

50376

UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

1973

50376

1973

N° d'ordre : 408

127

127

# THESE

*présentée à*

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES  
ET DES TECHNIQUES DE LILLE

*pour obtenir le titre de*

DOCTEUR DE SPÉCIALITÉ

*par*

Jacques LECOQ

\*

## ACTIVATION THERMIQUE DE LA DEFORMATION ET CONSOLIDATION

### DU FER MONOCRISTALLIN



030 035317 5



*Soutenue le 28 septembre 73 devant la Commission d'examen*

*Membres du Jury*

M. MONTARIOL	Président
M. ESCAIG	Rapporteur
M. DE FOUQUET	Membre invité
M. GROH	Membre invité

Le 15 janvier 1973

DOYENS HONORAIRES de l'Ancienne Faculté des Sciences

MM. H. LEFEBVRE, PARREAU

PROFESSEURS HONORAIRES des Anciennes Facultés de Droit et  
Sciences Economiques, des Sciences et des Lettres

M. ARNOULT, Mme BEAUJEU, MM. BEGHIN, BROCHARD, CAU, CHAPPELON, CHAUDRON,  
CORDONNIER, DEHEUVELS, DEHORNE, DEHORS, FAUVEL, FLEURY, P. GERMAIN, HEIM DE  
BALSAC, HOCQUETTE, KAMPE DE FERIEF, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG,  
LIEBAERT, MARTINOT-LAGARDE, MAZET, MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PASCAL,  
PAUTHENIER, PEREZ, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, ROUELLE, WIEMAN, ZAMANSKI.

PRESIDENT DE L'UNIVERSITE  
DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

M. DEFRETTIN René

Professeur de Biologie Marine,  
Directeur de l'Institut de  
Biologie Maritime et Régionale de  
Wimereux

PROFESSEURS TITULAIRES

M. BACCHUS Pierre	Astronomie
M. BEAUFILS Jean Pierre	Chimie Générale
M. BECART Maurice	Physique
M. BIAYS Pierre	Géographie
M. BONNEMAN Pierre	Chimie et Physico-Chimie Industrielle
M. BONTE Antoine	Géologie appliquée
M. BOUGHON Pierre	Mathématiques
M. BOURIQUEF Robert	Biologie Végétale
M. CELET Paul	Géologie
M. CONSTANT Eugène	Physique Industrielle-Electronique
M. CORSIN Pierre	Paléobotanique
M. DECUYPER Marcel	Mathématiques Générales
M. DEFRETTIN René	Biologie Marine
M. DELATTRE Charles	Géologie Générale
M. DURCHON Maurice	Zoologie Générale et Appliquée
M. FAURE Robert	Mécanique
M. FOURET René	Physique
M. GABILLARD Robert	Radio-Electricité-Electronique
M. GLACEF Charles	Chimie Organique
M. GONTIER Gérard	Mécanique
M. GUILLAUME Jean	Biologie Végétale
M. HEUBEL Joseph	Chimie Minérale
M. LANSRAUX Guy	Physique
Mme LENOBLE Jacqueline	Physique Expérimentale
M. LOMBARD Jacques	Sociologie

PROFESSEURS TITULAIRES (suite)

M. MONTARIOL Frédéric	Chimie Appliquée
M. MONTREUIL Jean	Chimie Biologique
M. PROUVOST Jean	Géologie Minérale
Mme SCHWARTZ Marie-Hélène	Analyse Supérieure
M. TILLIEU Jacques	Physique Théorique
M. TRIDOT Gabriel	Chimie
M. VAILLANT Jean	Mathématiques
M. VIDAL Pierre	Automatique
M. VIVIER Emile	Biologie Animale
M. WERTHEIMER Raymond	Physique
M. ZEYFOUNIAN Radyadour	Mathématiques

PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

M. BOUISSET Simon	Physiologie Animale
M. DELHAYE Michel	Chimie
M. DERCOURT J.M.	Sciences de la Terre
M. LEBRUN André	Electronique
M. LEHMANN Daniel	Mathématiques
M. LINDER Robert	Botanique
M. LUCQUIN Michel	Chimie Physique
M. PARREAU Michel	Mathématiques Appliquées
M. PRUDHOMME Rémy	Droit et Sciences Economiques
M. SCHILTZ René	Physique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean	Physique
M. BILLARD Jean	Physique
M. BODART Marcel	Botanique
M. BOILLET Pierre	Physique
M. BONNOT Ernest	Biologie
M. CAPURON Alfred	Biologie
M. DEVRAINNE Pierre	Chimie Minérale
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GRUSON Laurent	Mathématiques
M. GUILBAULT Pierre	Biologie
M. LABLACHE COMBIER Alain	Chimie
M. LACOSTE Louis	Biologie
M. LANDAIS Jean	Chimie
Mme LEHMANN Josiane	Mathématiques
M. LOUCHEUX Claude	Chimie
M. MAES Serge	Physique
Mle MARQUET Simone	Mathématiques
M. MONTEL Marc	Physique
M. MONTUELLE Bernard	I.U.T. Lille
P. PANET Marius	I.E.E.A.
M. SALMER Georges	I.E.E.A.

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonction)

M. ADAM Michel	Economie Politique
M. ANDRE Charles	Sciences Economiques
M. ANGRAND Jean-Pierre	Géographie
M. ANTOINE Philippe	Mathématiques
M. AUBIN Thierry	Mathématiques
M. BART André	Biologie

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonction) suite

M. BEGUIN Paul	Mécanique des Fluides
M. BKUCHE Rudolphe	Mathématiques
M. BOILLY Bénoni	Biologie
M. BONNEMAIN Jean-Louis	Biologie Végétale
M. BOSCOQ Denis	Mathématiques
M. BRESINZKI Claude	I. E. E. A.
M. BRUYELLE Pierre	Géographie et Aménagement Spatial
M. CARREZ Christian	I. E. E. A.
M. CORDONNIER Vincent	Informatique
M. CORTOIS Jean	Physique
M. COULON Jean	I. E. E. A.
Mlle DACCHARI Monique	Géographie
M. DEBOURSE Jean-Pierre	Sciences Economiques et Sociales
M. DEBRABANT Pierre	Sciences Appliquées
M. DELAUNAY Jean-Claude	Sciences Economiques et Sociales
M. DEPREZ Gilbert	Physique (I.U.T.)
M. DERIEUX Jean-Claude	Biologie (I.U.T.)
M. DOUKHAN Jean Claude	Physique
M. DRIEUX Baudouin	I. E. E. A.
M. DYMENT Arthur	Mathématiques
M. ESCAIG Bertrand	Physique
Mme EVRARD Micheline	Chimie (I.U.T.)
M. FONTAINE Jacques Marie	I.U.T. Lille
M. FOURNET Bernard	I.U.T. Lille
M. FROELICH Daniel	Sciences Appliquées
M. GAMBLIN André	Géographie
M. GOBLOT Rémi	Mathématiques
M. GOSSELIN Gabriel	Sociologie
M. GRANELLE Jean-Jacques	Sciences Economiques
M. GUILLAUME Henri	Sciences Economiques et Sociales
M. HECTOR Joseph	I.U.T. Calais
M. HERMAN Maurice	Physique
M. HUARD DE LA MARRE P.	I. E. E. A.
M. JOURNEL Gérard	Sciences Appliquées
Mlle KOSMANN Yvette	Mathématiques
M. KREMBEL Jean	Chimie
M. LAURENT François	Automatique
Mlle LEGRAND Denise	Mathématiques
Mlle LEGRAND Solange	Mathématiques
M. LENTACKER Firmin	Géographie et Aménagement Spatial
M. LEROY Jean Marie	E. N. S. C. L.
M. LEROY Yves	Electronique (Lille)
M. LHENAFF René	Géographie
M. LOCQUENEUX Robert	Physique
M. LOUAGE Francis	Sciences Appliquées
M. LOUCHEP Pierre	C. U. E. E. P.
M. MAHIEU Jean-Marie	Physique (I.U.T.)
Mme MAILLET Monique	Sciences Economiques
M. MAIZIERES Christian	I. E. E. A.
M. MALAUSSENA Jean-Louis	Sciences Economiques et Sociales
M. MERIAUX Emile	Sciences de la Terre
M. MESSELYN Jean	Physique
M. MIGEON Michel	Chimie (Sciences Appliquées)
M. NOTZKIN Joseph	Mathématiques
M. NICOLE Jacques	Chimie (E. N. S. C. L.)
Me N'GUYEN VAN CHI Régine	Géographie
M. PAQUET Jacques	Sciences Appliquées
M. PARSY Fernand	Mathématiques
M. PECQUE Marcel	Chimie (Béthune)
M. PERROT Pierre	Chimie

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions) suite

M. PERTUZON Emile	Biologie
M. PONSOLLE Louis	Chimie (Valenciennes)
M. POVY Jean-Claude	Sciences Appliquées
M. RACZY Ladislas	Physique
Mme RENVERSEZ Françoise	Sciences Economiques et Sociales
M. ROGALSKI Marc	Mathématiques
M. ROUSSEAU Jean Paul	Physiologie Animale
M. ROY Jean Claude	Biologie
M. SEGUIER Guy	Electronique (Béthune)
M. SIMON Michel	psychologie
M. SLIWA Henri	Chimie
M. SMET Pierre	Physique
M. SOMME Jean	Géographie
Mlle SPIK Geneviève	Chimie Biologique
M. THERY Pierre	Calais
M. TOULOTTE Jean-Marc	Sciences Appliquées
M. TREANTON Jean-René	Sciences Economiques et Sociales
M. VANDORPE Bernard	Chimie Physique
M. VILETTE Michel	Génie Mécanique (Béthune)
M. WERNER Georges	Informatique (I.U.T.)
M. WATERLOT Michel	Géologie
Mme ZINNE JUSTIN Nicole	Mathématiques.

*A mes parents,*

*A ma femme,*

## R E M E R C I E M E N T S

---

Ce travail a été effectué à l'Université des Sciences et Techniques de Lille, dans le laboratoire de Physique des Défauts de l'état solide, équipe associée au C.N.R.S. n° 374, sous la direction de Monsieur le Professeur ESCAIG, à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude.

Je remercie Monsieur le Professeur MONTARIOL qui a bien voulu accepter la présidence du Jury.

Mes vifs remerciements vont également à Monsieur le Professeur DE FOUQUET qui m'a fait l'honneur de se joindre au Jury pour juger ce travail et grâce à qui nos échantillons ont pu être analysés.

Je remercie également Monsieur Pierre GROH qui a bien voulu se joindre au Jury.

Je remercie la D.G.R.S.T. qui a financé ce travail, l'équipe de Métallurgie physique de l'I.R.S.I.D. qui m'a accueilli, initié aux techniques de déformation et fourni des monocristaux de fer.

Je remercie tous les membres du laboratoire dont l'amitié m'a aidé à mener à bien ce travail et tout particulièrement Mademoiselle COULON avec qui il a été possible de travailler en équipe dans la plus grande amitié.

Je ne saurais oublier l'équipe de mécanique qui a exécuté avec compétence les montages expérimentaux, Madame FOULON et Mademoiselle KACZMAREK qui se sont chargées de la tâche bien ingrate de la frappe du manuscrit, Monsieur RAFFAUT qui s'est chargé des croquis, et l'équipe de la photocopie qui a assuré l'impression de ce mémoire.



II.5. Exploitation des courbes expérimentales.

- II.5.1. - Essai de traction à vitesse constante.

II.5.1.1. Courbes  $\tau(\gamma)$  et  $V/b^3(\gamma)$

II.5.1.2. Reproductibilité des essais de relaxation.

- II.5.2. - Essai de fluage

- II.5.3. - Comparaison des essais de fluage et de traction à vitesse constante.

III. RESULTATS EXPERIMENTAUX

III.1. Orientation A.

- III.1.1. - Système de glissement.

- III.1.2. - Paramètres d'activation thermique du glissement.

III.1.2.1.  $T = 296^\circ \text{ K.}$

III.1.2.2.  $T = 250^\circ \text{ K.}$

III.1.2.3.  $T = 225^\circ \text{ K.}$

III.1.2.4.  $T = 200^\circ \text{ K.}$

III.1.2.5.  $T = 173^\circ \text{ K.}$  et  $T = 150^\circ \text{ K.}$

III.1.2.6.  $T = 123^\circ \text{ K.}$

III.1.2.7. Energies d'activation.

- III.1.3. - Prédéformation.

III.1.3.1. Suppression du mûclage.

III.1.3.2. Stades préplastiques.

III.2. Orientation B.

- III.2.1. Système de glissement.

- III.2.2. Paramètres d'activation thermique du glissement.

III.2.2.1.  $T = 294^\circ \text{ K.}$

III.2.2.2.  $T = 250^\circ \text{ K.}$

III.2.2.3.  $T = 200^\circ \text{ K.}$

III.2.2.4. Energies d'activation.

IV. INTERPRETATION ET DISCUSSION

IV.1. Orientation A.

- IV.1.1. - Basses Températures ( $T < 200^\circ \text{ K}$ )

- IV.1.2. - Hautes Températures ( $T > 200^{\circ}$  K)

IV.1.2.1. Développement du modèle proposé.

IV.1.2.2. Evaluation des ordres de grandeur pour  $T = 250^{\circ}$  K.

- IV.1.3. - Température de transition ( $T = 200^{\circ}$  K).

IV.2. Orientation B.

V. CONCLUSIONS.

## I. - INTRODUCTION

-----

Il est maintenant bien établi que la limite élastique des métaux cubiques centrés est contrôlée par une interaction très forte des dislocations vis avec le réseau cristallin lui-même (ou frottement de réseau).

Par contre, le mécanisme contrôlant le durcissement des cubiques centrés est nettement moins compris et les idées acquises sur l'origine de la limite élastique ne sont pas encore reliées aux phénomènes durcissants des stades plastiques ultérieurs.

Afin de déterminer quelle est la part exacte du frottement de réseau dans le comportement plastique des cubiques centrés, nous avons entrepris l'étude de la consolidation du Fer  $\alpha$  monocristallin par glissement sur les systèmes  $(\bar{1}01)$   $[111]$  (orientation A) et  $(\bar{2}11)$   $[111]$  (orientation B) entre l'ambiante et  $120^\circ$  K jusqu'à 30 % de déformation.

Ce travail effectué dans le cadre d'un contrat D.G.R.S.T. comprend deux parties :

- une étude systématique de la sous-structure de dislocation à l'échelle de l'échantillon par topographie X de Berg-Barrett : l'étude a été faite par Ghislaine COULON [11].

- parallèlement, nous avons suivi l'évolution des paramètres macroscopiques de la déformation : durcissement, volume et énergie d'activation.

Si les premiers stades de déformation facile d'un monocristal ne mettent principalement en jeu qu'un seul système de glissement (système primaire), par contre le phénomène de la consolidation du monocristal par écrouissage fait intervenir en général plus d'un système de glissement : le système primaire (celui de contrainte réduite maximum) et le système conjugué (de contrainte réduite voisine de la précédente). L'existence d'un frottement de réseau important à basse température, spécifique aux vis, modifie le durcissement principalement en rendant plus difficile les interactions entre ces deux systèmes. L'orientation de la contrainte appliquée est essentielle éga-

lement pour ces interactions. Il y a donc lieu de distinguer dans cette étude le cas de l'orientation A, qui favorise une interaction forte des systèmes primaire et conjugué, du cas de l'orientation B qui représente une situation où cette interaction est moins active.

