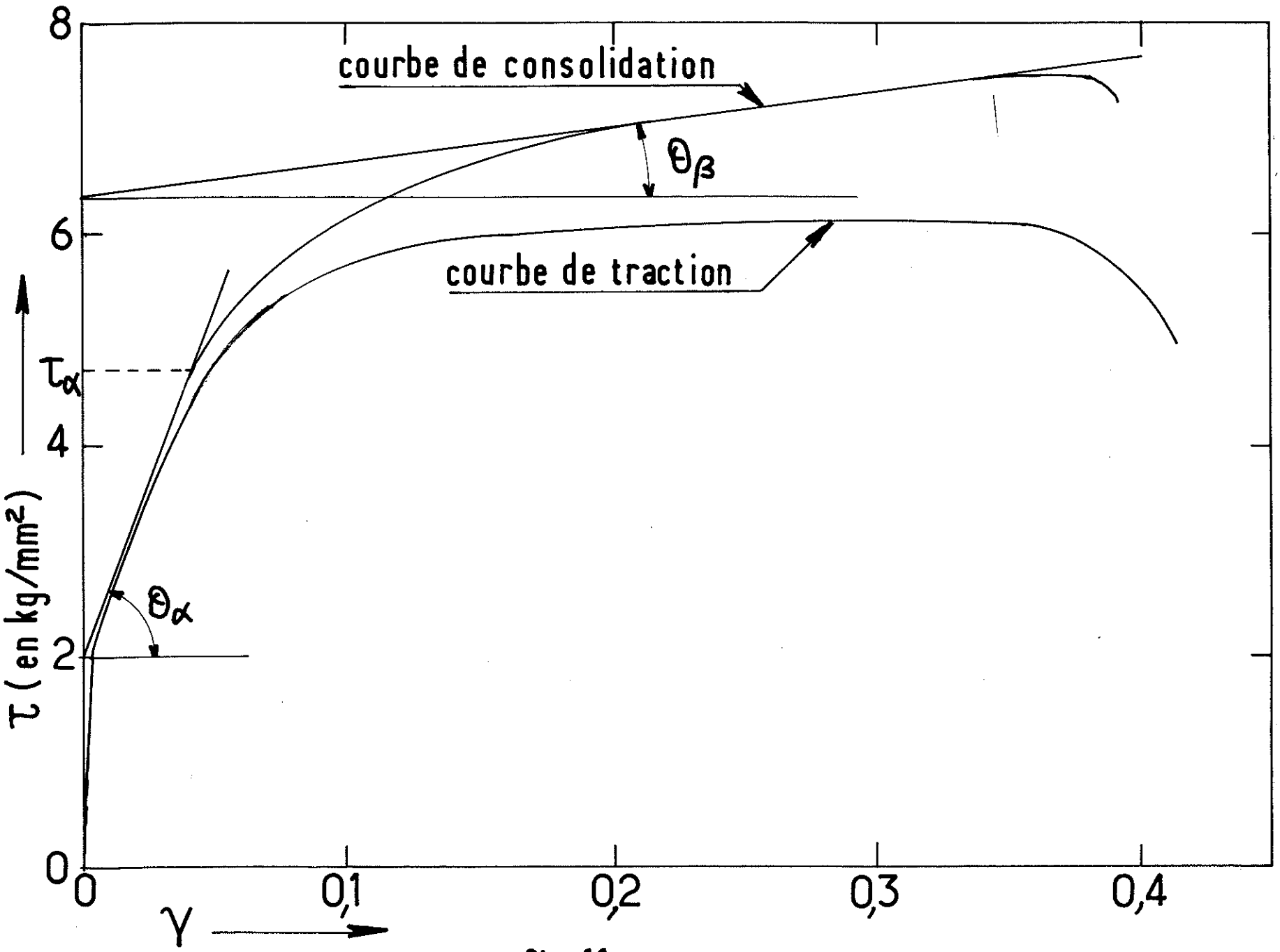

courbe de consolidation
courbe de traction
$\theta_\beta$
$\theta_\alpha$
$\tau_\alpha$
$\tau$ (en kg/mm²)
$\gamma$
0
2
4
6
8
0
0,1
0,2
0,3
0,4

fig.11

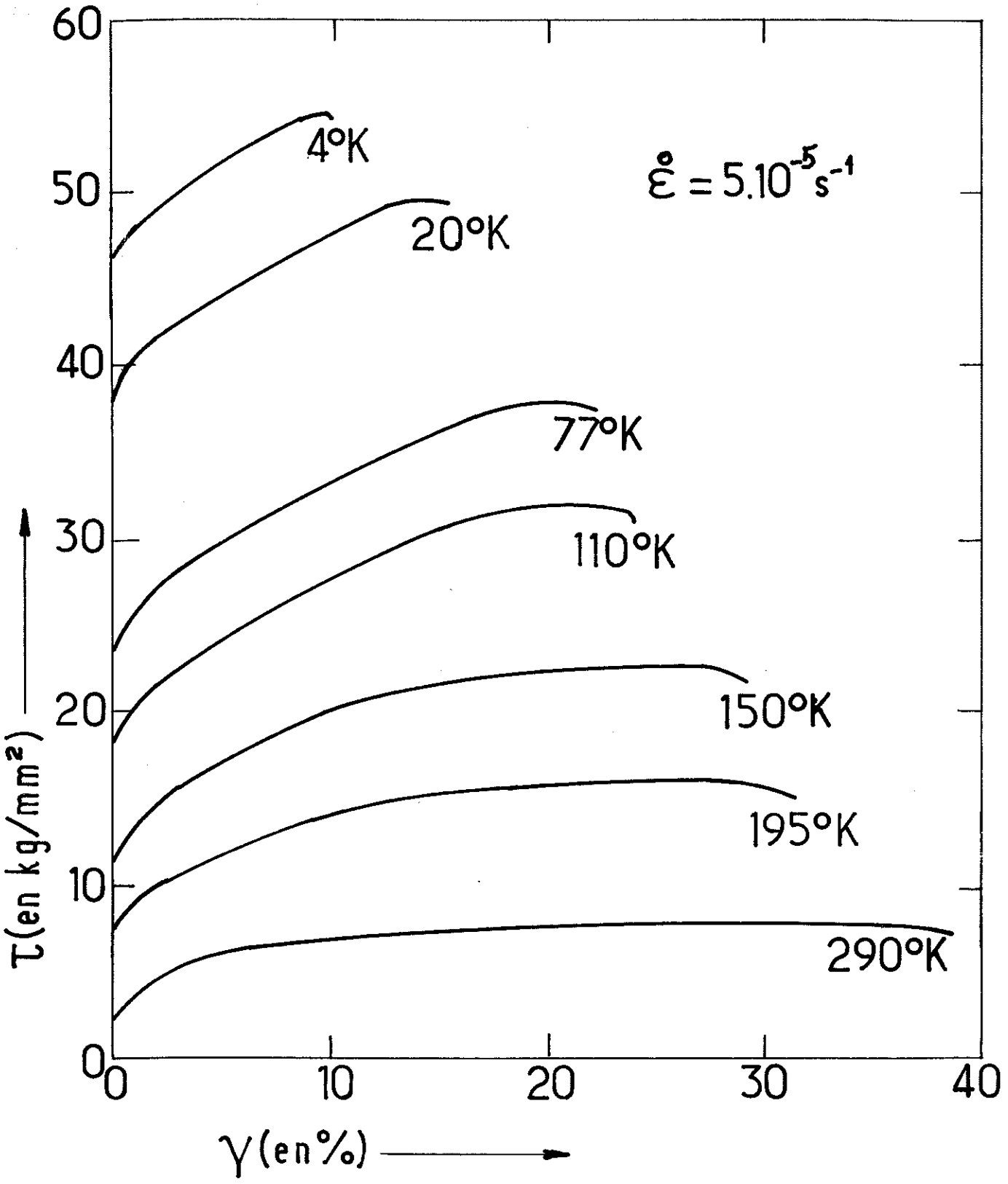

60
50
40
30
20
10
0
0
10
20
30
40
4°K
20°K
77°K
110°K
150°K
195°K
290°K
$\dot{\varepsilon} = 5.10^{-5} s^{-1}$
τ (en kg/mm²)
γ (en %)

fig.12

Nous avons décomposé nos courbes en deux zones de durcissement pratiquement linéaires avec des régions de transition assez courtes comme le montre la figure 11. Après passage de la limite élastique, il y a un stade de fort durcissement $\theta_\alpha$ jusqu'à une contrainte $\tau_\alpha$ où le durcissement faiblit pour atteindre, si la température est assez élevée, une valeur plus faible $\theta_\beta$ . Les variations avec la température de $\theta_\alpha$ et $\theta_\beta$ sont portées figure 13 et celle de $\tau_\alpha$ figure 14.

Le durcissement $\theta_\alpha$ diminue avec la température, surtout au-dessus de 200°K passant de $\frac{\mu}{100}$ vers 0°K à $\frac{\mu}{200}$ à l'ambiante. Cette zone de fort durcissement semble disparaître si on élève la température. D'après les courbes de Nakada et Key (50) obtenues sur des monocristaux orientés pour un glissement unique $\theta_{II}$ à 300°K est de l'ordre de $\frac{\mu}{600}$.

Le durcissement $\theta_\beta$ n'apparaît qu'au-dessus de 100°K et décroît très légèrement avec la température ; sa valeur reste voisine de $\frac{\mu}{1000}$ .

La contrainte $\tau_\alpha$ est sensiblement égale au double de la limite élastique $\tau_E$ (1,7 $\tau_E$ à 100°K ; 2,5 $\tau_E$ à 300°K). Key et Nakada trouvent pour toutes les orientations $\tau_{III} \# 2{,}5\,\tau_E$ à 300°K. Toutefois, il faut remarquer que d'après ces mêmes auteurs, à 198°K $\theta_{II}$ et $\tau_{III}$ sont très faibles pour les orientations "à glissement unique", tandis qu'ils restent élevés pour ⟨001⟩ et ⟨111⟩.

Les propriétés mécaniques de ces échantillons sont donc comparables à celles de monocristaux de fer massif très pur (50). Leur orientation particulière ⟨100⟩ conduit à des durcissements élevés par fonctionnement de quatre systèmes de glissement dès la limite élastique.

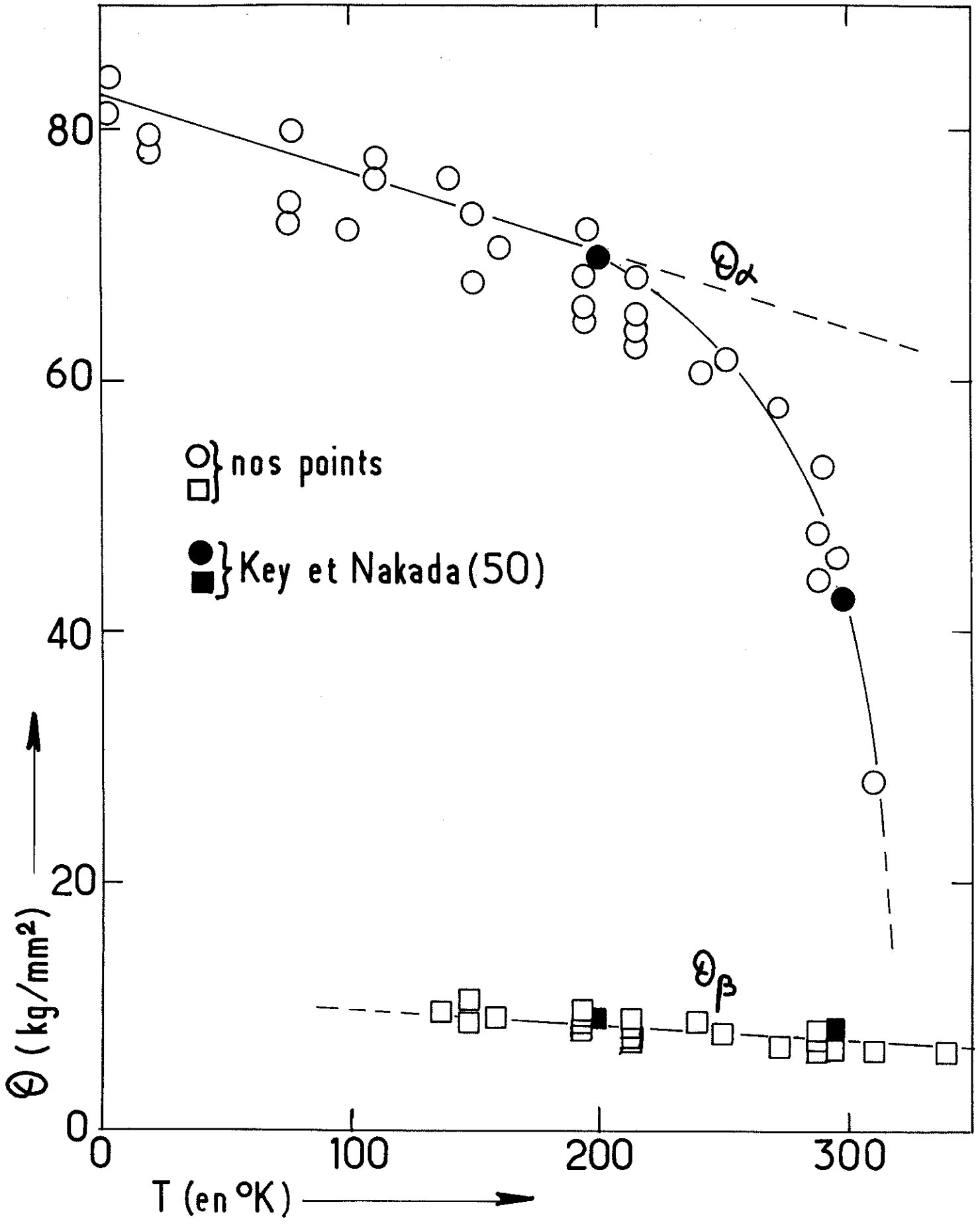

80
60
40
20
0
0
100
200
300
nos points
Key et Nakada (50)
$\Theta_\alpha$
$\Theta_\beta$
$\Theta$ ( kg/mm² )
T (en °K)

fig.13

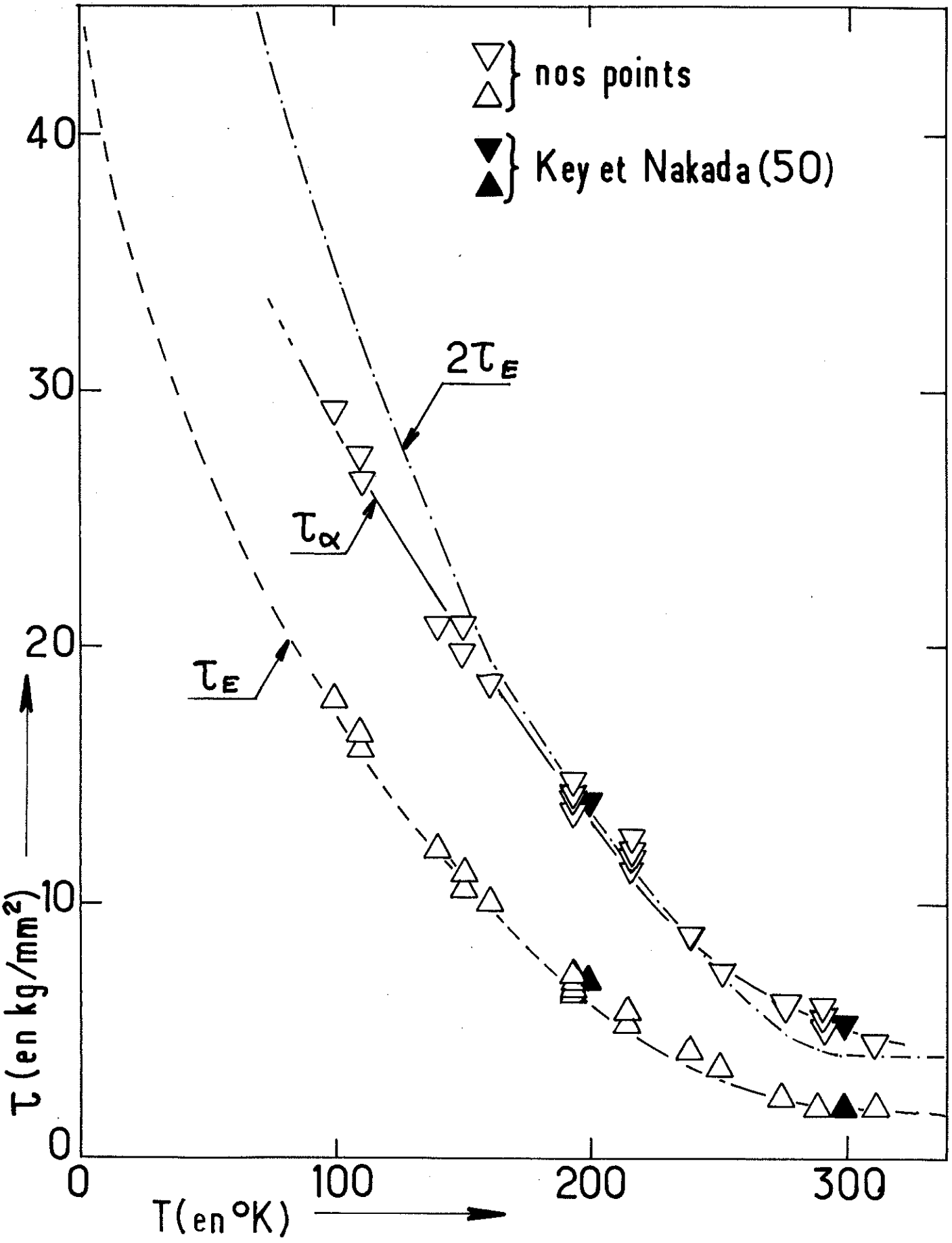

nos points
Key et Nakada (50)
$2\tau_E$
$\tau_\alpha$
$\tau_E$
40
30
20
10
0
0
100
200
300
$\tau$ (en kg/mm$^2$)
T (en °K)

fig.14

## III.2 - ESSAIS DIFFERENTIELS EN TRACTION

### III.2.1 - *Changements de la vitesse de traction*

Au cours d'expérience de traction, à température constante, l'échantillon a été soumis à des variations de la vitesse de traction. Après une traction à $\dot{\varepsilon}_o \# 5.10^{-5} s^{-1}$ jusqu'à passage de la limite élastique, la vitesse a été portée alternativement à $\dot{\varepsilon}_1 \# 1,5.10^{-5} s^{-1}$ et à $\dot{\varepsilon}_2 \# 1,5.10^{-4} s^{-1}$ soit des variations brusques dans un rapport 10. Une des courbes de consolidation d'un tel essai est présentée figure 16.

Chaque changement de vitesse entraîne une variation $\Delta\tau_{\dot{\varepsilon}}$ de la contrainte. Ces variations sont portées figure 17 en fonction de la contrainte appliquée et figure 18 en fonction de la température.

La figure 17, notamment, montre que pour des températures supérieures à 290°K ou inférieures à 77°K $\Delta\tau_{\dot{\varepsilon}}$ ne varie pratiquement plus avec la contrainte appliquée, mais seulement avec la température : $\Delta\tau_{\dot{\varepsilon}}$ est alors indépendant de l'écrouissage. Tandis qu'entre ces deux températures on observe une variation de $\Delta\tau_{\dot{\varepsilon}}$ avec $\tau$ voisine d'une loi de Cottrell Stokes généralisée : $\Delta\tau/(\tau - \tau_o)$ = constante (51).

Cette variation de $\Delta\tau_{\dot{\varepsilon}}$ avec l'écrouissage dans une certaine gamme de température semble beaucoup dépendre des matériaux. Nos résultats sont en assez bon accord avec ceux de Mordike et Haasen (7) et de Rawlings et Newey (49) sur des monocristaux de fer d'une part, et des polycristaux d'alliage Fe 11 % Mo d'autre part. Par contre, ils sont en contradiction

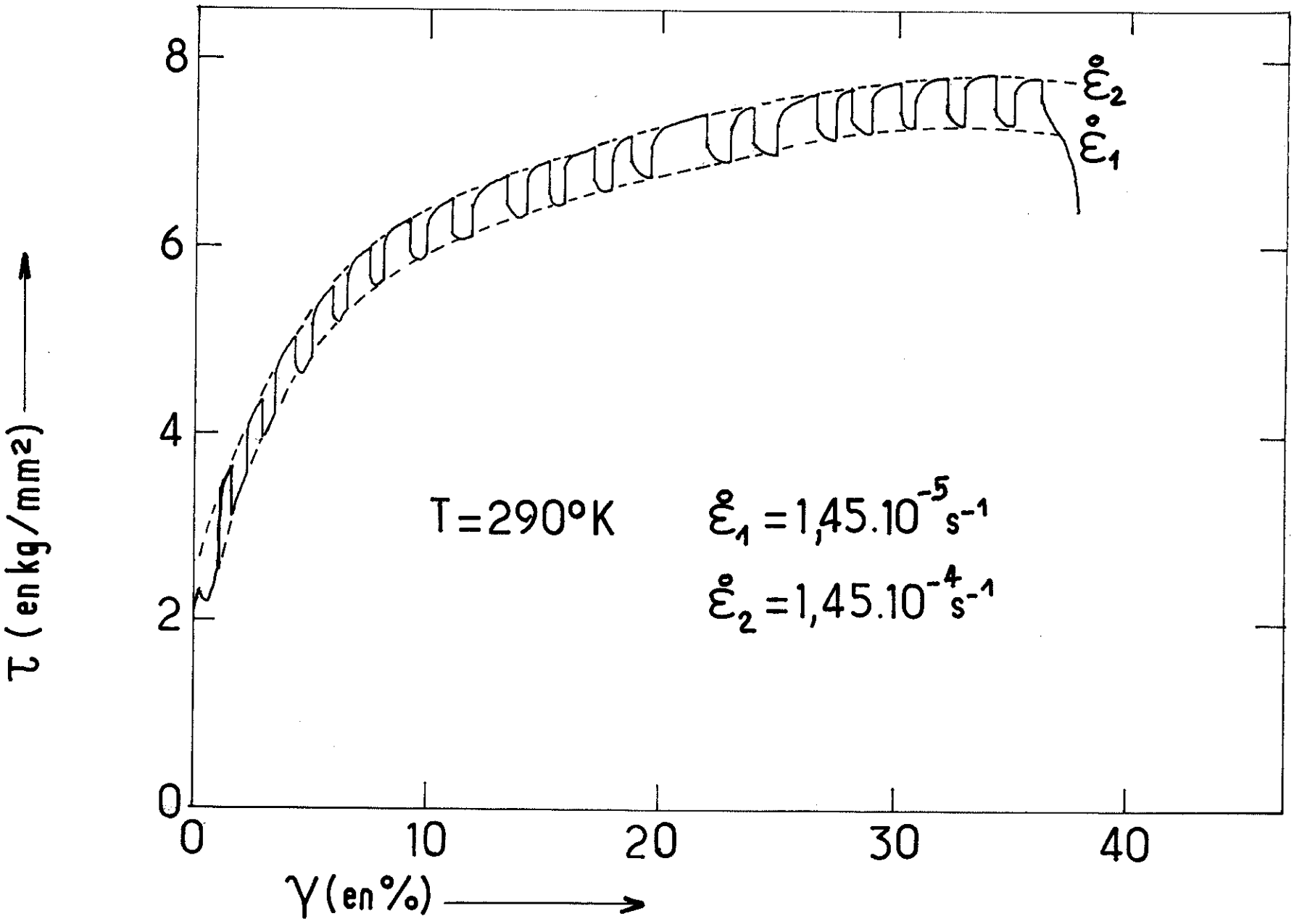

8
6
4
2
0
0
10
20
30
40
τ (en kg/mm²)
γ (en %)
T = 290°K
$\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}45.10^{-5}\,s^{-1}$
$\dot{\varepsilon}_2 = 1{,}45.10^{-4}\,s^{-1}$
$\dot{\varepsilon}_2$
$\dot{\varepsilon}_1$

fig.16

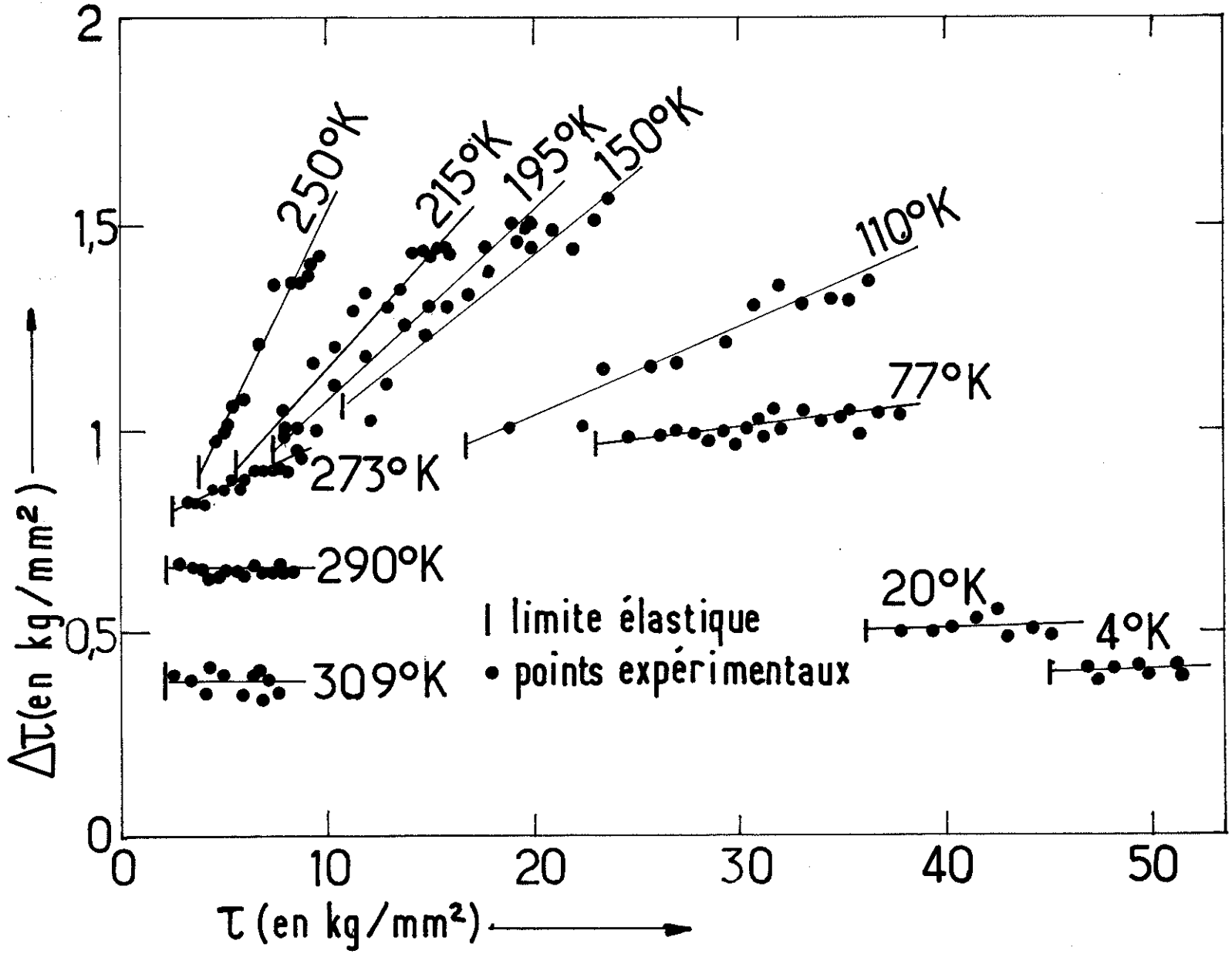

2
1,5
1
0,5
0
0
10
20
30
40
50
250°K
215°K
195°K
150°K
110°K
77°K
273°K
290°K
309°K
20°K
4°K
I limite élastique
• points expérimentaux
Δτ(en kg/mm²)
τ (en kg/mm²)

fig.17

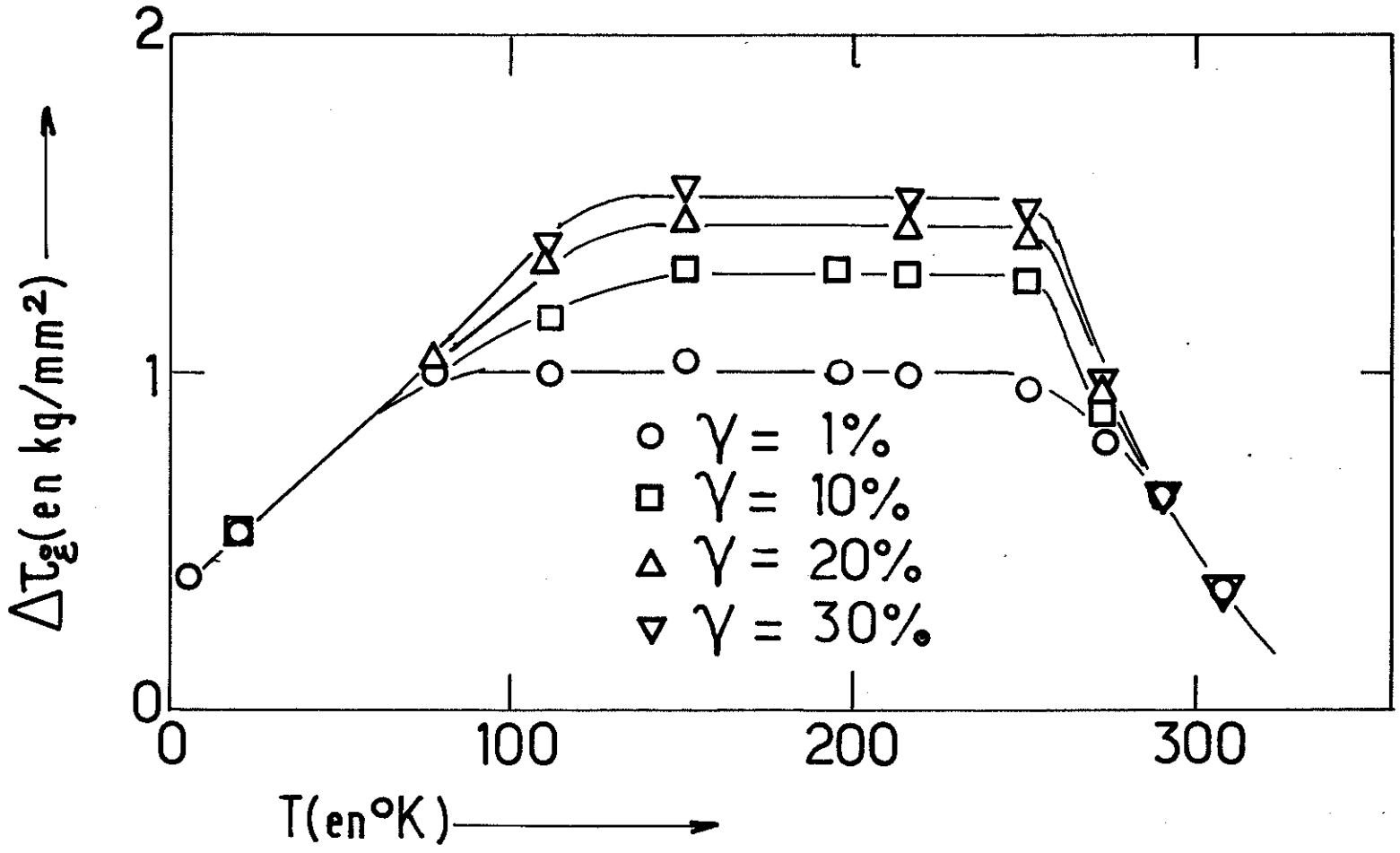

2
1
0
0
100
200
300
$\Delta\tau_{\varepsilon}$(en kg/mm²)
T(en°K)
○ γ = 1%
□ γ = 10%
△ γ = 20%
▽ γ = 30%

fig.18

avec ceux d'autres auteurs (47), (48) qui ont travaillé sur du fer polycristallin. Nous reviendrons sur ce point dans la discussion.

La variation de $\Delta\tau_\varepsilon^\varepsilon$ avec la température à écrouissage constant est tout à fait semblable à celles observées par les autres auteurs quels que soient les échantillons de fer étudiés (7), (47), (48), (52), (53) : en particulier, le maximum assez étalé est toujours observé vers 180°K.

III.2.2. - *Changements de la température en cours de traction*

Pendant des essais de traction à vitesse constante $\dot{\varepsilon}_o \# 5.10^{-5} s^{-1}$, des variations de température de 20° environ ont été imposées à l'éprouvette. Un arrêt de la traction permettait à l'échantillon de se relaxer au cours de ces variations.

Une des courbes obtenues est présentée figure 20, la température variant entre $T_1$ = 195° et $T_2$ = 215°K. Pour chaque changement de température, une variation $\Delta\tau_T$ apparaît. Sur la figure 21, $T\frac{\Delta\tau_T}{\Delta T}$ est porté en fonction de la température pour différents taux d'écrouissage ; la courbe $T\frac{\partial\tau_\varepsilon}{\partial T}$ correspondant à la limite élastique et déduite de la figure 10 est également tracée. On remarque l'analogie entre ces courbes et celles de la figure 18 ; en particulier, la variation avec l'écrouissage a lieu sensiblement dans la même gamme de température et le même maximum étalé est observé vers 180°K.

Ces résultats sont comparables à ceux de Mordike et Haasen (7) et à ceux de Altshuler et Christian (48) dans les gammes restreintes de température où ils ont mené ce type d'expériences. Par contre, Bazinski et Christian (47) n'ont

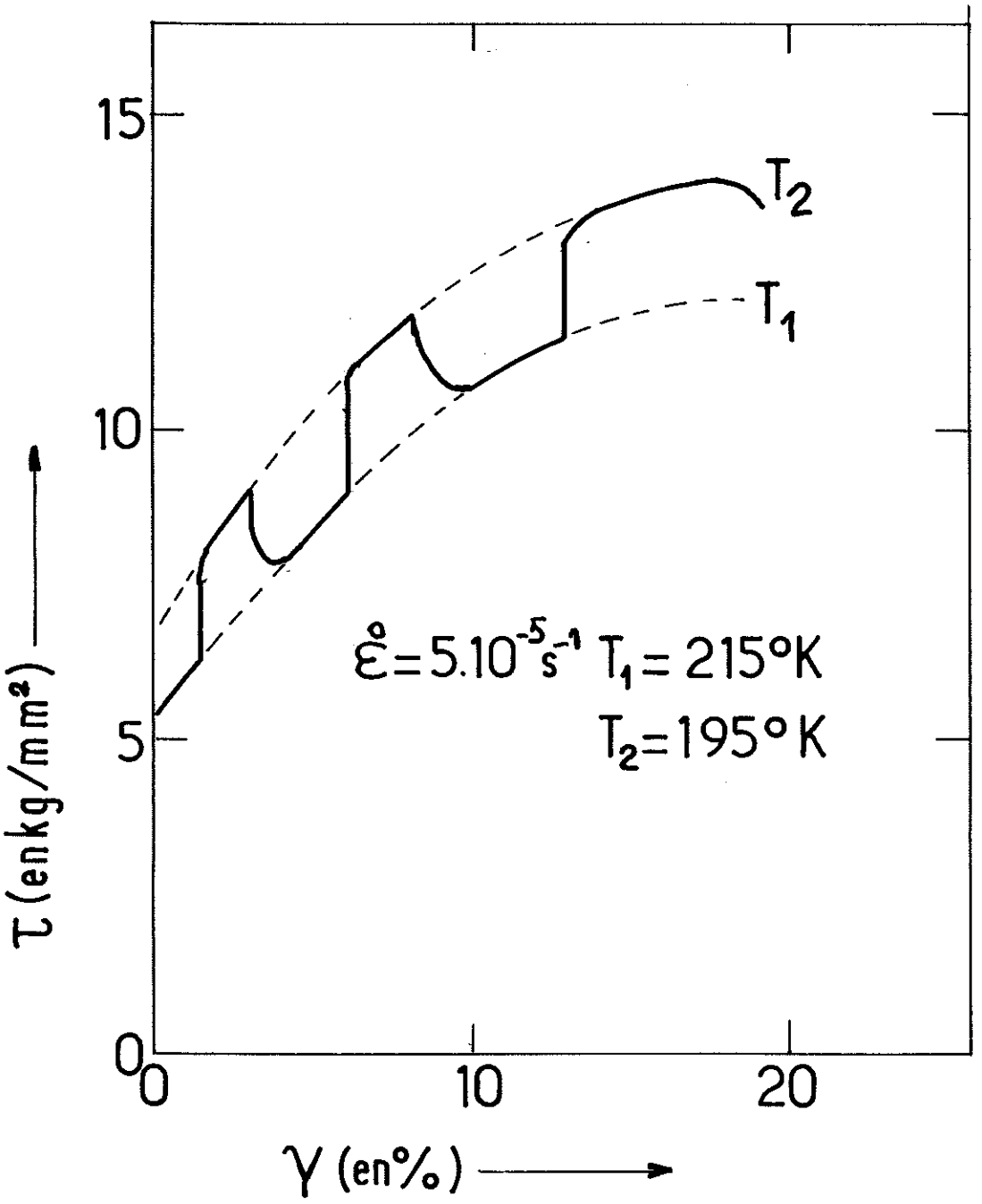

15
10
5
0
0
10
20
$T_2$
$T_1$
$\dot{\varepsilon}^o = 5.10^{-5} s^{-1}$ $T_1 = 215°K$
$T_2 = 195° K$
$\tau$ (en kg/mm²)
$\gamma$ (en %)

fig.20

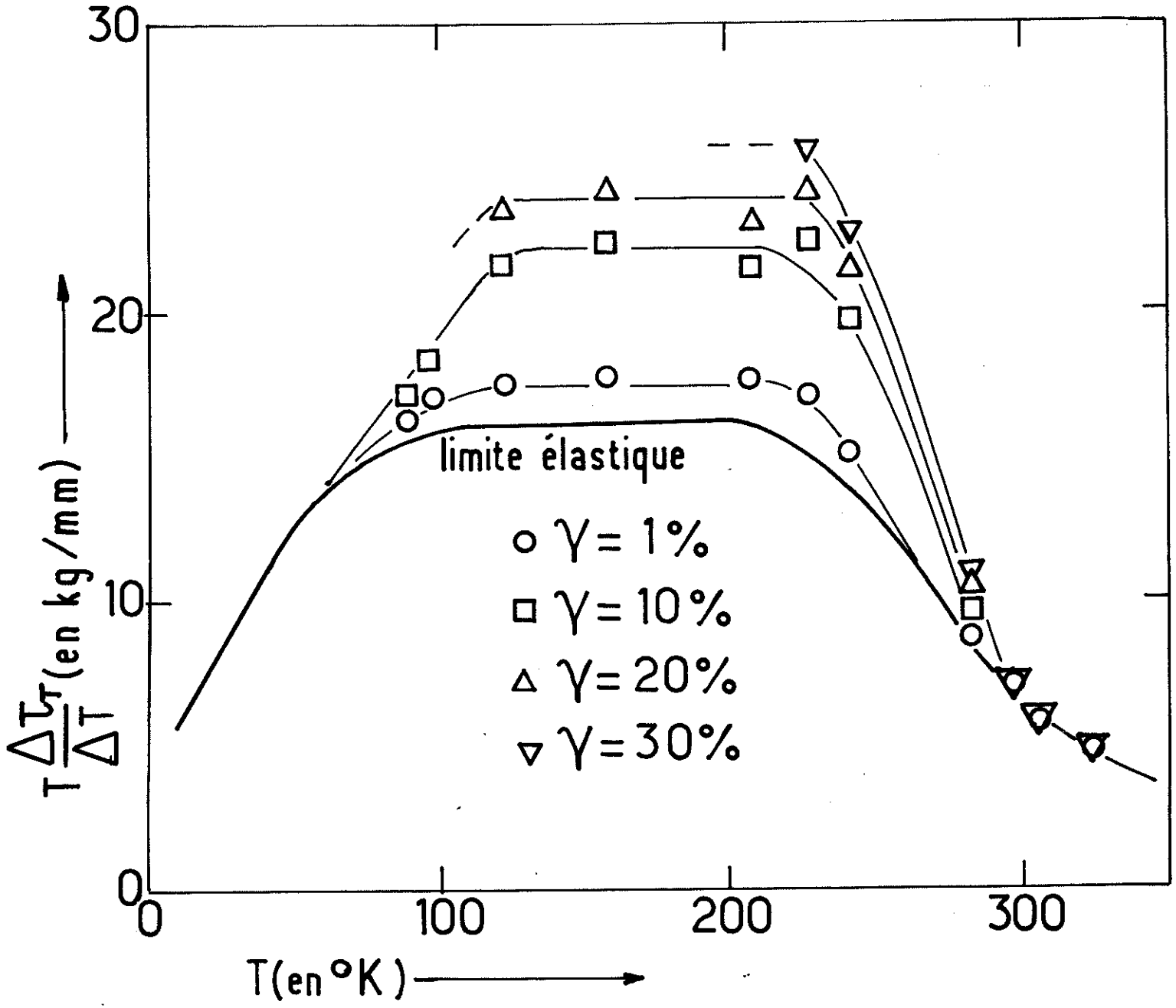

30
20
10
0
0
100
200
300
$T\frac{\Delta\tau_r}{\Delta T}$ (en kg/mm)
T(en °K)
limite élastique
○ γ = 1%
□ γ = 10%
△ γ = 20%
▽ γ = 30%

fig. 21

pas observé de variation systématique de $\Delta\tau_T$ avec l'écrouissage.

III.2.3 - *Volumes et énergies d'activation*

Si nous supposons que le phénomène qui gouverne la déformation plastique est activé thermiquement, nous pouvons déduire de ces mesures les paramètres d'activation. Les relations I.17 et I.18 peuvent s'écrire :

$$V = kT \frac{Log\, \dot{\varepsilon}_2^\circ/\dot{\varepsilon}_1^\circ}{\Delta\tau_{\dot{\varepsilon}}^\circ} \qquad \text{III.1}$$

et

$$U = -kT^2 \frac{Log\, \dot{\varepsilon}_2^\circ/\dot{\varepsilon}_1^\circ}{\Delta\tau_{\dot{\varepsilon}}^\circ} \frac{\Delta\tau_T}{\Delta T} = -VT\frac{\Delta\tau_T}{\Delta T} \,. \qquad \text{III.2}$$

Le volume d'activation est porté figure 22 en fonction de la contrainte appliquée et figure 23 en fonction de la température. Il reste très petit (quelques 10 $b^3$) pour les contraintes élevées et croît rapidement jusqu'à plus de 100$b^3$ pour les contraintes $\tau^* < 10$ Kg/mm$^2$. Ce comportement est celui constaté par les auteurs déjà cités. Conrad (8), (28) a remarqué le premier que la courbe $V(\tau^*)$ semble indépendante de la qualité du fer étudié comme d'ailleurs la variation thermique de la limite élastique $\tau^*(T)$.

L'énergie d'activation est représentée figure 24 en fonction de la température et figure 25 en fonction de la limite élastique $\tau_E$. $U$ ne semble pas dépendre de l'écrouissage, les variations de V et $T\frac{\Delta\tau_T}{\Delta T}$ se compensent mutuellement. Au-dessous de 200°K environ, $U$ est proportionnelle à la température comme le laisse prévoir la relation :

$$U = kT\, Log \frac{\Gamma}{\dot{\gamma}^\circ} \,,$$

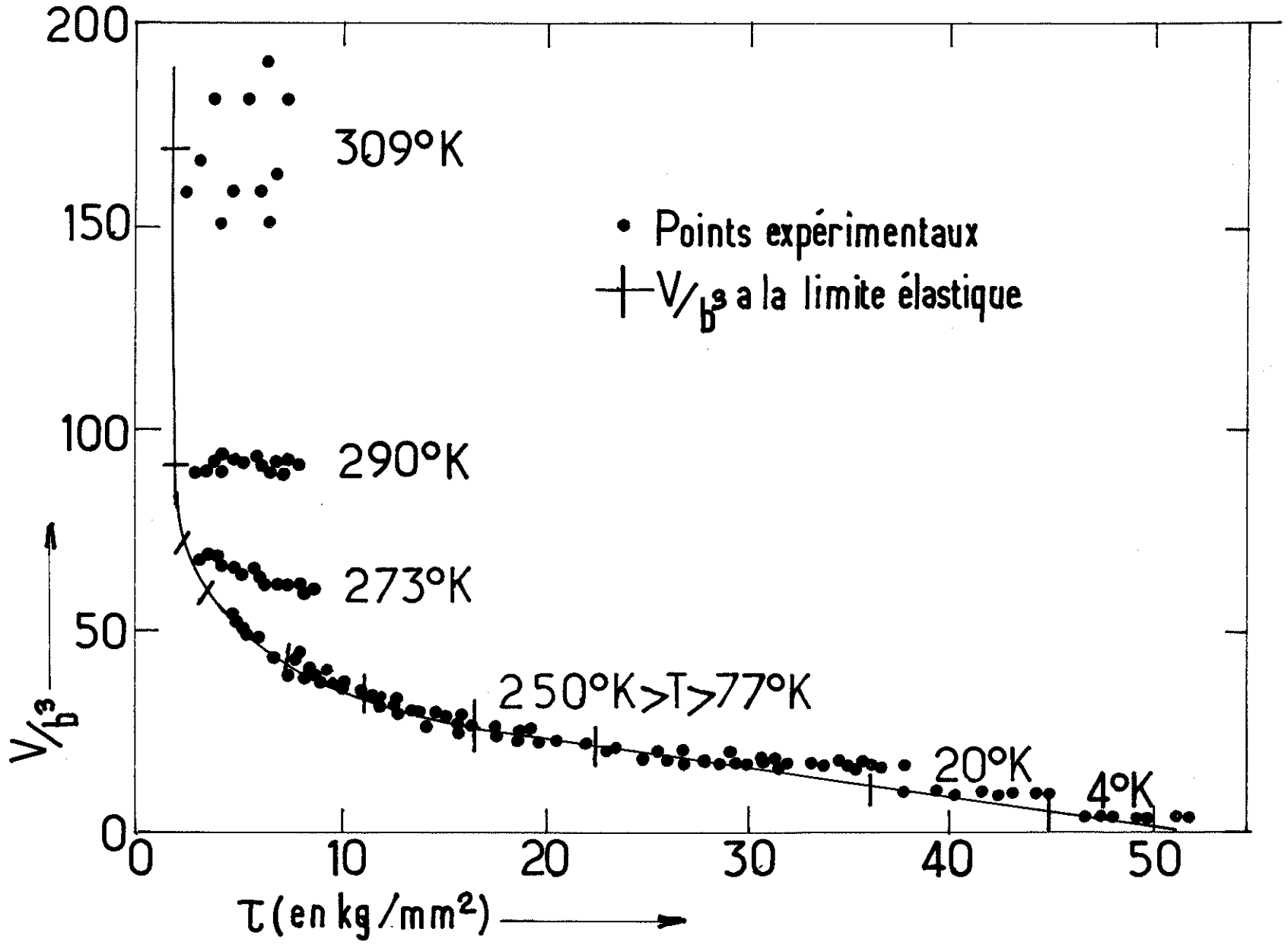

200
150
100
50
0
0
10
20
30
40
50
309°K
290°K
273°K
250°K>T>77°K
20°K
4°K
• Points expérimentaux
+ V/b³ a la limite élastique
V/b³
τ (en kg/mm²)

fig. 22

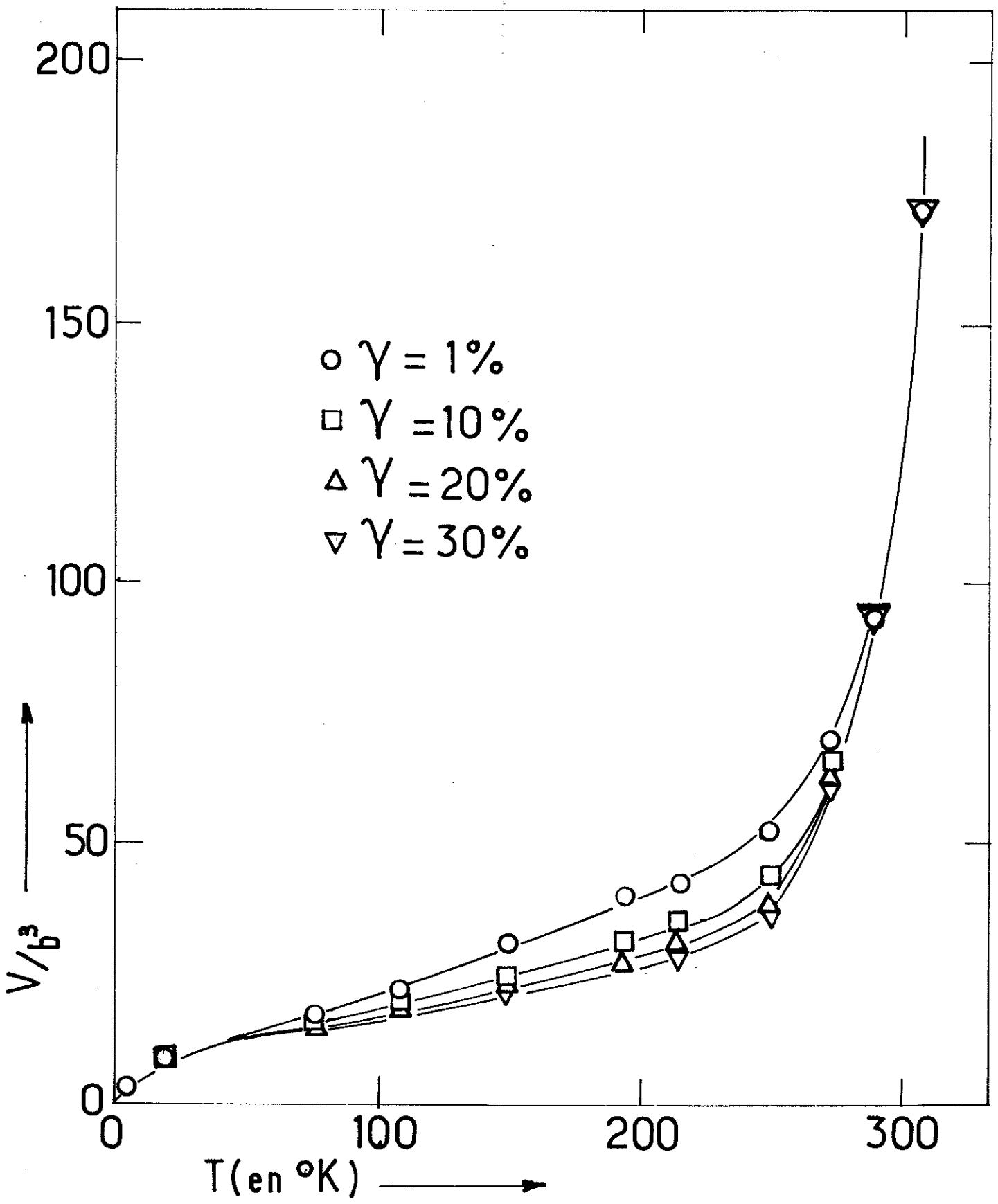



fig.23

par contre, au-dessus de cette température $U$ tend lentement vers une limite comprise entre 0,7 et 0,75 eV. Sur ces deux figures, est également portée l'énergie obtenue en intégrant le volume d'activation V extrapolé à la limite élastique ; en effet, on doit avoir :

$$U(\tau^*) = \int_{\tau^*}^{\tau^*(0°K)} V(\tau^*)\,d\tau^* \qquad \text{III.3}$$

Cette relation n'est plus vérifiée au-dessus de 200°K puisque l'énergie calculée à partir de III.3 reste pratiquement proportionnelle à la température jusqu'à l'ambiante où elle atteint une valeur supérieure à 0,9 eV. Il semble donc que l'hypothèse de mécanisme activé thermiquement ne se vérifie bien expérimentalement qu'aux températures inférieures à 200°K environ.

La comparaison de ces résultats avec ceux d'autres auteurs, telle qu'elle est faite figure 25, montre que l'accord n'est pas très bon entre les mesures de diverses origines, contrairement à la remarque de Conrad (28). En particulier, pour les plus faibles valeurs de la limite élastique, on remarque une assez grande divergence puisque pour $\tau^*$ = 0 ( $T \sim$ 300°K), on observe des valeurs variant de 0,5 eV (54) à 1 eV (49). Vers les hautes températures, la qualité des échantillons semble avoir une grande importance sur la détermination expérimentale de l'énergie d'activation.

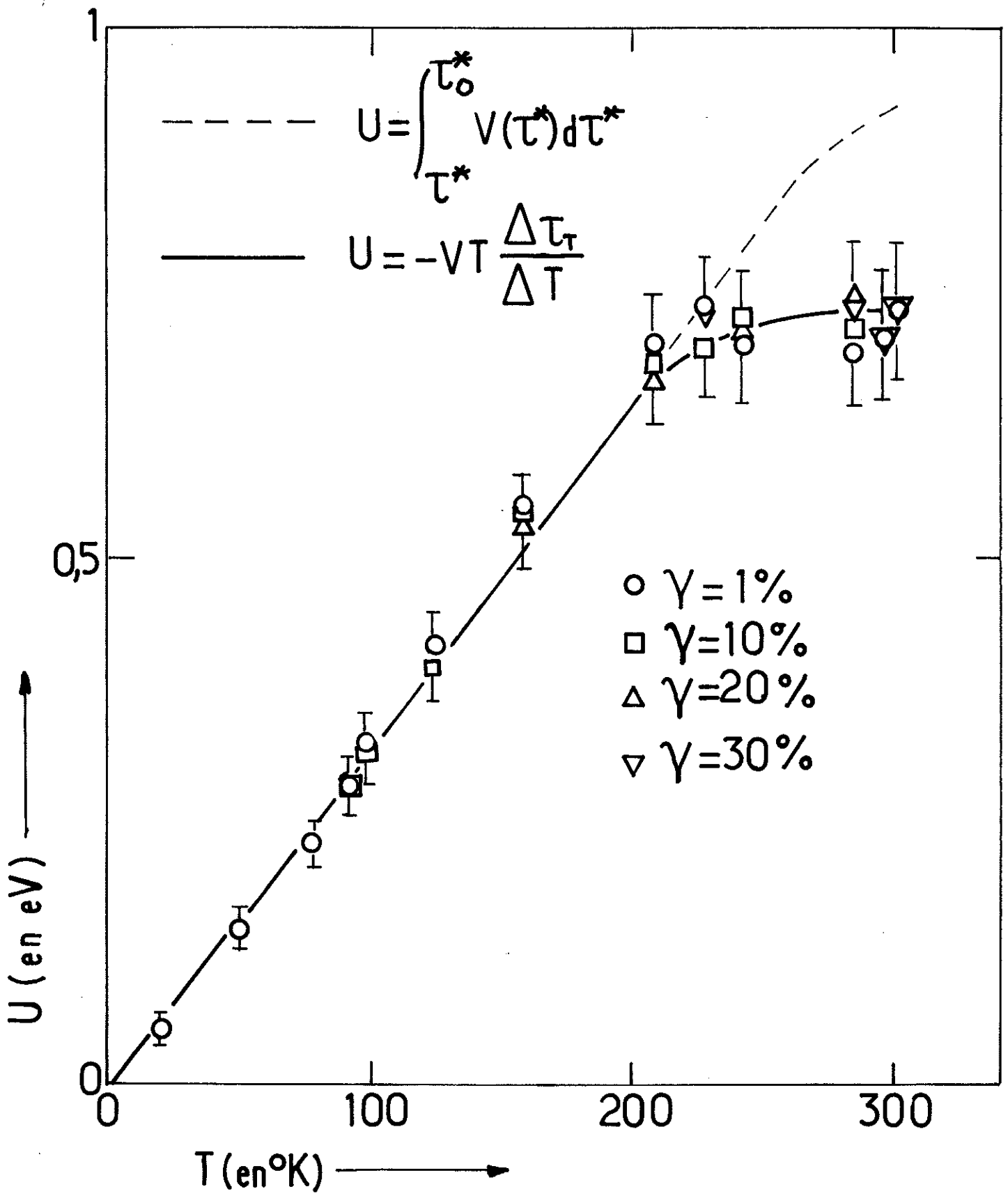

1
0,5
0
0
100
200
300
U (en eV)
T (en °K)
$U = \int_{\tau^*}^{\tau_o^*} V(\tau^*) d\tau^*$
$U = -VT \frac{\Delta \tau_T}{\Delta T}$
γ = 1%
γ = 10%
γ = 20%
γ = 30%

fig. 24

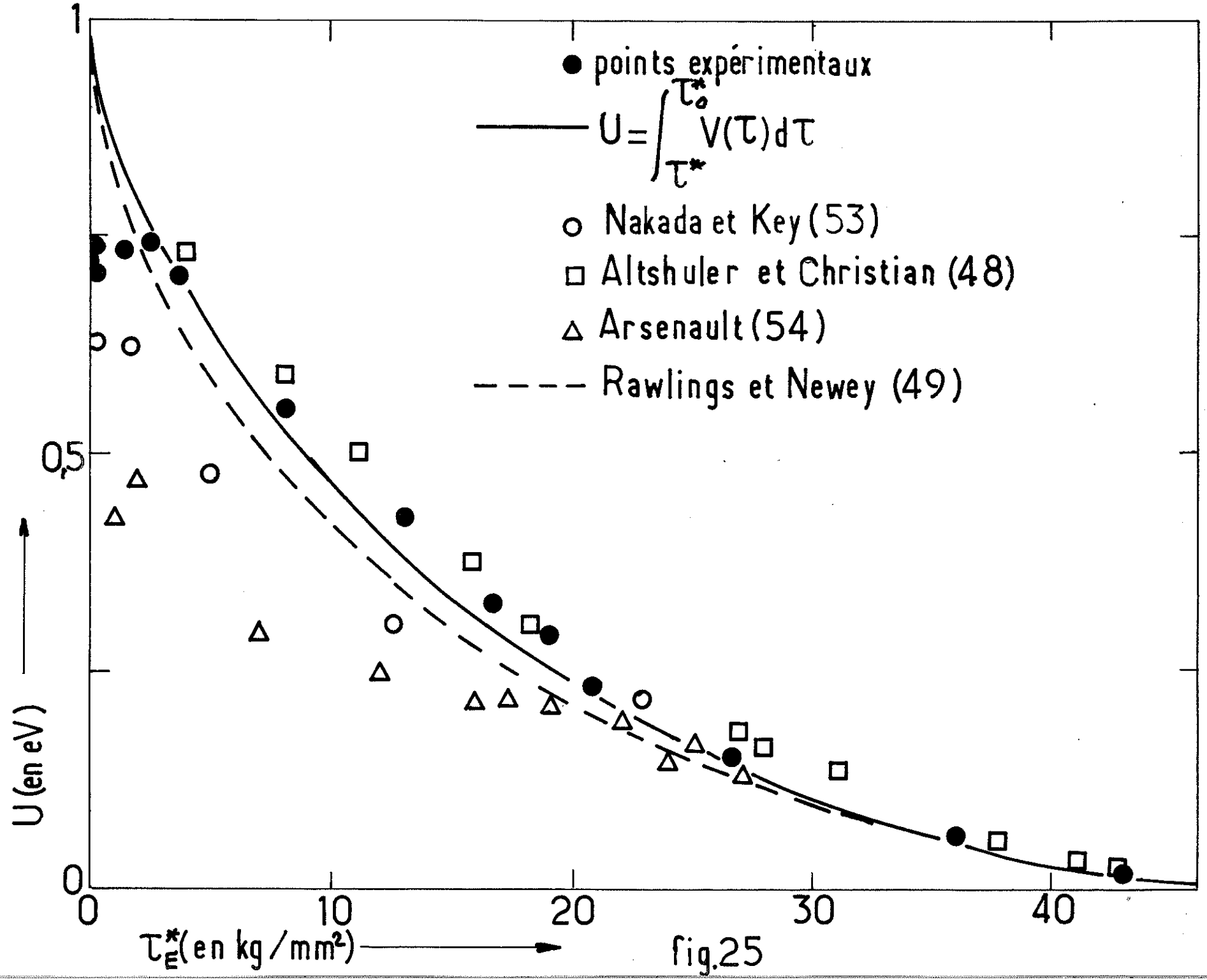

1
0,5
0
0
10
20
30
40
U (en eV)
$\tau_E^*$ (en kg/mm²)
● points expérimentaux
$U = \int_{\tau^*}^{\tau_0^*} V(\tau)\,d\tau$
○ Nakada et Key (53)
□ Altshuler et Christian (48)
△ Arsenault (54)
---- Rawlings et Newey (49)

fig.25

## III.3 - ESSAIS DE RELAXATION DE LA CONTRAINTE APPLIQUEE

### III.3.1 - *Courbes de relaxation*

La relaxation est obtenue par arrêt de la traction à vitesse de cisaillement relatif $\dot{\gamma}_0 \# 10^{-4} s^{-1}$ pour des températures comprises entre 305 et 4°K ; les temps de relaxation étaient au moins égaux à 300 s.

Une relaxation de la contrainte appliquée a été observée non seulement dans la zone plastique mais aussi avant la limite élastique dans une zone que nous appellerons préplastique. L'existence d'un mouvement de dislocations avant la limite élastique macroscopique a déjà été mise en évidence sur le fer et d'autres métaux C.C. soit en traction (12) (55), soit en relaxation (56) (57).

Lorsque la limite élastique est faible ($< 4$ Kg/mm$^2$), nous ne disposons pas du temps nécessaire à l'arrêt de la tête mobile avant son passage, elle est trop rapidement atteinte. Pour cette raison, aucun essai de relaxation n'a été réalisable dans la zone préplastique au-dessus de 200°K. Aux températures inférieures, il a fallu utiliser plusieurs échantillons pour obtenir suffisamment d'essais à une température donnée dans la zone de microdéformation. Un exemple des essais menés sur un même échantillon à T = 100°K est présenté figure 26 ; la courbe de consolidation montre les points où la relaxation a été observée.

Les courbes de relaxation sont bien en général de la forme prévue au paragraphe I.2.3. soit :

$$\tau_0 - \tau = \lambda \log\left(\frac{t}{c} + 1\right) \qquad \text{III.4}$$

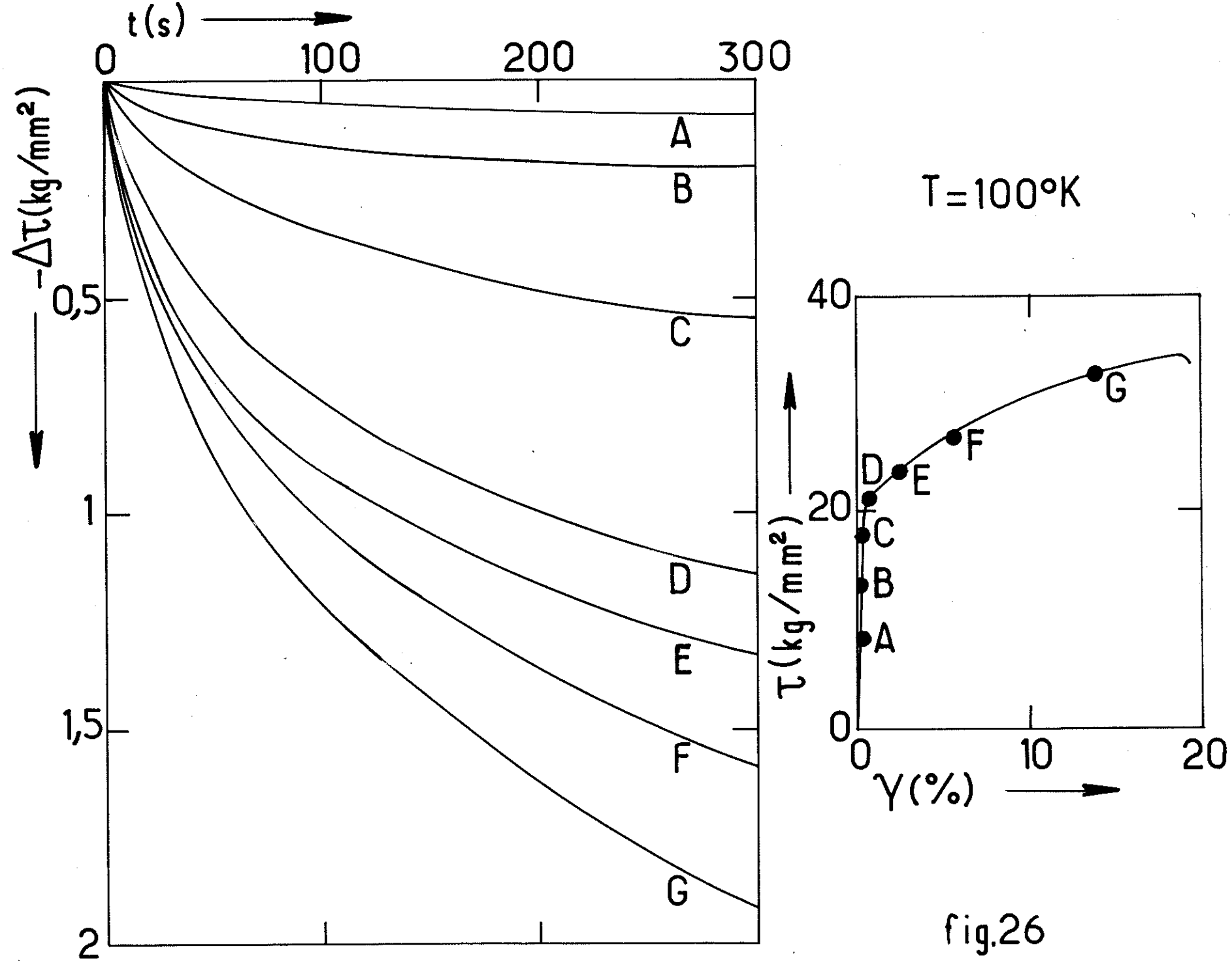

t(s)
0
100
200
300
-Δτ(kg/mm²)
0,5
1
1,5
2
A
B
C
D
E
F
G
T=100°K
40
20
0
τ(kg/mm²)
0
10
20
γ(%)

fig.26

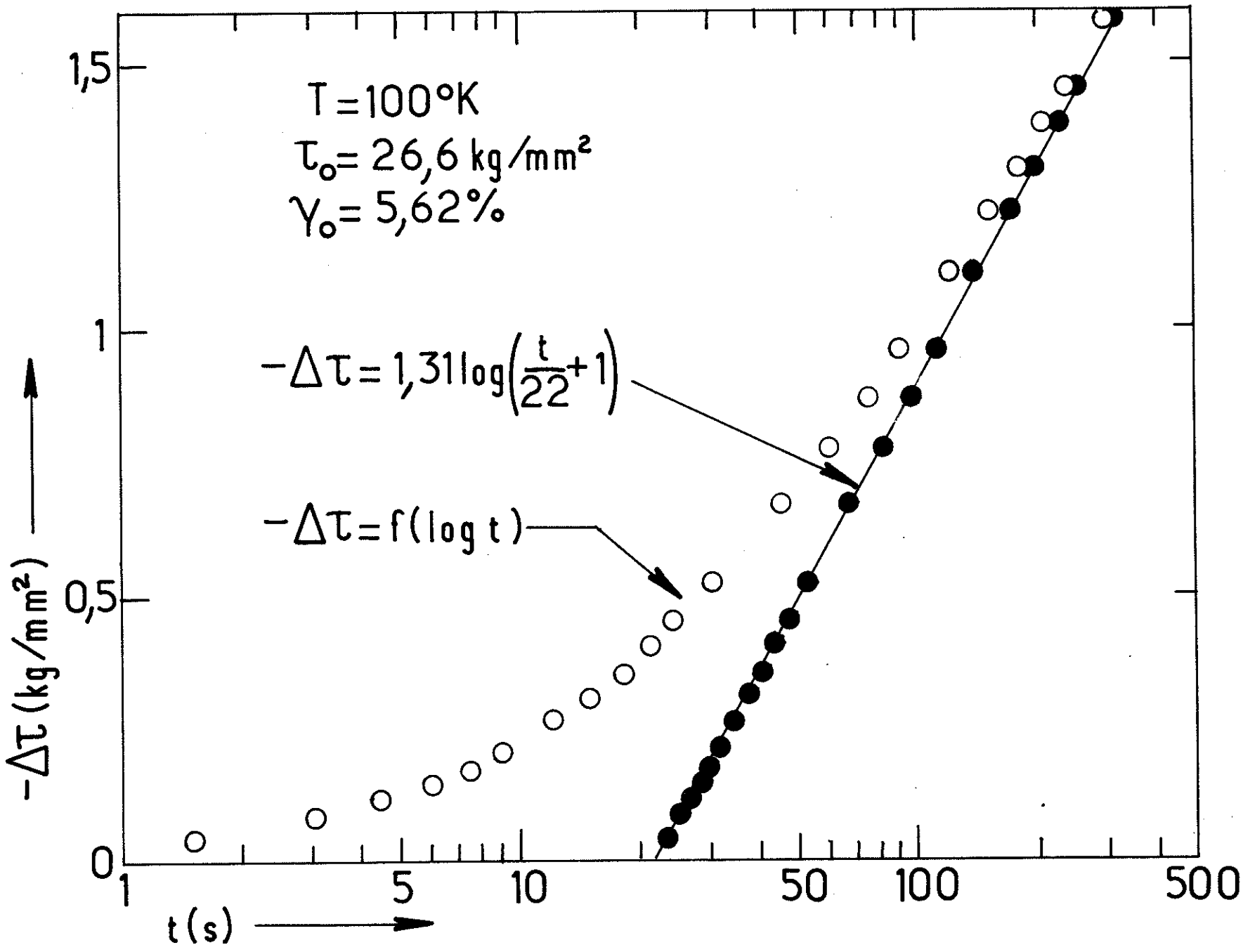

T = 100°K
$\tau_o$ = 26,6 kg/mm²
$\gamma_o$ = 5,62%
$-\Delta\tau = 1{,}31 \log\left(\frac{t}{22}+1\right)$
$-\Delta\tau = f(\log t)$
$-\Delta\tau$ (kg/mm²)
t (s)
0
0,5
1
1,5
1
5
10
50
100
500

fig.27

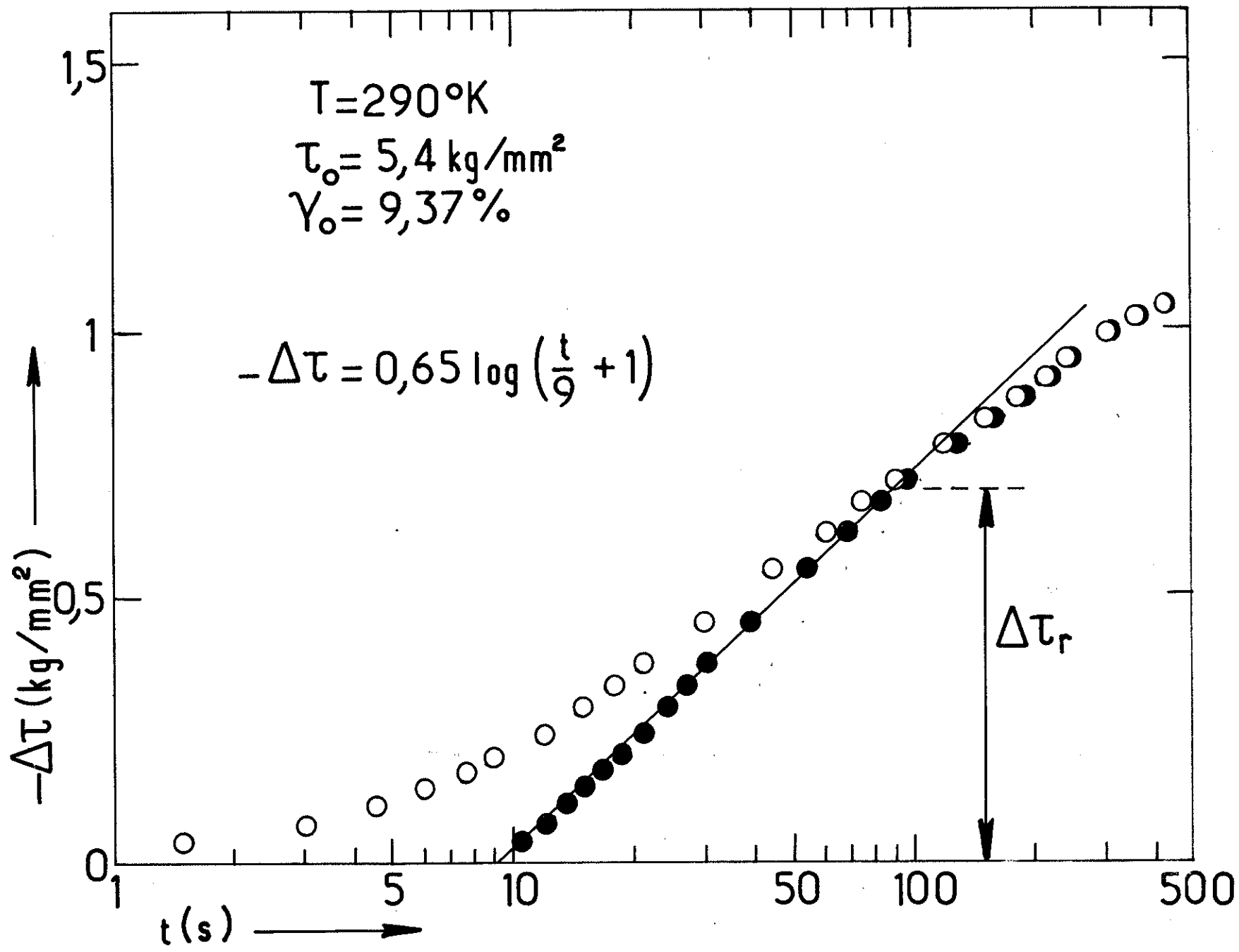

T=290°K
$\tau_o$= 5,4 kg/mm²
$\gamma_o$= 9,37 %
$-\Delta\tau = 0{,}65 \log\left(\frac{t}{9}+1\right)$
$-\Delta\tau$ (kg/mm²)
1,5
1
0,5
0
1
5
10
50
100
500
t (s)
$\Delta\tau_r$

fig.28

si l'on pose :

$$\lambda = 2{,}3\,\frac{kT}{V} \qquad \text{III.5}$$

et $$c = \frac{\lambda M'}{2{,}3\,\%_0}$$

pour pouvoir comparer à la relation I.25. La détermination de $\lambda$ et C est faite graphiquement ; un exemple est donné figure 27 à partir d'une des courbes de la figure 26. Cette loi est suivie dans tous les cas aussi bien dans les zones plastique que préplastique. Toutefois, on note au-dessus de 250°K un ralentissement systématique de la relaxation par rapport à une telle loi (figure 28). Ce ralentissement intervient toujours après un $\Delta\tau_r$ qui semble uniquement fonction de la température (voir tableau ci-dessous). De plus, au-dessous de 200°K la valeur de C est toujours de l'ordre de 20 à 25 secondes, alors qu'aux températures supérieures elle décroît fortement (voir tableau ci-dessous).

| $T$ (°K) | $\Delta\tau_r$ (kg/mm²) | C (s) |
|---|---|---|
| 250 | 1,3 | 15 |
| 273 | 1 | 12 |
| 290 | 0,7 | 9 |
| 305 | 0,4 | 7 |

Les valeurs de $\lambda$ déduites de toutes les courbes de relaxation tracées sont reportées figure 29 en fonction de la contrainte $\tau_o$ appliquée au début de l'essai, en prenant la température comme paramètre.