Nous avons observé pour le système de glissement  $(\bar{1}01)$   $[111]$  deux régimes de déformation différents de part et d'autre d'une température égale à  $200^\circ \text{K}$  :

- pour les températures inférieures à  $200^\circ \text{K}$ , le taux de durcissement est nul, les volumes d'activation sont constants en fonction de la déformation et les énergies d'activation varient proportionnellement avec la température.

- pour les températures supérieures à  $200^\circ \text{K}$ , le taux de durcissement est différent de zéro, les volumes d'activation varient avec la déformation et les énergies d'activation ne varient plus avec la température.

Tous ces faits sont liés à l'influence plus ou moins grande que le frottement de réseau exerce sur l'interaction entre les deux systèmes de glissement, primaire et conjugué.

Pour le système de glissement  $(\bar{2}11)$   $[111]$  le domaine de température étudié est plus restreint. Dans ce dernier, nous observons toujours deux stades de durcissement. Les volumes d'activation varient avec la déformation et les énergies d'activation restent constantes en fonction de la température. L'influence du frottement de réseau se limite à retarder l'apparition du deuxième stade de déformation (c'est-à-dire là encore l'activation du système conjugué).

Les techniques expérimentales sont décrites au chapitre II.

Les résultats expérimentaux sont présentés au chapitre III et discutés au chapitre IV.

Enfin, nous concluons au chapitre V.

## II - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

-----

Nous avons suivi le comportement plastique des monocristaux de fer  $\alpha$  au niveau macroscopique en mesurant les paramètres d'activation thermique (énergie et volume d'activation) au cours de la déformation.

Nous décrivons ici les méthodes de mesure de l'activation thermique du glissement, les dispositifs de déformation, la préparation des échantillons, les limites expérimentales, les courbes expérimentales, et enfin, nous comparons les différents essais.

### II - 1 - METHODES DE MESURE DE L'ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT

-----

#### II - 1 - 1) Principe

La déformation plastique des matériaux cristallins est associée au mouvement thermiquement activé des dislocations contenues dans le cristal [1, 2].

L'activation thermique est caractérisée par deux quantités mesurables :

- l'enthalpie d'activation du glissement

$$\Delta H = \left( \frac{\partial (\Delta G/T)}{\partial (1/T)} \right)_{\tau, \text{struct.}}$$

- le volume d'activation, c'est à dire physiquement le nombre d'atomes à activer pour que les dislocations puissent glisser :

$$V = - \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} \right)_{T, \text{struct.}}$$

$\Delta G$  est l'énergie libre de Gibbs d'activation, T la température absolue, et  $\tau$  la contrainte appliquée résolue dans le plan de glissement.

La vitesse de cisaillement relatif  $\dot{\gamma}$  du cristal suit une loi d'Arrhénius :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp - \frac{\Delta G}{kT}$$

qui permet d'écrire quand  $\dot{\gamma}_0$  ne dépend que faiblement des variables ( $\tau$ , T) vis à vis de l'exponentielle [2] :

$$V = kT \left( \frac{\partial \text{Log } \dot{\gamma}}{\partial \tau} \right)_{T, \text{ struct.}} ; \quad \Delta H = kT^2 \left( \frac{\partial \text{Log } \dot{\gamma}}{\partial T} \right)_{\tau, \text{ struct.}} \quad (1)$$

Il est important de remarquer que ces équations sont définies à sous-structure de dislocation constante.

Les équations (1) indiquent le principe de la méthode de mesure pour des essais différentiels : il faut un saut de contrainte pour mesurer V (ou un saut de vitesse dans un essai de déformation à vitesse constante) et un saut de température pour mesurer  $\Delta H$ .

Une autre méthode permet la mesure des volumes d'activation : la méthode de relaxation de contrainte [3].

## II - 1 - 2) Essai de relaxation de contrainte

L'échantillon est déformé à vitesse constante dans une machine de traction. L'essai de relaxation consiste à bloquer en cours de déformation la tête de la machine de traction. La déformation totale reste donc constante et on observe la décroissance  $\tau(t)$  de la contrainte en fonction du temps.

Cette déformation est séparable en une partie élastique, représentable par un ressort (élasticité du cristal et de la machine elle-même) et une partie plastique qui représente la déformation plastique du cristal.

Au moment de l'arrêt de la déformation, le ressort équivalent tire plus que le cristal ne résiste et une partie de la déformation élastique devient alors plastique (en tout de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$ ) jusqu'à ce que les contraintes internes équilibrent la contrainte appliquée (contrainte effective nulle).

La relaxation  $\Delta\tau$  de la contrainte au temps  $t$  est donnée par

[3] :

$$\Delta\tau = \lambda \log \left( \frac{t}{c} + 1 \right) \quad \text{avec} \quad v = 2,3 \frac{kT}{\lambda} \quad (2)$$

Les paramètres  $\lambda$  et  $c$  sont déterminés graphiquement [3] à partir de l'enregistrement  $\Delta\tau(t)$ . On en déduit  $v$  par l'équation (2).

La méthode de relaxation de contrainte présente l'avantage de ne pas perturber la sous-structure de dislocation pendant la mesure de  $v$ . Elle évite en particulier tous les phénomènes transitoires de revenu dynamique bien connus dans l'autre technique usuelle des sauts de vitesse en cours d'essai de traction.

### II - 1 - 3) Essais différentiels en fluage

Les essais de fluage permettent d'atteindre directement l'enthalpie d'activation. L'équation (1) montre que  $\Delta H$  s'obtient en comparant les vitesses de fluage sous une même contrainte, à différentes températures. Il importe de comparer des fluages possédant une même sous-structure.

Deux techniques permettent de déterminer  $\Delta H$  : les essais conventionnels et les essais différentiels.

#### II - 1 - 3 - 1) Essais conventionnels

Dans ces essais, des échantillons différents sont comparés après fluage sous la même contrainte aux températures  $T$ ,  $T \pm \Delta T$  ; dans ce type d'essai on suppose que la condition de structure constante est remplie si des échantillons de même déformation sont comparés. Nous avons essayé cette méthode et, dans notre cas, les résultats sont très dispersés. Manifestement, la donnée d'une déformation apparente ne définit aucun état précis de la sous-structure :

- par exemple, la courbe  $\tau(\gamma)$  à  $150^\circ \text{K}$  [figure 20] indique que le stade préplastique peut s'étendre de  $\gamma = 0,01$  à  $\gamma = 0,05$  selon les échantillons.

Nous avons donc choisi les essais différentiels.

II - 1 - 3 - 2) Essais différentiels

Dans ces essais, on change brusquement la température pendant le fluage d'un échantillon unique : le changement immédiat de la vitesse de fluage garantit une mesure de  $\Delta H$  à sous-structure constante. Les résultats obtenus sont beaucoup plus cohérents à condition de bien connaître la température réelle au niveau de l'échantillon.

Enfin, de façon analogue, un saut de contrainte en cours de fluage donne une mesure directe du volume d'activation (équation 1).

II - 1 - 3 - 3) Détermination des vitesses de fluage

L'équation (1) montre que les sauts de contrainte ou de température ne donnent la mesure de  $V$  ou de  $\Delta H$  que si on peut évaluer l'accroissement correspondant du logarithme de la vitesse de fluage lorsque  $\dot{\gamma}$  passe de  $\dot{\gamma}_1$  à  $\dot{\gamma}_2$  :

$$\Delta \log \dot{\gamma} = \log (\dot{\gamma}_2 / \dot{\gamma}_1)$$

La mesure de la vitesse dépend du type de fluage rencontré.

Quand le taux de consolidation  $\theta = \left( \frac{\partial \tau}{\partial \dot{\gamma}} \right)_{T, \dot{\gamma}}$  est différent de zéro, le fluage sous une contrainte proche de la contrainte d'écoulement plastique est du type logarithmique.

Fondamentalement, le fluage logarithmique ou fluage  $\alpha$  traduit le même phénomène que l'essai de relaxation de contrainte : la déformation plastique du cristal est progressivement ralentie par durcissement et la contrainte effective décroît en cours d'essai.

Les équations de ces deux types d'essai sont donc analogues :

$$\Delta \gamma = \lambda' \log \left( \frac{t}{c'} + 1 \right)$$

(3)

$$\lambda' = \frac{2,3 kT}{\theta V} ; \quad c' = \frac{kT}{V \theta \dot{\gamma}_0} ; \quad \frac{\lambda'}{c'} = 2,3 \dot{\gamma}_0$$

où  $\dot{\gamma}_0$  est la vitesse de fluage initiale.

$\lambda'$  et  $c'$  sont déterminés graphiquement [3] à partir de l'enregistrement  $\Delta\gamma(t)$  de façon analogue à  $\lambda$  et  $c$  (équation 2). Si le fluage est logarithmique de part et d'autre du saut de température, on obtient donc la vitesse après le saut par l'équation :

$$\dot{\gamma}_2 = \frac{\lambda'_2}{2,3 c'_2} \quad (4)$$

$\lambda'_2$  et  $c'_2$  se rapportent au fluage après le saut, et la vitesse juste avant le saut, par l'équation :

$$\dot{\gamma}_1 = \frac{\lambda'_1}{2,3 (t_1 + c'_1)} \quad (5)$$

où  $\lambda'_1$ ,  $c'_1$  se rapportent au fluage avant le saut, fluage dont la durée est représentée par  $t_1$  (comptée depuis le début du fluage). Chaque fois que possible,  $\dot{\gamma}_1$  et  $\dot{\gamma}_2$  ont été mesurés par cette méthode.

Toutefois, lorsque le taux de consolidation  $\theta \rightarrow 0$  le fluage devient linéaire : en effet,  $c' \rightarrow \infty$  dans l'équation (3), d'où en développant le logarithme :

$$\Delta\gamma \simeq \frac{\lambda' t}{c'} = \dot{\gamma}_0 t \quad \text{et} \quad \dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0$$

La figure 9 montre schématiquement ces deux types de fluage que nous avons rencontrés.

En particulier, le fluage linéaire a bien été observé quand le taux de durcissement sur les courbes de traction est quasiment nul. Dans ce dernier cas, la détermination des vitesses  $\dot{\gamma}_1$  et  $\dot{\gamma}_2$  de part et d'autre du saut ne pose évidemment aucun problème et peut être lue directement sur l'enregistrement  $\gamma(t)$  du fluage.

II - 2 - DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX DE DEFORMATION

---

II - 2 - 1) Dispositif de traction

II - 2 - 1 - 1) Déformation d'un monocristal

Lorsqu'un monocristal est soumis à un essai de traction, la déformation plastique se traduit par le déplacement de petites tranches de cristal glissant les unes par rapport aux autres suivant un plan cristallographique P dans une direction cristallographique  $\vec{g}$  [figure 1].

Au cours de la déformation, il y a rotation de  $\vec{g}$  vers l'axe de traction ( $\lambda$  diminue). Quand cette rotation n'est pas gênée, il y a déformation homogène [figure 2, b]. Dans un essai conventionnel de traction, les têtes de l'échantillon sont alignées dans des mors fixes. Ceci se traduit par une déformation hétérogène [figure 2, c]. On évite cette hétérogénéité du glissement en permettant aux têtes de l'éprouvette de tourner [figure 2, d], [4].

Nous avons mis au point un système à doubles cardans, permettant la rotation des têtes autour de deux axes perpendiculaires, qui maintient effectivement un bon parallélisme entre l'axe de traction et l'axe de l'éprouvette. Nous avons obtenu ainsi des déformations encore homogènes à plus de 60 % de déformation à l'ambiante [figure 3].

## II - 2 - 1 - 2) fixation des échantillons

Les échantillons sont montés dans le système précédent à l'aide d'un support permettant un bon centrage de l'éprouvette. L'échantillon est serré par l'intermédiaire d'une vis entre deux mors en acier dur [figure 4] placés dans les parties d'axes  $B_s$  et  $B_i$  [figures 3, 4].

Cette technique d'amarrage est entièrement satisfaisante car elle permet un montage ou un démontage rapide (10 minutes) de l'échantillon. Nous l'avons préféré au montage initial où l'échantillon était collé dans des têtes filetées :

- le durcissement de la colle durait deux jours
- sous charge, la colle fluait et l'échantillon se décollait au cours de la déformation
- il était nécessaire de découper les têtes de l'échantillon pour le démonter.

### II - 2 - 1 - 3) adaptation sur la machine de traction

La machine de traction utilisée est une machine INSTRON. L'effort de traction est transmis à l'échantillon par un tube cylindrique solidaire de la traverse mobile. Le montage de traction est inversé afin de pouvoir immerger l'éprouvette et le dispositif de traction dans un cryostat [figure 5].

Les différentes températures sont obtenues à l'aide d'un bain thermostaté contenant :

- de l'alcool éthylique pour les températures comprises entre l'ambiante et  $- 100^{\circ}$  C
- de l'isopentane pour les températures comprises entre  $- 100^{\circ}$  C et  $- 150^{\circ}$  C.

La régulation de température nous assure une stabilité dans le temps de l'ordre du demi degré.

Le système d'amarrage, le principe de l'inversion et le cryostat sont utilisés aussi bien sur la machine de traction INSTRON que sur la machine de fluage.

### II - 2 - 2) Machine de fluage

Nous avons construit une machine de fluage à poids fonctionnant en traction [figure 6]. Cette machine permet d'atteindre des déformations supérieures à 60 % à bras de levier constant.

L'effort de traction est transmis à l'échantillon par l'intermédiaire d'un câble métallique cylindrique de faible section.

Ce câble torsadé induit une torsion qu'il a fallu éliminer en utilisant une butée à billes placée au dessus de l'anneau dynamométrique.

Nous enregistrons simultanément au cours du temps :

- la température au niveau de l'échantillon par un thermocouple en chromel - Alumel dont la soudure chaude est en contact avec sa

partie centrale et la soudure froide dans la glace fondante à 0° C.

- la force supportée par l'échantillon par l'intermédiaire d'un anneau dynamométrique dont la déformation est suivie par un capteur de déplacement (capteur inductif différentiel TESA sensible au micron).
- Enfin, l'allongement de l'échantillon par un capteur de déplacement identique au précédent.

## II - 3 - PREPARATION ET ANALYSE DES ECHANTILLONS

### II - 3 - 1) origine des monocristaux de fer

Il était nécessaire, pour avoir des éprouvettes identiques permettant la réalisation d'essais reproductibles, d'obtenir de grands monocristaux.

Ces monocristaux de grande taille ( $360 \times 35 \times 1,2 \text{ mm}^3$ ) et de grande pureté sont fournis par l'I.R.S.I.D. sous forme de plaquettes dont la surface est proche de  $\{001\}$  et dont la longueur est parallèle à la direction  $\langle 110 \rangle$  de croissance. Ils ont été élaborés par une méthode d'écroissage critique [5].

### II - 3 - 2) préparation des éprouvettes

#### II - 3 - 2 - 1) Systèmes de glissement

Le fer  $\alpha$  est un matériau à maille cubique centrée.

Pour les cubiques centrés, la direction de glissement est toujours du type  $\langle 111 \rangle$ . Les plans de glissement les plus fréquents sont du type  $\{112\}$  ou  $\{110\}$ , [6, 7].