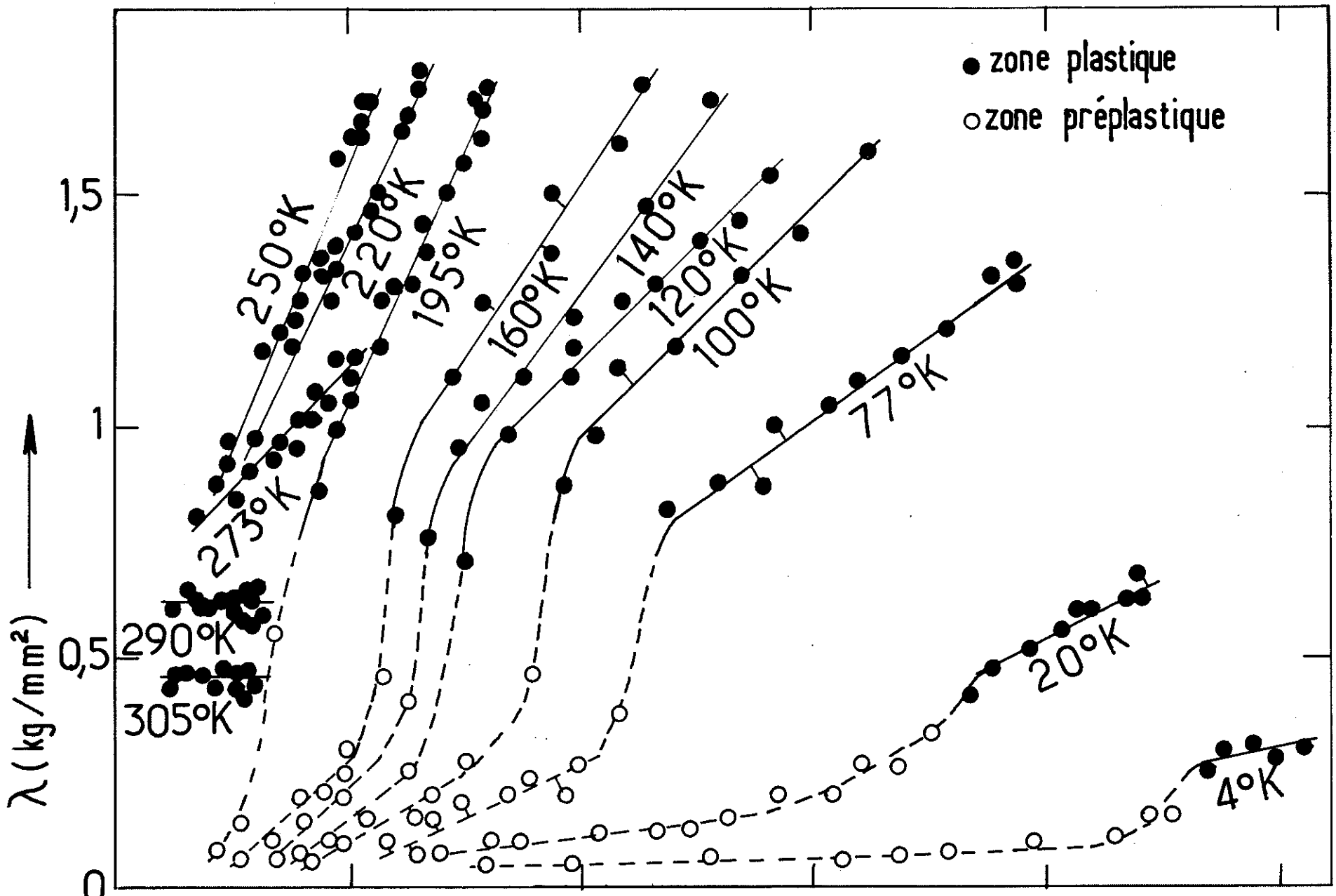

zone plastique
zone préplastique
250°K
220°K
195°K
160°K
140°K
120°K
100°K
77°K
20°K
4°K
273°K
290°K
305°K
λ (kg/mm²)
τ (kg/mm²)
0
0,5
1
1,5
0
10
20
30
40
50

fig.29

III.3.2 - *Limites micro et macroélastiques*

L'existence d'une déformation préplastique fait supposer celle d'une limite élastique inférieure à celle généralement observée et qui serait la véritable limite élastique du fer.

Nous avons estimé pouvoir donner une valeur supérieure approchée de cette limite microélastique à l'aide de ces essais de relaxation. Pour cela, nous considérons :

- soit la limite atteinte par la première relaxation obtenue immédiatement après la limite macroélastique,

- soit la contrainte minimale sous laquelle apparaît une relaxation dans la zone préplastique.

Les conditions expérimentales (en particulier la sensibilité du capteur dynamométrique) imposent une vitesse de relaxation de l'ordre de $10^{-4}$ Kg/mm$^2$s pour apprécier l'arrêt ou l'existence du phénomène.

La variation thermique de la "valeur supérieure" de la limite microélastique ainsi approchée est présentée figure 30 où elle est comparée à celle de la limite macroélastique déterminée plus haut (III.1.2). Les deux méthodes employées conduisent à des résultats qui se recoupent assez bien.

Ces valeurs, trop fortes, présentent cependant une variation semblable à celle obtenue sur du fer polycristallin par Kossowski et Brown (12) pour $\sigma_A$ ; $\sigma_A$ est définie comme la contrainte nécesseire au maintien d'une déformation de $10^{-6}$. Meakin (55) sur les mêmes échantillons que Kossowski et Brown,

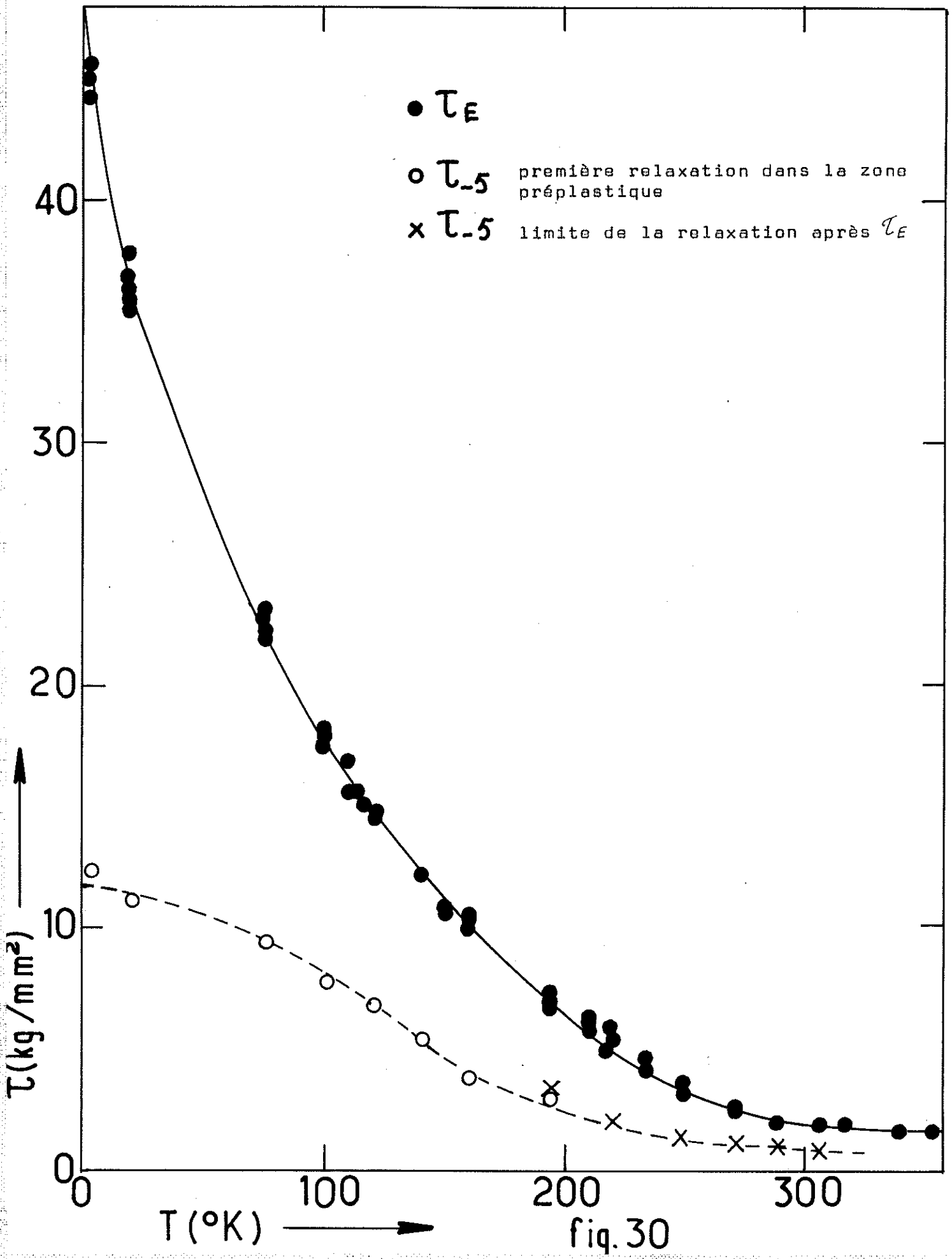

• $\tau_E$
o $\tau_{-5}$ première relaxation dans la zone préplastique
× $\tau_{-5}$ limite de la relaxation après $\tau_E$
40
30
20
10
0
0
100
200
300
τ(kg/mm²)
T(°K)

fig. 30

trouve des valeurs encore plus faibles pour $\sigma_A$ . Les résultats dépendent donc des machines utilisées, ce qui est normal puisque des allongements aussi faibles que $10^{-6}$ sont à la limite des possibilités de mesures actuelles.

Les valeurs données figure 30 sont très grossièrement approchées ; la véritable limite élastique est extrêmement faible, peut-être le 1/10 de ces valeurs, et elle varie certainement très peu avec la température (12).

### III.3.3 - *Volumes d'activation*

Des courbes de relaxation, il est possible de déduire les valeurs du volume d'activation en utilisant la relation III.5. Ces valeurs sont reportées sur les figures 31 et 32 en fonction de la contrainte appliquée $\tau_0$ en début de relaxation.

La courbe $V(\tau)$ de la figure 31 obtenue à partir des expériences réalisées dans la zone plastique, est pratiquement identique à celle déduite des essais différentiels en traction (figure 22). Cependant, ici, le volume diminue plus sensiblement avec l'écrouissage au-dessous de 77°K (pour $\tau > 30$ Kg/mm$^2$) que précédemment. Cette différence n'est pas significative car les écarts observés sont de l'ordre des erreurs faites dans les deux mesures.

Sur la figure 32 sont reportés les volumes d'activation déduits des expériences de relaxation menées au-dessous de 250°K, tant dans la zone plastique que dans la zone préplastique. Le volume d'activation passe de valeurs de l'ordre de $10^2$ à $10^3 b^3$ pendant la microdéformation à des valeurs de quelques $10 b^3$ dans la zone plastique. Les valeurs obtenues dans la zone de microdéformation sont confirmées par les mesures de Meakin

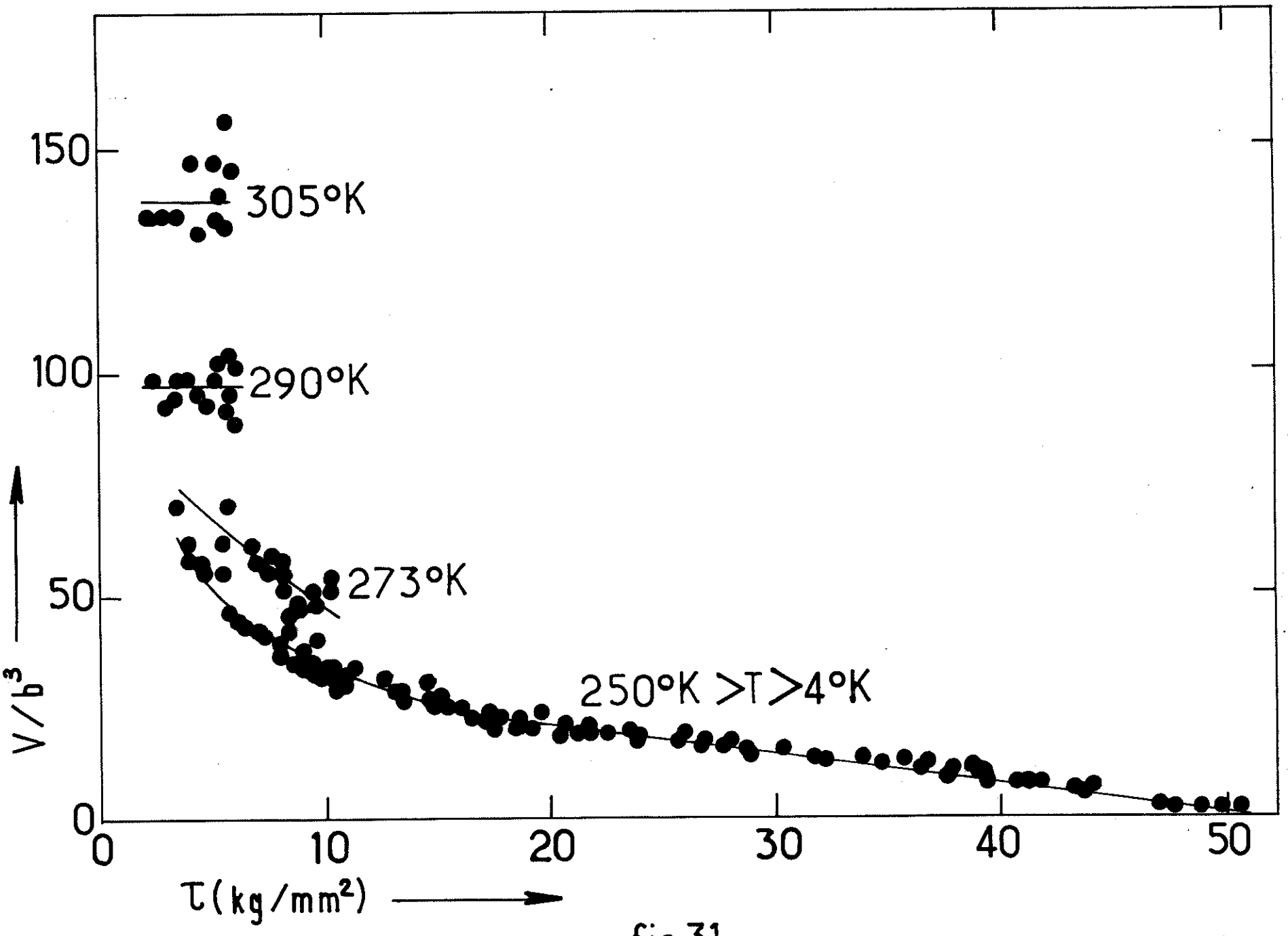



fig. 31

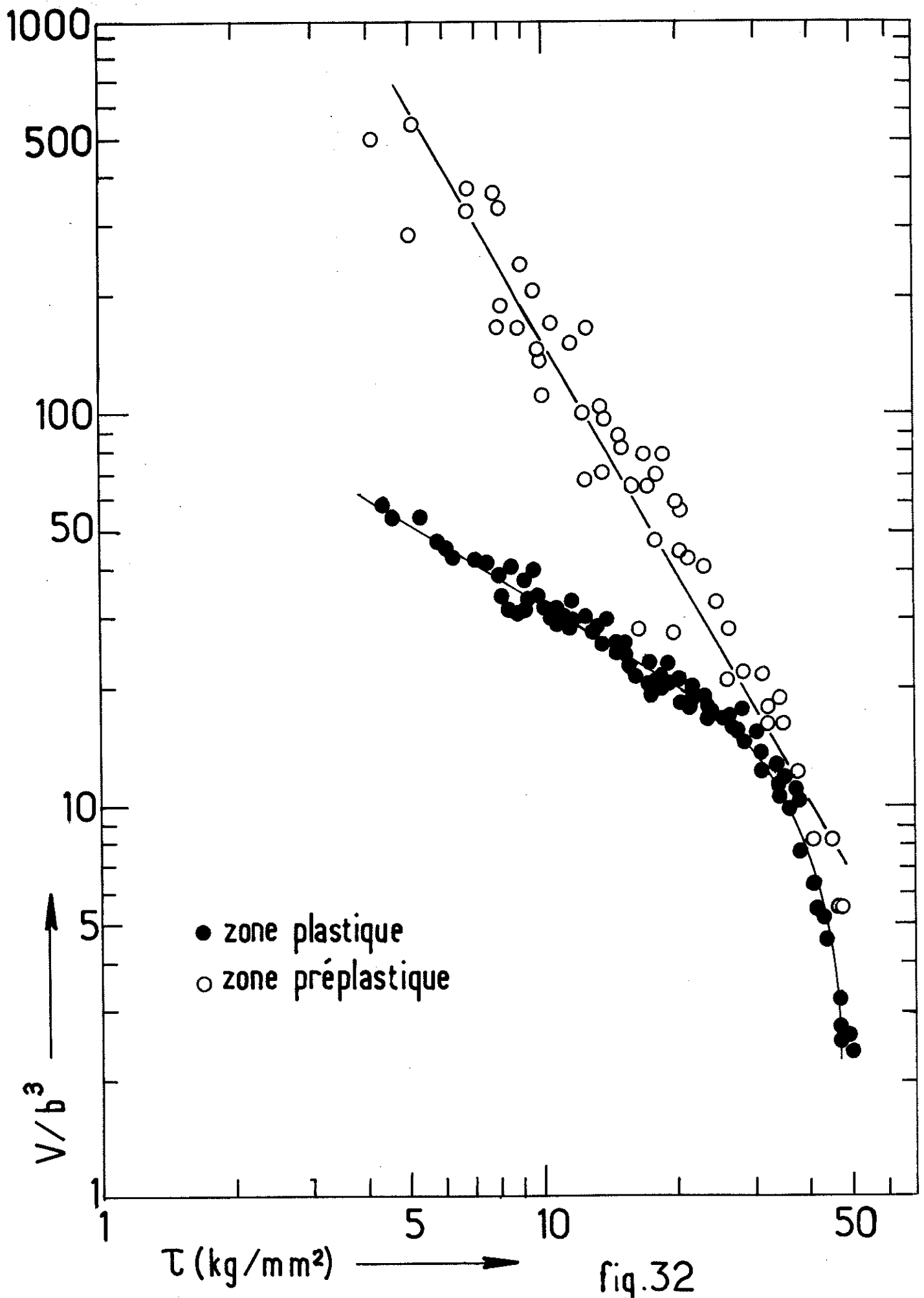

1000
500
100
50
10
5
1
V/b³
1
5
10
50
τ (kg/mm²)
● zone plastique
○ zone préplastique

fig.32

(55) qui trouve des volumes d'activation voisins de 2000 $b^3$ à température ambiante.

Il semble donc, d'après ces mesures, que ce soient deux phénomènes différents qui régissent la déformation avant et après la limite macroélastique. Le passage d'un phénomène à l'autre se fait de manière progressive comme le montre la figure 29.

III.3.4 - *Restauration*

L'écart à la loi logarithmique qui a été constaté au-dessus de 250°K pourrait être interprété comme une restauration. Cependant, c'est un ralentissement par rapport à cette loi qui apparaît alors qu'une restauration entraînerait une accélération de la relaxation.

Il vaut mieux remarquer qu'à ces températures la contrainte $\tau^*$ est assez faible au départ de la relaxation et vite annulée au cours de celle-ci, si bien que c'est uniquement la diminution de $\tau_i$ par restauration qui est observée pour des temps assez longs.

Pour illustrer ce fait, nous avons repris la courbe de relaxation de la figure 28 et nous l'avons comparée, figure 33, à la loi logarithmique $-\Delta\tau = 0{,}65\, \rho \log\left(\frac{t}{9} + 1\right)$ que nous avions ajustée pour les temps courts, et à la loi $-\Delta\tau = 0{,}65\, \rho \log\left[110\left(e^{10^{-3}t} - 1\right) + 1\right]$ qui correspond à une restauration $\alpha = 3.10^{-4}$ Kg/mm$^2$s. Ce coefficient a été déterminé en supposant que pour $t > 350$ s, nous observions uniquement une restauration constante de $\tau_i$.

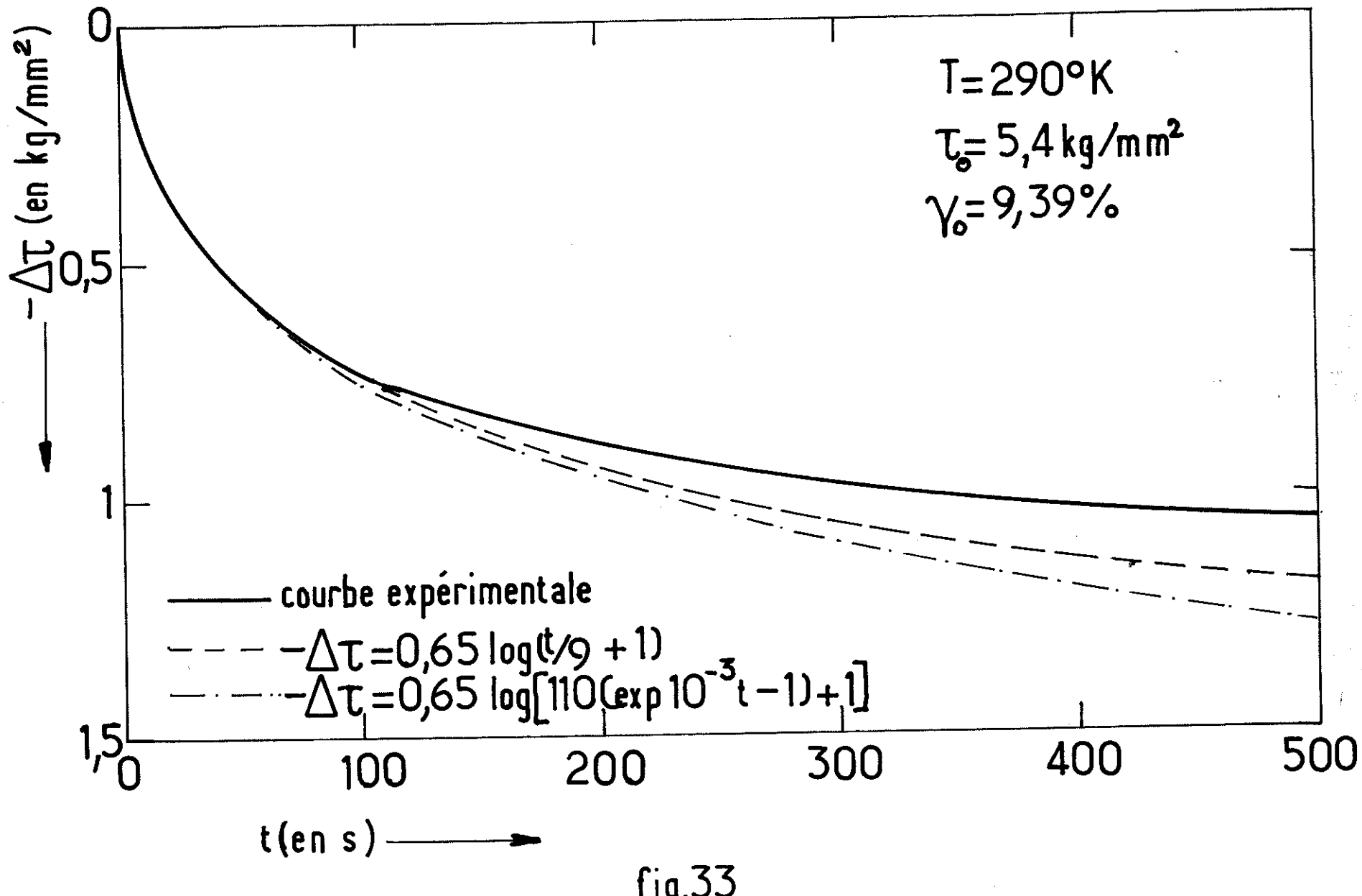

T=290°K
$\tau_o$= 5,4 kg/mm²
$\gamma_o$= 9,39%
$-\Delta\tau$ (en kg/mm²)
0
0,5
1
1,5
0
100
200
300
400
500
t(en s)
courbe expérimentale
$-\Delta\tau = 0{,}65 \log(t/9 + 1)$
$-\Delta\tau = 0{,}65 \log[110(\exp 10^{-3}t - 1) + 1]$

fig.33

Il est certain que les coefficients $\alpha$ de restauration varient non seulement avec la température et l'écrouissage mais aussi dans le temps ; l'approximation que nous faisons en déterminant $\alpha$ à la fin des courbes de relaxation est donc assez grossière. Cependant il faut remarquer que les valeurs trouvées à partir des relaxations effectuées dans la zone de déformation qui précède la rupture sont de l'ordre de $\alpha_\ell \simeq 5.10^{-3}$ Kg/mm$^2$s.

D'après I.29, il semble que la restauration atteigne une limite au cours de la traction puisque les courbes de consolidation présentent un durcissement pratiquement linéaire $\theta_\beta$ avant la rupture. Cette limite serait (d'après I.29) :

$$\tau_\ell = \dot{\gamma}_o (\theta_\alpha - \theta_\beta) ,$$

soit pour la vitesse de traction $\dot{\gamma}_o = 10^{-4}s^{-1}$ et en prenant $\theta_\alpha \# 70$ Kg/mm$^2$ et $\theta_\beta \# 10$ Kg/mm$^2$ d'après nos mesures (figure 13) :

$$\alpha_\ell = 6.10^{-3} \text{ Kg/mm}^2\text{s} .$$

## III.4 - ESSAIS DE FLUAGE

### III.4.1 - *Microdéformation*

Notre balance de fluage permet une mesure assez correcte du module d'Young des échantillons et aussi la mise en évidence d'assez faibles écarts à la loi de Hooke (II.3.2).

La mesure des allongements observés après application de petites charges successives a conduit à des courbes $\sigma(\varepsilon)$ telles que celles présentées figure 34. La pente initiale de ces courbes, comprise entre I2.000 et I5.000 $Kg/mm^2$, donne une bonne approximation du module d'Young qui, pour de tels échantillons, est de I3.600 $Kg/mm^2$. Cette mesure devient très peu précise au voisinage de la température ambiante du fait de la microdéformation.

Pour des contraintes très inférieures à la limite élastique obtenue précédemment (fig. 10), une déviation à la loi de Hooke est observée. Le supplément d'allongement obtenu est permanent : la courbe de décharge de l'échantillon est parallèle à la droite de déformation élastique. Des écarts d'allongement inférieurs à $10^{-4}$ sont bien mis en évidence, il est donc possible de détecter une valeur approchée de la limite microélastique et de la comparer à celle obtenue à l'aide de la relaxation ; ceci est présenté figure 35. On note un assez bon accord entre ces deux mesures ; il est vraisemblable que la sensibilité des deux méthodes est voisine et on peut estimer avoir déterminé la cission $\tau_{-5}$ correspondant à une déformation de $\gamma \# 10^{-5}$ dans les deux cas.

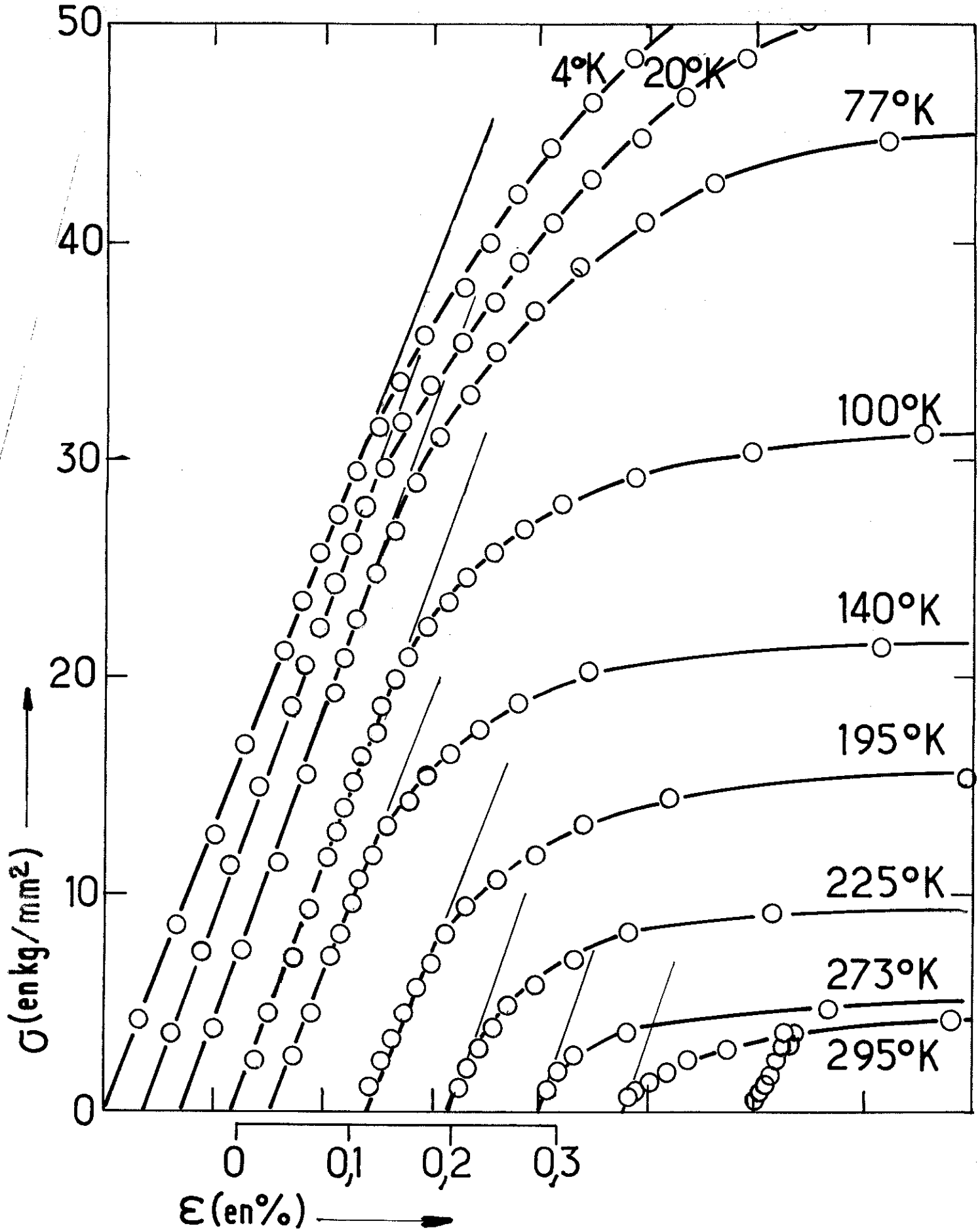

50
40
30
20
10
0
4°K
20°K
77°K
100°K
140°K
195°K
225°K
273°K
295°K
0
0,1
0,2
0,3
σ (en kg/mm²)
ε (en %)

fig. 34

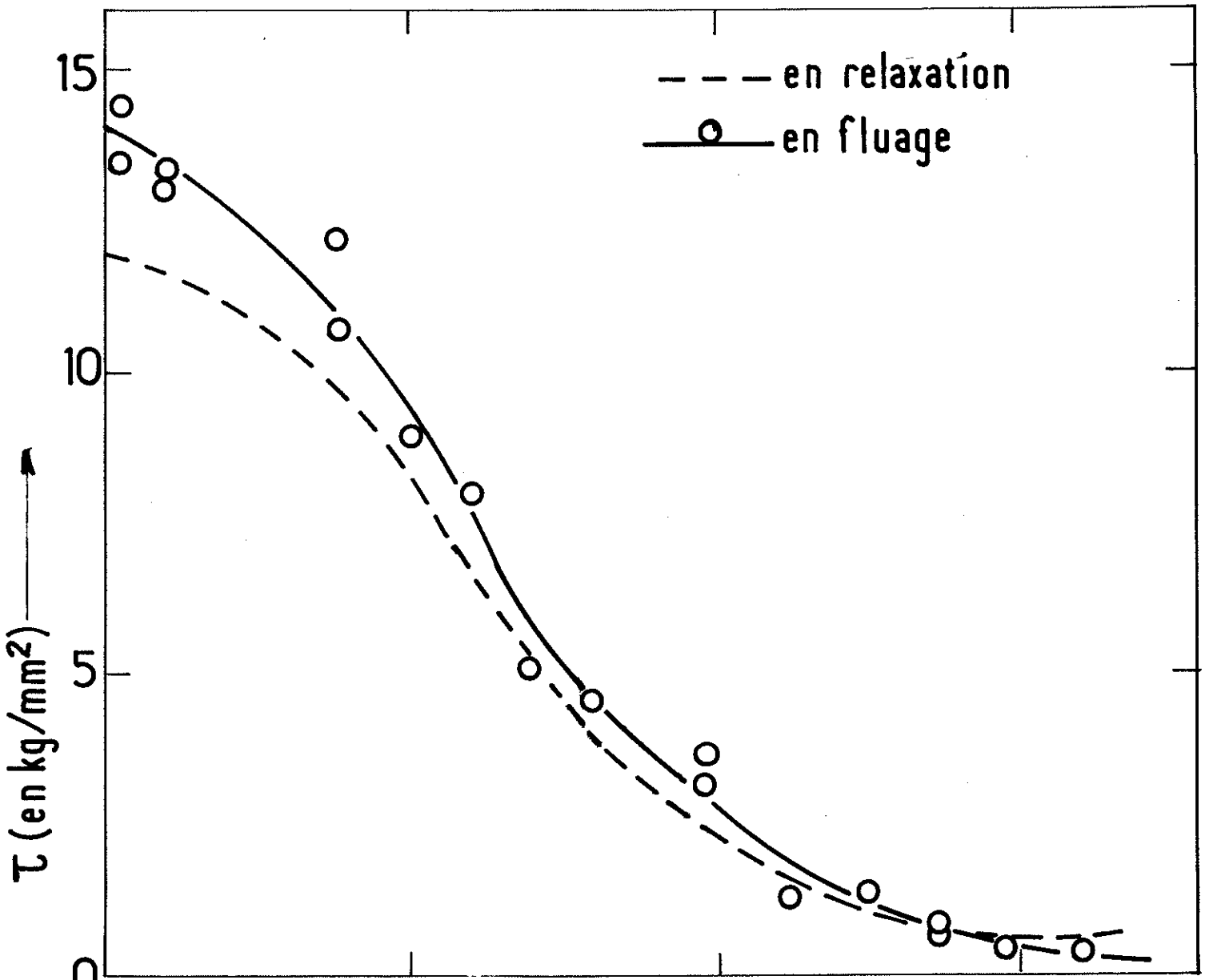



fig.35

Des essais différentiels en fluage (I.2.2) ont été tentés pour connaître les paramètres d'activation. Ces mesures sont extrêmement imprécises car la déformation par fluage (une fois soustraite la déformation élastique) est très faible. De plus, la vitesse de fluage, sur une même courbe passe très rapidement de valeurs très fortes à des valeurs très faibles difficiles à déterminer. Cependant, quelques mesures faites à 295°K montrent que le volume d'activation est au moins de l'ordre de 1000 $b^3$ peu avant la limite élastique macroscopique, ce qui correspond assez bien aux mesures faites en relaxation dans cette région de préplasticité.

III.4.2 - *Courbes de fluage*

Deux formes de courbes ont été observées pour le fluage :

- le fluage logarithmique ou fluage $\alpha$ d'équation

$$\gamma - \gamma_0 = \alpha \log\left(\frac{t}{c'} + 1\right) \qquad \text{III.6}$$

conforme à celle que nous avions établie en I.2.3

- le fluage linéaire ou quasi visqueux (fluage $\mathcal{X}$) qui, après une période transitoire de ralentissement, tend vers une vitesse limite. Ce type de fluage pourrait correspondre à ce que nous avons décrit en I.2.4. Un exemple de chacune de ces formes de fluage est présenté figure 36, tandis que la figure 37 montre l'évolution de la vitesse de déformation au cours du fluage.

Aux températures inférieures à 100°K environ, le fluage est observé pour toutes les valeurs de la contrainte appliquée (supérieures à la limite élastique). Entre 100 et 300°K, le fluage $\alpha$, toujours présent à faibles contraintes, est remplacé

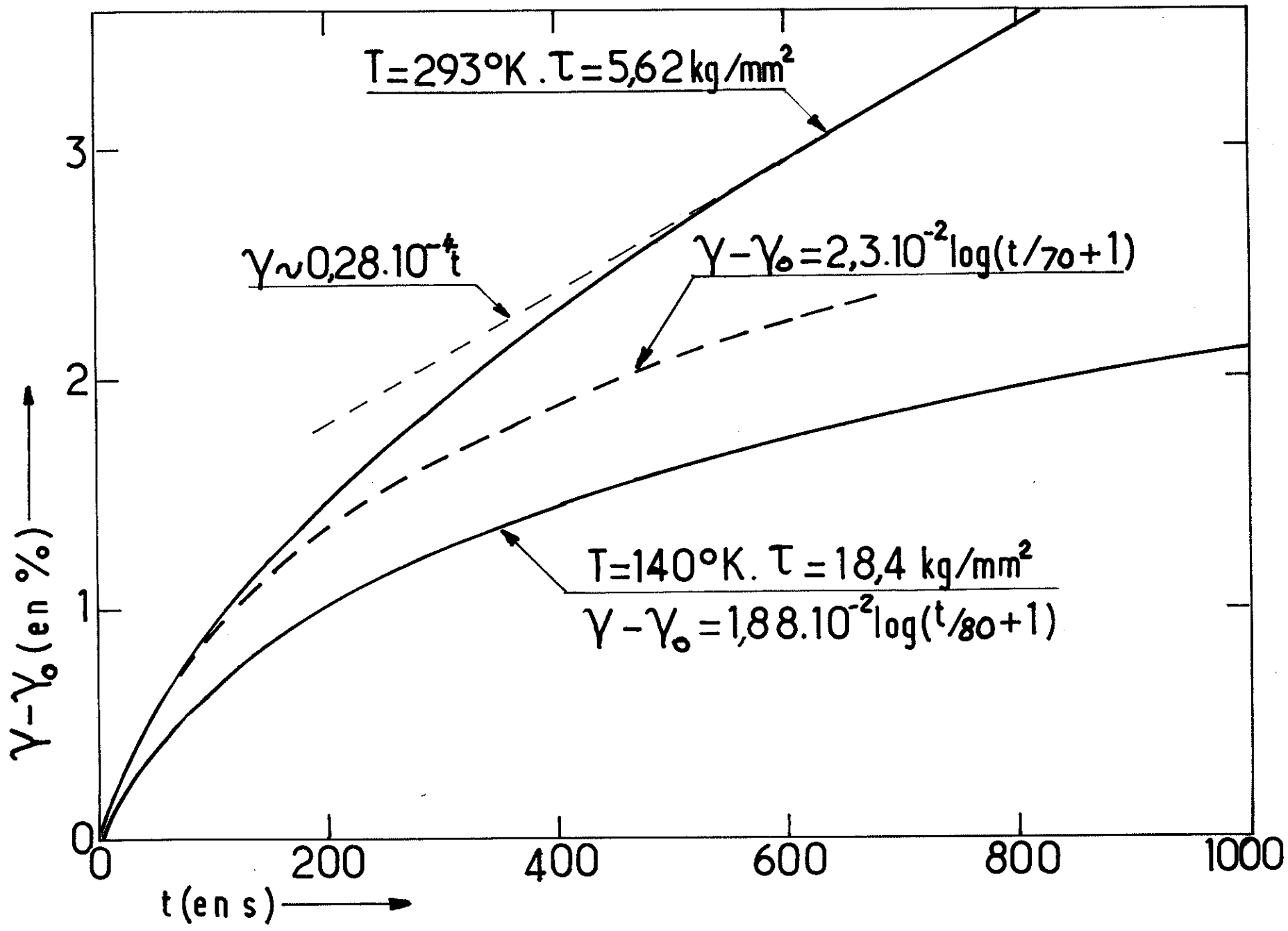

T=293°K . τ=5,62 kg/mm²
γ~0,28.10⁻⁴t
γ-γ₀=2,3.10⁻²log(t/70+1)
T=140°K. τ=18,4 kg/mm²
γ-γ₀=1,88.10⁻²log(t/80+1)
γ-γ₀ (en %)
t (en s)
0
1
2
3
0
200
400
600
800
1000

fig. 36

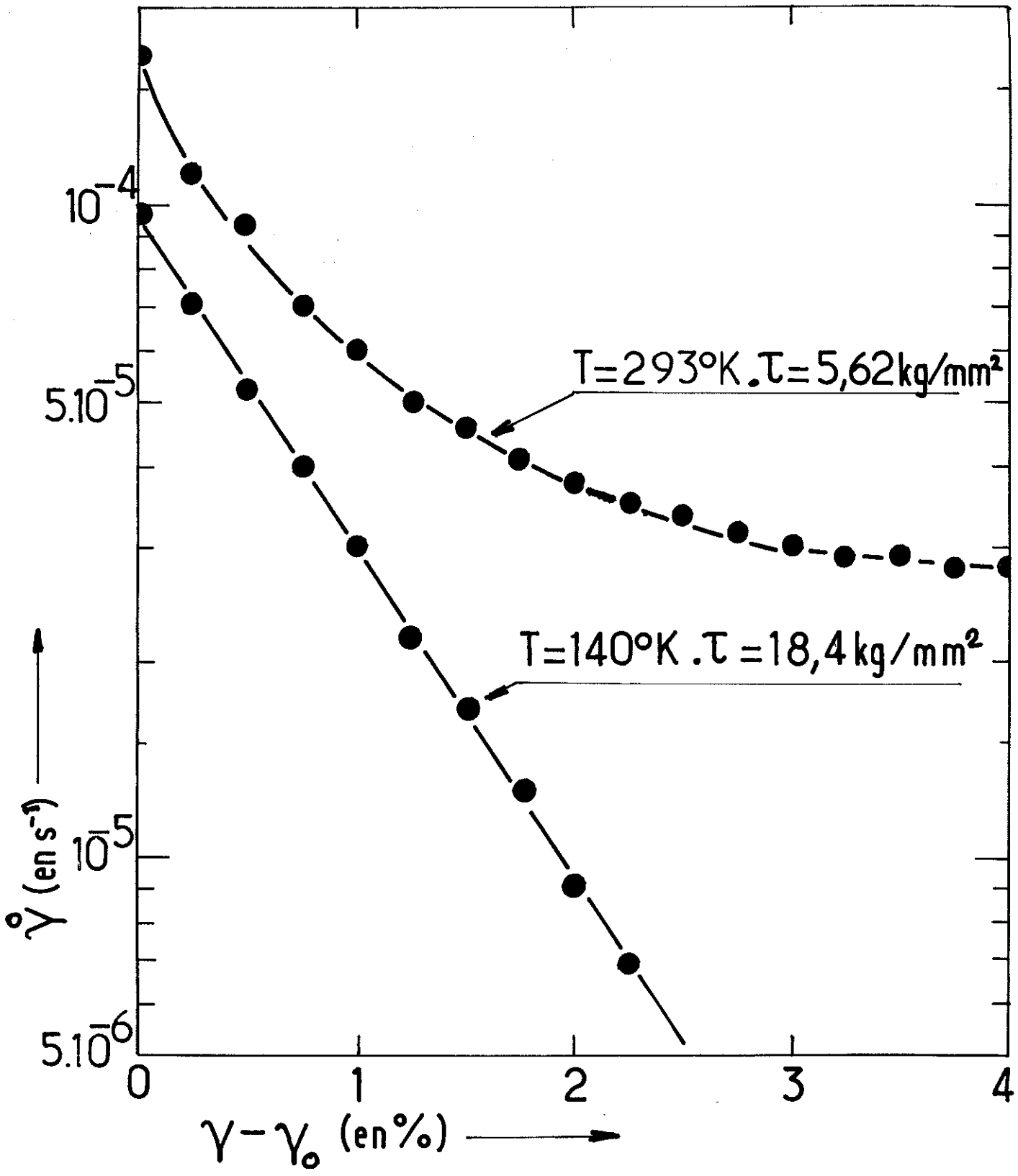

$10^{-4}$
$5.10^{-5}$
$10^{-5}$
$5.10^{-6}$
$\dot{\gamma}$ (en $s^{-1}$)
0
1
2
3
4
$\gamma - \gamma_o$ (en %)
T=293°K . $\tau$ = 5,62 kg/mm²
T=140°K . $\tau$ = 18,4 kg/mm²

fig. 37

au-dessus d'une contrainte $\tau_{\mathcal{X}}$ par le fluage $\mathcal{X}$ qui tend vers une vitesse limite d'autant plus élevée que la contrainte ou la température augmentent. Au-dessus de 300°K, on observe uniquement le fluage $\mathcal{X}$ dès la limite élastique.

Sur la figure 38, la contrainte $\tau_{\mathcal{X}}$ est portée en fonction de la température ; elle est comparée à la contrainte $\tau_\alpha$ (fig.14) qui marque le début de la diminution de la consolidation sur les courbes de traction. Ces deux contraintes doivent correspondre au début de la possibilité d'une restauration. L'accord entre ces deux déterminations est assez bon jusqu'à environ 200°K, compte-tenu des imprécisions ; au-dessus $\tau_{\mathcal{X}}$ est nettement plus faible que $\tau_\alpha$ . C'est également vers cette température qu'apparaît une brusque diminution du durcissement $\theta_\alpha$ (fig. 13) qui peut indiquer qu'une restauration est possible au-dessous de $\tau_\alpha$ tel que nous l'avons déduit des courbes de traction.

Le fluage $\alpha$ peut nous fournir des valeurs du volume d'activation, de même que la courbe logarithmique qui représente le mieux de début du fluage $\mathcal{X}$ . Il suffit d'identifier les équations I.26 et III.6, soit :

$$\alpha = \frac{2,3\,kT}{V\theta} \qquad \text{III.7}$$

et

$$c' = \frac{kT}{V\theta\gamma_0^2} \quad .$$

Les volumes d'activation que l'on déduit de la relation III.7 en prenant pour $\theta$ les valeurs de $\theta_\alpha$ de la figure 13, sont semblables à ceux trouvés en traction (fig. 22) et en relaxation (fig. 31).

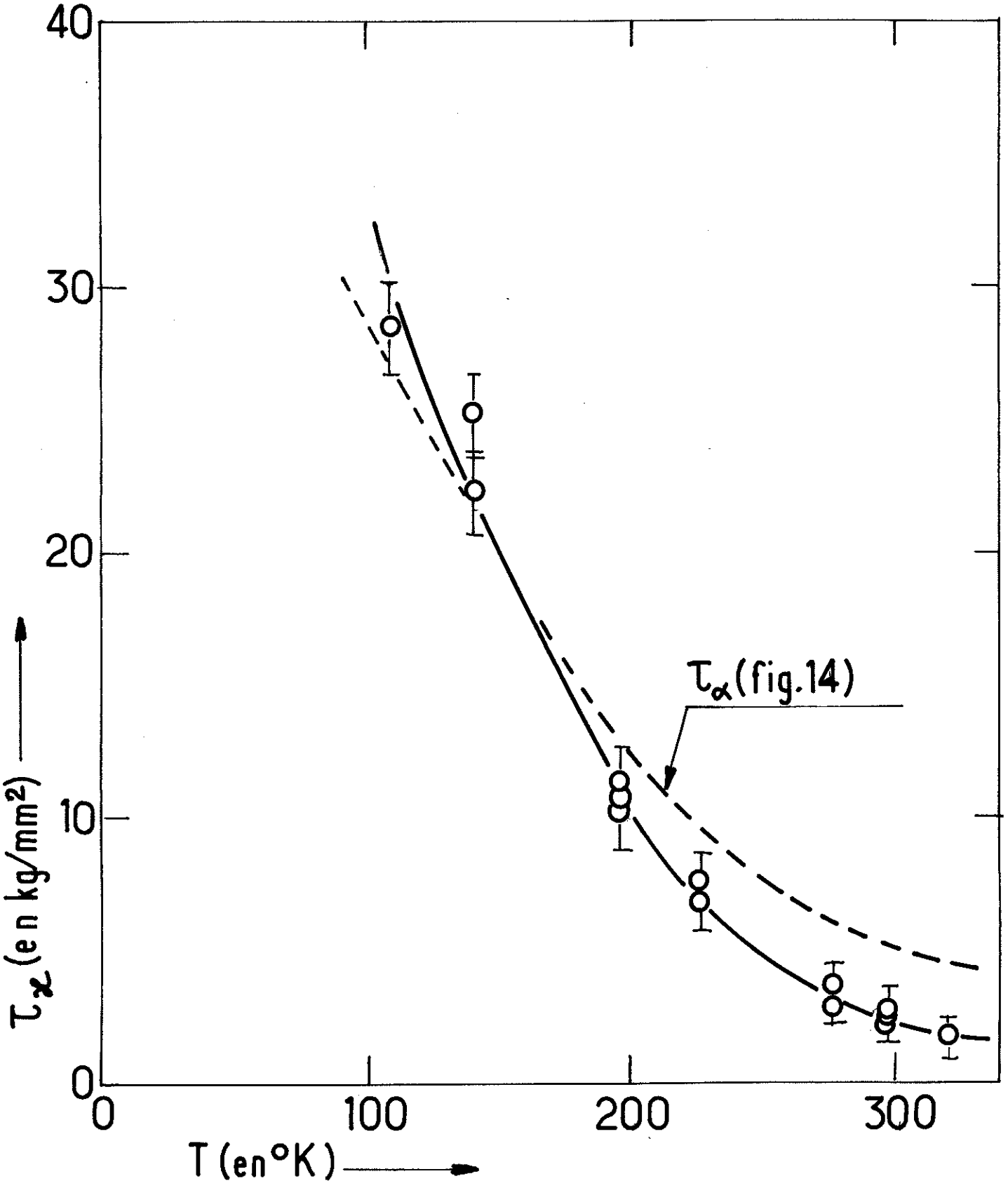

40
30
20
10
0
0
100
200
300
$\tau_\alpha$ (fig.14)
$\tau_\alpha$ (en kg/mm²)
T (en °K)

fig.38

III.4.3 - *Essais différentiels - Volumes d'activation*

Au cours d'expériences de fluage à température constante, la charge imposée à l'échantillon a été augmentée progressivement ; on a laissé s'établir le fluage après chaque augmentation de charge. Chacun de ces $\Delta\tau$ produit un brusque accroissement de la vitesse de fluage comme le montre la figure 39 obtenue à partir des courbes de fluage tracées à 140°K.

De telles expériences, on déduit le volume d'activation par :

$$V = 2{,}3kT \frac{\log \dot{\gamma}_1/\dot{\gamma}_2}{\Delta\tau}. \qquad \text{III.8}$$

Ces volumes d'activation sont présentés figure 40 ; les courbes $V(\tau)$ obtenues en relaxation pour les mêmes températures sont également reportées sur cette figure. Ces mesures conduisent à une dispersion assez grande qui provient surtout du manque de précision de la méthode : ce sont deux vitesses donc deux tangentes que nous avons à comparer. De plus, les valeurs trouvées ici sont plus grandes que celles déduites en traction ou en relaxation, bien que l'allure générale de la variation $V(\tau)$ soit conservée. Ceci provient, au moins en partie, du fait que les vitesses de déformation sont plus faibles ici que précédemment (7) (48).

Les mesures ont été faites uniquement par augmentation de la charge, car on observe un comportement différent suivant la forme du fluage initial lors d'une diminution de celle-ci. Lorsque le fluage initial est logarithmique, une diminution brusque de la charge entraîne un arrêt du fluage pendant quelques dizaines de secondes puis un passage à un fluage logarithmique plus lent.

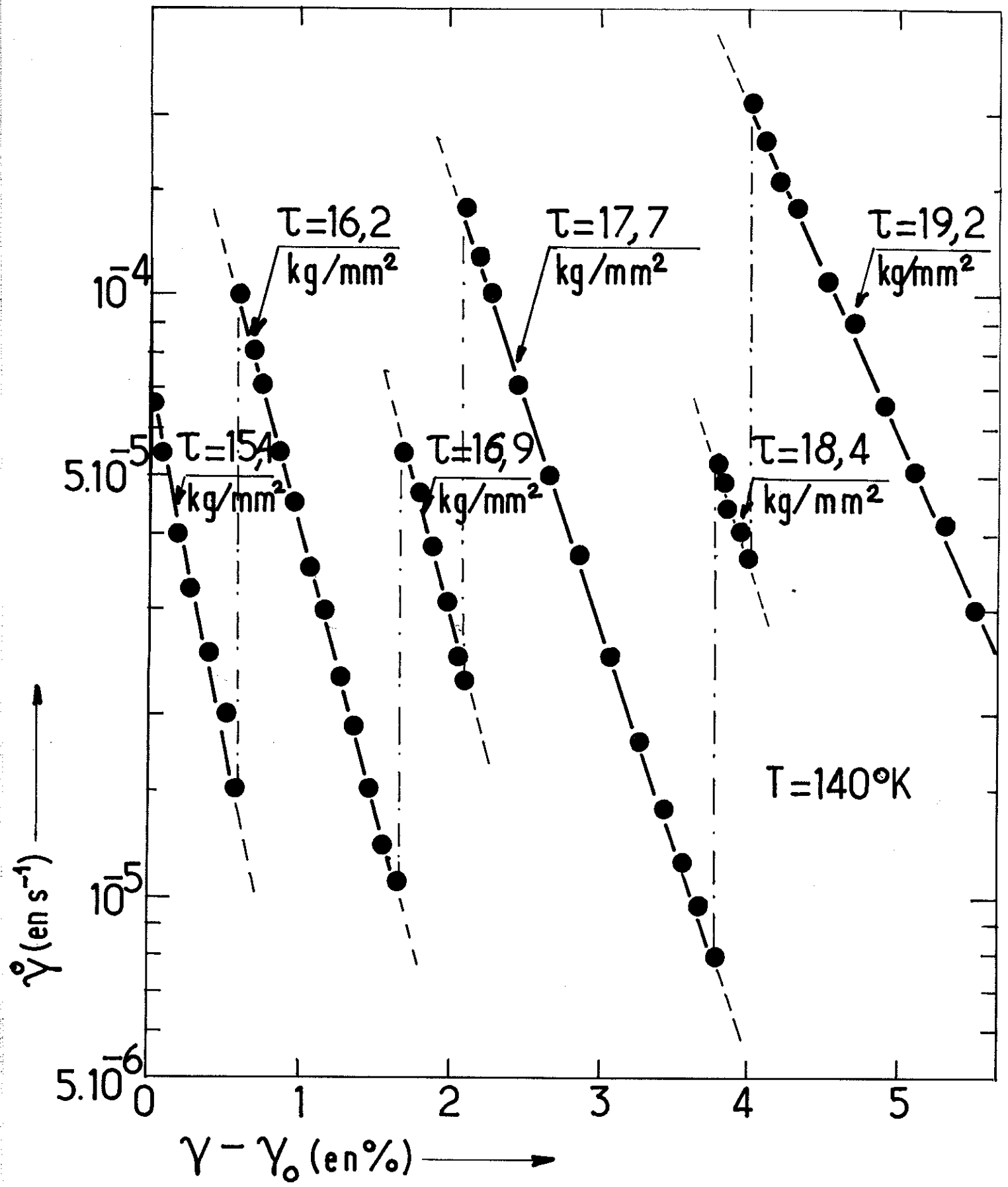

τ=16,2 kg/mm²
τ=17,7 kg/mm²
τ=19,2 kg/mm²
τ=15,4 kg/mm²
τ=16,9 kg/mm²
τ=18,4 kg/mm²
T=140°K
10⁻⁴
5.10⁻⁵
10⁻⁵
5.10⁻⁶
0
1
2
3
4
5
γ̇ (en s⁻¹)
γ − γ₀ (en %)

fig. 39

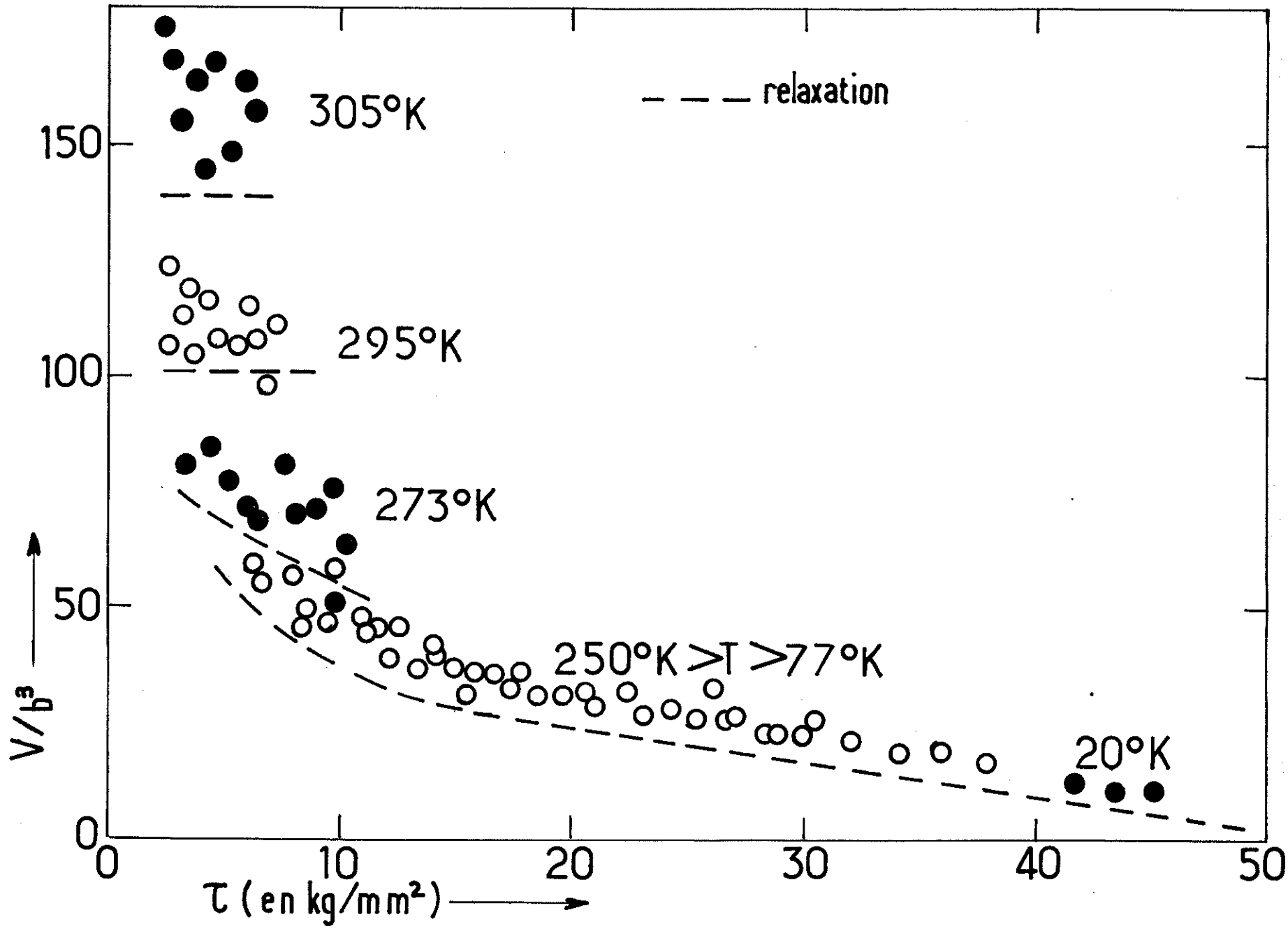

305°K
relaxation
295°K
273°K
250°K > T > 77°K
20°K
150
100
50
0
0
10
20
30
40
50
V/b³
τ (en kg/mm²)

fig.40

Si on extrapole ce fluage jusqu'à l'instant $t_i$ de diminution de la charge et que l'on prenne le rapport des deux vitesses à $t_i$ pour calculer un volume d'activation, on obtient un résultat comparable aux précédents.

Lorsque le fluage initial est quasi-visqueux, une diminution de la charge entraîne le passage immédiat à un second fluage linéaire de moins grande vitesse. Le rapport des vitesses des deux fluages linéaires conduit à un volume voisin de 25 à 50 $b^3$, plus faible que celui mesuré par augmentation de la charge. Ce point sera développé en III.4.5.

### III.4.4 - *Essais différentiels - Energies d'activation*

En cours de fluage sous charge constante, l'échantillon a été soumis à des variations de température $\Delta T$ de 20° environ. Ces changements de température demandent des temps assez longs et il se produit des déformations par dilatation des tubes sur lesquels sont fixés les échantillons ; pour ces raisons, l'échantillon est totalement déchargé pendant ces changements et ensuite ramené à la même charge.

Un exemple d'expérience de ce type est montré figure 41, la température étant portée alternativement de 273 à 293°K. De ces essais différentiels, on déduit les valeurs de l'énergie d'activation à partir de la relation :

$$U = 2,3\,k\,T_1\,T_2\,\frac{\log \dot{\varepsilon}_1/\dot{\varepsilon}_2}{\Delta T}\,. \qquad \text{III.9}$$

Les énergies obtenues par cette méthode sont reportées figure 42 et comparées aux valeurs calculées à partir des expé-

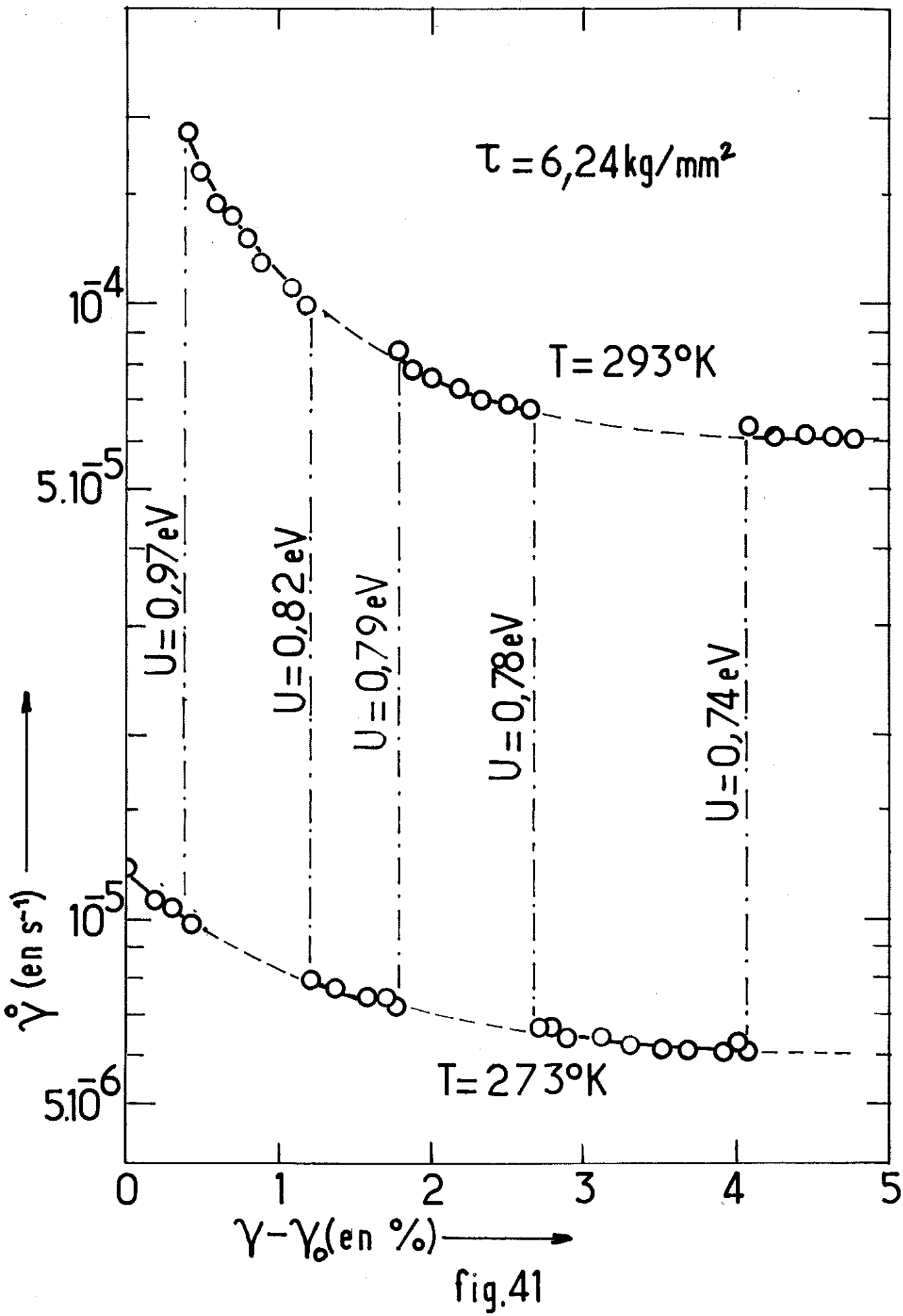

τ = 6,24 kg/mm²
T = 293°K
T = 273°K
U = 0,97 eV
U = 0,82 eV
U = 0,79 eV
U = 0,78 eV
U = 0,74 eV
10⁻⁴
5.10⁻⁵
10⁻⁵
5.10⁻⁶
γ̇ (en s⁻¹)
0
1
2
3
4
5
γ − γ₀ (en %)

fig.41

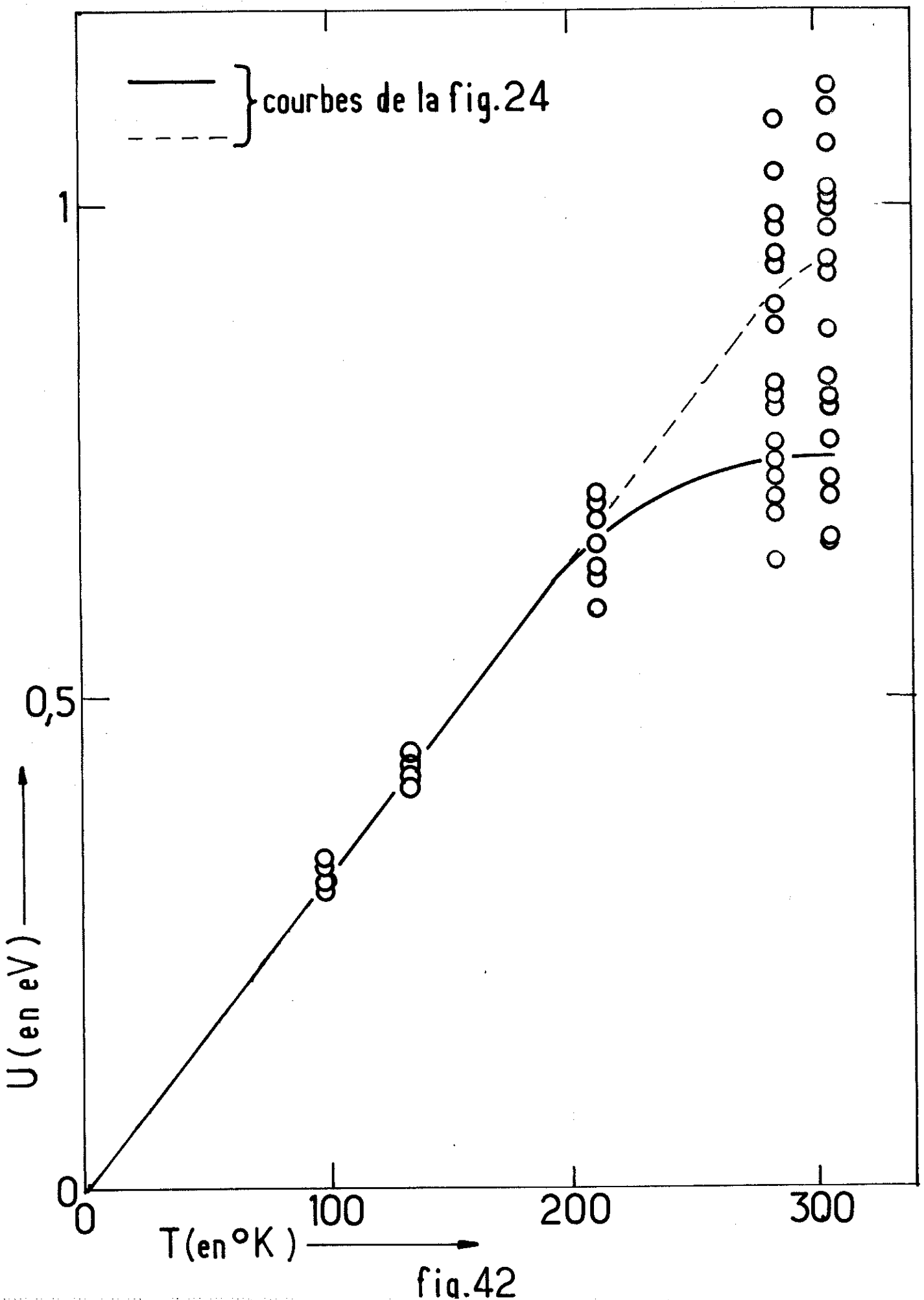



fig.42

riences de traction (fig. 24). Au-dessous de 200°K environ, ces valeurs sont comparables à celles trouvées précédemment et ne semblent dépendre que de la température ; il n'en est pas de même aux plus hautes températures où une grande dispersion est observée. Cette dispersion n'est pas due à une variation avec la charge appliquée mais (d'après la figure 41) à une diminution systématique de l'énergie pendant le fluage. Une telle variation n'est observée que lorsque le fluage est linéaire.