Suivant l'orientation de l'axe de traction nous pouvons solliciter trois types principaux de systèmes de glissement [figure 7] :

- $(\bar{1}01)$   $[111]$  système de glissement primaire
- $(\bar{2}11)$   $[111]$  système de glissement secondaire dans la direction d'antimâclage

- $(\bar{1}\bar{1}2)$   $[111]$  système de glissement secondaire dans la direction de mâclage.

L'axe de traction est repéré dans un système de glissement par les angles  $\theta$  et  $\lambda$  :

- $\theta$  angle entre la direction de traction et la normale au plan de glissement
- $\lambda$  angle entre la direction de traction et la direction de glissement.

Deux séries d'échantillons sont découpées pour obtenir d'une part le système de glissement  $(\bar{1}01)$   $[111]$  que nous appellerons "orientation A" et d'autre part le système de glissement  $(\bar{2}11)$   $[111]$  que nous appellerons "orientation B". Ces deux orientations ont été choisies par simplicité. Dans chacun des cas, nous nous sommes efforcés d'obtenir un facteur de Schmid,  $S = \cos \theta \cos \lambda$  voisin de 0,5.

#### II - 3 - 2 - 2) découpage des échantillons

La direction de traction des éprouvettes donnant un facteur de Schmid voisin de 0,5 est déterminée d'après un diagramme de Laue en retour effectué sur le monocristal de départ.

Cette direction de traction est repérée par rapport à la longueur du monocristal initial ; les échantillons sont alors découpés à la scie d'horloger :

- dans un premier temps nous découpons des plaquettes rectangulaires de 7 mm de large.
- ces plaquettes sont ensuite placées dans un gabarit en acier dur ayant la forme des échantillons à obtenir.

La forme des échantillons est classique et ménage les congés nécessaires pour obtenir une déformation homogène. La longueur utile des échantillons est de 14 mm et la section droite vaut 3 mm<sup>2</sup> environ [figure 8]. Nous obtenons ainsi deux séries d'échantillons dont les caractéristiques sont les suivantes :

- orientation A :  $\theta_0 = 48^\circ$  ,  $\lambda_0 = 42^\circ$  ,  $S \sim 0,5$  .
- orientation B :  $\theta_0 = 45^\circ$  ,  $\lambda_0 = 45^\circ$  ,  $S \sim 0,5$  .

### II - 3 - 2 - 3) Polissage des échantillons

Le découpage à la scie d'horloger écrouit fortement les bords de l'échantillon, ce qui pourrait introduire des structures d'écrouissage parasites. Par ailleurs, l'observation des lignes de glissement nécessite des surfaces bien polies. Pour ces deux raisons, nous effectuons un polissage chimique qui dissout la couche écrouie dans le bain suivant :

- 15 cm<sup>3</sup> eau distillée
- 75 cm<sup>3</sup> eau oxygénée à 110 volumes
- 10 cm<sup>3</sup> acide fluorhydrique

suivi d'un rinçage à l'eau oxygénée puis à l'alcool.

### II - 3 - 3) Purification et analyse des échantillons

#### II - 3 - 3 - 1) Purification

Les monocristaux de départ contiennent des impuretés interstitielles : notamment du carbone (100 p.p.m. en poids) et de l'azote (20 p.p.m. en poids). Pour réduire ces teneurs en interstitiels dont les effets durcissants peuvent être importants, les échantillons subissent le traitement de décarburation et dénituration suivant :

- chauffage sous hydrogène humide (16 heures à 550° C puis 24 heures à 720° C) puis sous hydrogène sec (9 heures à 720° C).

- Les échantillons sont ensuite refroidis très lentement : l'alimentation électrique du four est coupée et le retour à la température ambiante s'effectue en 12 heures environ.

#### II - 3 - 3 - 2) Analyse

La teneur finale résiduelle en interstitiels a été mesurée par frottement intérieur en flexion et en torsion dans le laboratoire de Monsieur DE FOUQUET. L'analyse est faite par effet Snoek : le frottement intérieur résulte du saut des interstitiels induit par la contrainte périodique appliquée ; la teneur en interstitiels est directement reliée à la hauteur du pic de frottement [8].

Dans le tableau ci-dessous, nous donnons les teneurs en carbone interstitiel (en p.p.m. en poids) obtenues par torsion pour trois

échantillons provenant de monocristaux différents.

	état brut	état trempé
éprouvette n° 1 surface {112} ; axe < 110 >	3	6
éprouvette n° 2 surface {112} ; axe < 110 >	9	30
éprouvette n° 3 surface {100} ; axe < 110 >	12	53

L'état brut est relatif aux échantillons purifiés par la méthode décrite précédemment. Le refroidissement est lent : les atomes de carbone précipitent en amas qui ne sont pas "visibles" par effet Snoek ; d'où les faibles teneurs en interstitiels mesurées. Pour avoir une idée plus exacte de la teneur en carbone, les échantillons sont trempés après chauffage à 700° C pendant 1/2 heure : une grande partie du carbone se trouve alors en position interstitielle et contribue à l'effet Snoek.

La teneur en azote interstitiel mesurée est toujours de l'ordre de 3 à 5 p.p.m. et les essais en flexion confirment les essais en torsion.

#### II - 3 - 3 - 3) Limites de la méthode de purification

Il est difficile de contrôler le partage entre la solution solide (état trempé) et la fine précipitation (état brut) : ce partage est réalisé au cours du refroidissement après 9 heures à 720° C. De plus, la teneur finale en interstitiels est difficilement reproductible car elle dépend du monocristal utilisé. Les échantillons d'orientation A proviennent du même monocristal et correspondent à l'éprouvette n° 3 du tableau. Par contre, les échantillons d'orientation B (et A ; T = 225° K) proviennent d'un autre barreau : la teneur finale en interstitiels est supérieure à la précédente et on observe un crochet de traction sur les courbes  $\tau(\gamma)$ .

## II - 4 - LIMITES EXPERIMENTALES

---

Deux phénomènes limitent pratiquement le domaine de température et de déformation étudié :

- le mûclage qui apparaît à 150° K et en dessous
- la tendance à la striction des éprouvettes qui s'observe vers 10 à 15 % de déformation dès que la température est inférieure ou égale à 150° K.

Nous avons choisi, en conséquence, une vitesse de déformation  $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  très faible puisqu'une déformation très lente équivaut à déformer à température plus élevée.

Pour éviter le mûclage, une autre précaution très souvent employée consiste à prédéformer l'échantillon [9, 10]. Nous avons choisi de prédéformer l'échantillon à une température donnant une limite élastique moitié de celle de la température étudiée : nous avons constaté qu'une prédéformation de 5 % à 183° K par exemple élimine "totalement" le mûclage à 123° K (c'est à dire que les mûcles, si elles existent [10], sont très fines et échappent aux grandissements optiques de nos moyens d'observation).

Toutefois, nous n'avons pas pu empêcher, par prédéformation, le mûclage à la température de l'azote liquide : tous les essais faits à cette température ont conduit à une rupture rapide des échantillons par mûclage (avec ou sans prédéformation).

Nous avons donc limité le domaine des températures étudiées entre l'ambiante et 123° K.

Le domaine de déformation est limité à  $\gamma = 0,2$  pour l'orientation A et 0,3 pour l'orientation B. Ces limites ont été choisies dans chaque cas en fonction des possibilités d'observation de la sous-structure d'écrouissage par topographie X de Berg - Barrett [11].

## II - 5 - EXPLOITATION DES COURBES EXPERIMENTALES

---

### II - 5 - 1) Essai de traction à vitesse constante

II - 5 - 1 - 1) Courbes  $\tau(\gamma)$  et  $v/b^3(\gamma)$

L'essai de traction fournit la courbe brute de la force en fonction de l'allongement. En outre, tous les 2 % nous effectuons un essai de relaxation de contrainte.

L'enregistrement  $F(\Delta l)$  est transformé en courbe  $\tau(\gamma)$  contrainte - cisaillement réduit dans l'hypothèse d'un glissement simple [12, 13] :

$$\tau = \frac{F \cos \theta_0}{S_0} \left[ 1 - \frac{\sin^2 \lambda_0}{\left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)^2} \right]^{1/2}$$

$$\gamma = \frac{\left[ \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)^2 - \sin^2 \lambda_0 \right]^{1/2} - \cos \theta_0}{\cos \theta_0} \quad (6)$$

$\lambda_0$  = angle initial entre la direction de traction et la direction de glissement

$\theta_0$  = angle initial entre la direction de traction et la normale au plan de glissement

$S_0, l_0$  : section et longueur initiale utile de l'échantillon.

Le mode de dépouillement d'un essai de relaxation est donné figure 10. On obtient ainsi les paramètres  $\lambda$  et  $c$  (équation 2) donc le volume d'activation  $v$  pour chaque couple de valeurs  $(\tau, \gamma)$ .

Habituellement, les volumes d'activation sont exprimés sous la forme  $v/b^3$ , où  $b$  est le vecteur de Burgers des dislocations ( $\vec{b} = \frac{1}{2} [111]$ ). En particulierisant au cas du fer ( $b = a \frac{\sqrt{3}}{2}$ ,  $a = 2,866 \text{ \AA}$ ), l'équation (2) se transforme :

$$\frac{v}{b^3} = 2,077 \frac{T}{\lambda} \quad (7)$$

avec  $T$  en  $^{\circ}\text{K}$  et  $\lambda$  en  $\text{N/mm}^2$ .

Les valeurs  $F$ ,  $\Delta l$ ,  $\lambda$  sont transcrites sur cartes perforées et traitées sur ordinateur. Pour chaque essai, les couples de valeurs  $(\tau, \gamma, v/b^3)$  sont obtenus et les courbes  $\tau(\gamma)$  et  $v/b^3(\gamma)$  sont tracées pour chaque température.

II - 5 - 1 - 2) Reproductibilité des essais de relaxation

Les courbes  $\tau(\gamma)$  obtenues pour des échantillons différents déformés à la même température et à la même vitesse sont identiques. Il n'en est pas toujours de même à haute température pour les courbes  $v/b^3(\gamma)$ .

Par exemple, on peut remarquer une forte différence entre les volumes d'activation obtenus à 294° K pour deux échantillons d'orientation B déformés dans les mêmes conditions [figure 11]. Ceci montre la limite d'utilisation qu'il faut accorder à la méthode de relaxation des contraintes.

A haute température, l'effet de relaxation est beaucoup plus faible qu'à basse température [figure 12]. La détermination de  $\lambda$  est beaucoup plus délicate.  $\lambda$  est faible et  $v/b^3$  est inversement proportionnel à  $\lambda$ . Une différence, même faible, entre deux pentes  $\lambda$  entraîne une erreur importante sur le volume.

II - 5 - 2) Essai de fluage

L'échantillon est déformé de  $\gamma = 0$  à  $\gamma = 0,2$  ou  $0,3$  dans la machine de fluage elle-même à une vitesse de cisaillement relatif maintenue par le programme de charge aussi voisine de  $\dot{\gamma} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  qu'il est possible. Chaque augmentation de poids est équivalente à un saut de contrainte qui donne une mesure du volume d'activation. En particulierisant au cas du fer l'équation (1) devient :

$$\frac{v}{b^3} = 2,077 T \left( \frac{\text{Log } (\dot{\gamma}_1 / \dot{\gamma}_2)}{\Delta \tau} \right)_{T, \text{ struct.}}$$

avec  $T$  en °K et  $\Delta \tau$  en  $\text{N/mm}^2$ .

Chaque saut de température donne une mesure de l'énergie d'activation :

$$\Delta H_{ev} = 1,96 \cdot 10^{-4} T_1 T_2 \left( \frac{\log (\dot{\gamma}_1 / \dot{\gamma}_2)}{\Delta T} \right)_{\tau, \text{ struct.}}$$

L'essai de fluage donne donc trois types de courbes :

$$\tau (\gamma) ; \Delta H (\gamma) ; v/b^3 (\gamma)$$

Pour mesurer  $\Delta H$ , on laisse fluier sous charge constante pendant un temps  $t_1$ , puis on décharge, et on fait un saut de température de  $\pm 5^\circ \text{ C}$  environ ; lorsque l'équilibre thermique est rétabli (il faut environ dix minutes), on recharge l'échantillon à la même contrainte qu'avant le saut ; on enregistre alors de nouveau le fluage obtenu.

Dans l'essai de fluage, tous les essais sont cohérents entre eux et la dispersion qui apparaissait pour certains volumes d'activation mesurés par relaxation de contrainte n'existe plus : deux échantillons déformés dans la machine de fluage donnent des courbes  $\tau (\gamma)$ ,  $\Delta H (\gamma)$  et  $v/b^3 (\gamma)$  identiques.

Nous présentons figure 13 la comparaison des courbes  $\tau (\gamma)$  et  $v/b^3 (\gamma)$  obtenues pour deux échantillons déformés par fluage à  $294^\circ \text{ K}$ .

### II - 5 - 3) Comparaison des essais de fluage et de traction à vitesse constante

Pour chaque température les courbes  $\tau (\gamma)$  de fluage et de traction sont raisonnablement identiques pour deux échantillons différents [figure 14].

Dans le domaine des températures supérieures à  $200^\circ \text{ K}$  les volumes d'activation sont pourtant différents et les courbes  $v (\gamma)/b^3$  se développent différemment\* [figure 14]. Cette différence d'origine physi-

---

\* Nous avons vérifié que cette différence existe pour des températures où les volumes mesurés en relaxation et en fluage sont parfaitement répétables d'un essai à l'autre, quoique différents.

que sera discutée ultérieurement.

Pour les températures inférieures ou égales à  $200^{\circ}$  K les résultats sont identiques en relaxation et en fluage.

### III. - RESULTATS EXPERIMENTAUX

-----

Les résultats essentiels de nos observations sont :

- Pour l'orientation A l'existence de deux régimes de déformation différents, de part et d'autre d'une température égale à 200° K, présentant tous deux un seul stade de déformation.

- Pour l'orientation B l'existence de deux stades de déformation, le deuxième apparaissant d'autant plus vite que la température est plus élevée.

De façon générale, nous avons toujours observé le changement très net d'allure du volume d'activation lorsqu'on traverse le domaine de la limite élastique : relaxation de la contrainte très faible avant (grands volumes), augmentant rapidement au voisinage de cette limite, puis se stabilisant (faibles volumes) ou tout au moins variant ensuite moins rapidement.

#### III - 1 - ORIENTATION A.

-----

##### III - 1 - 1) Systeme de glissement.

Nous avons vérifié, par cliché de Laue en retour après déformation, que jusqu'à 20 % les échantillons glissent essentiellement sur un seul système, le système  $(\bar{1}01)$   $[111]$  appelé système primaire : les tâches de diffraction s'allongent suivant la zone  $(\bar{1}\bar{2}1)$  correspondant à la direction de glissement  $[111]$  et au plan de glissement  $(\bar{1}01)$ . L'observation des lignes de glissement et des topographies X de Berg-Barrett  $[11]$  montre par ailleurs la présence locale d'un deuxième système de glissement : le système  $(101)$   $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  appelé système conjugué. Cette activité du système conjugué est purement locale et se compense à grande échelle. Elle contribue peu à la déformation totale comme cela a souvent été observé  $[14]$ .

III - 1 - 2) Paramètres d'activation thermique du glissement.

III - 1 - 2 - 1) T = 296° K [fig. 15]

- La courbe contrainte-déformation  $\tau(\gamma)$  présente dès la limite élastique ( $1,9 \text{ kg/mm}^2$ ) un taux de consolidation constant égal à  $6 \text{ kg/mm}^2$ . Cette courbe est semblable à celles obtenues par d'autres auteurs pour cette orientation [15].