Ces observations sont en désaccord avec celles d'Arsenault (54) faites sur du fer polycristallin qui trouve, au contraire, que l'énergie croît légèrement au cours du fluage à température voisine de l'ambiante.

III.4.5 - *Fluage linéaire - Restauration*

La partie linéaire du fluage $\mathcal{H}$ est obtenue lorsque s'établit un équilibre entre le durcissement par écrouissage et la restauration. Cottrell (25) (58) considère que le phénomène à l'équilibre est un processus activé thermiquement et que la vitesse d'équilibre $\dot{\gamma} = \frac{\tau}{\theta}$ s'écrit :

$$\dot{\gamma} = C \exp - \frac{U(\tau)}{kT}. \qquad \text{III.10}$$

En utilisant les pentes du fluage linéaire, il devient possible, par les mêmes méthodes que précédemment, de calculer l'énergie et le volume d'activation de ce phénomène qui provoque une restauration.

Des essais différentiels en contraintes et en températures ont été menés à cet effet ; la figure 43 donne les

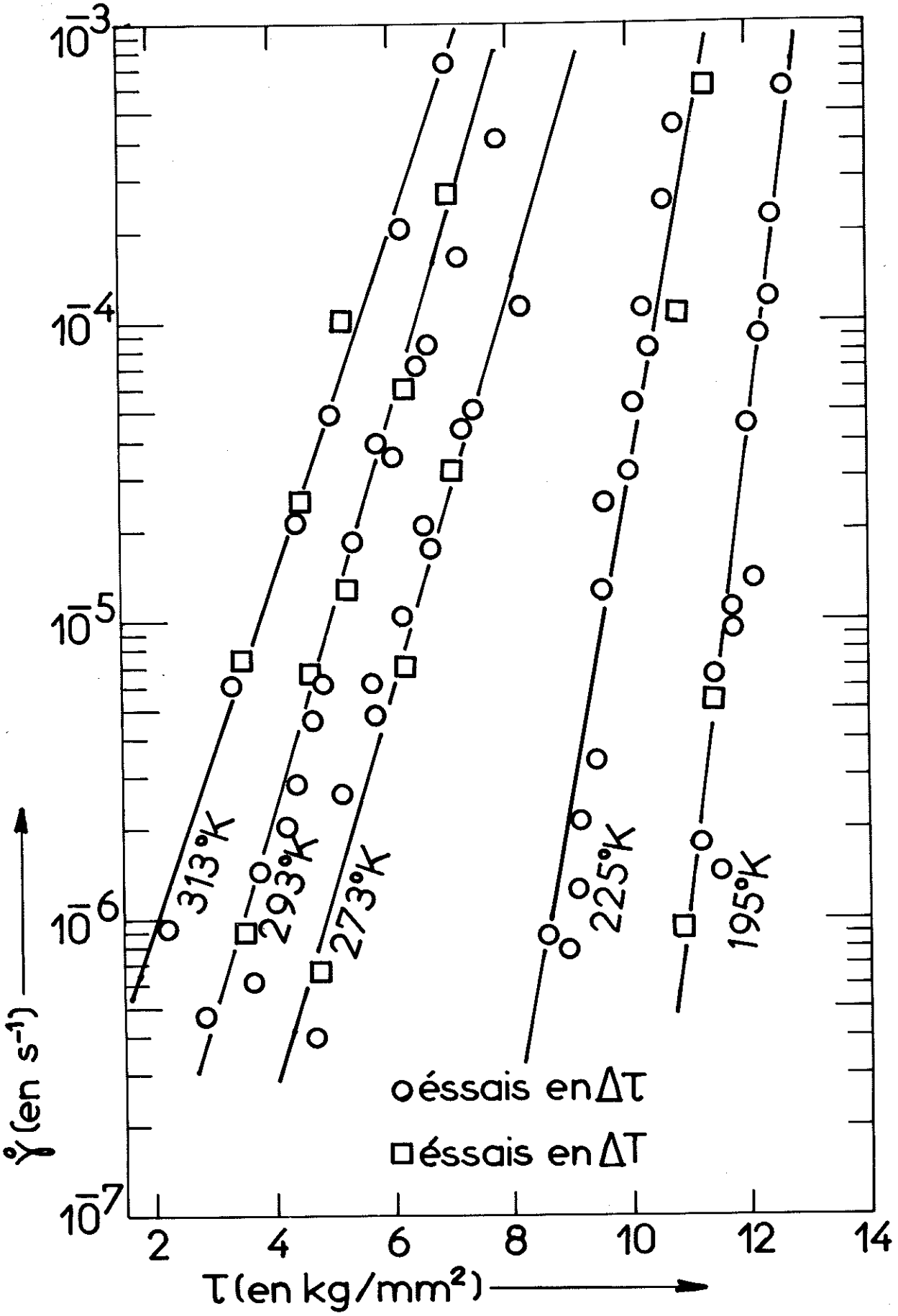

$10^{-3}$
$10^{-4}$
$10^{-5}$
$10^{-6}$
$10^{-7}$
$\dot{\gamma}$ (en $s^{-1}$)
313°K
293°K
273°K
225°K
195°K
o éssais en Δτ
□ éssais en ΔT
2
4
6
8
10
12
14
τ (en kg/mm²)

fig.43

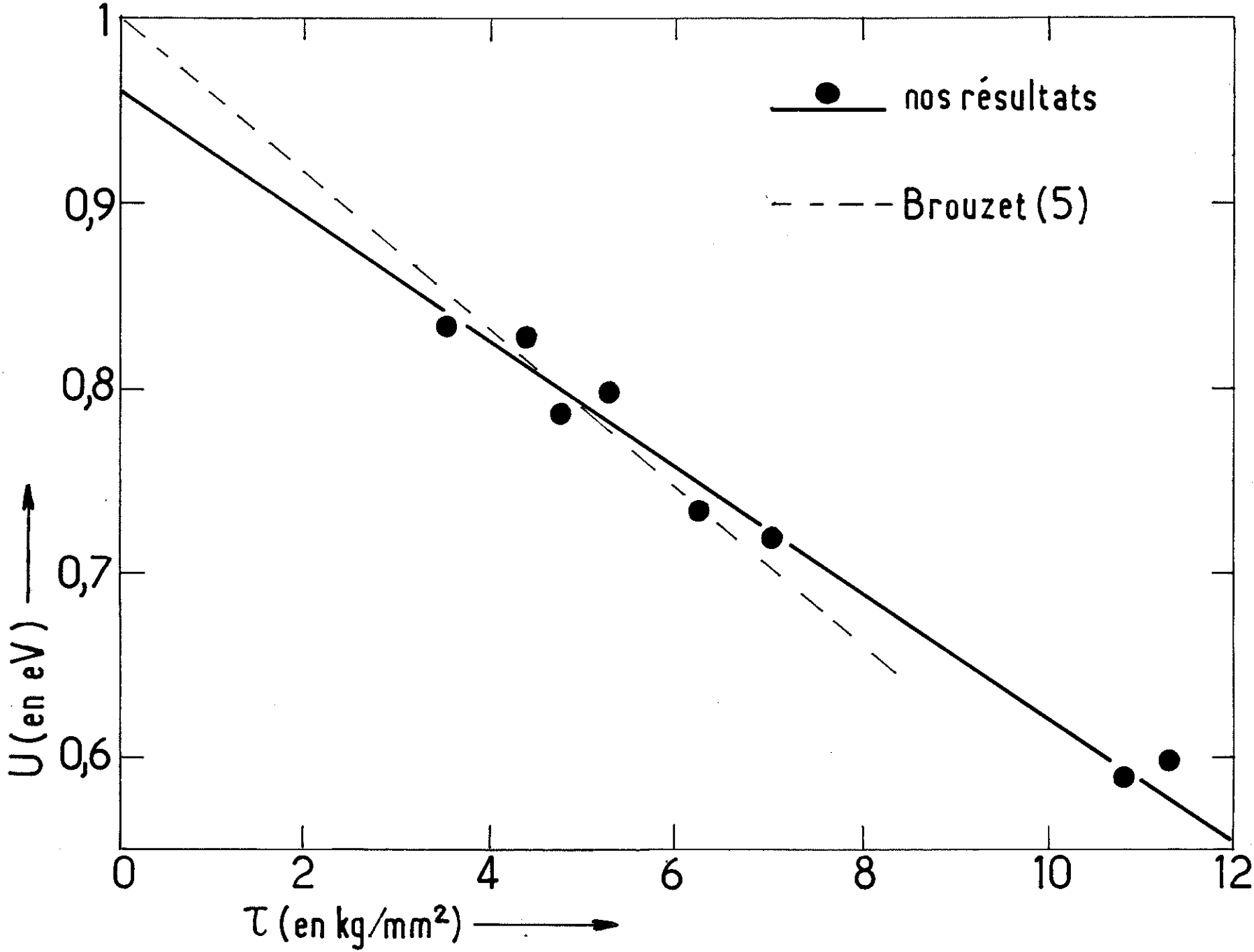

1
0,9
0,8
0,7
0,6
U (en eV)
0
2
4
6
8
10
12
τ (en kg/mm²)
nos résultats
Brouzet (5)

fig.44

vitesses de fluage linéaire obtenues dans ces expériences. Ces vitesses sont très reproductibles et semblent dépendre uniquement de la température et de la contrainte appliquée.

Les valeurs du volume d'activation sont de l'ordre de 25 à 50 $b^3$ sans qu'aucune variation systématique soit enregistrée ; on peut donc considérer celui-ci comme constant et voisin de 35 $b^3$. Ce résultat est confirmé par les valeurs de l'énergie d'activation qui sont reportées figure 44 en fonction de $\tau$. L'énergie peut s'écrire :

$$U = U_0 - V\tau$$

où $U_0 \# 0{,}96\ eV$ et $V \# 35\, b^3$.

Ces mesures confirment celles faites par Brouzet (5) sur des whiskers de 30 $\mu$ environ ; il avait également vérifié la présence d'une restauration dès la limite élastique au-dessus de la température ambiante par des expériences de revenu.

Pour une vitesse de fluage $\dot{\gamma} = 10^{-4} s^{-1}$, les valeurs de $\tau_\ell = \theta \dot{\gamma}$ que l'on peut déduire en prenant $\theta = 70\ Kg/mm^2$ sont de l'ordre de $\tau_\ell = 5.10^{-3}\ Kg/mm^2 s$. Plus généralement, on peut écrire que :

$$\tau_\ell = \theta C \exp\left\{-\frac{U_0 - V\tau}{kT}\right\}$$

avec : $\theta C \# 10^{11}\ Kg/mm^2 s$

$U_0 \# 0{,}96\ eV$

et $V \# 35\ b^3 \# 0{,}034\ eV/Kg/mm^2$.

# C H A P I T R E  I V

## DISCUSSION

### IV-1. VARIATION THERMIQUE DE LA LIMITE ELASTIQUE

#### IV.1.1 - *Généralités*

Les expériences de traction à $\dot{\gamma}^{\circ} = 10^{-4} s^{-1}$ fournissent des courbes contrainte-déformation qui présentent une montée quasi-instantanée de la contrainte jusqu'à une valeur $\tau_E$ à partir de laquelle la pente diminue rapidement : nous avons choisi cette valeur $\tau_E$ comme limite élastique.

Cette définition peut paraître arbitraire pour deux raisons :

a - elle est liée aux performances de la machine, en particulier à sa sensibilité.

b - elle ne tient pas compte de la faible déformation plastique observée en relaxation et en fluage pour des valeurs de la contrainte nettement inférieures à $\tau_E$.

La seconde raison est la plus grave, car elle impose que la véritable limite élastique du fer soit bien plus faible que $\tau_E$, ceci est admis depuis les expériences de Brown et all (11)(12) et on parle de limite microélastique . Cependant, il a fallu des expériences extrêmement précises pour mettre ce fait en évidence, car le durcissement dans la zone préplastique est très fort, plus voisin du module d'Young que des durcissements plastiques généralement observés. De ce fait, on peut considérer qu'il existe une contrainte critique supérieure à cette limite

microélastique, pour laquelle commence une déformation plus rapide qui se traduit par une forte baisse de durcissement ; nous nommons cette contrainte: la limite macroélastique. C'est cette limité macroélastique qui était la seule connue jusqu'à ces dernières années et c'est à elle que nous essayons d'identifier $\tau_\varepsilon$ .

D'après ce qui vient d'être dit, la limite macroélastique doit marquer un changement du mode de déformation ; c'est un tel changement qui se manifeste dans les courbes de relaxation que nous avons tracées, après des tractions effectuées à la même vitesse $\dot{\gamma} = 10^{-4}\ s^{-1}$ de part et d'autre de . Il apparaît, sur la figure 28, que le paramètre $\lambda$ croît brusquement dans une zône très étroite de contraintes qui contient précisément toujours la valeur de $\tau_\varepsilon$ définie précédemment. Il est donc parfaitement légitime de penser que $\tau_\varepsilon$ représente une valeur très proche de la limite macroélastique et que cette valeur est indépendante des performances de l'appareil. Par contre, $\tau_\varepsilon$ est liée aux conditions de la traction, c'est-à-dire à la vitesse $\dot{\gamma}$ et à la température T.

Les définitions du volume et de l'énergie d'activation à la limité élastique $\tau_\varepsilon$ sont moins précises ; il est difficile de mener les essais différentiels qui permettent de les calculer en ce point précis. Nous avons procédé ainsi :

- pour le volume d'activation, nous avons extrapolé linéairement jusqu'à $\tau_\varepsilon$ (figures 17 et 29) les valeurs $\Delta\tau_\varepsilon^*$ et $\lambda$ trouvées par essais différentiels et relaxation, et choisi les valeurs correspondantes de V.

- pour l'énergie d'activation, nous avons considéré les valeurs données par la courbe $U = \int_{\tau^*}^{\tau_0^*} V d\tau$ (fig. 25). Sauf pour $\tau^* < 4\ kg/mm^2$, ces énergies sont identiques à celles déduites de $U = -VT\frac{\partial \tau}{\partial T}$, en prenant pour V la définition ci-dessus et pour $\frac{\partial \tau}{\partial T}$ la pente de $\tau_\varepsilon(T)$ (fig. 10). Pour $\tau^* = 0$, cette définition fournit $U_0 \# 0{,}95eV$ qui est justifié par les valeurs obtenues en fluage, si on ne tient pas compte de la restauration (fig. 41).

Au cours du troisième chapitre, une comparaison entre nos résultats expérimentaux et ceux d'autres auteurs a déjà été amorcée. Il est remarquable que la variation thermique de la limite élastique se retrouve pour tous les échantillons de fer, qu'ils soient monocristallins (50)(53), polycristallins (47)(48) ou même, qu'il s'agisse d'alliages tels que Fe Mn à 2 % de Mn (59), Fe Mo à 11 % de Mo (49), des aciers à bas carbone (45) ou des monocristaux de Fe Si (60). Il semble en être de même pour les valeurs du volume d'activation (8) et pour celles de l'énergie, bien qu'aux faibles contraintes, il y ait une certaine divergence (fig. 25). Le désaccord peut, au moins partiellement, s'expliquer par l'apparition d'un phénomène de restauration, ou dans le cas d'échantillons moins purs par une influence des impuretés.

De toute manière, il semble que cette variation thermique soit une caractéristique du réseau du fer, puisque la présence d'impuretés, d'éléments d'alliages ou de joints de grains n'apporte que des modifications de détails. Nos mesures, nombreuses, effectuées sur des monocristaux de grande pureté, dans toute la gamme des basses températures, doivent fournir une bonne définition expérimentale de la limité macroélastique du fer au-dessous de l'ambiante.

### IV.1.2 - *Hypothèses*

Dans la zône préplastique, qui précède la limite macroélastique, le métal est l'objet d'un très fort durcissement qui traduit une faible mobilité des dislocations, c'est-à-dire un blocage de celles-ci peu après le début de leur mouvement. Des observations microscopiques (13)(15) ont montré qu'après une faible déformation ($< 1$ %) les dislocations ont tendance à s'aligner dans les directions vis $\langle 111 \rangle$ ; ce phénomène est d'autant plus net que la température est plus basse.

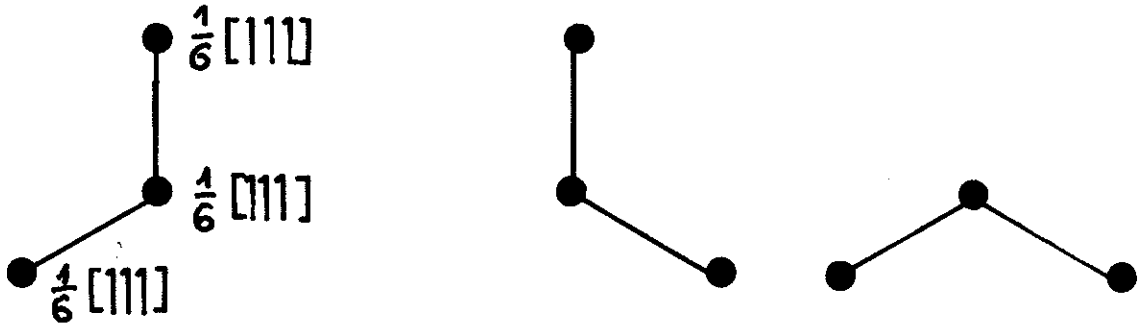
On pense actuellement que la microdéformation correspondrait au mouvement des parties coins des dislocations préexistantes, celles-ci n'ayant à vaincre qu'une très faible résistance du réseau (forces de Peierls). Les parties vis, elles, seraient fortement bloquées dans les vallées $\langle 111 \rangle$. Le mouvement des seules parties coins engendrerait de longs segments vis qui,en se bloquant à leur tour, empêcheraient le fonctionnement de sources de Frank. Il faudrait attendre qu'une contrainte suffisante rende mobiles les longues dislocations vis ainsi formées pour avoir multiplication des dislocations et baisse notable du durcissement ;ceci se produirait à la limite macroélastique.

Les barrières que doivent vaincre les dislocations vis seraient donc dues au réseau du fer et parallèles aux directions $\langle 111 \rangle$. La forte valeur de la limite élastique au voisinage de 0°K montre que ces barrières sont très hautes, et leur période étant voisine de b, qu'elles sont très abruptes. Leur grande hauteur, peu compatible avec les forces qui interviennent dans les liaisons métalliques, semble exclureque ce soient des barrières de Peierls, comme cela a été souvent proposé (10)(45), qui gouvernent la limite macroélastique. Cependant, ces barrières présentent les mêmes propriétés que celles de Peierls, puisque dues au réseau du fer, seule leur grande amplitude les en différencie ; il nous a donc semblé intéressant de comparer nos résultats à un des modèles théoriques qui est issu de cette hypothèse. En effet, ces modèles (10)(27)(46)(81) sont établis à partir de considérations très générales qui ne tiennent pas compte de la nature des barrières : les auteurs se bornent à prendre une barrière de forme mathématique simple que la dislocation franchit en formant deux décrochements. Nous avons choisi de comparer nos résultats expérimentaux à ceux prévus par Dorn et Raynak (46), le choix de leur modèle sera justifié au paragraphe suivant.

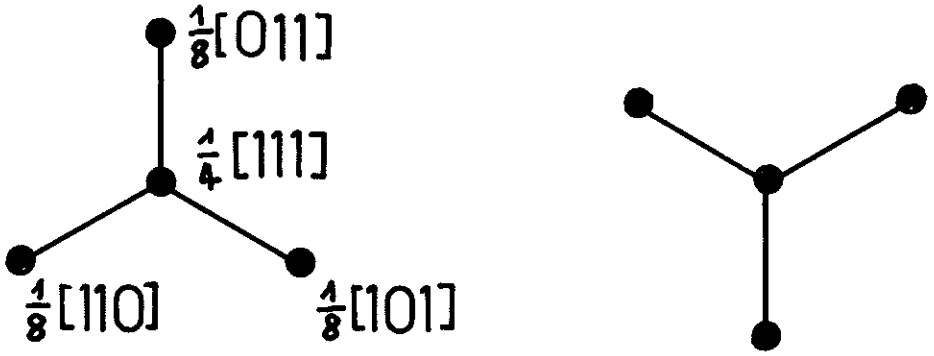
Une nouvelle interprétation, tenant compte non seulement de la microdéformation et de la formation des

Dissociations séssiles d'une vis $\frac{1}{2}[111]$ sur:

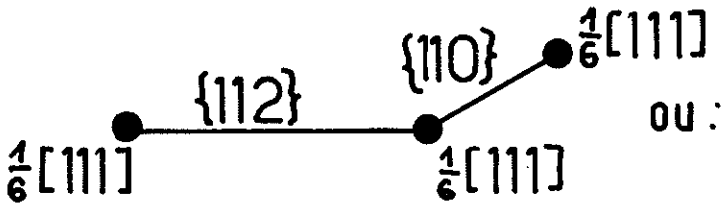
① deux plans (112)




② trois plans (110)




③ un plan (112) et un plan (110)




ou :

④

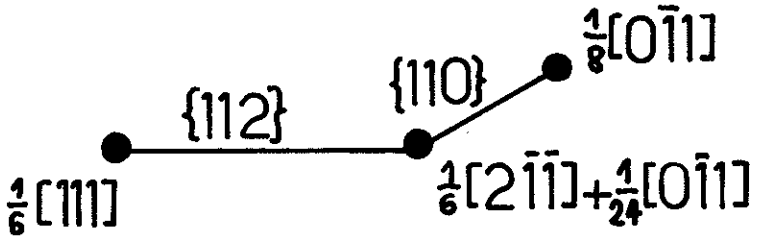



fig.45

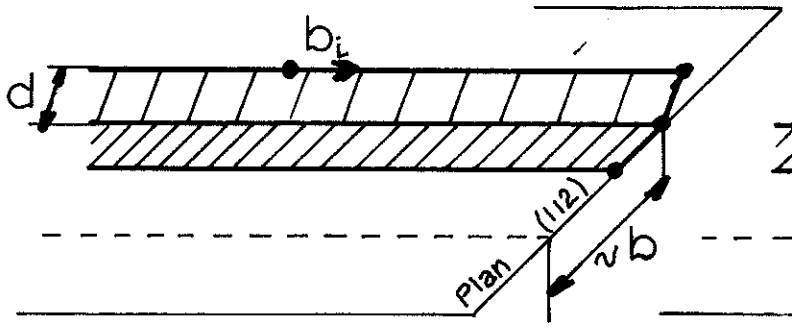
dislocations vis $\langle 111 \rangle$ , mais aussi de la présence de déviations au cours de la déformation (28) et des écarts à la loi de Schmidt (62) a été suggérée ces dernières années. Cette interprétation a été développée simultanément par Duesbery et all (20) (63) (64), Vitek (18) (65) et Escaig (19) (66) (67). Selon ces auteurs, le blocage des dislocations vis au cours de la microdéformation correspondrait à leur dissociation dans plusieurs plans sécants des familles (112) ou (110) ; l'ensemble des partielles obtenu, plus stable que la dislocation vis parfaite est sessile. Il faut une recombinaison partielle de ces dislocations dans un même plan pour obtenir un mouvement de celles-ci et une nouvelle déformation.

Sur la figure 45, les différents modes de dissociations sessiles d'un segment de dislocation vis $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ sont schématisés [d'après (20)] .

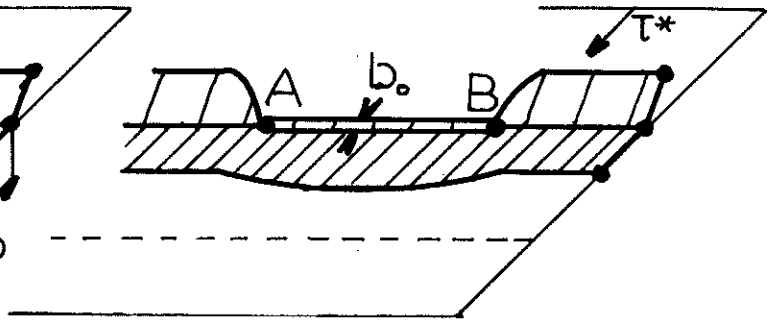
Une action conjuguée de la contrainte appliquée et de l'agitation thermique permet de "regrouper" les partielles dans le même plan qui devient alors le plan de glissement de la dislocation, cela s'apparente à un processus de déviation. Une nouvelle dissociation sessile est toutefois possible à chaque rencontre de cette dislocation partiellement recombinée avec une nouvelle rangée atomique.

Les divers stades de cette déviation sont représentés schématiquement sur la figure 46 [d'après (20) et (67)] dans le cas de la dissociation dans deux plans $\{112\}$ ; il en serait de même pour les autres dissociations. Une telle description apparaît finalement assez semblable à celle que donnerait un "mécanisme de Peierls". Les barrières de Peierls, seraient présentes pour les dislocations vis non dissociées, mais leur hauteur serait très faible ; c'est la dissociation, en permettant aux vis d'acquérir un état d'énergie plus faible, qui creuse lespuits de potentiel élevant d'autant les barrières à franchir par ces dislocations.

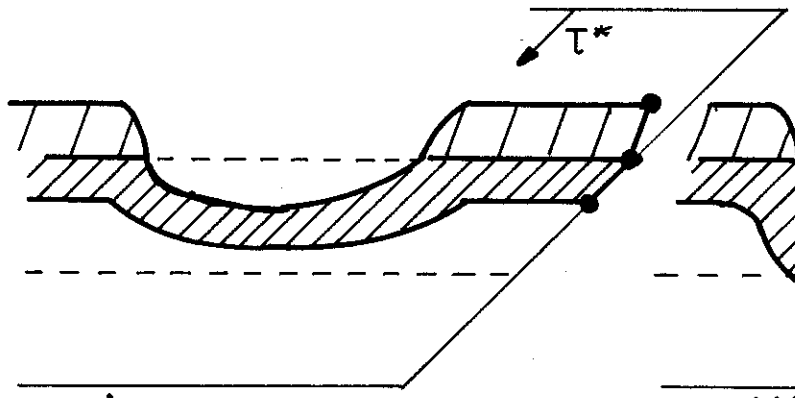
# Divers stades de la déviation sur (112)



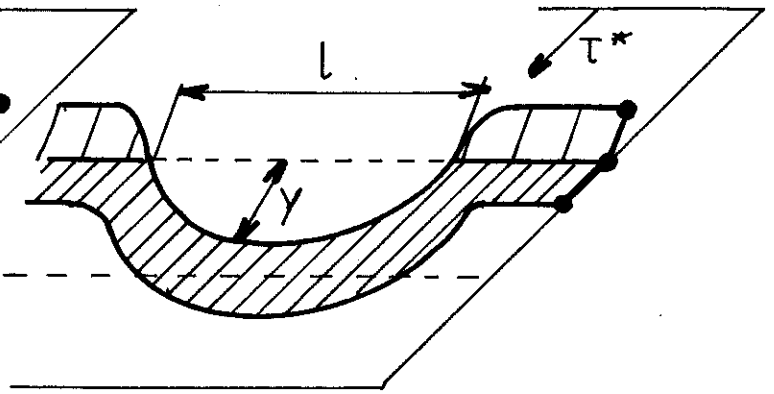

(a) dislocation dissociée non soumise à une contrainte



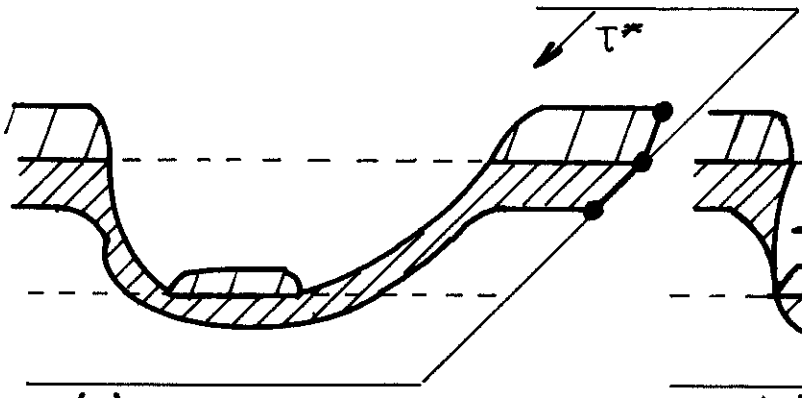

(b) Recombinaison partielle. Formation des deux constrictions



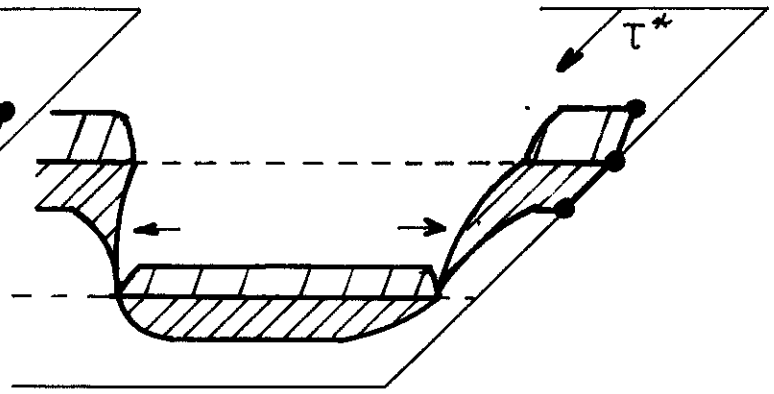

(c) Début de la déviation




(d) Fin de la déviation




(e) Nouvelle dissociation de la partie de dislocation déviée




(f) Mouvement latéral des doubles décrochements.

fig.46

Différents modèles théoriques ont été proposés par Vitek (18) et Escaig (67) à partir des dissociations (1) et (2) et par Duesbery et Hirsch (20) à partir de la dissociation (4) pour expliquer la variation thermique de la limite macroélastique. Les modèles, où tout est calculé dans le cadre de l'approximation élastique donnent des résultats semblables. Il faut toutefois remarquer que les dislocations dissociées sont à peine plus larges (en général d'un facteur voisin de 2) que les dislocations parfaites, c'est-à-dire que c'est un problème de structure du coeur des dislocations, où l'approximation élastique ne saurait être que très grossière. Pour cette raison, il ne faut pas attendre un accord très précis entre modèles théoriques et résultats expérimentaux.

Nous avons choisi de comparer nos résultats, à ce que prévoit le modèle théorique d'Escaig (19)(66)(67) qui nous a semblé le plus élaboré et aussi le plus facile par sa formulation à adapter aux grandeurs mesurées expérimentalement.