- Les volumes d'activation obtenus sont assez grands :  $350 \text{ b}^3$  au lieu d'une centaine [16].

Cet écart n'est pas significatif car les volumes mesurés à l'ambiante croissent très vite avec la température, ou une vitesse de déformation décroissante. La vitesse utilisée est faible : vingt fois plus faible que celle utilisée par Spitzig et Keh [15].

Enfin, malgré une marge d'erreur d'environ 10 % dans ces mesures, l'allure générale des volumes montre une légère tendance à la baisse au cours de la déformation.

III - I - 2 - 2) T = 250° K [fig. 16]

L'aspect des courbes est le même que précédemment. La limite élastique vaut  $2,2 \text{ kg/mm}^2$ . Le taux de consolidation augmente, il atteint  $10 \text{ kg/mm}^2$ . Les volumes d'activation mesurés en relaxation décroissent de  $90$  à  $60 \text{ b}^3$ .

Toutefois, les volumes mesurés par fluage (essai différentiel) présentent un comportement différent ; ils se stabilisent rapidement autour de  $60 \text{ b}^3$  bien que le fluage soit fait dans des conditions le plus possible comparables à la traction. En particulier, tous les points reportés fig. 16 sont obtenus avec un échantillon unique, lequel entre les différents fluages est déformé dans la machine de fluage elle-même, à vitesse sensiblement constante. Plusieurs échantillons ont donné des résultats semblables : la différence de comportement semble donc bien établie.

III - 1 - 2 - 3) T = 225° K [fig. 17]

L'éprouvette utilisée ne provient pas du même barreau et la courbe  $\tau(\gamma)$  présente un crochet de traction dû sans doute à une teneur en car-

bone interstitiel légèrement supérieure. Le traitement thermique de décarburation ne permet pas de l'éliminer. Remarquer le minimum de volume d'activation associé au crochet de traction. Toutefois, le taux de durcissement devient constant ( $6 \text{ kg/mm}^2$ ) vers 10 % de déformation. La limite élastique vaut  $3,2 \text{ kg/mm}^2$ .

Les volumes d'activation marquent encore une différence en relaxation et en fluage mais l'écart est plus faible qu'à  $250^\circ \text{ K}$  : en fluage, les volumes se stabilisent rapidement vers  $50 \text{ b}^3$  ; en relaxation ils varient de 70 à  $50 \text{ b}^3$ .

III - 1 - 2 - 4)  $T = 200^\circ \text{ K}$  [fig. 18]

La limite élastique atteint  $5 \text{ kg/mm}^2$ . Une transition nette s'observe :

- pratiquement, plus de durcissement au delà de 5 %
- les volumes d'activation sont constants, et identiques en relaxation et en fluage, et valent  $40 \text{ b}^3$ .

III - 1 - 2 - 5)  $T = 173^\circ \text{ K}$  [fig. 19] et  $T = 150^\circ \text{ K}$  [fig. 20]

La courbe  $\tau(\gamma)$  se modifie peu : un stade à durcissement nul apparaît pendant quelques pourcents, après lequel la contrainte augmente légèrement, puis redevient constante. Les limites élastiques valent :  $8 \text{ kg/mm}^2$  à  $173^\circ \text{ K}$  et  $11,5 \text{ kg/mm}^2$  à  $150^\circ \text{ K}$ .

Les volumes d'activation ( $30 \text{ b}^3$  à  $173^\circ \text{ K}$  et  $28 \text{ b}^3$  à  $150^\circ \text{ K}$ ) restent constants, identiques en fluage et en relaxation, et en accord avec les mesures d'autres auteurs [15, 16].

III - 1 - 2 - 6)  $T = 123^\circ \text{ K}$  [fig. 21]

Pour éviter le mâclage, nous avons prédéformé l'échantillon de 5 % à  $183^\circ \text{ K}$ . La courbe  $\tau(\gamma)$  est analogue aux précédentes, avec une limite élastique plus nette ( $14 \text{ kg/mm}^2$ ). Le durcissement est toujours très faible. Les volumes d'activation sont constants :  $25 \text{ b}^3$ .

III - 1 - 2 - 7) Energies d'activation

Les énergies d'activation ont été obtenues par fluage, par saut de température. Sur la fig. 22, les résultats sont reportés en distinguant

ceux qui proviennent d'un saut vers une température supérieure ( $\uparrow$ ) ou inférieure ( $\downarrow$ ). Nous pensons que ces derniers sont plus représentatifs car un saut vers une température plus basse risque moins de modifier la sous-structure de dislocation, donc reflète mieux un comportement à sous-structure constante.

Dans l'ensemble, l'énergie d'activation varie peu avec la déformation. A  $200^\circ$  K. et au dessus, l'énergie ne varie plus beaucoup non plus avec la température et se stabilise aux environs de 0,75 ev.

A  $150^\circ$  K, elle est de 0,4 ev environ. Nous donnons, fig. 23, la courbe énergie d'activation-température  $\Delta H$  ( $T^\circ$  K).

La détermination des énergies d'activation n'est pas très précise et on peut estimer la marge d'erreur à 0,1 ev et quelquefois à 0,2 ev.

S'il existe une variation avec la déformation, elle est comprise en tous cas dans cette marge. Une telle marge d'erreur est semblable à celle obtenue par d'autres auteurs [16].

### III - 1 - 3) Prédéformation

La prédéformation a pour effet de supprimer le mâclage et les stades préplastiques plus ou moins étendus.

#### III - 1 - 3 - 1) Suppression du mâclage

Un échantillon non prédéformé, tractionné à  $123^\circ$  K donne lieu à de nombreuses mâcles (5 mâcles observées au voisinage de la limite élastique). La prédéformation de 5 % à  $183^\circ$  K d'un échantillon déformé ensuite à  $123^\circ$  K élimine totalement le mâclage apparent à l'échelle des moyens d'observations que nous avons utilisés (microscope optique).

#### III - 1 - 3 - 2) Stades préplastiques

Nous avons observé que pour certains échantillons, le stade préplastique peut être assez étendu : un exemple est montré fig. 20 ; à  $150^\circ$  K, deux échantillons apparemment identiques ont donné lieu, l'un à une limite élastique à 1 %, l'autre à 5 %, en accord avec le volume d'activation dans les deux cas (courbes pointillées, courbes pleines). Il faut noter qu'il

s'est produit quelques légères mâcles pendant le stade préplastique dans les deux exemples, pouvant peut être conduire selon le mâclage aux différences observées. La prédéformation élimine totalement ces différences [fig. 24] et on ne note plus la présence de mâcles.

En conclusion, ces exemples montrent bien qu'on ne peut pas conclure que des déformations égales correspondent à des sous-structures semblables dans deux échantillons, même à basse température ; cette remarque invalide dans notre cas les essais de type conventionnels.

### III - 2 - ORIENTATION B.

#### III - 2 - 1) Systeme de glissement

Comme pour l'orientation A, nous avons vérifié que les échantillons glissent essentiellement sur le système primaire  $(\bar{2}11)$   $[111]$ .

L'observation des lignes de glissement permet difficilement de mettre en évidence l'activité du système conjugué  $(211)$   $[\bar{1}11]$  : l'orientation choisie est telle que les systèmes primaire et conjugué ont les mêmes traces sur le plat de l'échantillon. D'autre part, les observations optiques de surface faites sur la tranche ne révèlent que la trace du système primaire.

Par contre, les observations faites par topographie X de Berg-Barrett [11] prouvent une certaine activité locale du système conjugué, à petite échelle.

#### III - 2 - 2) Paramètres d'activation thermique du glissement.

##### III - 2 - 2 - 1) $T = 294^{\circ} K$ [fig. 25]

La courbe  $\tau(\gamma)$  présente, dès 5 % de déformation, un premier stade à durcissement constant ( $4,2 \text{ kg/mm}^2$ ). Vers 16 %, après une rapide transition, un deuxième stade à durcissement constant ( $8 \text{ kg/mm}^2$ ) apparaît. La limite élastique se situe vers  $1,9 \text{ kg/mm}^2$  comme dans l'orientation précédente.

Il est intéressant de noter à cette température, et pour cette orientation, une différence importante entre les volumes d'activation mesurés en relaxation, et ceux qu'on obtient en fluage. Les premiers sont très dispersés et peu répétables d'un échantillon à l'autre ; on peut donner une mesure indicative d'environ  $400 b^3$ . Au contraire, les seconds ont une dispersion raison-

nable et sont correctement répétables ; ils se stabilisent vers 8 % autour de  $180 \text{ b}^3$ .

La dispersion qui apparaît pour les volumes d'activation mesurés en relaxation de contrainte est liée à l'apparition d'une restauration au cours de la relaxation [fig. 10 bis]. Ce phénomène physique amène une difficulté qui s'ajoute à celle déjà décrite au chapitre II.5.1.2. pour déterminer  $\lambda$  et C, donc V.

Nous voyons donc que la relaxation de contrainte n'est pas ici suffisante pour conduire à des mesures significatives ; les mesures de fluage sont sans doute dans ce cas préférables.

III - 2 - 2 - 2)  $T = 250^\circ \text{ K}$  [fig. 26]

La courbe  $\tau(\gamma)$  présente un léger crochet de traction dû certainement à une teneur en carbone interstitiel supérieure à celle des échantillons d'orientation A. La limite élastique vaut  $2,8 \text{ kg/mm}^2$ . L'allure générale de la courbe  $\tau(\gamma)$  et les différents taux de durcissement sont très analogues aux précédents. Le premier stade présente un taux de durcissement constant ( $3,5 \text{ kg/mm}^2$ ) ; la transition stade 1-stade 2 s'observe vers 27 % ; le taux de consolidation du deuxième stade atteint  $9 \text{ kg/mm}^2$ .

Les volumes d'activation en relaxation présentent une dispersion raisonnable et varient de  $120$  à  $90 \text{ b}^3$ . Les volumes obtenus en fluage sont plus faibles et on note une stabilisation vers 10 % de déformation à  $75 \text{ b}^3$ .

III - 2 - 2 - 3)  $T = 200^\circ \text{ K}$  [fig. 27]

L'échantillon a été déformé jusqu'à 22 %. La courbe  $\tau(\gamma)$  présente un crochet de traction suivi d'une décroissance de la contrainte jusqu'à 5 %. Un stade à durcissement constant ( $7 \text{ kg/mm}^2$ ) se développe ensuite. Les volumes d'activation obtenus en relaxation de contrainte se stabilisent très vite autour de la valeur de  $42 \text{ b}^3$ . Les volumes obtenus en fluage sont constants et très légèrement inférieurs ( $37 \text{ b}^3$ ).

III - 2 - 2 - 4) Energies d'activation

Les énergies d'activation [fig. 28] sont analogues à celles obtenues pour l'orientation A aux températures élevées : environ 0,8 ev pour  $250^\circ \text{ K}$  et  $294^\circ \text{ K}$ . A  $200^\circ \text{ K}$ , les énergies oscillent entre 0,5 et 0,7 ev.

A 150° K, on trouve des énergies d'activation voisines de 0,6 ev. Nous donnons fig. 29 la courbe  $\Delta H$  (T° K).

#### IV. - INTERPRETATION ET DISCUSSION

.....

A l'aide des résultats précédents, nous pouvons maintenant en venir au but essentiel de cette recherche : démêler la part exacte du frottement de réseau subi par les dislocations vis (interaction vis-réseau cristallin ou force de Peierls) dans le durcissement du fer.

##### IV - 1 - ORIENTATION A.

-----

Manifestement, un problème déjà signalé par d'autres auteurs [15, 16] existe au-dessus de 200° K :

- La limite élastique reste activée thermiquement (5 kg/mm<sup>2</sup> à 200° K, 1,9 kg/mm<sup>2</sup> à 296° K).
- les volumes d'activation sont faibles (40 b<sup>3</sup> à 200° K, 60 b<sup>3</sup> à 250° K), diminuent au cours de la déformation et sont différents en relaxation et en fluage.
- l'énergie d'activation plafonne vers 0,8 ev et n'est plus proportionnelle à la température comme on devrait s'y attendre à partir de la loi d'Arrhénius sur la vitesse de déformation.
- A partir de 200° K, on observe que les lamelles de glissement primaire s'encombrent d'amas de dislocations en même temps que des feuilletts semblables apparaissent le long des lamelles conjuguées [11].

Tous ces faits sont liés à l'activité du système conjugué et disparaissent avec elle en dessous de 200° K. Cette activité est purement locale. Les dislocations vis primaires attirent et sont attirées par les dislocations vis conjuguées. Pour relâcher leurs contraintes elles doivent se déplacer sur le plan de cross-slip commun et ceci n'est possible que si le frottement de réseau n'est pas trop important devant les contraintes internes aidées par la contrainte appliquée [17]. Examinons les conséquences de ce modèle sur l'évolution des paramètres d'activation, en distinguant selon les températures.

IV - 1 - 1) Basses températures ( $T < 200^\circ \text{K}$ )

A basse température, le frottement de réseau élevé empêche les déviations des vis et les réarrangements précédents : tout transfert entre système primaire et conjugué devient impossible et les deux systèmes sont indépendants. Dans ces conditions, on mesure évidemment des courbes sans durcissement appréciable, analogues aux courbes de glissement facile (easy glide) des monocristaux cubiques à faces centrées, des volumes d'activation constants [fig. 19, 20, 21] et des énergies d'activation constantes à une température donnée, proportionnelles à celle-ci lorsqu'elle varie [fig. 22, 23]. Tout ceci montre l'existence d'un régime stationnaire d'écoulement laminaire depuis la limite élastique jusqu'aux grandes déformations, toute la plasticité étant contrôlée par le phénomène responsable de la limite élastique : le frottement de réseau sur les vis et son activation thermique. Les faibles durcissements qui apparaissent sont dûs au traînage de dipôles dans le sillage des crans sur les vis [18, 19, 20].

IV - 1 - 2) Hautes températures ( $T > 200^\circ \text{K}$ )

A haute température, le frottement de réseau devient trop faible et des dislocations vis conjuguées sont émises et dévient avec les vis primaires pour former des amas de plus en plus nombreux sur le parcours de glissement. Si la limite élastique est encore contrôlée par le frottement de Peierls subi par les vis, celles-ci vont maintenant avoir à vaincre en plus les interactions avec les feuilletés créés au fur et à mesure que la déformation progresse : un durcissement d'obstacles localisés s'ajoute au frottement de réseau. Ce durcissement est visible fig. 15, 16, 17 (en opposition au durcissement presque inexistant à  $200^\circ \text{K}$  et en dessous). Ces nouveaux obstacles augmentent la fraction  $d\rho$  de nouvelles dislocations produites par incrément  $d\tau$  de la contrainte : il en résulte essentiellement une densité de vis  $\rho_m(\tau)$  qui augmente avec la contrainte  $\tau$  au début très rapidement, puis de moins en moins rapidement à mesure que les obstacles se multiplient et immobilisent eux-mêmes de nombreuses vis ; c'est-à-dire :

$$\frac{d\rho_m}{d\tau} > 0 ; \quad \frac{d^2\rho_m}{d\tau^2} < 0 \quad (8)$$

Ce modèle simple suffit à interpréter le comportement observé pour les paramètres d'activation. Il montre que le volume d'activation qu'on mesure est en fait un volume apparent plus grand que le volume réel et que l'éner-

gie d'activation varie plus faiblement avec la température.

IV - 1 - 2 - 1) Développement du modèle proposé.

La constante de vitesse dans la loi d'Arrhénius dépend de la densité de dislocations mobiles,  $\rho_m$  :

$$\dot{\gamma} = C \rho_m \exp - \frac{\Delta G}{kT} \quad \text{ou} \quad \Delta G = kT \text{Log} \frac{C \rho_m}{\dot{\gamma}} \quad (9)$$

Si  $\rho_m$  croît rapidement avec la contrainte  $\tau$ ,  $\dot{\gamma}$  augmentera avec elle d'autant plus vite, c'est-à-dire que le volume d'activation mesuré

ou apparent  $V_{app} = kT \left( \frac{\partial \text{Log} \dot{\gamma}}{\partial \tau} \right)_{T, \text{struct.}}$  est supérieur au volume

d'activation réel  $V = - \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} \right)_{T, \text{struct.}}$ . De même, étant donné que

lorsque T augmente la contrainte d'écoulement plastique à structure constante diminue,  $\rho_m$  diminuant, il est clair que  $\Delta G$  augmentera d'autant moins vite avec la température.

Mathématiquement, ceci peut s'écrire :

$$V_{app} = - \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} + kT \frac{\partial \text{Log} \rho_m}{\partial \tau} = V + kT \lambda$$

avec :

$$\lambda(\tau) = \left( \frac{\partial \text{Log} \rho_m}{\partial \tau} \right)_{T, \text{struct.}} \quad (10)$$

et :

$$\left( \frac{\partial V_{app}}{\partial \gamma} \right)_{T, \dot{\gamma}} = kT \theta \frac{\partial^2 \text{Log} \rho_m}{\partial \tau^2}, \quad \text{avec} \quad \theta = \left( \frac{\partial \tau}{\partial \gamma} \right)_{\dot{\gamma}, T} \quad (11)$$

On remarque dans l'équation (11) qu'il n'y a pas de contribution des dérivées de  $\Delta G$ . Cela découle de la séparation de la contrainte en composantes thermique  $\tau^*$  et athermique  $\tau_i$  :  $\tau = \tau^*(T) + \tau_i(\tau, \gamma)$ . Lorsque la

déformation varie,  $\tau$  ne varie que par l'intermédiaire de  $\tau_i$  seulement,  $d\tau = d\tau_i$ ; or l'énergie  $\Delta G$  n'est fonction que de  $\tau^*$ , donc de  $T$ . Le terme supplémentaire introduit,  $\lambda$ , intervient aussi dans les variations apparentes de l'énergie :

$$\left( \frac{\partial \Delta G}{\partial T} \right)_{\gamma, \text{struct.}} = k \text{Log} \frac{C \rho_m}{\gamma} + kT \lambda \left( \frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{\gamma, \text{struct.}} \quad (12)$$

$$\text{et : } \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial \gamma} \right)_{T, \gamma} = kT \lambda \theta \quad (13)$$

Les équations (8), (10), (11) montrent que la courbe  $V_{\text{app}}(\gamma)$  obtenue à 296° K, 250° K ou 225° K reflète la fonction  $\rho_m(\tau)$ . A 250° K par exemple [fig. 16], l'expérience montre que la densité de vis  $\rho_m(\tau)$  satisfait à (8) et semble atteindre un maximum vers  $\gamma = 0,2$  au cours de la traction à vitesse constante ; mais la comparaison des mesures faites au cours du fluage indique que la multiplication  $\rho_m(\tau)$  des vis peut dépendre beaucoup du type de déformation et qu'elle s'arrête dès 4 ou 5 % de déformation en fluage. Les résultats obtenus montrent qu'on obtient sans doute le volume réel lorsque le volume apparent ne varie plus avec la déformation. La donnée de la relation  $\rho_m(\tau)$  la plus simple montre que l'ordre de grandeur de la différence ( $V_{\text{app}} - V$ ) est facilement retrouvée.

IV - 1 - 2 - 2) Evaluation des ordres de grandeur pour

$$\underline{T = 250^\circ \text{ K.}}$$

Soit par exemple la relation  $\tau = \tau_0 + \mu b \sqrt{\rho - \rho_0}$  où  $\tau_0$  est la limite élastique pour laquelle la densité de vis est  $\rho_0$ , et  $\rho$  cette densité à la contrainte  $\tau$ . On obtient d'après (10) :

$$V_{\text{app}} - V = b^3 \left[ \frac{2kT}{\mu b^3} \frac{y}{b^2 \rho_0 + y^2} \right] \text{ avec } y = \frac{\tau - \tau_0}{\mu}$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement. Cette quantité ne décroît avec  $\tau$ , donc  $y$ , que pour  $y \geq b\sqrt{\rho_0}$  c'est-à-dire  $\rho \geq 2\rho_0$ , condition sans doute satisfaite dès les premiers pourcents de déformation. On peut donc pratiquement comparer

la valeur maximale mesurée avec la valeur donnée par cette expression pour  $y = b\sqrt{\rho_0}$ , soit  $\rho = 2 \rho_0$  :

$$\left( V_{\text{app}} - V \right)_{\text{max}} = b^3 \left( \frac{kT}{\mu b^3} - \frac{1}{b\sqrt{\rho_0}} \right)$$

Avec  $\mu b^3 = 7 \text{ ev}$ ,  $T = 250^\circ \text{ K}$ ,  $b = 2,5 \text{ \AA}$  il suffit de prendre  $\rho_0 = 1,6 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$  pour obtenir la différence de  $30 b^3$  observée fig. 16. En réalité, la loi choisie  $\rho(\tau)$  ne prévoit pas de saturation pour  $\rho$ , ce qui entraîne une différence  $(V_{\text{app}} - V)$  calculée qui décroît moins vite avec  $\gamma$  qu'il n'est observé.

Enfin, les variations observées de l'énergie de  $\Delta G$  avec  $T$  ou  $\gamma$  sont qualitativement cohérentes avec ce modèle :

- à la limite élastique, avec  $(V_{\text{app}} - V) = 30 b^3$  et

$\left( \frac{\partial \tau}{\partial T} \right) = (-) 4 \cdot 10^{-2} \text{ kg/mm}^2 \text{ } ^\circ\text{K}$ , l'équation (12) prévoit une réduction du tiers de la pente de  $\Delta G$ .

- l'équation (13) donne une variation de l'énergie au cours de la déformation tout à fait négligeable : avec  $\theta = 10 \text{ kg/mm}^2$  et  $kT \lambda \sim 30 b^3$ , on calcule un incrément de  $+ 0,25 \cdot 10^{-2} \text{ ev}$  par pourcent de déformation.

#### IV - 1 - 3) Température de transition ( $T = 200^\circ \text{ K}$ ).

Cette température marque une transition entre le domaine des hautes et basses températures. Dans cette zone de température, les amas de dislocations se forment le long des feuilletts de plus en plus difficilement et la densité  $\rho_m(\tau)$  varie de moins en moins avec  $\tau$  une fois passée la limite élastique : on constate alors qu'il n'y a plus de durcissement sur la courbe  $\tau(\gamma)$ , que les volumes d'activation se stabilisent très vite et qu'ils deviennent identiques en relaxation et en fluage.

#### IV - 2 - ORIENTATION B.

-----

L'étude n'est complète que pour deux températures :  $294^\circ \text{ K}$  et  $250^\circ \text{ K}$ .

L'analyse des résultats obtenus permet de raisonner en fonction des

résultats obtenus pour l'orientation A dans le domaine des hautes températures ; en effet :

- les volumes d'activation diminuent au cours de la déformation et sont différents en relaxation et en fluage.

- l'énergie d'activation plafonne vers 0,8 ev et n'est pas proportionnelle à la température.

- la transition stade 1-stade 2 correspond à l'apparition d'une activité entre les systèmes primaire et conjugué [11] et le durcissement du stade 2 est explicable comme pour l'orientation A par la création d'obstacles dûs à l'interaction entre ces deux systèmes.

Toutefois, il reste à expliquer une observation inattendue : le durcissement du stade 1.

L'étude des topographies X de Berg-Barrett [11] ne montre une activité entre les systèmes primaire et conjugué qu'à partir du stade 2. On devrait donc observer un stade 1 à durcissement nul ou presque nul : d'après le modèle proposé pour l'orientation A pour le domaine des hautes températures (chapitre IV - 1 - 2), tout durcissement ne peut être dû qu'à l'interaction des vis primaires et conjuguées. SPITZIG et KEH [15] ont du reste observé à 295 et 250° K, sur des monocristaux de fer de très grande pureté, des stades 1 à durcissement presque nul qui correspondent bien au glissement sur un seul système (système primaire).

Nous pensons que l'anomalie observée pour le stade 1 est due à la présence d'un taux trop important d'impuretés. MITCHELL et al [21] ont observé pour le Niobium que le taux de durcissement du stade 1 ne tend vers zéro que si la pureté devient suffisante. Lorsqu'un crochet de traction apparaît, les stades sont de moins en moins marqués, et ils se confondent même en un seul stade si le cristal contient assez d'impuretés.

## V. - CONCLUSIONS

.....

Plusieurs conclusions sont à retenir de cette étude :

Pour l'orientation A, la présence d'une interaction entre les systèmes primaire et conjugué au dessus de 200° K entraîne une variation non négligeable de la densité  $\rho_m(\tau)$  des vis primaires mobiles au cours de la déformation, c'est-à-dire avec la contrainte d'écoulement. Cette dépendance modifie sensiblement les grandeurs macroscopiques liées à la déformation plastique du cristal, même si par ailleurs la limite élastique reste elle-même contrôlée par le frottement de réseau, et dépend encore fortement de la température.

Pour l'orientation B, l'interaction entre vis primaires et conjuguées apparaît au début du stade II.

La formation des feuillets le long des lamelles de glissement avec ses conséquences, découle de l'affaiblissement du frottement de réseau dû à la température (au-dessus de 200° K pour l'orientation A). Il n'est alors plus assez élevé pour s'opposer aux réarrangements de la sous-structure (revenu dynamique) ; ceux-ci se produisent par déviation d'une longueur suffisante de vis primaires et secondaires dans le plan de cross-slip commun, sous l'action d'une part des contraintes internes, mais aussi d'autre part de la contrainte appliquée sur ce plan.

Enfin, un certain nombre de suggestions peuvent être faites :

- préciser le comportement plastique entre 200 et 250° K, de façon à approfondir les différences observées entre fluage et relaxation de contrainte.
- essayer d'améliorer la technique de purification des échantillons afin d'éliminer le durcissement observé pour l'orientation B durant le stade I.
- enfin, terminer l'étude de l'orientation B en fonction de la température afin de situer la zone de transition.

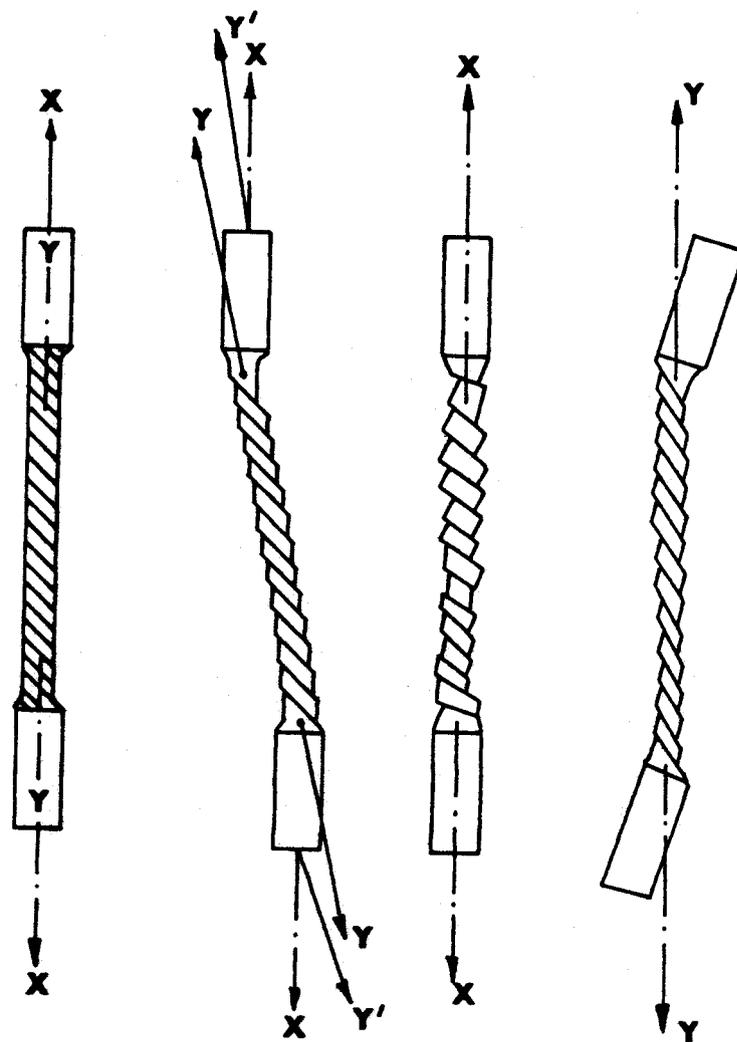
B I B L I O G R A P H I E

-----

- [1] J. FRIEDEL  
Dislocations. Pergamon Press (1964).
  
- [2] A.G. EVANS et R.D. RAWLINGS  
Phys. Stat. Solidi 34, 9, (1969).
  
- [3] F. GUIU, P.L. PRATT  
1964, Phys. Stat. Solidi, 6, 111.
  
- [4] ROSI F.D.  
Rev. Sci. Instruments, 22, 708 (1951)
  
- [5] C. LORIDAN  
Fabrication de monocristaux de Fer Pur de grandes dimensions,  
RE 52 IRSID (1970)
  
- [6] C.S. BARRETT, G. ANSEL, R.F. MEHL  
Trans. A.S.M., 25, 702 (1937).
  
- [7] E.N.C. da ANDRADE et Y.S. CHOW  
Proc. Roy. Soc. A. 175, 962, (1940)
  
- [8] Physical Acoustics, Vol. 3 Part A, Warren P. MASON  
Academic Press - New York - London (1966).
  
- [9] S. IKEDA et T. TAKEUCHI  
Journal of the physical society of Japan. Vol. 22, n° 4 (1967)
  
- [10] N.A. BOUCHER et J.W. CHRISTIAN  
Acta Metallurgica, Vol. 20, 581, 1972.
  
- [11] G. COULON  
Thèse de 3<sup>ème</sup> Cycle (Université de Lille - 1973).
  
- [12] B. JAOUL  
Etude de la plasticité et applications aux métaux, Dunod, Paris 1965.

- [13] D.K. BOWEN, J.W. CHRISTIAN  
Phil. Mag. 12, 369 (1965).
- [14] R.A. FOXALL, M.S. DUESBERY, P.B. HIRSCH  
(1967) Can. J. Phys. 45, 607.
- [15] W.A. SPITZIG, A.S. KEH  
(1970) Acta Met. 18 611 et 1021.
- [16] P. GROH, R. CONTE.  
(1971) Acta Met. 19, 895.
- [17] G. TAYLOR, J.W. CHRISTIAN  
(1967), Phil. Mag. 15, 893.
- [18] A.S. KEH, W.A. SPITZIG, Y. NAKADA  
(1971) Phil. Mag. 23, 829.
- [19] A. LUFT  
(1970), Phys. Stat. Sol. 42, 429.
- [20] A. LUFT, J. RICHTER, W. REITZENSTEIN, P. FINKE  
(1972), 3<sup>ème</sup> Intern. Symp. "Reinstoffe in Wissenschaft und technik"  
Akademie-Verlag, Berlin p. 285 ; en particulier fig. 22 p. 307.
- [21] T.E. MITCHELL, R.A. FOXALL, P.B. HIRSCH  
Phil. Mag. 8, 1895, (1963).