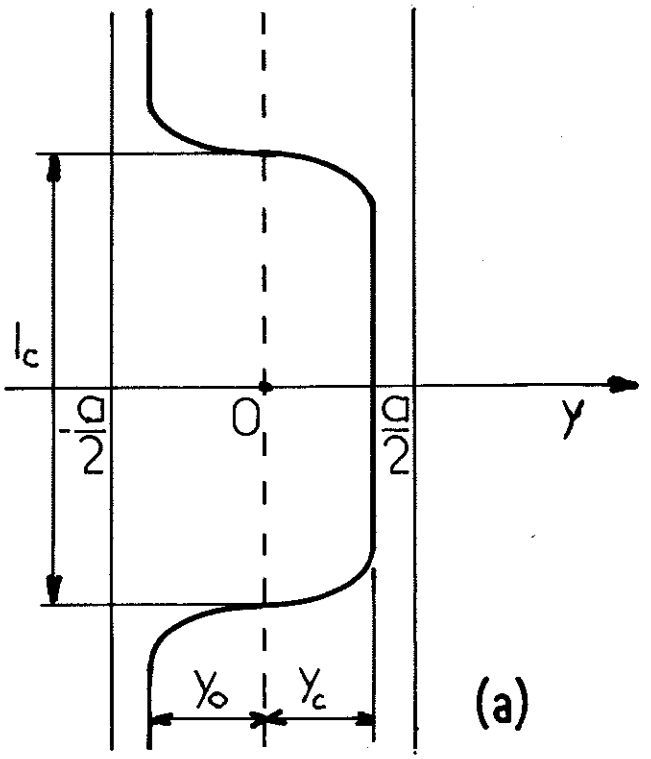
### IV.1.3 - *Modèle théorique de Dorn et Rajnak*

Nous rappelons seulement les principaux résultats issus du modèle, tel qu'il a été exposé par Dorn et Rajnak (46) et repris plus récemment par Guyot et Dorn (10) ; ces derniers auteurs ont fait de plus une comparaison avec les autres "mécanismes de Peierls".

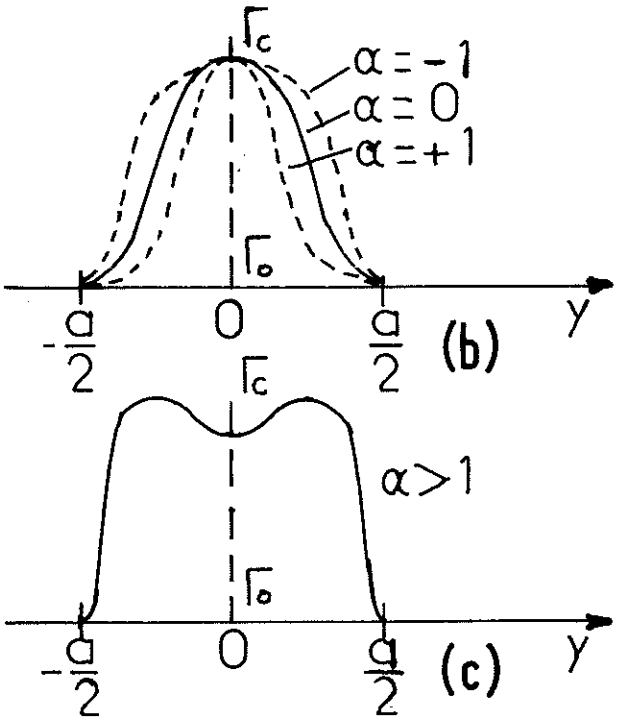
L'énergie nécessaire à la formation de deux décrochements pour qu'une dislocation surmonte une colline de Peierls est :

$$U = 2\int_{y_0}^{y_c}\left\{\Gamma(y)^2 - \left[\tau^* b(y-y_0) + \Gamma(y_0)\right]^2\right\}^{1/2} dy \,, \qquad \text{IV.1}$$

où $y_0$ est la position de la dislocation sous l'action de la contrainte sans activation thermique et $y_c$ la position critique de la dislocation activée (fig. 47 a) ; $\Gamma(y)$, énergie de ligne de la dislocation est donnée par :




Nucléation de deux décrochements




Formes des collines de Peierls

fig.47

$$\Gamma(y) = \frac{\Gamma_c+\Gamma_o}{2} + \frac{\Gamma_c-\Gamma_o}{2}\left(\frac{\alpha}{4} + \cos\frac{2\pi y}{a} - \frac{\alpha}{4}\cos\frac{4\pi y}{a}\right), \qquad \text{IV.2}$$

avec $\alpha$ = - 1, 0 ou + 1 dans le modèle initial (46), Guyot et Dorn (10) envisagent en plus les cas où $\alpha > 1$. Cette expression de l'énergie de ligne conduit à des collines de Peierls ayant les formes données fig. 47 b et c.

Les courbes de l'énergie $U$ et du volume d'activation $V = -\frac{dU}{d\tau^*}$ en fonction de $\tau^*$, sont données par les auteurs (10) (46) sous la forme :

$$\frac{U}{2U_k} = f_1\left(\frac{\tau^*}{\tau_p^*}\right) \qquad \text{IV.3}$$

et

$$\left(\frac{\tau^*_p}{2U_k}\right)V = f_2\left(\frac{\tau^*}{\tau_p^*}\right), \qquad \text{IV.4}$$

où $f_1$ et $f_2$ sont des fonctions du paramètre $\alpha$, $U_k$ étant l'énergie d'un décrochement isolé, et $\tau_p^*$ la force de Peierls.

L'équation caractéristique du phénomène serait (10) :

$$\dot{\gamma} = \frac{\rho L a b^2 \nu}{2 l_c^2} \exp\left(-\frac{U}{kT}\right), \qquad \text{IV.5}$$

où $\rho$ est la densité de dislocations, $L$ la longueur moyenne des dislocations ayant avancé de a après formation de deux décrochements, $l_c$ la distance critique entre les deux décrochements lors de leur formation et $\nu$ la fréquence de Debye. Si $T_c$ est la température pour laquelle $\tau^* = 0$, on peut écrire en supposant que $\rho\frac{L}{l_c^2}$ reste constant que :

$$\frac{\tau^*}{\tau_p^*} = f_1\left(\frac{T}{T_c}\right). \qquad \text{IV.6}$$

Un tel modèle conduit à considérer des décrochements d'autant plus étroits que la colline de Peierls est haute, la plus grande partie de la dislocation s'allongeant dans les

puits afin de prendre une énergie minimale. C'est la raison pour laquelle nous l'avons choisi plutôt que celui de Friedel (27) où la grande largeur imposée aux décrochements limite son application à des collines de Peierls peu élevées. Le modèle de Seeger (61) a été éliminé pour les raisons déjà exposées par Guyot et Dorn (10).

La comparaison de nos courbes expérimentales $V(\tau^*)$ et $\tau^*(T)$ avec les courbes IV.3, IV.4 et IV.6 prévues par cette théorie est faite figures 48, 49 et 50 respectivement. Le paramètre $\alpha$ est choisi égal à - 1 pour rendre compte le mieux possible de la forme de nos courbes. Les autres paramètres ajustables ($2U_k$, $T_c$ et $\tau_p^*$) ont été choisis de deux manières :

- les valeurs expérimentales :

$2U_k = 0{,}95\,eV$, $T_c = 300°K$ et $\tau_p^* = 46\,kg/mm^2$

ont conduit à un accord peu satisfaisant comme le montrent les figures 48 et 50.

- les valeurs :

$2U_k = 0{,}85\,eV$, $T_c = 220°K$ et $\tau_p^* = 46\,kg/mm^2$

prises, comme le font Guyot et Dorn (10) pour représenter le mieux possible les mesures à basse température, permettent de maintenir un bon accord jusqu'à 150°K environ. C'est cette dernière méthode qui est utilisée par tous les auteurs ayant appliqué cette théorie (9) (10) (49) (59), leur conclusion est la même : les forces de Peierls gouvernent la limite macroélastique au-dessous de 150°K à 200°K environ. Guyot et Dorn (10) ont même suggéré qu'à plus haute température, le "mécanisme de Peierls" soit "remplacé" par le mécanisme de dissociation-recombinaison décrit par Escaig (19). On ne voit pas très bien pour quelle raison ce dernier mécanisme, présent à haute température, disparaîtrait au-dessous, alors qu'il prévoit des contraintes supérieures dans cette région.

A partir des paramètres $2U_k$, $T_c$ et $\tau_p^*$, ainsi déterminés, Guyot et Dorn (10) indiquent que l'on peut calculer les grandeurs suivantes :

- l'énergie de ligne $\Gamma_0$ des dislocations par

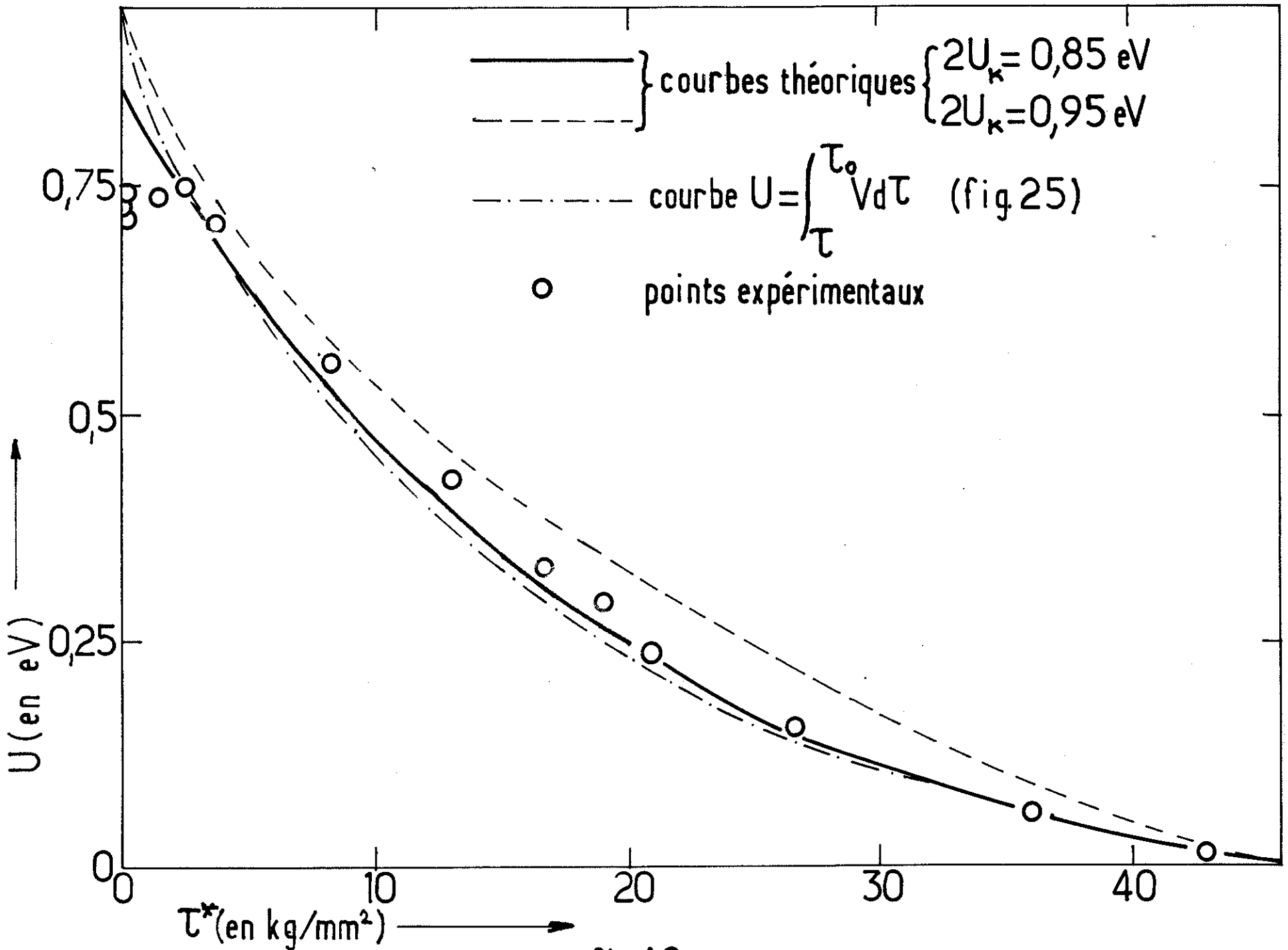

courbes théoriques
2U_K = 0,85 eV
2U_K = 0,95 eV
courbe U = ∫_τ^τ0 V dτ (fig. 25)
points expérimentaux
0,75
0,5
0,25
0
0
10
20
30
40
U (en eV)
τ* (en kg/mm²)

fig. 48

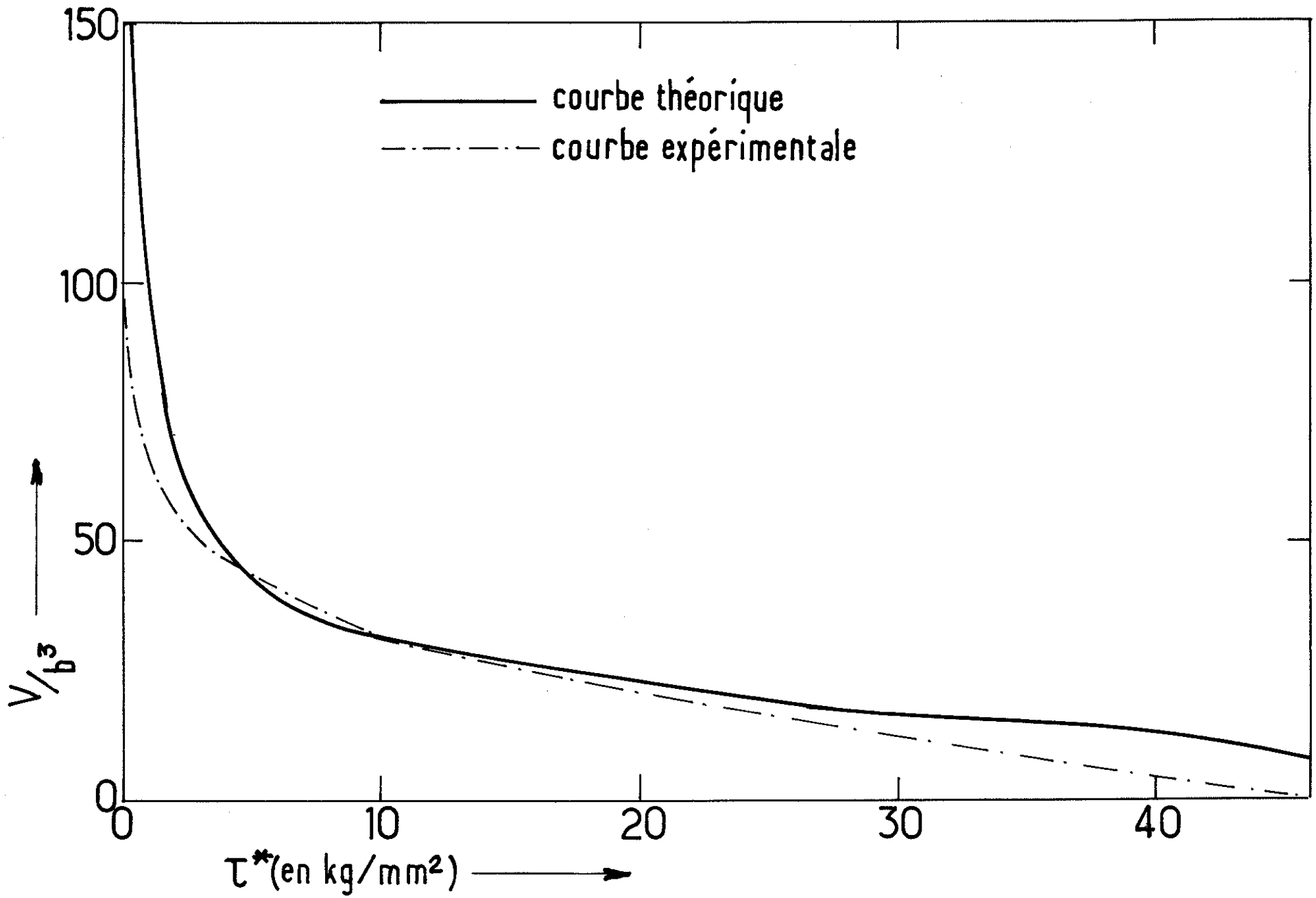

150
100
50
0
0
10
20
30
40
courbe théorique
courbe expérimentale
V/b³
τ* (en kg/mm²)

fig.49

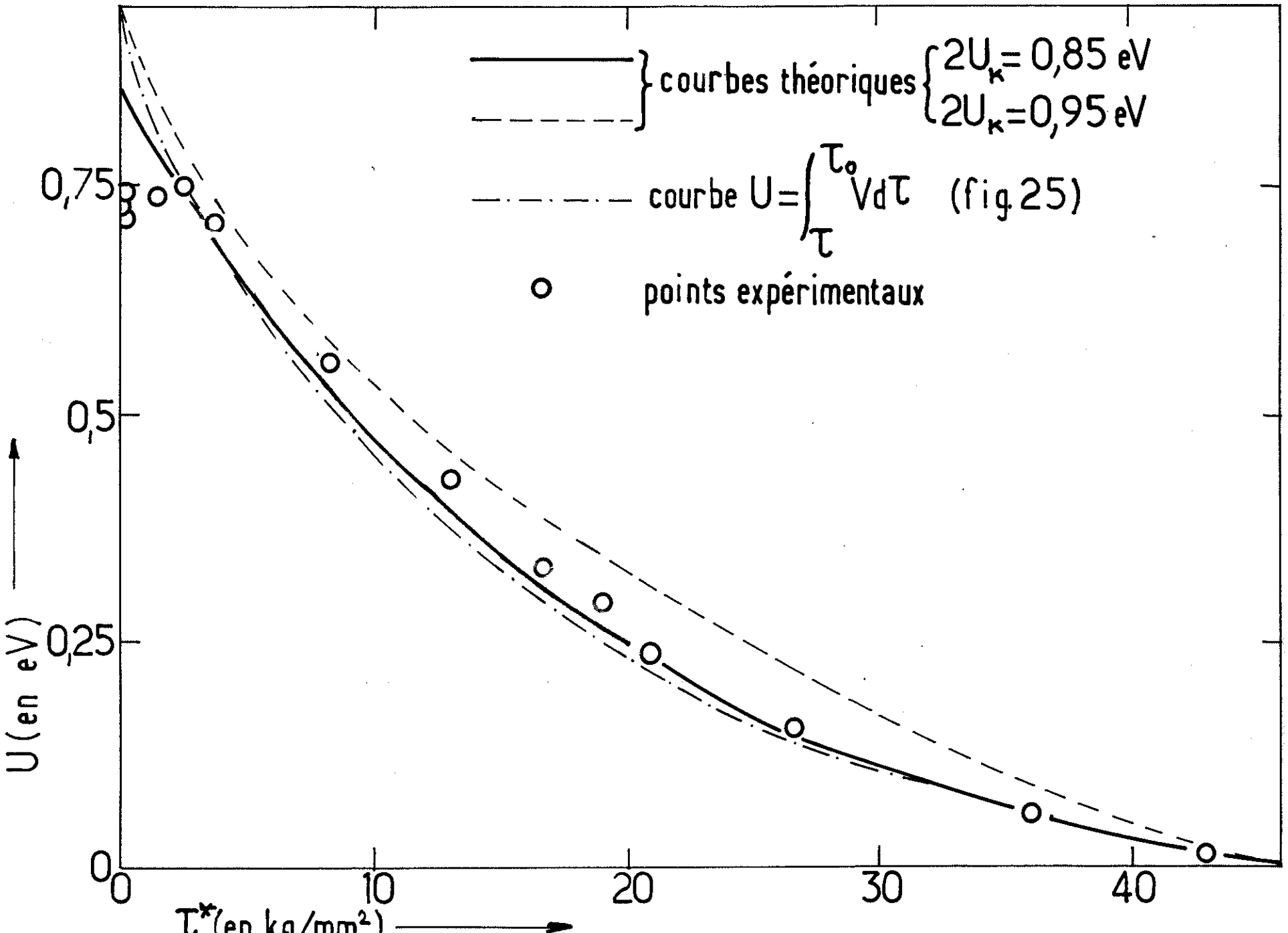

courbes théoriques
$2U_K = 0{,}85$ eV
$2U_K = 0{,}95$ eV
courbe $U = \int_{\tau}^{\tau_0} V d\tau$ (fig. 25)
points expérimentaux
0,75
0,5
0,25
0
U (en eV)
0
10
20
30
40
$\tau^*$ (en kg/mm²)

fig. 48

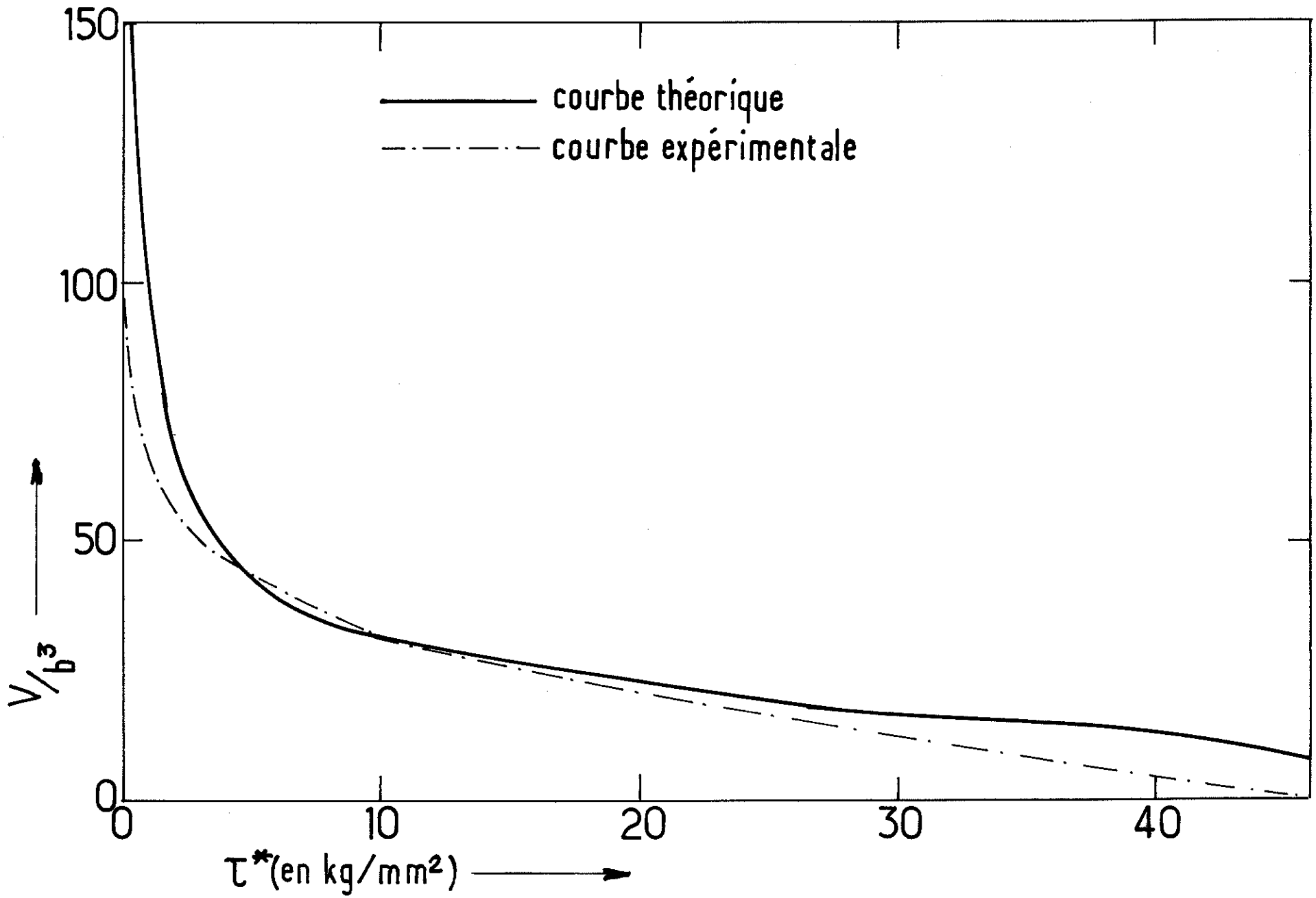

150
100
50
0
0
10
20
30
40
courbe théorique
courbe expérimentale
V/b³
τ*(en kg/mm²)

fig.49

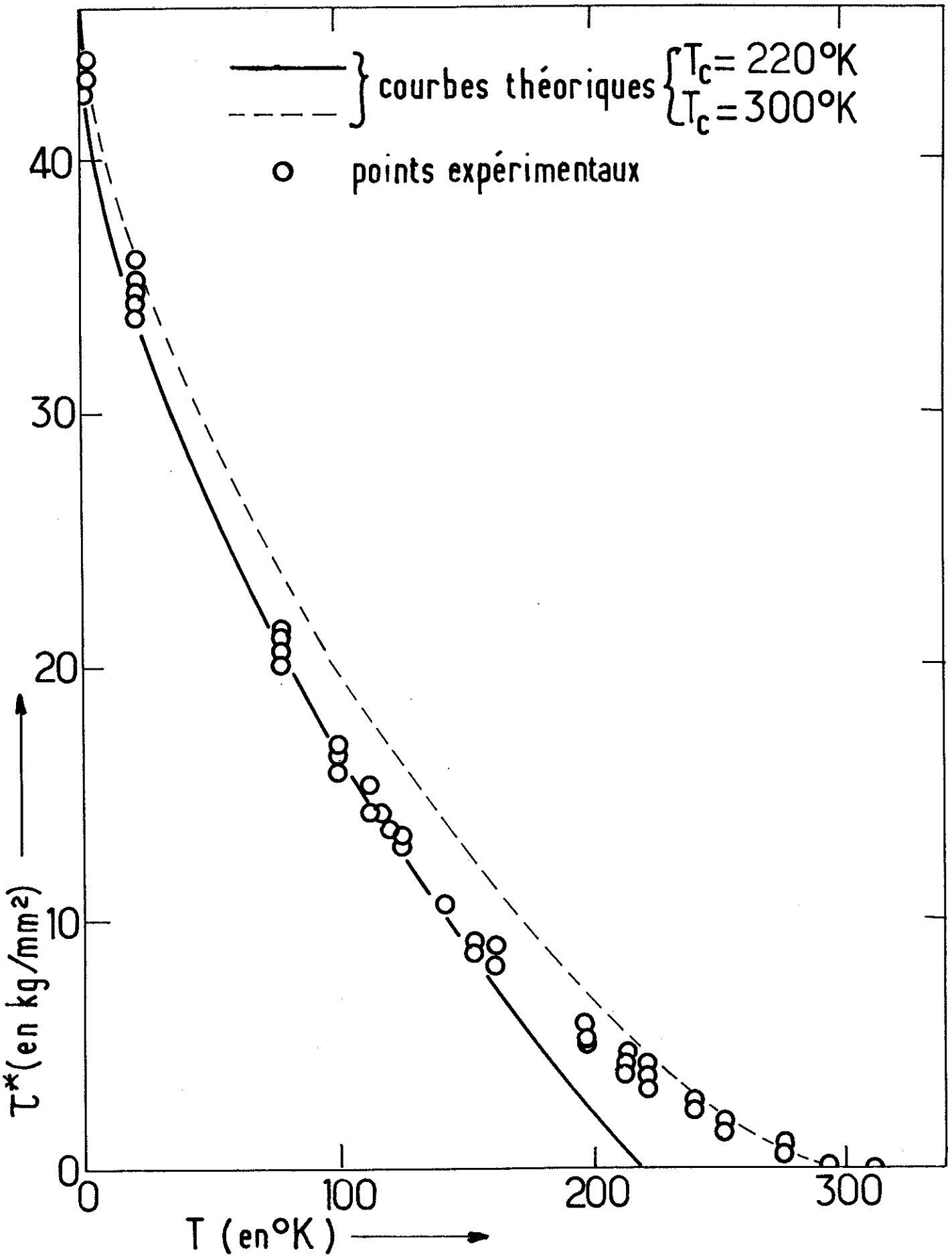

courbes théoriques
$T_c = 220°K$
$T_c = 300°K$
points expérimentaux
40
30
20
10
0
0
100
200
300
$\tau^*$ (en kg/mm²)
T (en °K)

fig 50

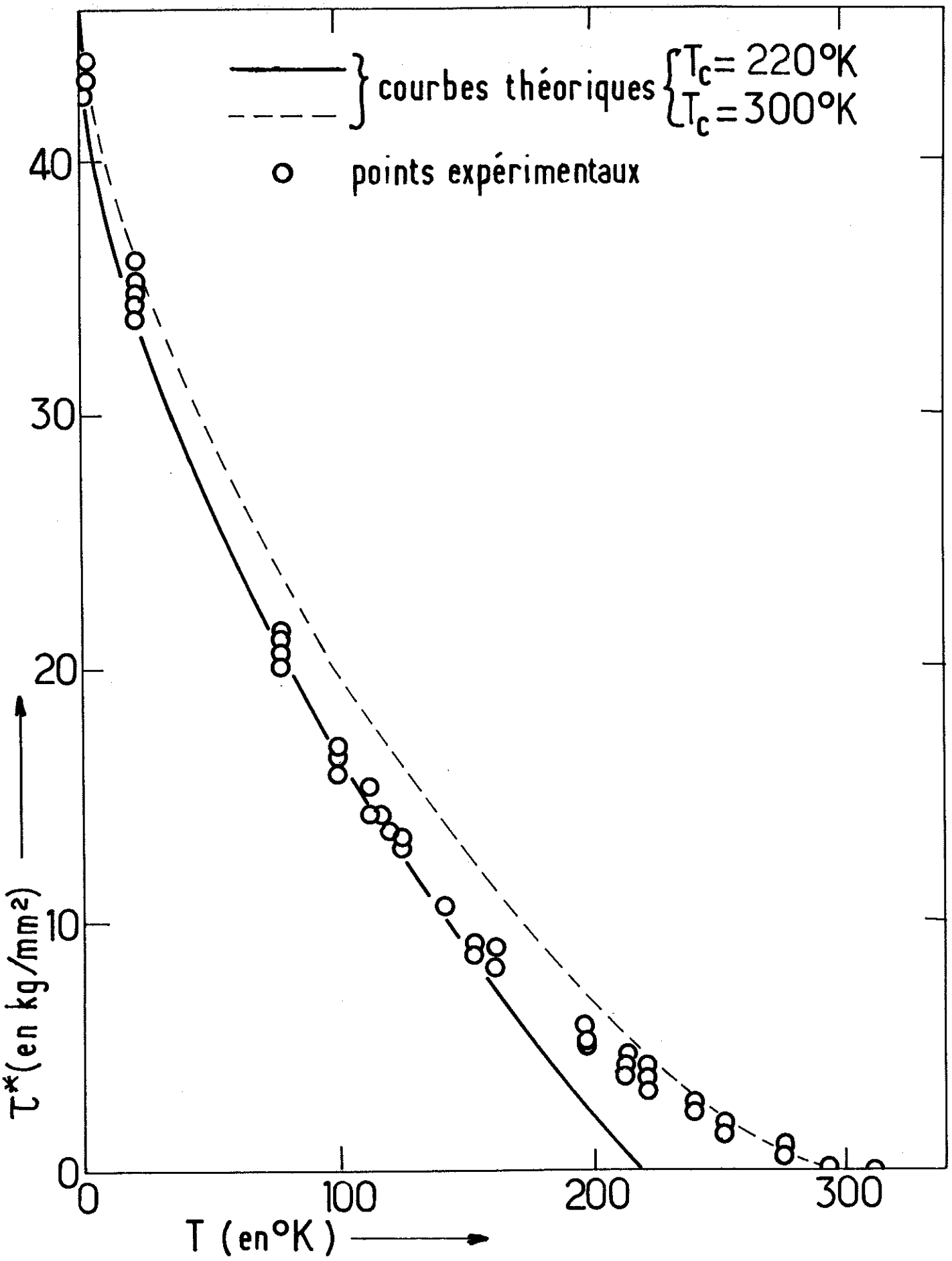

courbes théoriques
$T_c = 220°K$
$T_c = 300°K$
points expérimentaux
40
30
20
10
0
0
100
200
300
$\tau^*$ (en kg/mm²)
T (en °K)

fig 50

la relation :

$$U_k = \frac{2\Gamma_0 a}{\pi}\left(\frac{2\tau^*_p ab}{\pi\Gamma_0}\right)^{1/2},$$

- un ordre de grandeur de la distance critique $L_c$ :

$$L_c = \frac{\pi}{2}\left(\frac{2a\Gamma_0}{b\tau^*_p}\right)^{1/2},$$

- et deux valeurs limites de la densité $\rho$ de dislocations, à partir de :

$$U_k = \frac{kT_c}{2}\ Log\ \frac{\rho L a b^2 V}{2L_c^2 \gamma},$$

en prenant des valeurs de $L$ égales d'une part à la taille du réseau de Frank $\rho^{1/2}$ et d'autre part à $L_c$ . Si on suppose que a = b, les valeurs choisies précédemment pour $U_k$ , $T_c$ et $\tau^*_p$ , conduisent à :

$$\Gamma_0 = 7{,}3 \cdot 10^{-4}\ erg/cm \simeq 2{,}9\ \frac{\mu b^2}{2}$$

$$L_c = 8{,}7 \cdot 10^{-7}\ cm \simeq 35b$$

et $\quad 10^{16}\ cm^{-2} < \rho < 10^{21}\ cm^{-2}.$

L'énergie de ligne $\Gamma_0$ est du bon ordre de grandeur quoiqu'un peu forte si on considère que le décrochement se fait sur 35 b de long et b de large. La densité de dislocations est, elle, nettement trop grande.

Il apparaît donc qu'un tel modèle ne saurait donner une très bonne représentation des faits observés ; cette manière de décrire l'effet de réseau, n'est pas fausse en elle-même, mais nous pensons que c'est la forme de la barrière qui n'est pas correcte. Une forme plus proche d'un créneau doit mieux rendre compte des résultats. Toutefois comme nous l'avons signalé, une telle interprétation ne donne pas le "contenu physique" de la barrière, mais seulement une expression mathématique approchée de sa forme.

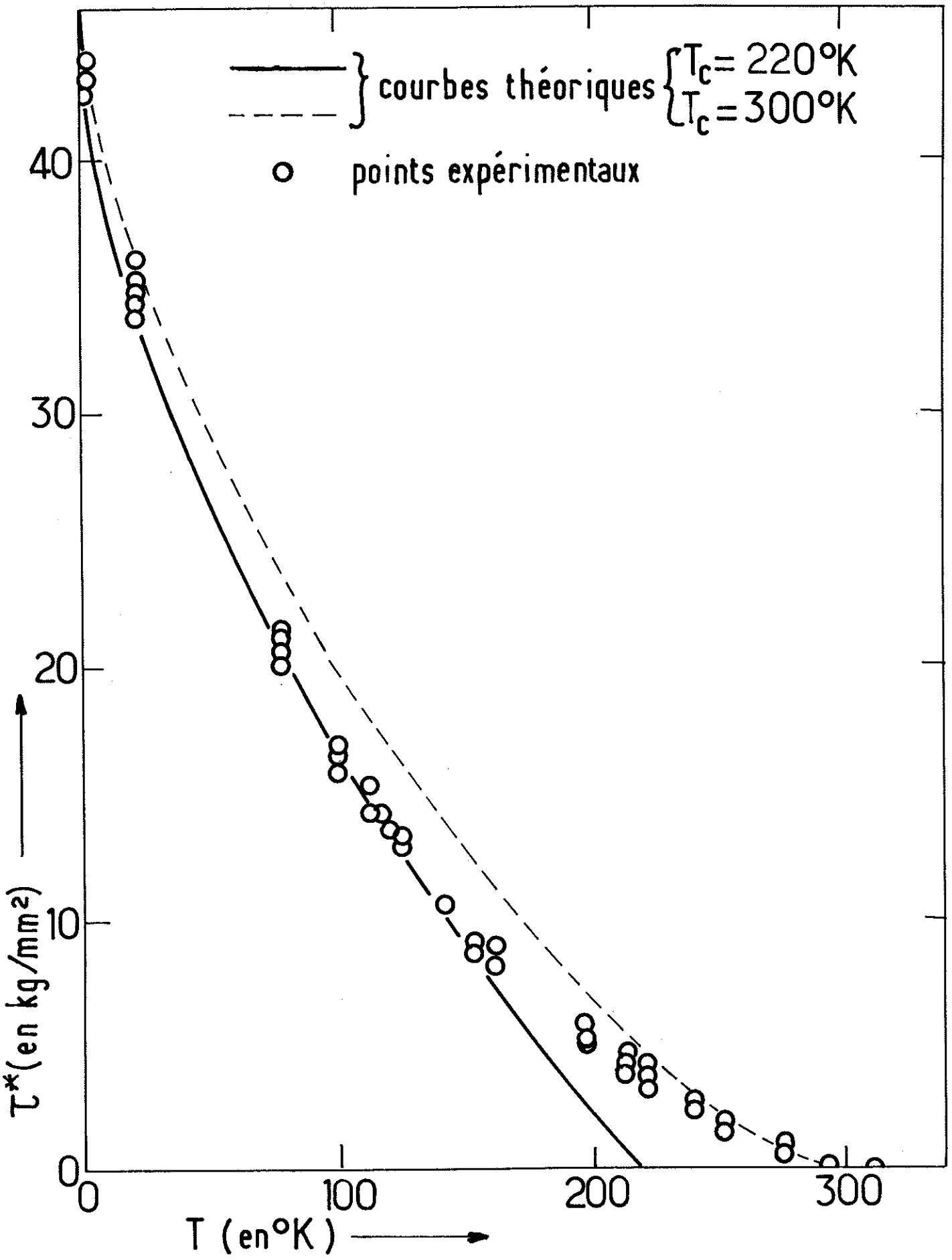

courbes théoriques
$T_c = 220°K$
$T_c = 300°K$
points expérimentaux
40
30
20
10
0
0
100
200
300
$\tau^*$ (en kg/mm²)
T (en °K)

fig 50

la relation :

$$U_k = \frac{2\Gamma_0 a}{\pi}\left(\frac{2\tau_p^* a b}{\pi \Gamma_0}\right)^{1/2},$$

- un ordre de grandeur de la distance critique $L_c$ :

$$L_c = \frac{\pi}{2}\left(\frac{2a\Gamma_0}{b\tau_p^*}\right)^{1/2},$$

- et deux valeurs limites de la densité $\rho$ de dislocations, à partir de :

$$U_k = \frac{kT_c}{2} \operatorname{Log} \frac{\rho L a b^2 \nu}{2 L_c^2 \dot{\gamma}},$$

en prenant des valeurs de $L$ égales d'une part à la taille du réseau de Frank $\rho^{1/2}$ et d'autre part à $L_c$ . Si on suppose que a = b, les valeurs choisies précédemment pour $U_k$ , $T_c$ et $\tau^*_p$ , conduisent à :

$$\Gamma_0 = 7{,}3 \cdot 10^{-4} \text{ erg/cm} \simeq 2{,}9 \frac{\mu b^2}{2}$$

$$L_c = 8{,}7 \cdot 10^{-7} \text{ cm} \simeq 35b$$

et $\quad 10^{16} \text{ cm}^{-2} < \rho < 10^{21} \text{ cm}^{-2}.$

L'énergie de ligne $\Gamma_0$ est du bon ordre de grandeur quoiqu'un peu forte si on considère que le décrochement se fait sur 35 b de long et b de large. La densité de dislocations est, elle, nettement trop grande.

Il apparaît donc qu'un tel modèle ne saurait donner une très bonne représentation des faits observés ; cette manière de décrire l'effet de réseau, n'est pas fausse en elle-même, mais nous pensons que c'est la forme de la barrière qui n'est pas correcte. Une forme plus proche d'un créneau doit mieux rendre compte des résultats. Toutefois comme nous l'avons signalé, une telle interprétation ne donne pas le "contenu physique" de la barrière, mais seulement une expression mathématique approchée de sa forme.

IV.1.4 - *Modèle théorique d'Escaig*

Nous avons décrit rapidement le processus sur lequel s'appuie ce modèle au cours du paragraphe IV.1.2 et en particulier à la figure 46. L'étude faite par Escaig (19) (67) des configurations sessiles ① et ② de la figure 45, l'a conduit aux résultats suivants :

- le paramètre de dissociation $x = \frac{b_o}{d}$, où d est la distance qui sépare deux partielles voisines et $b_o$ celle pour laquelle on estime ces partielles recombinées, est donné par :

$$x = 1 - 3,12\,\delta\left(\frac{\tau_o^* - \tau^*}{\mu}\right) \qquad \text{IV.7 a}$$

dans le cas de la dissociation sur les plans (110),

et $$x = 1 - 8,38\,\delta\left(\frac{\tau_o^* - \tau^*}{\mu}\right) \qquad \text{IV. 7 b}$$

dans le cas de la dissociation sur les plans (112), avec $\delta = \frac{b_o}{b_i}$, $b_i$ étant le vecteur de Burgers de la partielle à recombiner. $\tau_o^*$ est la contrainte à appliquer pour obtenir la recombinaison sans l'aide de l'agitation thermique.

- $\tau_o^*$ est liée à l'énergie $\gamma$ de la faute d'empilement qui sépare les deux partielles par :

$$\frac{\tau_o^*}{\mu} = \frac{0,32}{\delta} - 4,12\,\frac{\gamma}{\mu b} \quad sur\ (110) \qquad \text{IV. 8 a}$$

ou $$\frac{\tau_o^*}{\mu} = \frac{3}{8\pi\delta} - 1,5\,\frac{\gamma}{\mu b} \quad sur\ (112) \qquad \text{IV. 8 b}$$

- l'énergie R (par unité de longueur) de recombinaison des deux partielles est fournie par :

$$R = \alpha\, u(x) = \alpha(x - 1 - Log\,x) \qquad \text{IV. 9}$$

avec $\alpha = \frac{\mu b^2}{34}$ pour (110) et $\alpha = \frac{\mu b^2}{18\pi}$ pour (112)

- l'énergie nécessaire à la formation d'une constriction telle qu'en A ou B (fig. 46 b) correspond à :

$$U_c = \frac{\mu b^3}{2\sqrt{2}} \cdot \frac{\alpha}{\mu b^2} \beta \delta \frac{(1-x)^2}{x}, \qquad \text{IV. 10}$$

où $\beta = 3{,}5 \left(Log \frac{5}{x}\right)^{1/2}$ pour (110) et $\beta = 3 \left(Log \frac{3}{x}\right)^{1/2}$ pour (112).

A température non nulle, le mouvement d'une partie partiellement recombinée s'effectue par déviation dans son plan de recombinaison ; toutefois, une nouvelle dissociation est possible lorsque l'arc dévié rencontre la rangée atomique <111> suivante. Il faut donc considérer deux cas, en ce qui concerne la position critique de cet arc dévié :

A. Soit il atteint cette position avant sa rencontre avec la rangée <111> suivante, c'est la position de col A qui comporte un simple arc dévié (fig. 46 c ou d).

B. Soit il n'atteint cette position que plus tard, c'est la position de col B qui comporte une partie dissociée et deux doubles décrochements (fig. 46 c ou d).

La formation du col A (19) demande une énergie :

$$U = 2U_c + U_d, \qquad \text{IV. 11}$$

où $U_c$ est l'énergie de constriction donnée en IV.10 et $U_d = \frac{4}{3} \mu b^3 \left(\frac{R}{\mu b^3}\right)^{3/2} \frac{\mu}{\tau^*}$ représente l'énergie de la déviation. Le col A est caractérisé par une longueur critique :

$$l_c \simeq 2 \frac{\mu b}{\tau^*} \left(\frac{R}{\mu b^2}\right)^{1/2} \qquad \text{IV. 12}$$

et par une flèche :

$$y_c \simeq \frac{R}{\tau^* b} \qquad \text{IV. 13}$$

La transition du col A au col B a lieu lorsque $y_c \simeq b$ soit pour une contrainte :

$$\tau_c^* \simeq \frac{R}{b^2} \quad . \qquad \text{IV. 14}$$

L'énergie de formation du col B, calculée par Escaig (66) ne se présente pas sous forme simple : l'équation de col ne peut être résolue que par itération. Seules les formes assymptotiques déduites pour les cas extrêmes sont données ci-dessous.

Lorsque $0{,}6\,\tau_c^* < \tau^* < \tau_c^*$ , la forme assymptotique de l'énergie est (67) :

$$U = 2U_c + U'_d \qquad \text{IV. 15}$$

$$\text{avec} \quad U'_d \simeq \frac{4}{3}\mu b^3 \frac{R}{\mu b^2}\left(2 - \frac{\tau^* b^2}{R}\right),$$

et pour les faibles valeurs de la contrainte soit : $\tau^* < 0{,}1\,\tau_c^*$ cette énergie tend vers la valeur :

$$U_0 = 4U_c + U''_d \qquad \text{IV. 16}$$

$$\text{avec} \quad U''_d = 2\mu b^3 \left(\frac{R}{\mu b^2}\right)^{1/2}$$

Les longueurs critiques pour le col B sont alors respectivement égales à :

$$l_c \simeq 2b\left(\frac{\mu b^2}{R}\right)^{1/2} \qquad \text{IV. 17 a}$$

$$\text{et} \quad l_c \simeq \frac{b}{2\pi}\left(\frac{R}{\mu b^2}\right)^{1/2} \frac{\mu}{\tau^*} \,, \qquad \text{IV. 17 b}$$

pour $0{,}6\,\tau_c^* < \tau^* < \tau_c^*$ et $\tau^* < 0{,}1\,\tau_c^*$ .

Dans tous les cas, les volumes d'activation sont obtenus par dérivation de l'énergie par rapport à $\tau^*$ , et la limite élastique en passant par la relation :

$$T = \frac{U(\tau^*)}{k\,\mathrm{Log}\left[\frac{\nu}{8} A\rho \left(\frac{b}{l_c}\right)^2\right]} \qquad \text{IV. 18}$$

Dans ce modèle, deux paramètres doivent être choisis pour tenter de représenter les mesures : la largeur $\delta = \frac{b_o}{b_i}$ de la dislocation parfaite et la contrainte $\tau_o^*$ à 0°K. $\tau_o^*$ est déterminé de façon à ajuster les courbes sur les mesures faites à 4°K, et $\delta$ en comparant l'énergie maximale $U_o$ obtenue pour $\tau^* = 0$ à celle qui est donnée en IV.16 qui dépend essentiellement du produit $\delta \tau_o^*$.

Expérimentalement, nous avions à 4°K:

$$\tau^* = 45 \text{ kg/mm}^2 \text{ et } U \simeq 0{,}013 \text{ eV}$$

et à l'ambiante

$$\tau^* = 0 \quad \text{et} \quad U_o \simeq 0{,}95 \text{ eV}$$

ce qui nous a conduit, aux valeurs suivantes des paramètres :

- pour un glissement suivant (110)

$$\delta = 15 \quad \text{et} \quad \tau_o^* = 68 \text{ kg/mm}^2$$

- pour un glissement suivant (112) :

$$\delta = 6{,}7 \quad \text{et} \quad \tau_o^* = 70 \text{ kg/mm}^2$$

en prenant : $\mu b^3 = 7 \text{ eV}$ et $\mu = 8\,000 \text{ kg/mm}^2$.

Les courbes $U(\tau^*)$, $V(\tau^*)$ et $\tau^*(T)$ obtenues avec ces valeurs, à l'aide des différentes expressions ci-dessus et par interpolation pour $0{,}1\,\tau_c^* < \tau^* < 0{,}6\,\tau_c^*$ sont présentées respectivement figures 51, 52 et 53 ; où elles sont comparées à nos valeurs expérimentales. On remarque que l'accord entre théorie et expérience est assez grossier, cela provient probablement du caractère approché du modèle comme nous l'avons déjà signalé en IV.1.2. Connaissant seulement nos résultats de traction, Escaig (67) (68) avait fait cette interprétation à partir d'une valeur plus faible de l'énergie d'activation , qui avait conduit pour la courbe $\tau^*(T)$ à un accord meilleur à haute température ($T > 100$°K) et moins bon aux températures inférieures (fig. 53), ces écarts n'étant pas très significatifs.

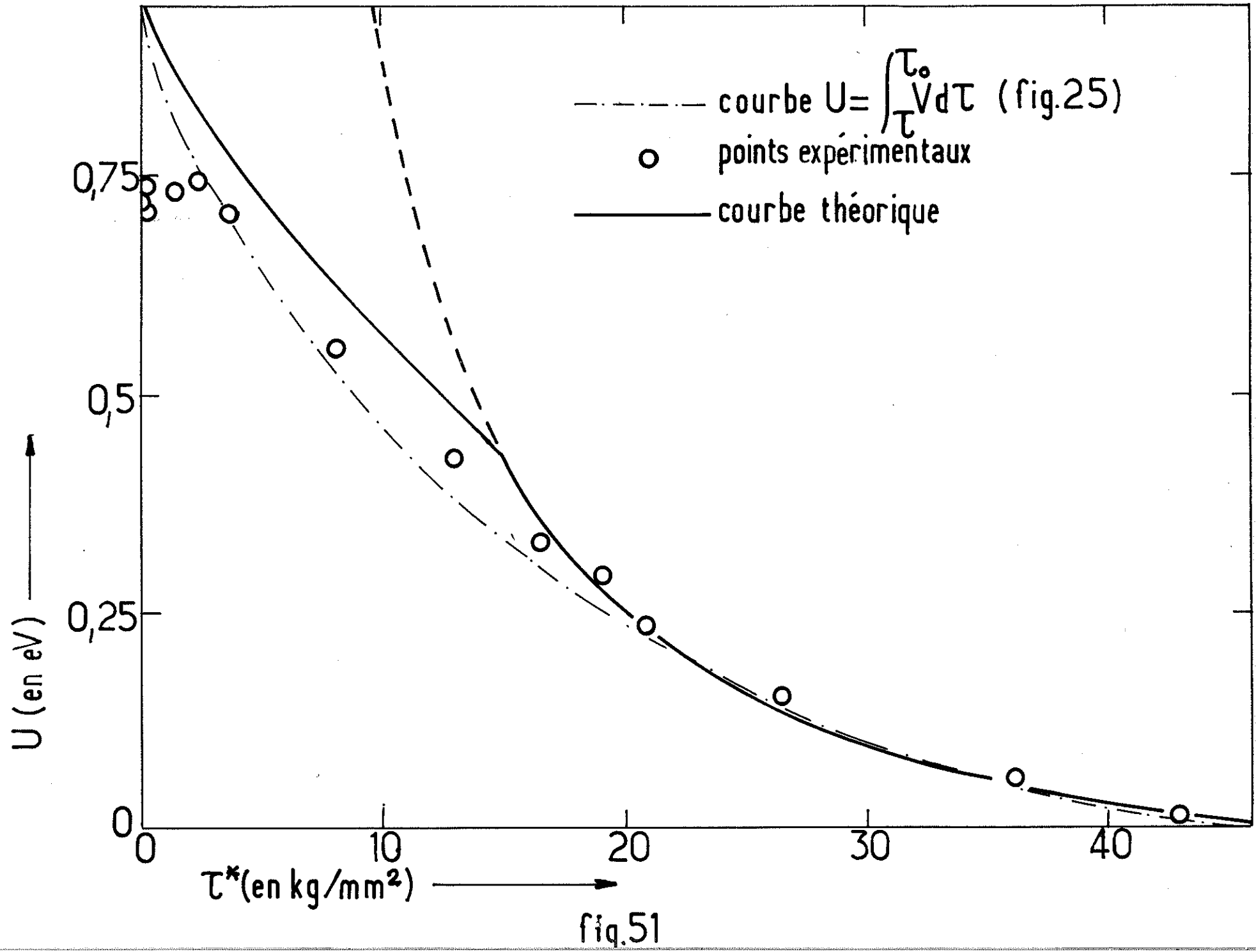

courbe $U = \int_{\tau}^{\tau_0} V d\tau$ (fig.25)
points expérimentaux
courbe théorique
0,75
0,5
0,25
0
0
10
20
30
40
U (en eV)
$\tau^*$ (en kg/mm²)

fig.51

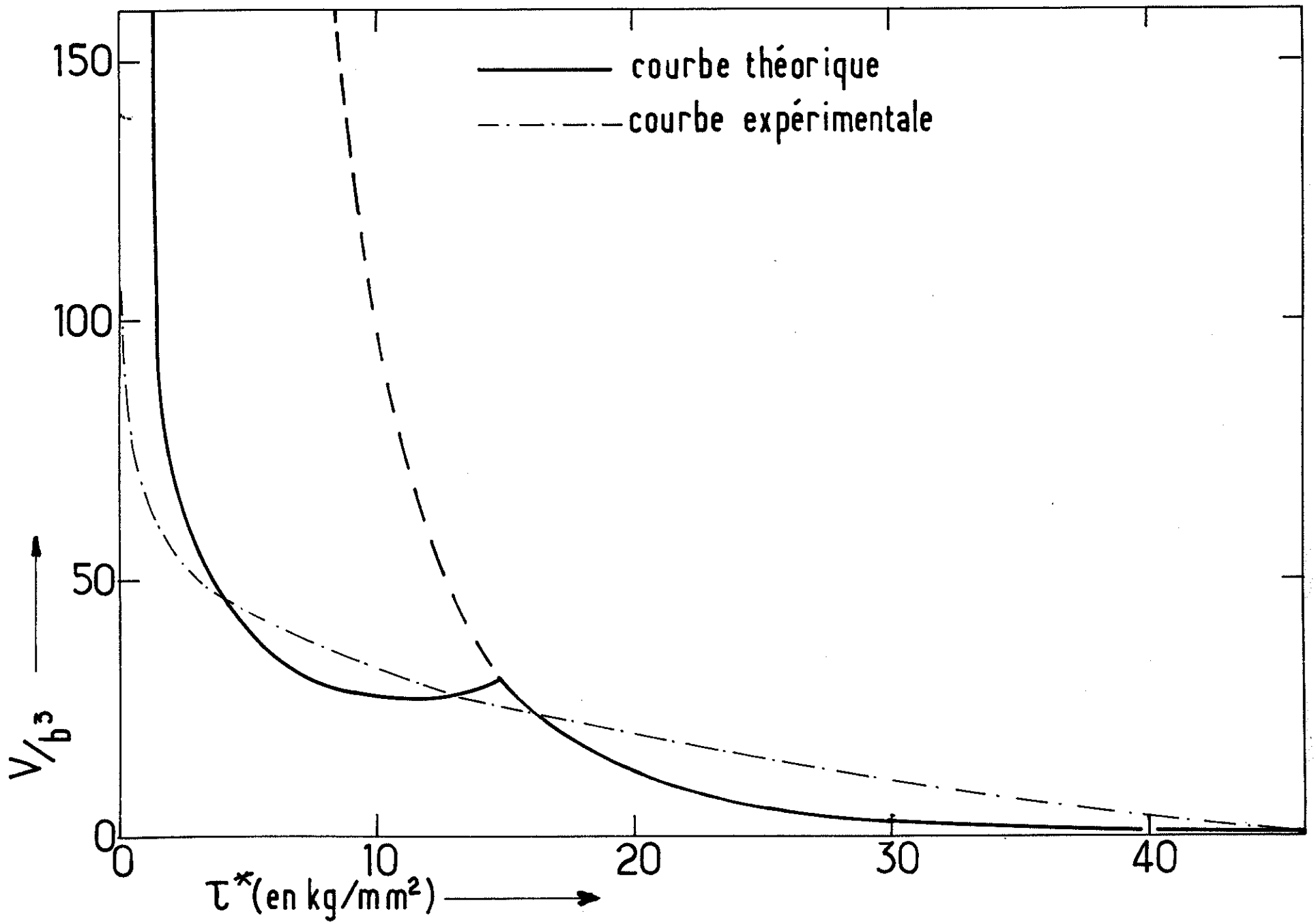

courbe théorique
courbe expérimentale
150
100
50
0
0
10
20
30
40
V/b³
τ* (en kg/mm²)

fig.52

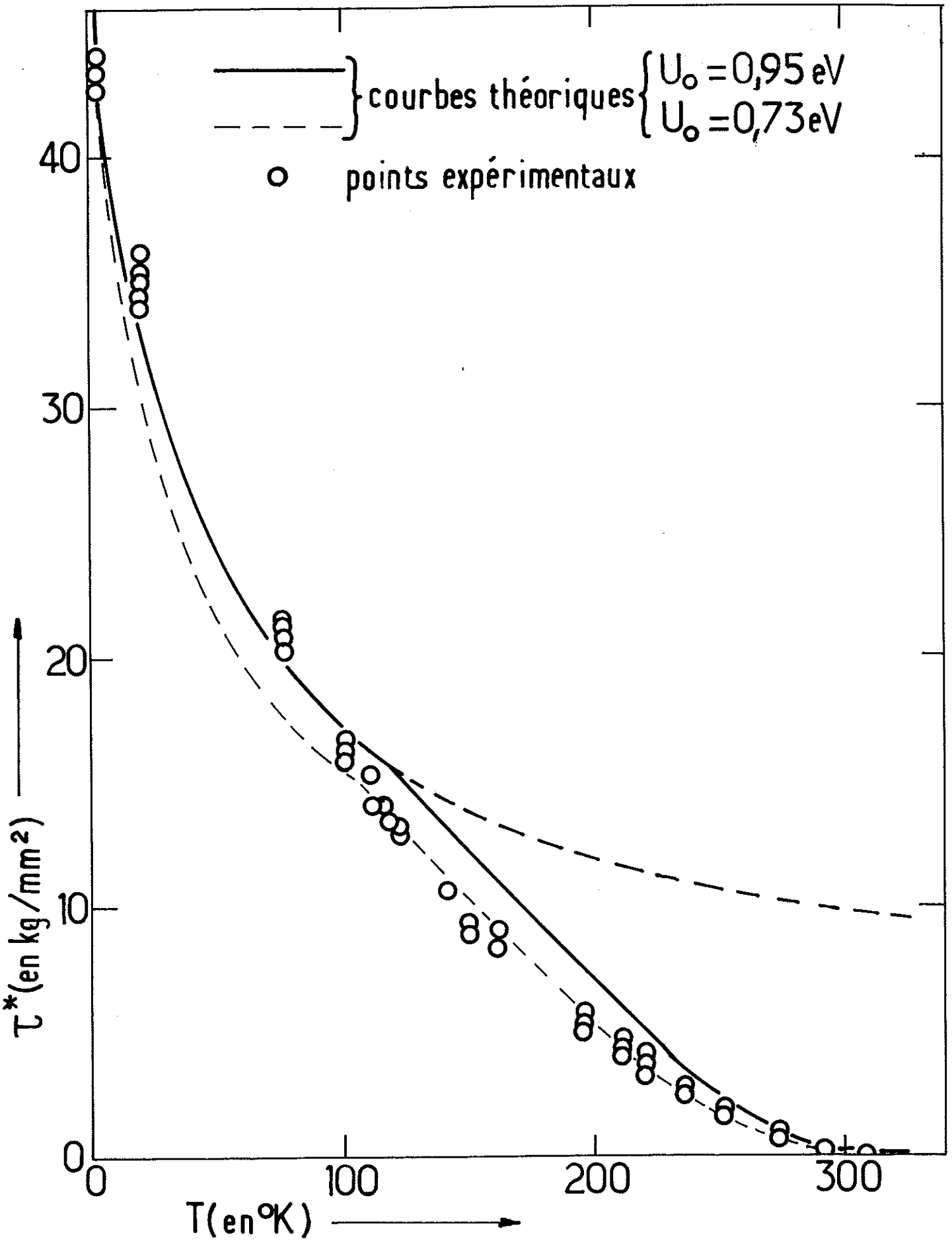

courbes théoriques
$U_o = 0{,}95$ eV
$U_o = 0{,}73$ eV
points expérimentaux
40
30
20
10
0
0
100
200
300
$\tau^*$ (en kg/mm²)
T (en °K)

fig.53

Nous donnons dans le tableau suivant, les valeurs des différents paramètres de la dissociation, ainsi que les valeurs de $\tau_c^*$, en prenant les énergies $U_0 = 0{,}73 eV$ (67) (68) ou $U_0 = 0{,}95 eV$ :

| | (110) | | (112) | |
|---|---|---|---|---|
| $U_0$ (eV) | 0,73 | 0,95 | 0,73 | 0,95 |
| $\tau_0^*$ (kg/mm²) | 72 | 70 | 70 | 68 |
| $\gamma$ (erg/cm²) | 90 | 67 | 172 | 139 |
| larg. parf. $b_0/b$ | 2,35 | 3 | 1,8 | 2,2 |
| larg. imparf. $d/b$ | 3,5 | 5 | 3 | 4,4 |
| $\tau_c^*$ (kg/mm² | 15,8 | 14,5 | 16 | 14,6 |

Le désaccord observé à basse température, en particulier les valeurs de $\tau_0^*$ trop élevées d'au moins 10 kg/mm2 provient certainement de la manière d'étudier les pincements à l'aide d'une approximation d'élasticité linéaire. Celui qui survient à haute température, dû peut-être au caractère approché du modèle, peut aussi avoir pour cause la présence d'un phénomène concurrent. Ce phénomène, prépondérant à 300°K, peut déjà avoir des effets sur la limite élastique dès 200°K environ, nous essayerons de préciser ceci dans le paragraphe suivant.

Il est raisonnable de penser que la limite élastique du fer à basse température est gouvernée par ce processus de dissociation-recombinaison. Les dislocations vis formées au cours de la déformation, se dissocieraient en partielles

éloignées d'environ 4 b séparées par des fautes d'empilement d'énergie voisine de $\frac{\mu b}{100}$ . Il est toutefois impossible de préciser les plans de dissociation à l'aide des mesures que nous avons faites, pas plus d'ailleurs que par observation en microscopie électronique. Il faut signaler cependant que Smith et Bowkett (69) ont mis en évidence récemment par microscopie à émission d'ions une dissociation sur plusieurs plans (110) d'une dislocation vis 1/2 $\langle 111 \rangle$ dans le tungstène.

IV.1.5 - *Microdéformation*

Les observations de cette zône de déformation plastique à très fort durcissement qui précède ce qui était considéré auparavant comme la limite élastique sont relativement récentes (11) (12). Les études qui ont été faites dans cette région de déformation sont rares et très incomplètes ; nous-mêmes n'avons pu obtenir que quelques volumes d'activation et la variation thermique de la contrainte correspondant à une déformation de l'ordre de $10^{-5}$. A l'heure actuelle, on ne dispose que de peu d'informations sur cette zône de déformation, il faudrait des machines très élaborées pour mener à bien une exploration suffisante de cette zône.

Nous avons porté fig. 54, les variations thermiques des contraintes $\tau_{-3}$, $\tau_{-5}$ et $\tau_{-6}$ qui correspondent respectivement à des déformations $\gamma$ de $10^{-3}$, $10^{-5}$ et $10^{-6}$, les deux premières d'après nos mesures et $\tau_{-6}$ d'après Kossowsky et Brown (12). Ces courbes ont une allure générale assez semblable qui conduit à penser qu'un même processus contrôle toute cette zône de microdéformation ; par contre, leur forme est très différente de la variation thermique de la limite élastique, ce qui confirme qu'elle marque un changement du mode de déformation.

Si nous conservons l'hypothèse faite plus haut (IV.1.2), c'est-à-dire celle d'un mouvement des seules parties

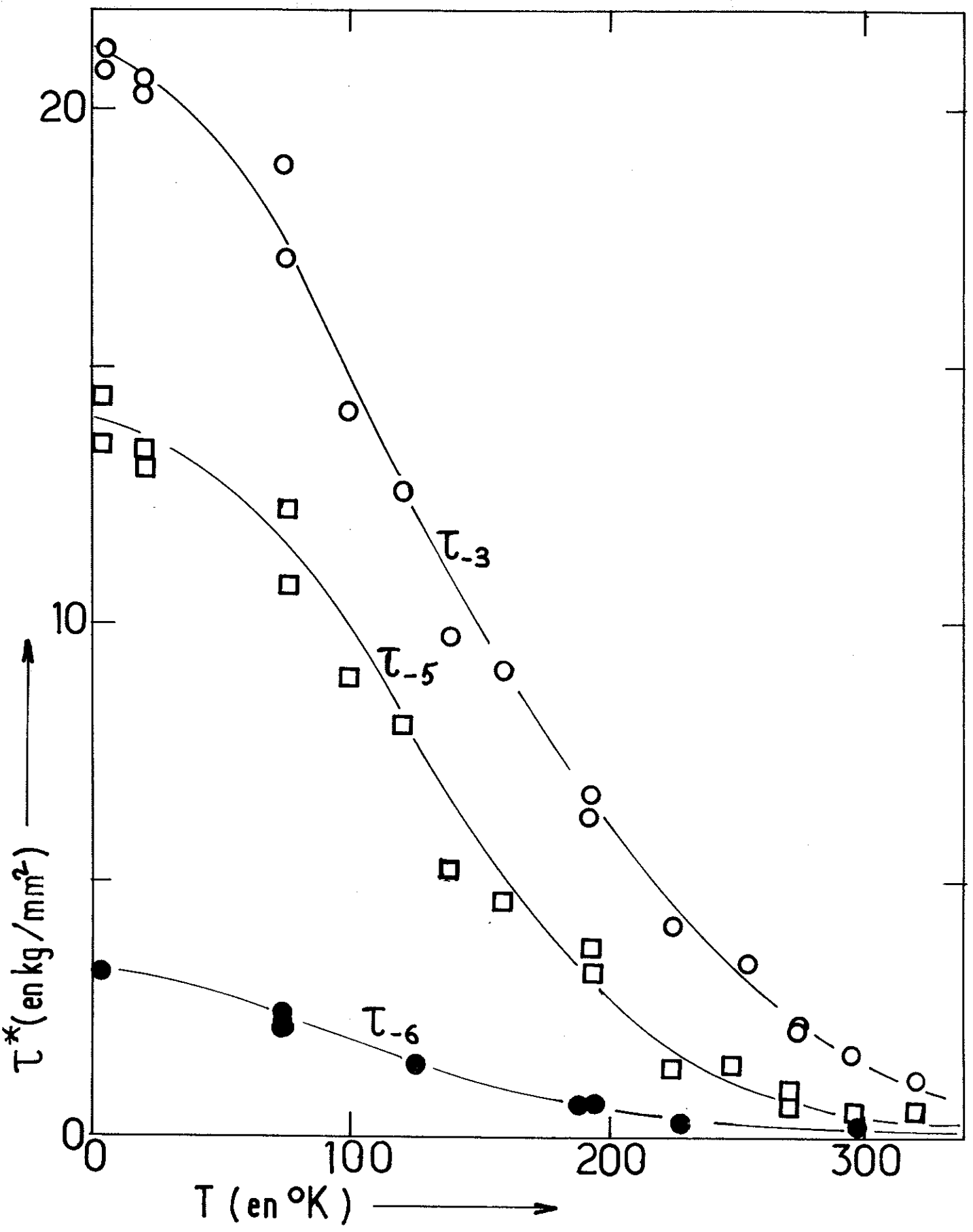



fig.54

coins au cours de la microdéformation, il ne peut y avoir multiplication des dislocations pendant celle-ci : le blocage des vis empêche le fonctionnement des sources de Frank. La déformation est provoquée par la seule sortie des parties coins à la surface du cristal. La baisse du volume d'activation (fig. 29) montrerait alors que les segments coins activés sont de plus en plus courts à mesure que l'on approche de la limite macroélastique.

## IV-2. DEFORMATION PLASTIQUE

### IV.2.1 - *Généralités*

Les échantillons que nous avons choisis ne constituent pas un très bon exemple pour l'étude de la déformation plastique du fer, puisqu'ils sont soumis dès la limite élastique à une déformation activée simultanément dans quatre systèmes de glissement. Il est probable cependant qu'en tenant compte de cette particularité, les résultats obtenus puissent tout de même apporter quelques éclaircissements sur cette zone de déformation. Nous allons donc d'abord établir une comparaison de nos résultats avec ceux d'autres auteurs, afin d'établir une correspondance entre ce que nous avons observé dans notre cas particulier et ce qui est déjà connu dans un cadre plus général.

Les monocristaux les plus intéressants pour mener une telle étude doivent être orientés suivant des axes tels qu'un seul système de glissement intervienne au début de la déformation. Les courbes de consolidation présentent alors, pour des monocristaux suffisamment purs, trois stades successifs de déformation : glissement facile, durcissement linéaire, durcissement parabolique. Ces courbes de déformation "classiques" n'ont été obtenues sur les métaux c.c. que depuis quelques

années, car il semble que la qualité des monocristaux ait, dans le cas de cette structure, une grande importance. Quelques auteurs se sont livrés à des études assez complètes de la forme des courbes de consolidation en fonction de l'orientation, de la température, de la pureté et de la vitesse de traction : Mitchell et all (21) et Bowen et all (41) sur le niobium, Nakada et Key (50) sur le fer et Arsenault (70) sur le tantale. Nous retiendrons de ces travaux que l'on obtient d'autant plus facilement ces courbes en trois stades que la température est proche de $T_c \simeq 0{,}2\,T_f$ et que la vitesse de traction est peu élevée. Les valeurs du durcissement $\theta_I$ pendant le stade de glissement facile sont toujours très faibles : $0 < \theta_I < \frac{\mu}{2000}$ ; celles du durcissement linéaire $\theta_{II}$ sont voisines de $\frac{\mu}{600}$ ; l'apparition du stade II de durcissement linéaire correspond à celle du glissement secondaire et la contrainte $\tau_{III}$ marquant le début du stade III de durcissement parabolique est de l'ordre de $2\,\tau_E$. Si nous comparons ces résultats aux nôtres, il ressort que :

a - puisque $\theta_{II} \sim \frac{\mu}{600}$ caractérise une déformation suivant deux systèmes de glissement, $\theta_\alpha \sim \frac{\mu}{100}$ , que nous avons mesuré, correspondrait à une déformation suivant 4 systèmes ; le stade de fort durcissement $\theta_\alpha$ de nos échantillons pourrait donc être considéré comme un "super stade II".

b - les valeurs voisines de $2\,\tau_E$ pour $\tau_{III}$ et pour $\tau_\alpha$ (fig. 14), ainsi que l'allure parabolique de nos courbes à partir de $\tau_\alpha$ , permettent de penser que la déformation se poursuit dans nos échantillons par un stade III.

Il faut cependant remarquer qu'aux températures plus basses que $T_c$ , les monocristaux c.c. présentent des durcissements très faibles (50) (70) ; seuls les monocristaux orientés pour des glissements multiples gardent la même forme de courbes de déformation. Une baisse de la température semblerait favoriser l'apparition de phénomènes qui, au voisinage de $T_c$ , sont dus aux impuretés tels que : crochet à la limite élastique, augmentation de $\theta_I$ , diminution de $\theta_{II}$ (21).

L'inconvénient de l'orientation de nos échantillons est donc un peu compensée par l'absence de ces phénomènes génants dont les impuretés pourraient être responsables, même si elles sont peu nombreuses.

Outre la forme des courbes de consolidation, un second point parait intéressant à confronter aux résultats d'autres auteurs : la variation du volume d'activation avec l'écrouissage. Whitmire et Brotzen (71) ont montré clairement sur des monocristaux de molybdène, que le volume d'activation était constant au cours du stade I, et diminuait au cours du stade II jusqu'à une valeur limite atteinte pendant le stade III. Si ce résultat est en désaccord avec celui de Arsenault et Lawley (72) travaillant sur des monocristaux de tantale, il correspond parfaitement à nos observations ainsi qu'à celles de Guiu (73) et de Sargent (57) faites sur des monocristaux de molybdène et de niobium respectivement. Il semble que, comme pour les métaux c.f.c.(74), la loi de Cotrell-Stockes généralisée $\Delta\tau/(\tau-\tau_0) = Cte$ soit suivie pendant le stade II.