- a) Cristal avant déformation
- b) Glissement sans contrainte
- c) Glissement avec contraintes en bout ( Machine de traction conventionnelle).
- d) Glissement obtenu en éliminant les contraintes en bout.

Figure - 2 - Allongement d'un monocristal

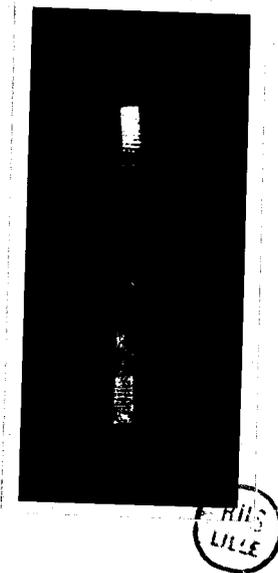
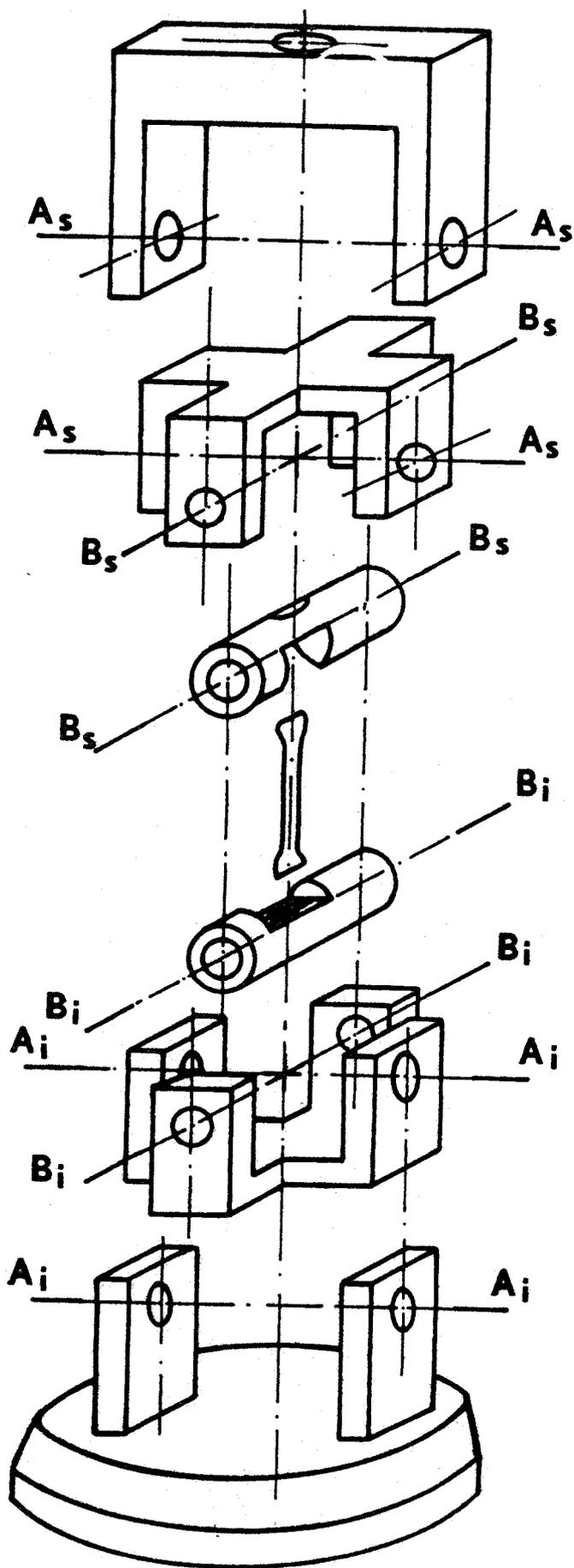


FIGURE - 3 -

Schéma du système d'amarrage à doubles cardans des éprouvettes de traction et photographie d'un échantillon déformé dans ce dispositif montrant le glissement homogène obtenu en éliminant les contraintes en bout.

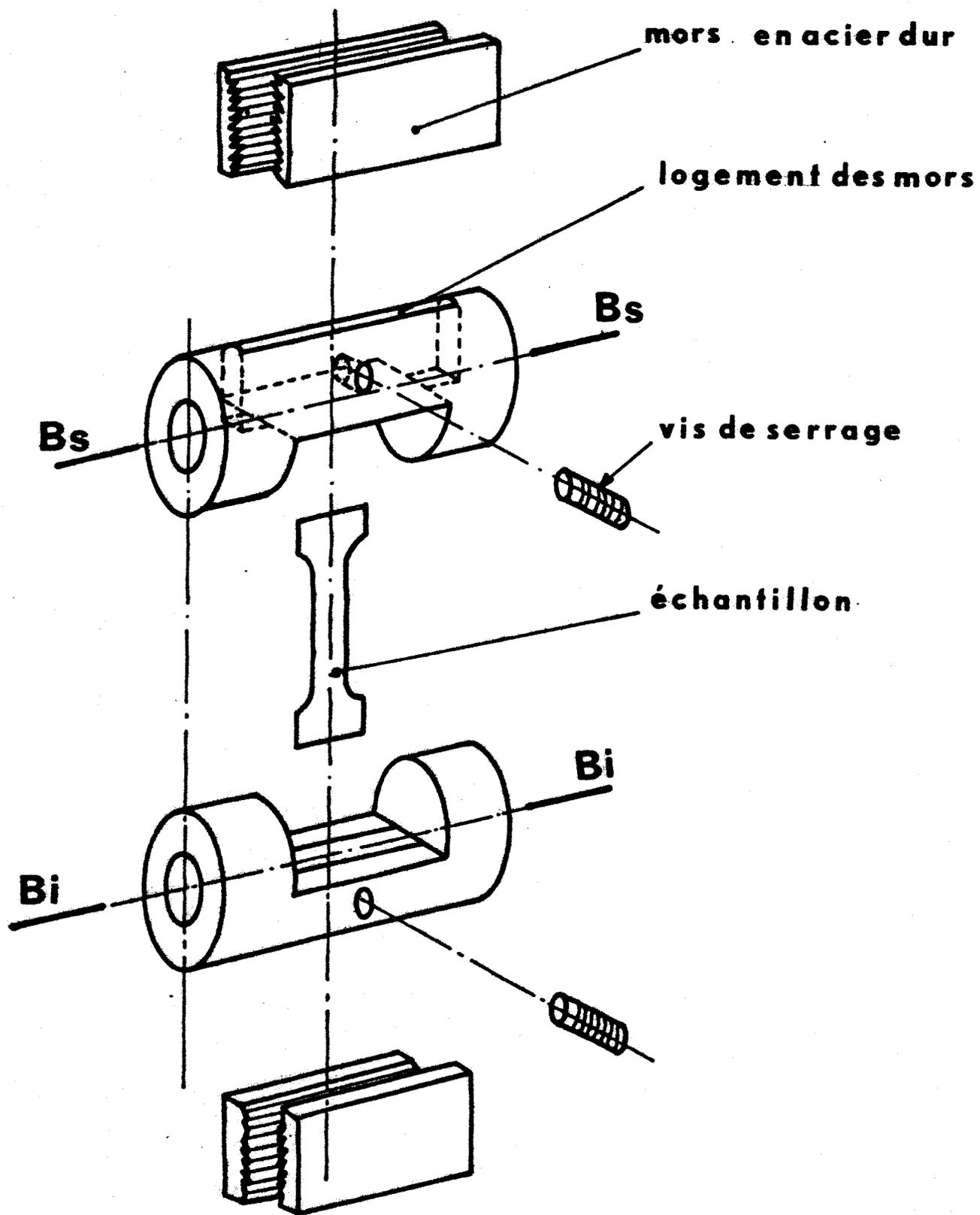


FIGURE-4. Schéma éclaté montrant le montage de l'échantillon



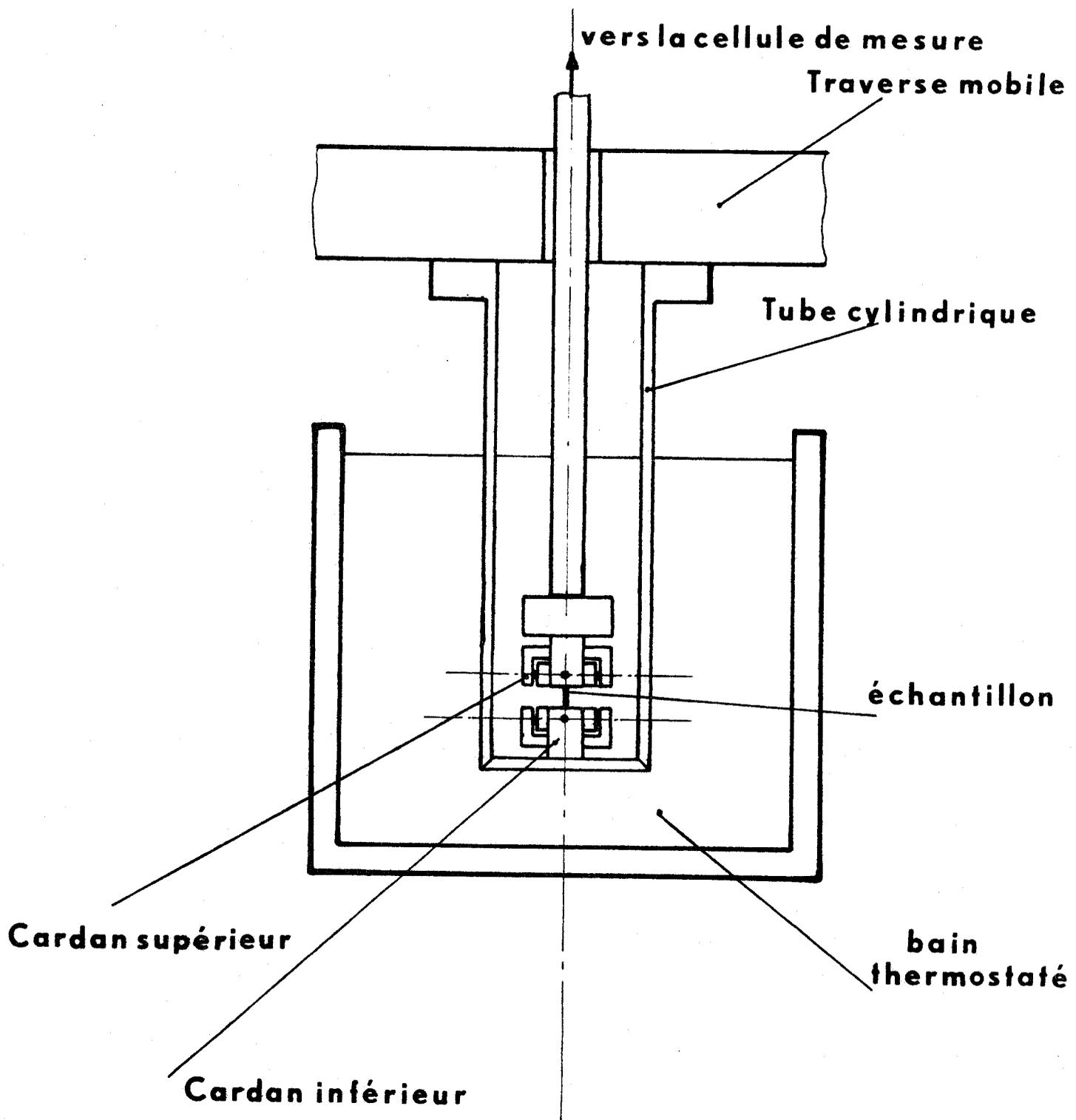


FIGURE - 5 - Principe de l'inversion du montage de traction

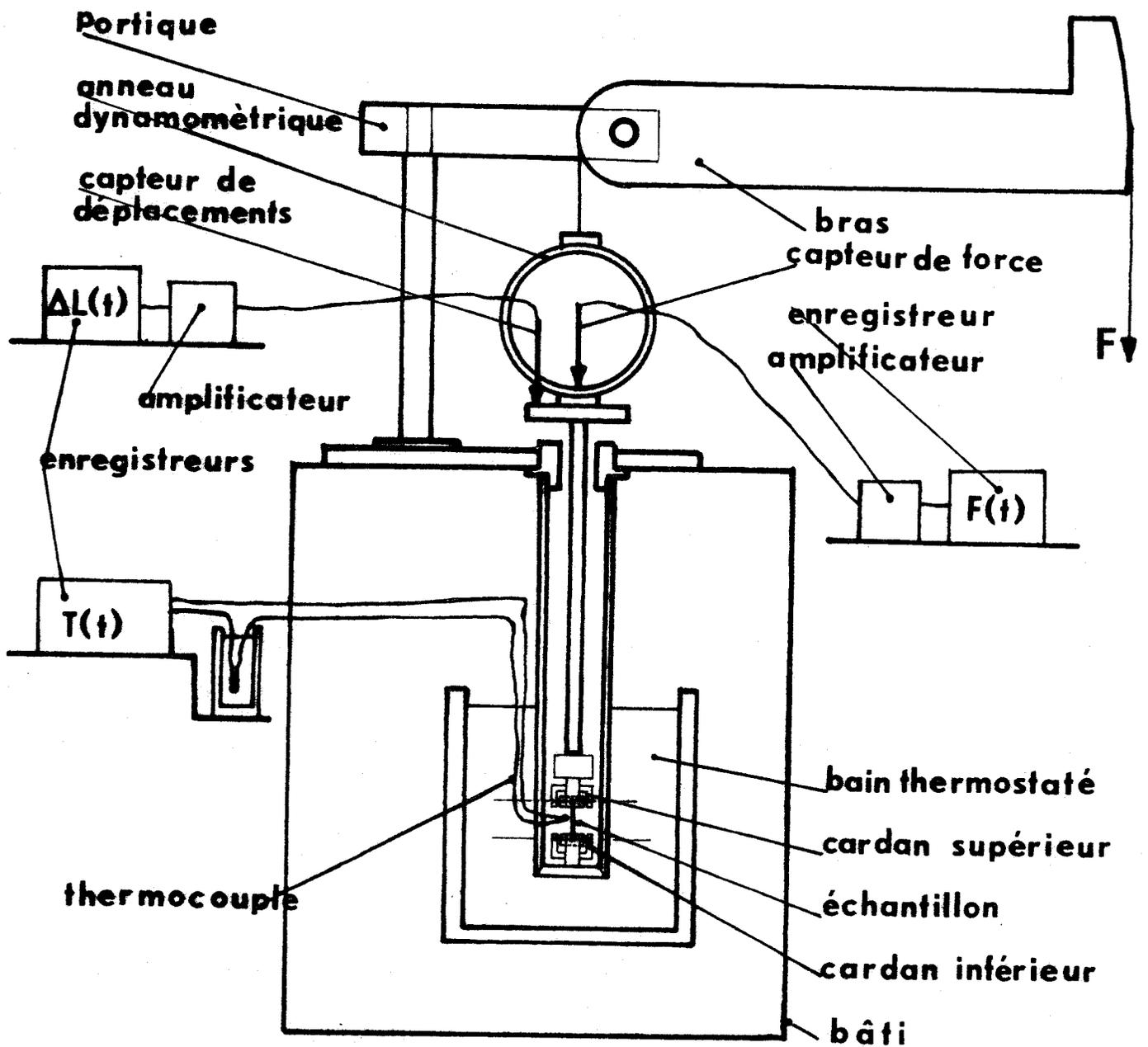


FIGURE - 6 - MACHINE DE FLUAGE



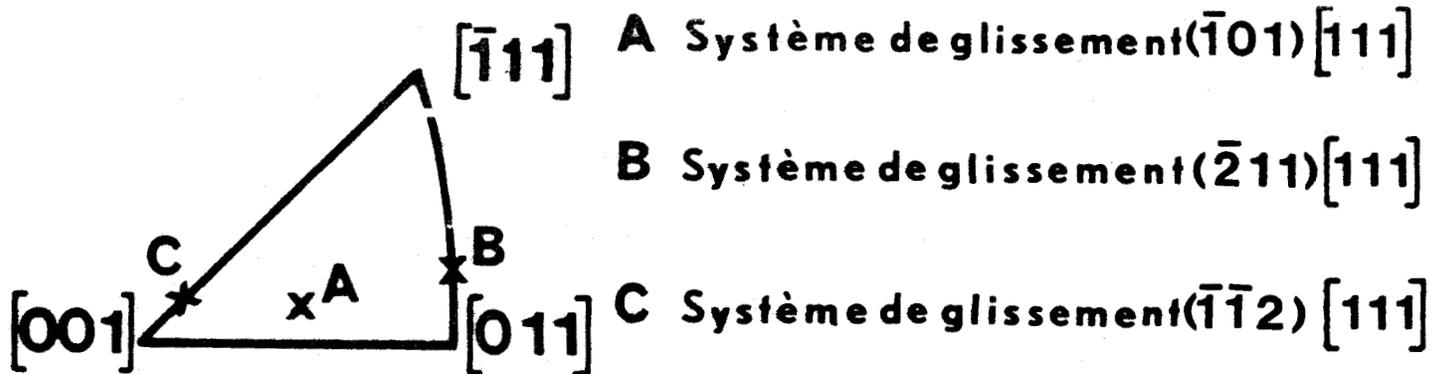


FIGURE - 7 - Positions de l'axe de traction dans le triangle standard donnant un facteur de SCHMID = 0,5

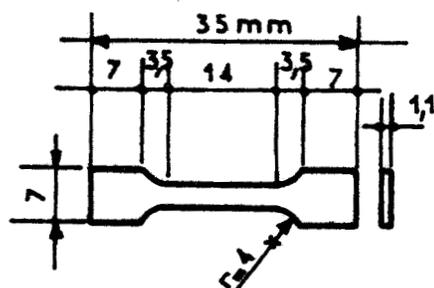
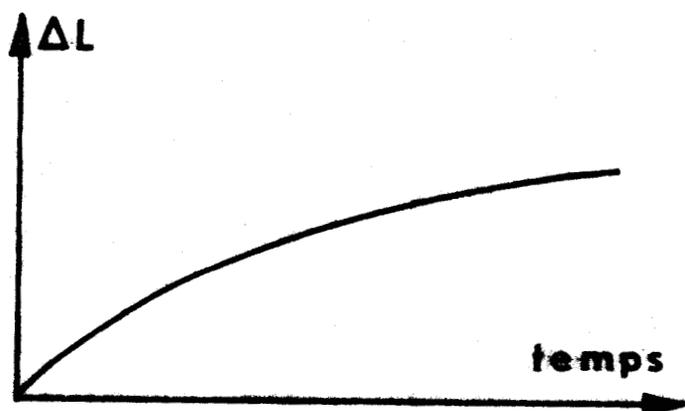
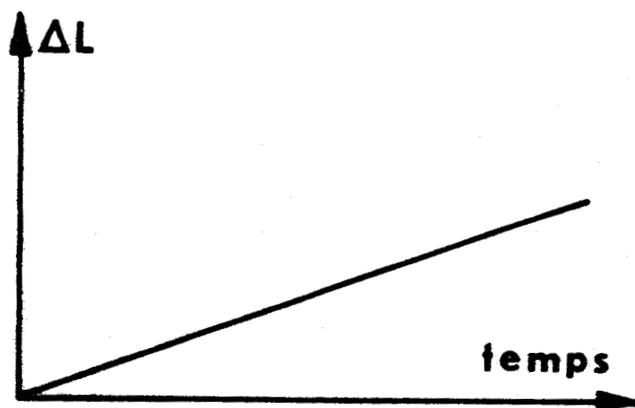


FIGURE - 8 - Forme et dimensions des éprouvettes de traction



a) courbe obtenue quand le taux de consolidation est constant et différent de zéro



b) courbe obtenue quand le taux de consolidation est nul ou presque nul

FIGURE - 9 - Exemples (schématiques) de courbes de fluage



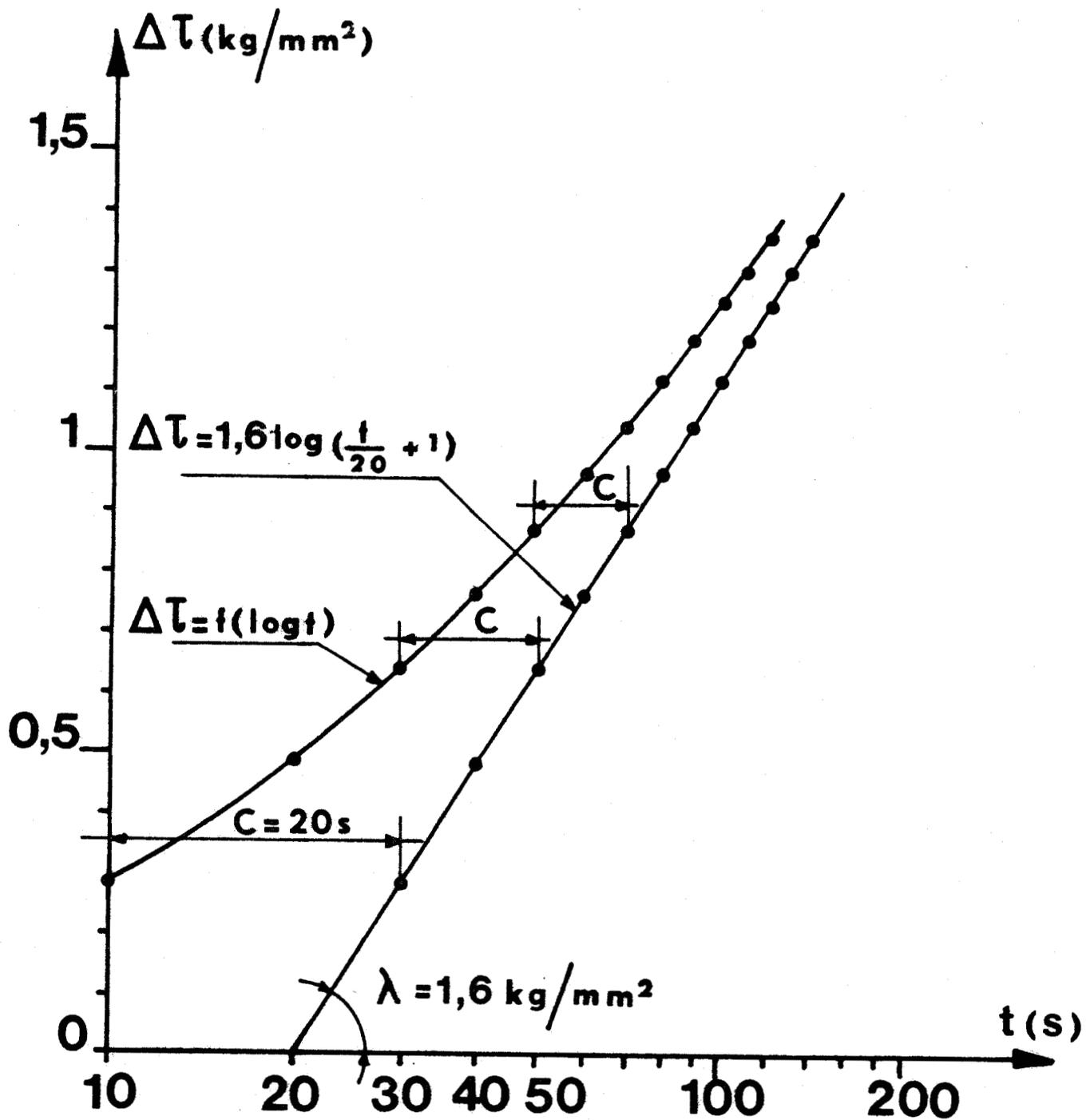
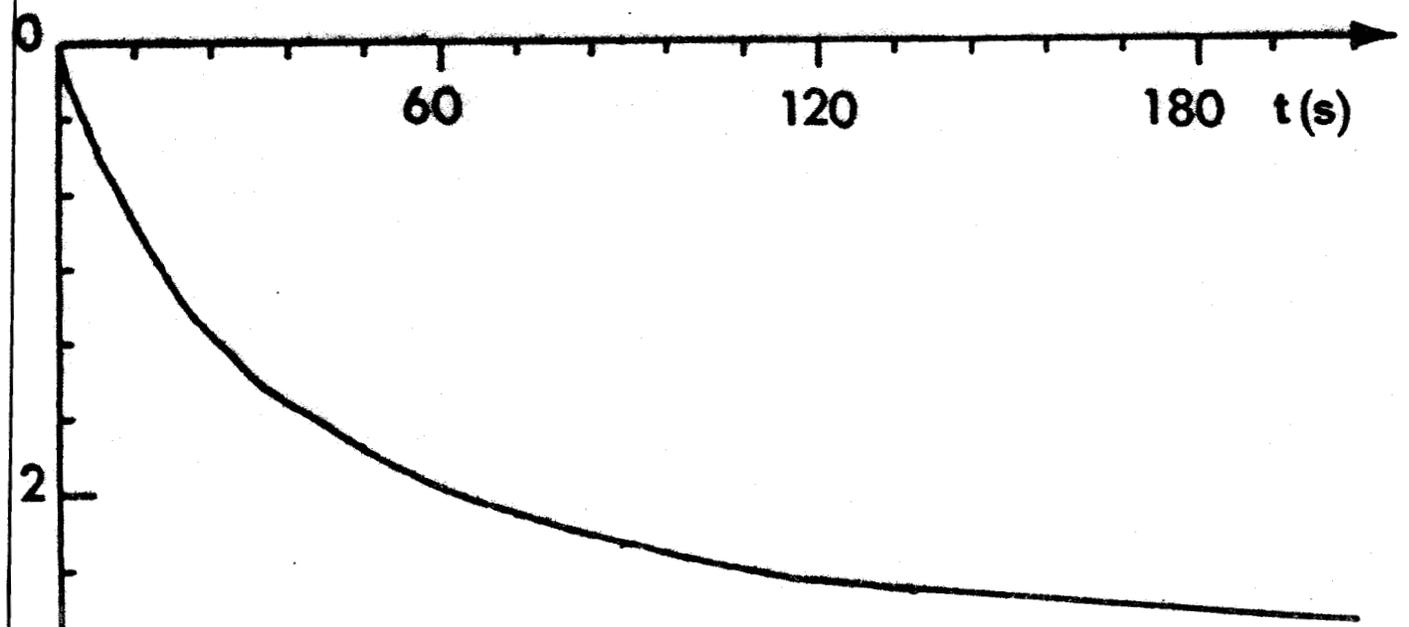
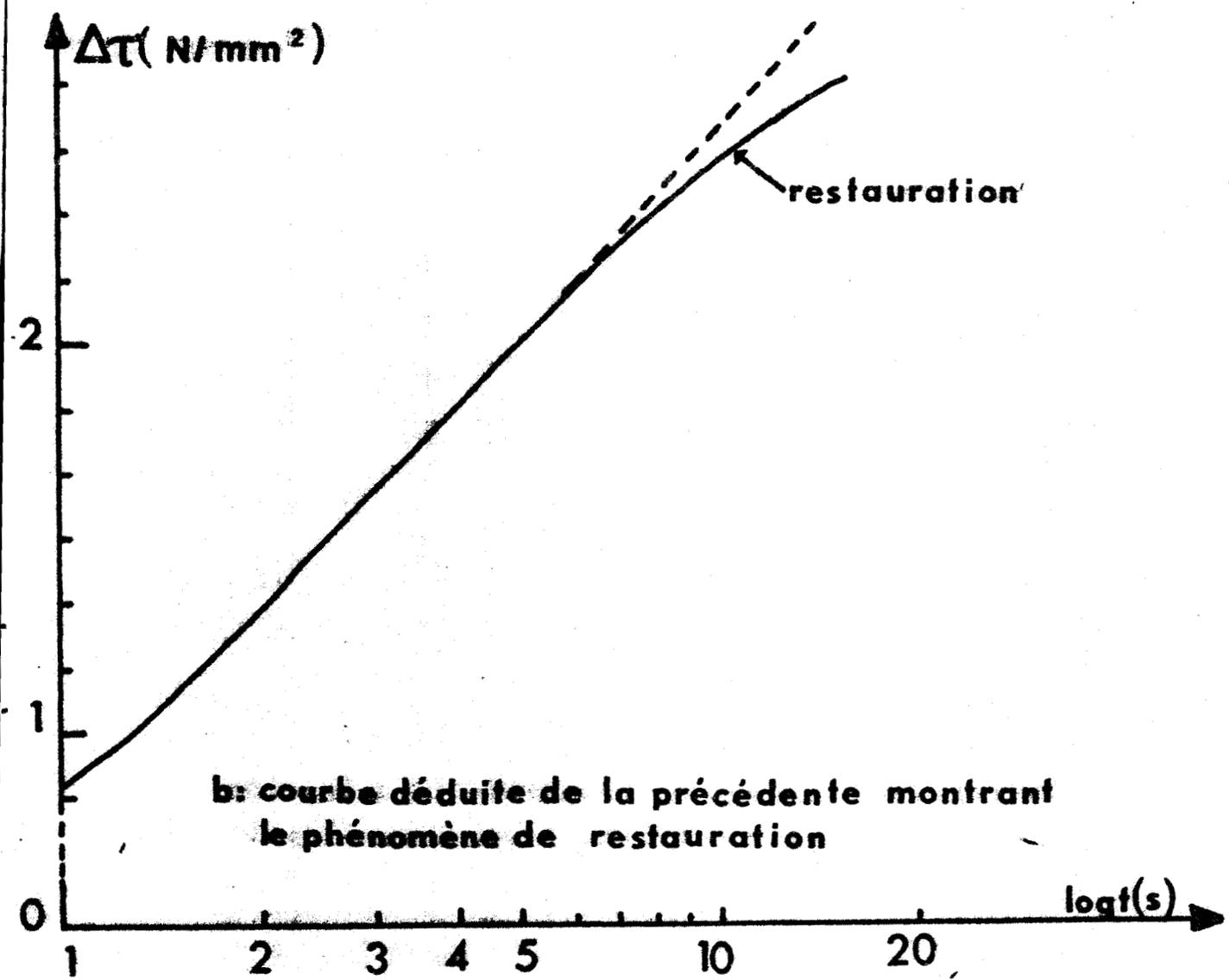