Les expériences de fluage, menées sur nos monocristaux viennent confirmer elles-aussi, que nous avons bien observé deux stades correspondant aux stades II et III de la déformation : le stade II se caractérise par un durcissement pur tandis que le stade III semble gouverné par un durcissement avec restauration tels que nous les avons défini en I.2. Cependant il nous a été difficile de distinguer nettement le passage d'un stade à l'autre (voir fig. 38), la forte baisse de $\theta_\alpha$ au-dessus de 200°K (fig. 13) semble indiquer qu'au moins à haute température la restauration intervient dès la limite élastique. Plutôt que de faire une distinction entre stade II et stade III, nous préférons étudier séparément les phénomènes responsables du durcissement d'une part et de la restauration d'autre part.

### IV.2.2 - *Durcissement*

Le fort durcissement qui apparaît pendant le stade II de la déformation plastique des monocristaux, traduit un blocage partiel des boucles de dislocations émises, après passage de la limite élastique, dans le système de glissement primaire par les boucles émises dans le système secondaire lorsque la déformation est suffisante pour qu'il devienne actif. Dans le cas de nos échantillons, quatre systèmes de glissement sont activés à la limite élastique, si bien que ce blocage s'effectue dès ce moment par la rencontre des boucles émises dans les quatre systèmes.

Dans le cas des métaux c.f.c., il est admis que ce blocage est causé par la formation de dislocations de Lomer-Cottrell qui sont sessiles. Une réaction similaire est proposée (21)(76) pour les métaux c.c. entre les dislocations de glissement 1/2 $\langle 111 \rangle$ soit :

$$\tfrac{1}{2}[111] + \tfrac{1}{2}[\bar{1}1\bar{1}] \longrightarrow [010] \qquad \text{IV.19}$$

L'ensemble formé par la dislocation résultante et ses deux composantes, est glissile ou sessile suivant les plans de glissement originaux des composantes (76). L'existence d'une telle réaction a été confirmée par des observations en microscopie électronique sur les métaux c.c. après déformation (77) (78) ; il semble même qu'un autre type de réaction soit possible, qui conduirait à des dislocations sessiles $\langle 110 \rangle$ (77). Différentes théories (79)(80)(81) ont été émises pour expliquer ce durcissement pendant le stade II des c.f.c. ; elles pourraient aussi être adaptées aux métaux c.c. (71), cependant elles sont très difficilement applicables dans le cas des glissements multiples.

Pour justifier l'idée que le durcissement de nos échantillons est bien dû à des interactions entre les dislocations des différents systèmes de glissement activés, nous ferons

une hypothèse plus simple : la formation de ces barrières entraîne celle d'une forêt de dislocations dans le cristal, forêt que les dislocations mobiles doivent traverser au cours de leur glissement. Pour une dislocation donnée, la forêt est constituée par les dislocations des autres systèmes de glissement partiellement bloquées par les barrières. Dans ce cas, pour qu'une dislocation soit mobile, il faut lui appliquer une contrainte suffisante pour vaincre :

- la résistance du réseau, ce qui a lieu à la limite élastique (voir § IV.1), soit $\tau_E^*(T,\dot{\gamma})$
- les interactions élastiques qu'elle a avec les dislocations (ou arbres) qui constituent la forêt soit $\tau_{if}(\gamma)$ et
- l'interaction directe avec les arbres de la forêt qui correspond à la formation de crans au moment du croisement soit $\tau_c^*(T,\dot{\gamma})$.

Seule, la contrainte $\tau_{if}$ varie avec l'écrouissage la forêt devenant de plus en plus dense, on admet généralement que (27)(82) :

$$\tau_{if} = \alpha \mu b \rho^{1/2}, \qquad \text{IV .20}$$

si $\rho$ est la densité des arbres de la forêt et $\alpha$ est une constante. La largeur d'interaction entre deux dislocations qui se croisent avec formation de crans est de l'ordre de b, un tel phénomène doit donc présenter un volume d'activation :

$$V_c \simeq b^2 l \simeq \frac{b^2}{\rho^{1/2}}, \qquad \text{IV.21}$$

si $l \simeq \rho^{1/2}$ est la distance qui sépare les arbres de la forêt. D'après I.18, si on suppose que deux phénomènes activés thermiquement, ici interaction avec le réseau et formation de crans, sont en présence, on doit avoir :

$$\delta\tau = \delta\tau_E^* + \delta\tau_c^* = \left(\frac{1}{V_E} + \frac{1}{V_c}\right) kT\, \delta \operatorname{Log} \dot{\gamma}.$$

A la limite élastique, la densité de dislocations étant probablement de l'ordre de $10^8$ à $10^{10}$ $cm^{-2}$, $V_c$ aurait des valeurs de $4.10^2$ à $4.10^3 b^3$ qui rendraient négligeable l'incidence

de la formation des crans sur la mesure de $V_E$ . Par contre, au cours de l'écrouissage, $V_C$ diminue et on mesure un volume inférieur à $V_E$ : d'après la figure 17, à toute température inférieure à 250°K, cette diminution du volume d'activation mesuré peut se traduire par :

$$(\Delta\tau_\varepsilon^*)_\gamma - (\Delta\tau_\varepsilon^*)_{\gamma=0} = A\left[\tau(\gamma) - \tau(0)\right] \simeq A\,\tau_{if},$$

avec $A \# 4.10^{-4}\,T$ , si la température est exprimée en °K. On peut donc écrire, puisque :

$$V_C = \frac{kT\,\delta \ln \dot{\gamma}^o}{\delta \tau_c^*},$$ que ce volume est égal d'après nos expériences à

$$V_C = \frac{2{,}3\,kT}{A\,\tau_{if}}.$$ IV.22

Des relations IV.20, IV.21 et IV.22, on déduit une valeur de $\alpha$ soit :

$$\alpha = \frac{2{,}3kT}{A\mu b^3} = 0{,}06.$$

Une telle valeur de $\alpha$ , conduit :

- à une densité de dislocations à la limite élastique $\rho_\varepsilon \# 2.10^{10}\,cm^{-2}$ , si on suppose qu'à ce moment $\tau_{if} \simeq \tau_{io} = 2\,kg/mm^2$, c'est-à-dire qu'à 300°K $\tau_E^* = \tau_c^* = 0$ ,
- à une variation de la densité des dislocations avec l'écrouissage $\frac{\partial \rho}{\partial \gamma} \# 4.10^{13}\,cm^{-2}$, si on veut rendre compte du durcissement $\theta_\alpha \simeq 70$ kg/mm$^2$ observé,
- et à des densités maximales de dislocations $\rho \sim 10^{12}$ cm$^{-2}$ à la rupture, si on considère la charge à la rupture atteinte à 100°K.

La trop faible valeur de $\alpha$ , alors que par mesures directes des densités de dislocations après diverses déformations Key (22) avait obtenu $\alpha = 0{,}25$, nous amène à considérer des densités de dislocations trop élevées : au moins un facteur 10 par rapport à celles observées par Key. Un tel écart peut pourtant s'expliquer si on considère

que la forêt n'est pas répartie uniformément dans le cristal, mais par exemple qu'elle présente une grande densité seulement au voisinage des barrières. Effectivement, les observations des dislocations dans le stade II, montrent des répartitions très inhomogènes dans le cristal (41)(75) ; les auteurs parlent de "murs", de "tapis" ou d'"écheveaux" de dislocations, ces "murs" forment à la fin du stade II une structure cellulaire, l'intérieur des cellules étant pratiquement vide de dislocations. Dans une telle structure, les dislocations mobiles sont génées dans leur mouvement lorsqu'elles ont à traverser un "mur" ; c'est à ce moment, seulement, qu'il y a activation thermique pour la formation de crans et qu'il faut vaincre la forte contrainte $\tau_i f$ pour poursuivre la déformation. Tout notre raisonnement reste donc valable si $\rho$ représente la densité de dislocations dans les "murs" et non la densité moyenne des dislocations sur l'ensemble de l'échantillon, telle que celles mesurées par Key(22)

La formation de forêts de plus en plus denses de dislocations au voisinage de barrières sessiles que les dislocations mobiles doivent traverser au cours de leur glissement, serait donc responsables du durcissement. Cette description est conforme aux observations faites par d'autres auteurs (41)(75) et à nos résultats expérimentaux, en particulier à la variation du volume d'activation avec l'écrouissage. Il faut toutefois remarquer que ce n'est qu'un schéma simplifié de ce qui se passe en réalité ; nous n'avons pas préciser l'origine des barrières et les processus qui conduisent à la naissance et à la croissance des forêts, nous n'avons pas tenu compte de la dissociation possible des dislocations, et surtout, nous n'avons pu donner une explication quantitative du durcissement observé.

### IV.2.3 - *Restauration*

La restauration provoque une baisse du durcissement

sur les courbes de consolidation ; dans les essais de fluage, elle se manifeste par un changement de la forme des courbes : le fluage logarithmique est remplacé par un fluage qui tend vers une vitesse limite. Nous avons essayé de déterminer la contrainte d'apparition de la restauration, donc du stade III (fig. 14 et 38), mais il semble qu'une possibilité de restauration existe au-dessous de cette contrainte : les deux méthodes employées étant très peu sensibles.

Dans le paragraphe précédent, nous avons montré que le durcissement était dû aux difficultés croissantes que rencontrent les dislocations mobiles à traverser des forêts de dislocations de plus en plus touffues ; le stade III correspondrait donc à une augmentation moins rapide de la densité de ces forêts. L'écrouissage continue à produire la multiplication des dislocations et l'épaississement des forêts au même rythme que pendant le stade II, il faut donc que le phénomène de restauration provoque une diminution du nombre de dislocations à l'intérieur des forêts. Ces forêts sont formées d'accumulations de dislocations qui se gênent mutuellement dans la poursuite de leur glissement, ce sont des lieux où règnent de fortes contraintes locales vu le grand nombre de dislocations présentes. Par exemple, on y trouve des segments de dislocations parallèles et de signes contraires bloqués dans des plans de glissement voisins qui s'attirent fortement et qu'un petit appoint venant de la contrainte appliquée et des contraintes locales peut faire dévier de leurs plans de glissement pour qu'ils s'annihilent entre eux. De même des segments bloqués à l'entrée de la forêt, peuvent dévier de leur plan de glissement s'il y a une répulsion suffisante des premiers arbres et poursuivre ainsi plus facilement leur trajet en évitant de grossir la forêt. Dans les deux cas, c'est une déviation (ou cross slip) qui provoque la restauration, et les contraintes locales ont un rôle déterminant dans le contrôle de cette déviation. On peut imaginer également qu'un autre phénomène peut produire les mêmes effets : la montée des dislocations. Mais

il semble que dans cette zône de température, ce soit impossible car c'est un phénomène qui demande une énergie d'activation comparable à celle d'autodiffusion soit environ 2,8 eV pour le fer (27) alors que nous n'avons mesuré que des énergies inférieures à 1 eV. De plus, l'observation des lignes de glissements à la surface des échantillons montre que les déviations ont un rôle important dans la déformation des monocristaux de toutes structures pendant le stade III. Il est donc certain que seul un processus de déviation peut provoquer cette restauration.

Il est très difficile d'étudier un tel phénomène, car il coexiste avec les autres (formation de crans, et interaction avec le réseau) dans une zône de déformation avancée où il est surtout contrôlé par les contraintes locales que nous ne pouvons déterminer par des mesures mécaniques. Les contraintes $\tau_\alpha$ et $\tau_\chi$ ne sont que des valeurs grossièrement approchées de la contrainte qui active réellement les dislocations.

Nous pouvons toutefois essayer de voir à quoi correspond l'équilibre durcissement-restauration lorsqu'il est atteint, c'est-à-dire soit lorsque le durcissement $\theta_\beta$ apparait en traction à haute température, soit lorsque le fluage est linéaire.

Si on compare la valeur de $\theta_\beta$ (fig. 13) à celle de $\theta_\alpha$ qui correspondait à une vitesse d'augmentation de la densité de dislocation $\frac{dP}{d\gamma}$ de $4.10^{13}$ $cm^{-2}$ on voit que cette vitesse est environ 10 fois plus faible, c'est-à-dire que 90 % des dislocations introduites par l'écrouissage sont alors éliminées par déviation, 10 % seulement vont grossir les forêts.

La valeur du volume d'activation ($V=35b^3$) trouvée lorsque le fluage est linéaire peut donner, à l'aide de la relation IV.21, un ordre de grandeur de la densité de dislocations qui est ainsi sensiblement maintenue dans les forêts. On trouve alors une densité de l'ordre de $10^{12}$ $cm^{-2}$ qui est sensiblement la même que celle atteinte dans la zône de durcissement (voir IV.2.2) lorsque la rupture ductile intervient à 100°K.

On peut donc admettre que les déviations essayent de maintenir le plus longtemps possible une densité de dislocations dans les forêts inférieure à quelques $10^{12}$ $cm^{-2}$ qui est la densité critique pour laquelle la rupture ductile se produit L'augmentation du nombre de dislocations qu'impose l'écrouissage finit toujours par prendre le dessus, mais au moins à haute température, où l'agitation thermique lui est favorable, la restauration par déviations permet d'atteindre de grandes déformations avant la rupture.

## IV-3. EVOLUTION DE LA PLASTICITE

Dans les deux premiers paragraphes de cette discussion nous avons considéré successivement chacun des phénomènes qui avaient un rôle dans la déformation plastique. Nous allons, très rapidement dans ce dernier paragraphe, essayer de donner une description globale de la déformation plastique qui montrera l'enchainement des phénomènes et contituera ainsi une sorte de résumé de la discussion. Pour cela nous partirons de l'idée générale suivante : les mouvements des dislocations essayent de maintenir à l'intérieur du cristal un réseau de dislocations stable devant l'augmentation de la déformation dans les conditions de vitesse et de température données.

Pour les faibles déformations ( $\gamma \leq 10^{-3}$ ), cette stabilité serait obtenue par le seul mouvement des parties coins des dislocations préexistantes qui ne sont génées que par de faibles interactions avec le réseau du fer. Ceci conduirait à un réseau de dislocations vis stable jusqu'à la limite macroélastique.

La poursuite de la déformation nécessite alors le mouvement de ces dislocations vis qui sont immobilisées par des contraintes internes de deux origines : une interaction $\tau_r^*$ avec le réseau du fer et une interaction $\tau_d$ avec les autres dislocations. Nous avons supposé que $\tau_d$ variait peu avec la

température, ce qui nous a permis, en attribuant la forte variation thermique de la limite macroélastique à $\tau^*_r$ seulement, de montrer que cette interaction avec le réseau avait pour origine probable une dissociation sessile des dislocations vis. Ces contraintes, $\tau^*_r$ et $\tau_d$ , vaincues à la limite élastique, le réseau primitif est devenu instable, c'est un réseau engendré par la déformation, c'est-à-dire par les dislocations libres de se mouvoir et de se multiplier, qui va le remplacer.

Dans le cas de nos échantillons, orientés pour que 4 systèmes de glissement soient immédiatement actifs, ce réseau va très rapidement s'établir, si bien qu'on observe tout de suite un très fort durcissement. Ce réseau stable est composé de nombreuses forêts à fortes densités de dislocations réparties dans le cristal ; tant que ce réseau est stable, les dislocations s'accumulent dans ces forêts qui voient leur volume augmenter mais aussi leur densité croître. A basse température (au-dessous de 100°K), une rupture fragile intervient brusquement pendant cette phase. Par contre, aux températures supérieures, ce réseau se développe jusqu'à des déformations de l'ordre de $10^{-1}$. La densité des forêts ne peut croître indéfiniment, sans que les dislocations ainsi accumulées deviennent suffisemment proches pour s'attirer ou se repousser les unes les autres ; à ce moment, ce réseau devient lui-aussi instable pour une densité critique de dislocations dans les forêts d'autant plus basse que la température est élevée. Cette densité critique de l'ordre de $10^{12}$ dislocations par $cm^2$ à 100°K, tombe à quelques $10^{10}$ aux environs de la température ambiante.

La période de restauration commence alors, le réseau de dislocations est instable. Les déviations, qui permettent aux dislocations de s'annihiler, interviennent dès que celles-ci sont soumises à des contraintes locales d'interaction supérieures à $\tau_{cs}$. $\tau_{cs}$ , comme la densité critique, diminue rapidement quand la température s'élève. L'instabilité du

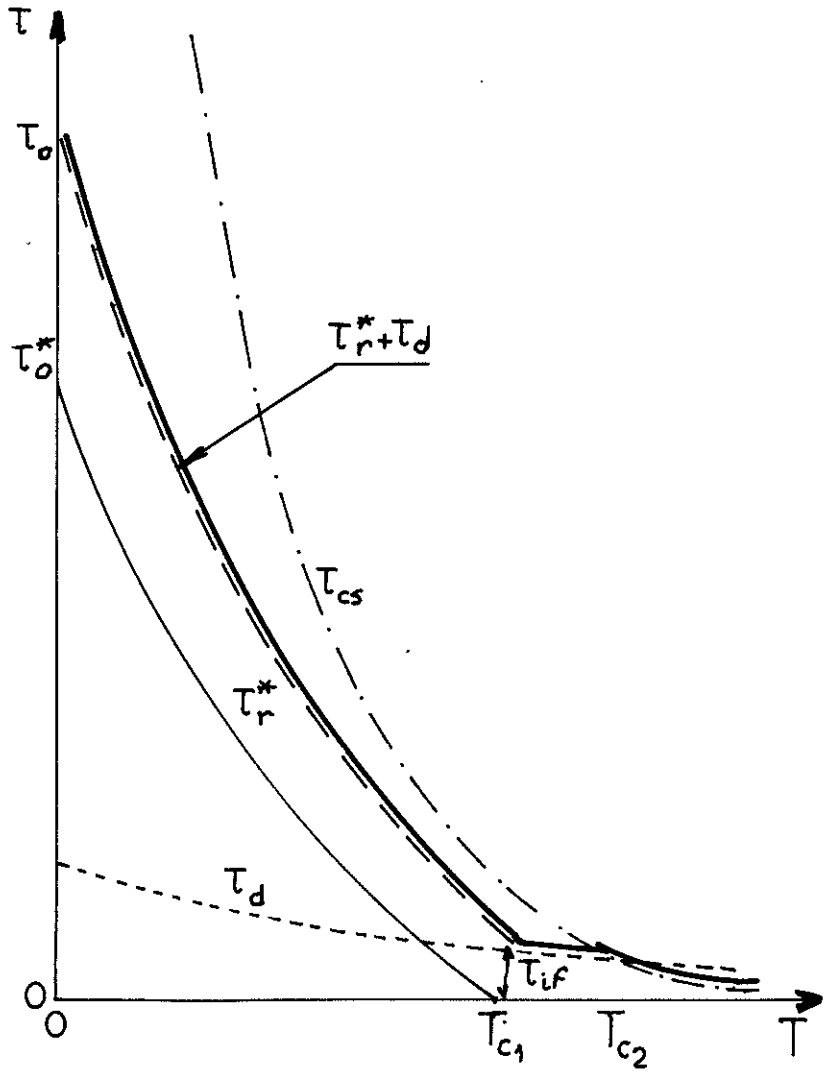
réseau permet cependant, à la déformation de se poursuivre jusqu'à des allongements de plusieurs $10^{-1}$, en ralentissant l'augmentation des densités locales de dislocations. En effet, il semble que la rupture ductile de l'échantillon ait lieu lorsqu'en un point de celui-ci, la densité dépasse une valeur de l'ordre de quelques $10^{12}$ dislocations par $cm^2$.

Cette description est valable aux températures inférieures à 300°K environ, au-delà, deux modifications interviennent du fait de la forte agitation thermique :

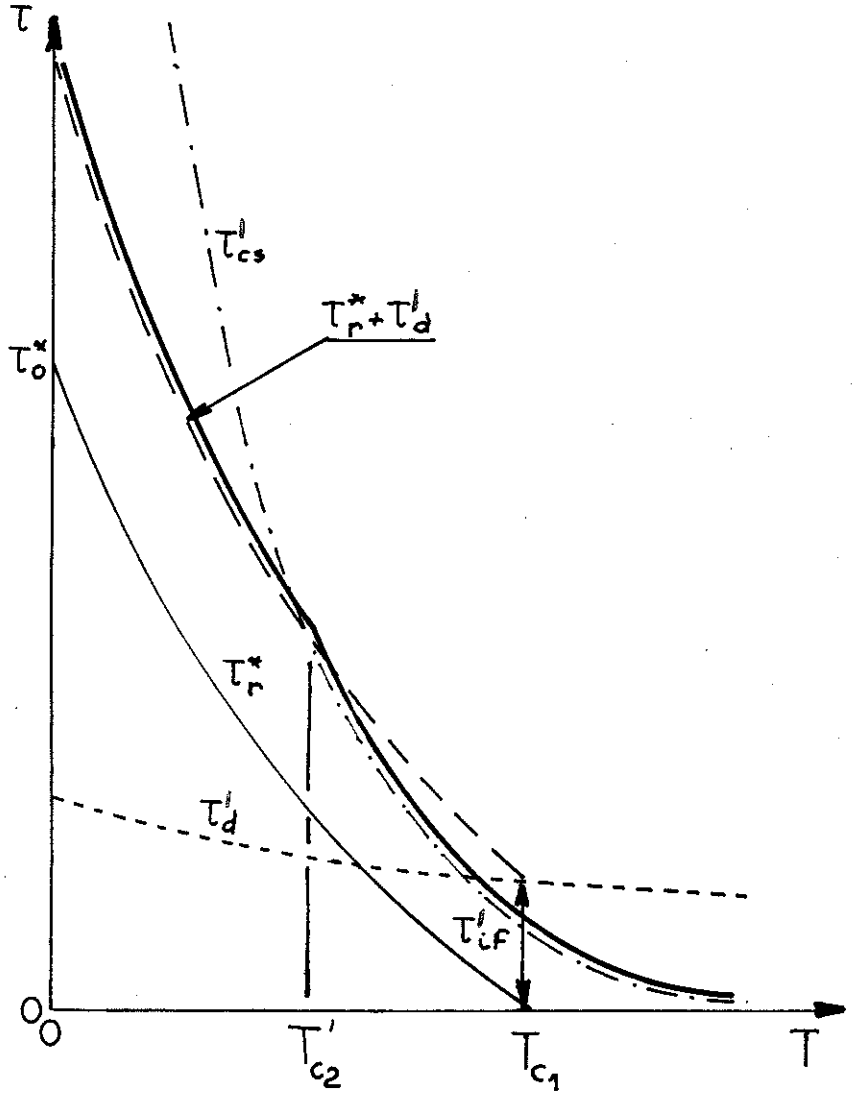
- le frottement $\tau^*_r$ du réseau du fer devient pratiquement nul au-dessus de $T_{c1} \# 300°K$, seul le réseau de dislocations issu de la microdéformation constitue un obstacle à la poursuite de la déformation ; cet obstacle vaincu, grâce à une contrainte $\tau_{if}$, cette dernière se poursuit de la même manière que précédemment.

- si la température est suffisemment élevée, le processus de déviation peut intervenir en certains endroits pendant la formation du réseau de dislocations vis. Son apparition trop fréquente à ce stade de la déformation empêcherait toute formation d'un réseau stable de dislocations, seul ce processus gouvernerait alors la limite macroélastique et la déformation plastique serait entièrement contrôlée par l'équilibre durcissement-restauration. Il est très difficile de déterminer la température $T_{c2}$ où ce phénomène agit seul étant donné son caractère local ; il est probable qu'il agit concurremment avec les autres processus dès 200°K environ et que $T_{c2}$ est supérieure à 350°K.

Tout ceci est résumé sur les schémas de la figure 55, où sont données les contraintes critiques des différents processus qui interviennent en fonction de la température avec les notations précédentes. Sur le schéma (a), on trouve les contraintes qui gouvernent successivement la limite macroélastique, tandis qu'en (b) sont portées celles contrôlant la plasticité pour une déformation de quelques %.




(a) Contraintes gouvernant la limite macroélastique




(b) Contraintes gouvernant la déformation plastique

fig.55

Pour simplifier, nous avons représenté $\tau_{cs}$ , comme si seule la contrainte appliquée activait les déviations, il aurait été préférable pour tenir compte des contraintes internes de la schématiser par une bande large.

Centre National ...
... de recherches ...
... basses températures
BIBLIOTHÈQUE

# CONCLUSION

Les filaments monocristallins de fer que nous avons étudiés ont un comportement mécanique en traction comparable à celui des monocristaux massifs de même orientation. Le grand nombre d'expériences que nous avons menées sur ces échantillons, en traction, relaxation et fluage ont permis d'explorer de manière très complète leur comportement plastique dans la gamme des températures comprises entre 4 et 300°K

Une interprétation de ces mesures dans l'hypothèse où la déformation est contrôlée par des phénomènes activés thermiquement a été développée ; elle permet d'établir une liaison entre les différentes manifestations en traction, relaxation et fluage des mécanismes de dislocations qui interviennent dans la déformation plastique.

Le grand nombre d'expériences faites a permis de définir la variation thermique de la limite élastique dans tout le domaine des basses températures avec une bonne précision. La persistance de cette variation thermique sur des échantillons de grande pureté, tels que ceux utilisés, montre déjà que les impuretés ne peuvent tenir le rôle prépondérant qui leur a été souvent attribué dans le contrôle de la limite élastique. La confrontation de ces résultats aux modèles théoriques de Dorn et d'Escaig montre que cette variation est surtout gouvernée par une forte interaction des dislocations avec le réseau du fer.

Une zone de "microdéformation" a été mise en

évidence ; la sensibilité de la machine utilisée n'a pas permis son étude complète, mais nous avons cependant montré qu'elle était contrôlée par un mécanisme différent de celui qui régit le début de la déformation plastique.

Bien que gênés par l'orientation particulière des échantillons, nous avons pu, à partir des expériences faites dans la région plastique de leur déformation, apporter quelques précisions sur les phénomènes qui y interviennent. A un durcissement dû à la formation de forêts localisées, s'oppose une restauration produite par de nombreuses déviations ; ce schéma très simplifié rend bien compte des résultats expérimentaux. L'impossibilité de connaître, par les seules mesures mécaniques, les conditions locales auxquelles sont soumises les dislocations, a empêché de préciser quantitativement les mécanismes responsables du durcissement et de la restauration.

Il reste donc dans notre travail beaucoup de résultats expérimentaux qui n'ont pu être exploités ; une étude encore plus approfondie aurait peut être apporté des éléments nouveaux, mais surtout un développement des théories actuelles est nécessaire pour définir complètement les mécanismes de dislocations qui interviennent dans la déformation plastique. Nous pensons, toutefois, avoir contribué, par quelques résultats utiles, à une meilleure connaissance du comportement plastique du fer $\alpha$ et des métaux cubiques centrés, et sur un plan plus général, à la compréhension de certaines propriétés mécaniques des corps cristallisés.

# R E F E R E N C E S


1 - S.S. BRENNER - J. Appl. Phys. 27, 1484 (1956)

2 - S.Z. BOKSHTEIN, S.T. KISHKIN et I.L. SVETLOV
Sov. Phys. Sol. St. 4 - 1272 (1963)

3 - Growth and Perfection of Crystals - John Wiley - New-York (1958)

4 - R. CONTE - Thèse - Grenoble (1962)

5 - E. BROUZET - Thèse Grenoble (1965)

6 - D.F. STEIN, J.R. LOW et A.V. SEYBOLT
Acta Met. 11 - 1253 (1963)

7 - B.L. MORDIKE et P. HAASEN, Phil. Mag. 7, 469 (1962)

8 - H. CONRAD, Acta Met. 15, 147 (1967)

9 - S.S. LAU, S. RANDJI, A.K. MUKERJEE, G. THOMAS et J.E. DORN
Acta Met. 15, 237 (1967)

10 - G. GUYOT et J.E. DORN, Canad. J. Phys. 45, 983 (1967)

11 - N. BROWN et R.A. EKWALL, Acta Met. 10, 15 (1964)

12 - R. KOSSOWSKY et N. BROWN, Acta Met. 14, 131 (1966)

13 - A.S. KEY, Direct Observations of Imperfections in Crystals, Interscience Publishers (1962)

14 - J.R. LOW et A.M. TURKALO, Acta Met 10, 215 (1962)

15 - A. LAWLEY et H.L. GAIGHER, Phil. Mag. 10, 15, (1964)

16 - P.B. HIRSCH, Fifth Internat. Congr. Cristallography, Cambridge (1960)

17 - F. KROUPA , Phys. Stat. Sol. 3, K.391 (1963)

18 - V. VITEK, Phys. Stat. Sol. 18, 687 (1966)

19 - B. ESCAIG, J. Phys. 28, 171 (1967)

20 - M.S. DUESBERRY et P.B. HIRSCH, Batt. Coll. Dislocation Dynamics, Seattle 1967, Mac. Graw Hill, New York (1968)

21 - T.E. MITCHELL, R.A. FOXALL et P.B. HIRSCH,
Phil. Mag. 8, 1895 (1963)

22 - A.S. KEY, Phil. Mag. 12, 9, (1965)

23 - T.E. MITCHELL et W.A. SPITZIG, Acta Met. 13, 1169 (1965)

24 - G. SCHOECK, Phys. Stat. Sol. 8, 499 (1965)

25 - A.H. COTTRELL, Dislocation and Plastic Flow,
Oxford University Press. Oxford (1953)

26 - B. JAOUL, Etude de la Plasticité et Applications aux Métaux, Dunod, Paris (1965)

27 - J. FRIEDEL, Dislocations - Pergamon Press, Oxford (1964)

28 - H. CONRAD, J. of Metals, 16 - 582 (1964)

29 - P. FELTHAM, J. Inst. Met., 89, 219 5L961)

30 - S.S. BRENNER, Acta Met. 4, 62 (1956)

31 - W.G. MORRIS, R.E. OGILVIE, M.I.T. Report n°RTD-TDR 63-4198 (1964)

32 - W.W. WEBB (communication privée)

33 - J. ROSENMAN (Communication privée)

34 - W. GLAESER, H. IMGRUND et H. WESER, Phys. Stat. Sol., 24, K5 (1967)

35 - S. ARAJS, B.F. OLIVER et G.R. DUNMYRE, J. Appl. Phys. 36, 2210 (1965)

36 - G.R. TAYLOR, A. ISIN et R.V. COLEMAN, Phys. Rev.165, 621 (1968)

37 - H. LAUKONIS, Mem. Scient. Rev. Metallurg. 62, 179 (1965)

38 - G.I. TAYLOR et C.F. ELAM, Proc. Roy. Soc. A 118, 1 (1928)

39 - C.S. BARRETT, G. ANSEL et R.F. MEHL
Trans. A.S.M. 25, 702 (1937)

40 - D. JAOUL et D. GONZALEZ, J. Mech. Phys. Solids 9, 16 (1961)

41 - D.K. BOWEN, J.W. CHRISTIAN et G. TAYLOR,
Canad. J. Phys. 45, 903 (1967)

42 - E.N.C. da ANDRADE et Y.S. CHOW, Proc. Roy. Soc. A 175, 962 (1940)

43 - A. OPINSKY et R. SMOLUCHOWSKI, J. Applied. Phys. 22, 1488 (195

44 - R.W.K. HONEYCOMBE - The Plastic Deformation of Metals
Edw. Arnold. Publ. London (1968)

45 - H. CONRAD et W. HAYES, Trans. A.S.M. 56, 944, (1963)

46 - J.E. DORN et S. RAJNAK, Trans. A.I.M.E. 230, 1052 (1964)

47 - Z.S. BASINSKI et J.W. CHRISTIAN, Aust. J. Phys. 13, 299 (1960)

48 - T.L. ALTSHULER et J.W. CHRISTIAN,
Phil. Trans. Roy. Soc. A 261, 253 (1967)

49 - R.D. RAWLINGS et C.W.A. NEWEY, Acta. Met. 15, 440 (1967)

50 - A.S. KEY et Y. NAKADA, Canad. J. Phys. 45, 1101, (1967)

51 - A.H. COTTRELL et R.J. STOKES, Proc. Roy. Soc. 233A, 18 (1955)
52 - J.T. MICHALAK, Acta Met. 13, 213 (1965)
53 - Y. NAKADA et A.S. KEY, Acta Met. 16, 903 (1968)
54 - R.J. ARSENAULT, Acta Met. 12, 547 (1964)
55 - J.D. MEAKIN, Canad. J. Phys. 45, 1121 (1967)
56 - F. GUIU et P.L. PRATT, Phys. Stat. Sol. 6, 111 (1964)
57 - G.A. SARGENT, Acta Met. 13, 663 (1965)
58 - A.H. COTTRELL et V. AYTEKIN, J. Inst. Metals 77, 389 (1950)
59 - P. WYNBLATT, A. ROSEN et J.E. DORN, Trans AIME 233, 651 (1965)
60 - D. HULL, Proc. Roy. Soc. A 274, 5, (1963)
61 - A. SEEGER, Phil Mag. 1, 651 (1956)
62 - B. SESTAK, N. ZARUBOVA et V. SLADER,
Canad. J. Phys. 45, 1031 (1967)
63 - M.S. DUESBERY, R.A. FOXALL et P.B. HIRSCH
J. Phys. 27.C.3, 193 (1966)
64 - M.S. DUESBERY, Phil. Mag. 19, 501 (1969)
65 - V. VITEK et F. KROUPA, Phys. Stat. Sol. 18, 703 (1966)
66 - B. ESCAIG, Phys. Stat. Sol. 28, 463 (1968)
67 - B. ESCAIG, Thèse - Orsay (1968)
68 - R. CONTE, P. GROH et B. ESCAIG,
Phys. Stat. Sol. 28, 475 (1968)
69 - D.A. SMITH et K.M. BOWKETT, Phil. Mag. 18, 1219 (1968)
70 - R.J. ARSENAULT, Acta Met. 14, 831 (1966)
71 - L.D. WHITMIRE et F.R. BROTZEN, Acta Met. 15, 409 (1967)
72 - R.J. ARSENAULT et A. LAWLEY, Phil. Mag. 16, 549 (1966)
73 - F. GUIU, Phys. Stat. Sol. 19 , 339 (1967)
74 - P.R. THORNSTON, T.E. MITCHELL et P.B. HIRSCH,
Phil. Mag. 7, 338 (1962)
75 - R.A. FOXALL, M.S. DUESBERRY et P.B. HIRSH,
Canad. J. Phys. 45, 607 (1967)
76 - T.E. MITCHELL et W.A. SPITZIG, Acta Met. 14, 1311 (1966)
77 - D.J. DINGLEY et K.F. HALLE, Proc. Roy. Soc. A295, 55 (1966)
78 - L.K. FRANCE et M.H. LORETTO, Proc. Roy. Soc. A307, 83 (1968)
79 - A. SEEGER, Dislocations and Mechanical Properties of Crystals
John Wiley, New-York p. 243 (1957)
80 - Z.S. BASINSKI, Phil. Mag, 4, 393 (1959)
81 - P.B. HIRSCH, Disc. Faraday Soc. 38, 111 (1964)
82 - G. SAADA, Thèse - Paris (1960).

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