FIGURE - 10 -

Exemple de dépouillement d'un essai de relaxation de contrainte



▼  $\Delta\tau$  (N/mm<sup>2</sup>) a: courbe enregistrée  $\Delta\tau(t)$



b: courbe déduite de la précédente montrant le phénomène de restauration

FIG 10bis RESTAURATION ET RELAXATION  
échantillon B à T: 294°K



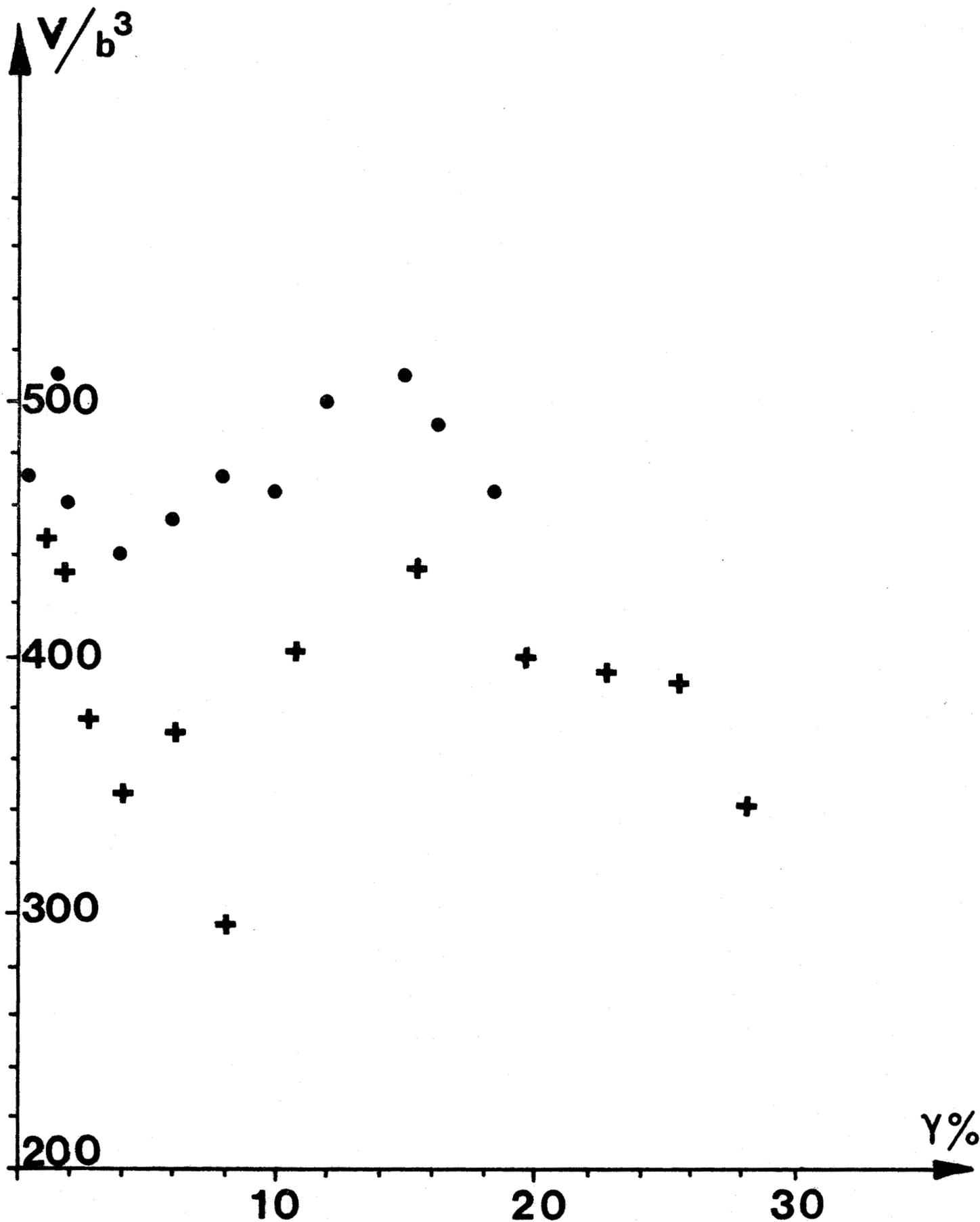


Fig 11 Comparaison des courbes  $V/b^3 (\gamma)$  pour deux échantillons d'orientation B tractionnés à vitesse constante à  $294^\circ\text{K}$

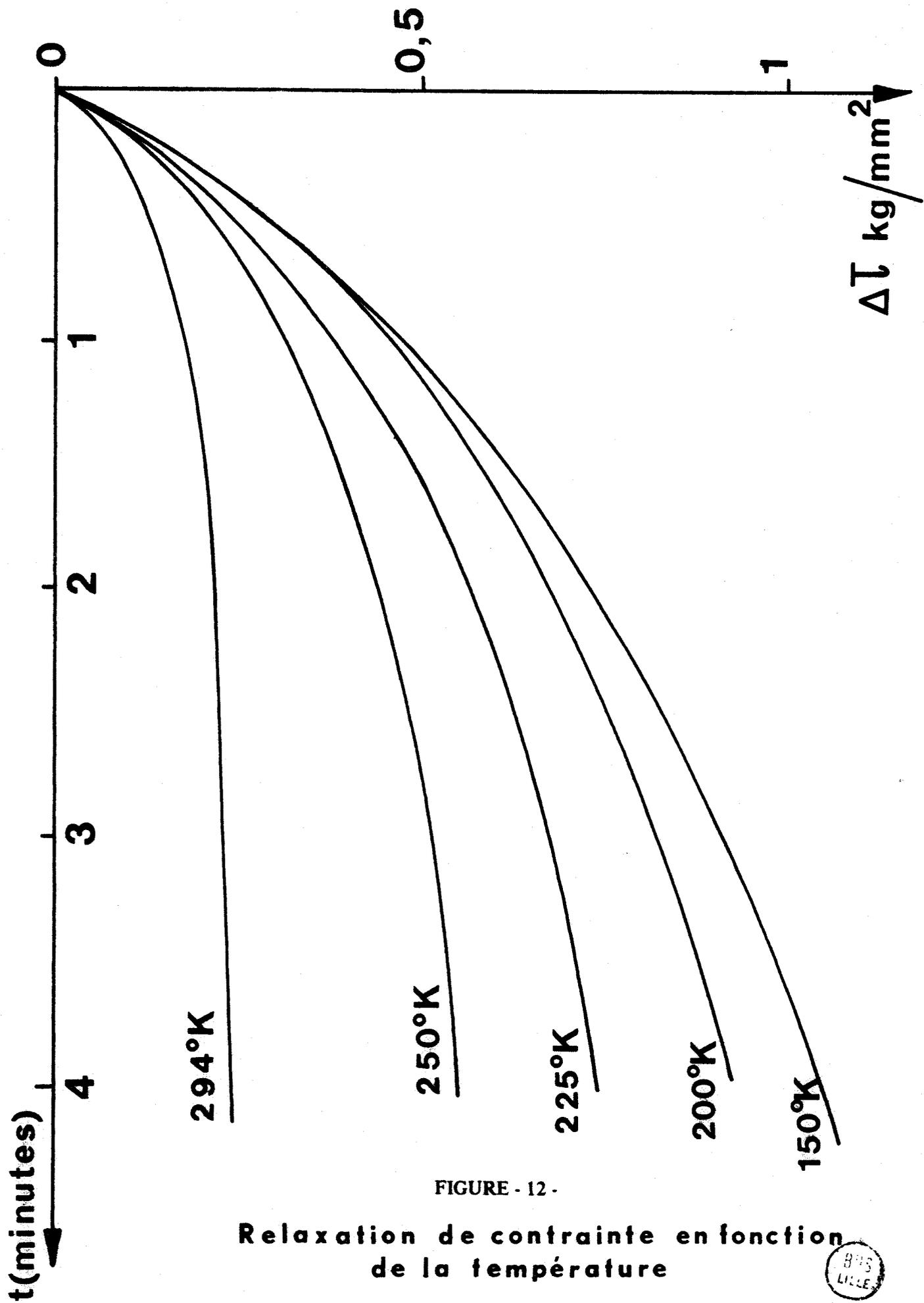


FIGURE - 12 -

Relaxation de contrainte en fonction de la température



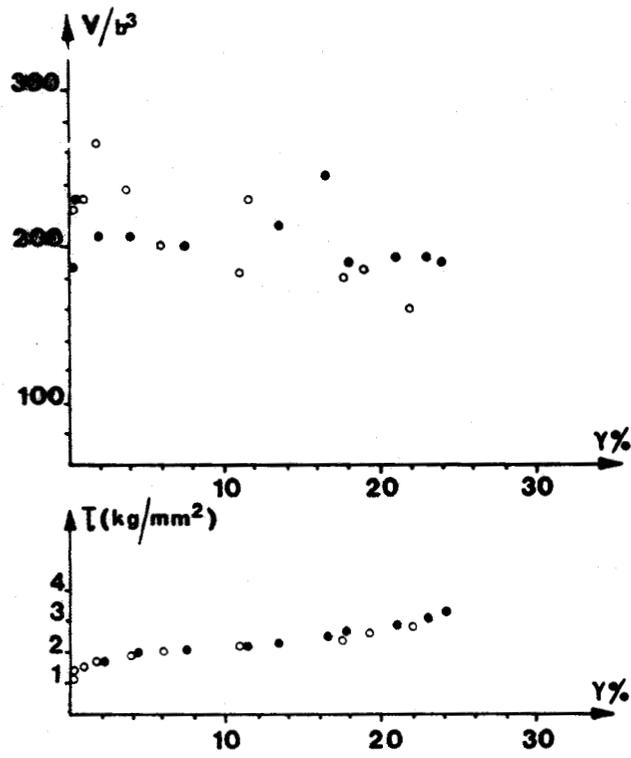


Fig13 Comparaison des courbes  $T(Y)$  et  $V/b^3(Y)$  pour deux échantillons d'orientation B déformés par fluage a 294°K

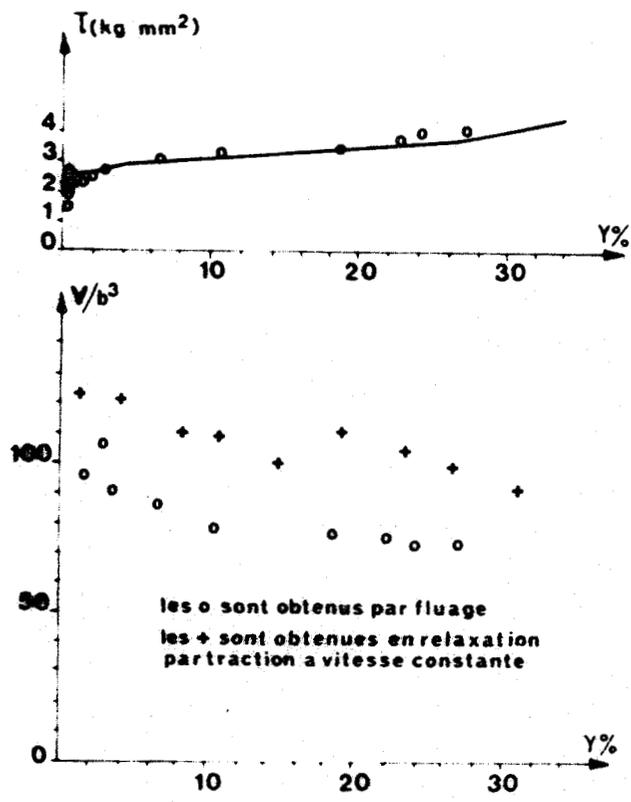


Fig14 Comparaison des essais de traction et de fluage pour deux échantillons d'orientation B a 250°K



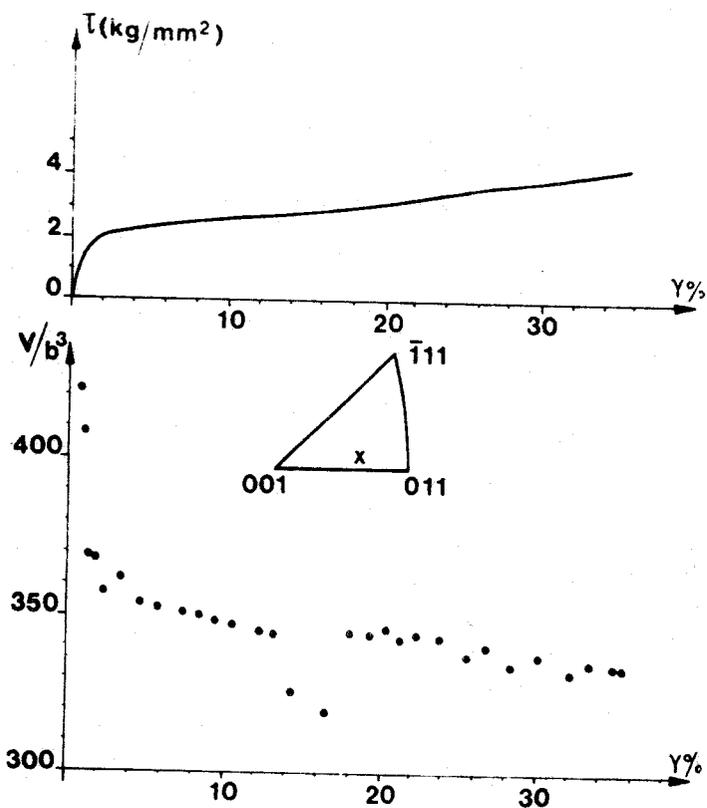


Fig 15 COURBES  $T(Y)$  et  $V(Y)$  à 296°K  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

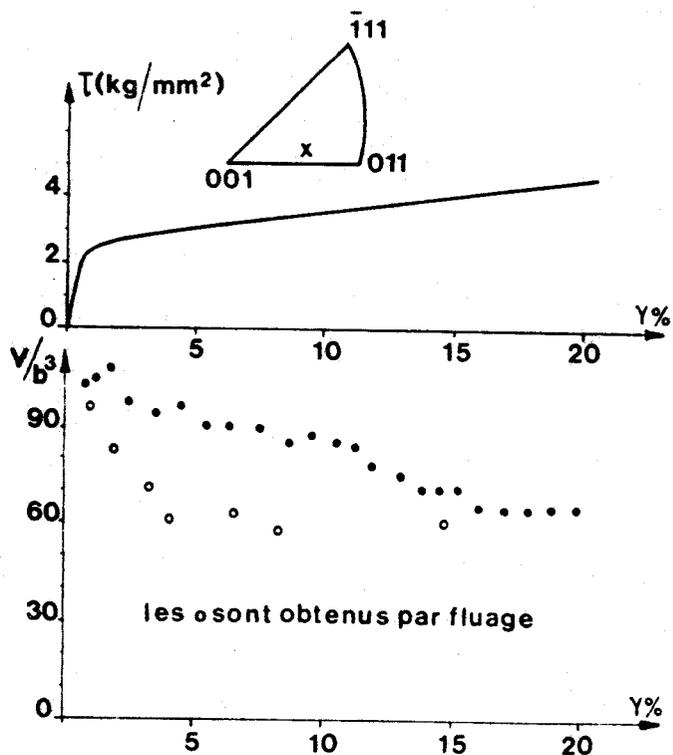


Fig 16 COURBES  $T(Y)$  et  $V(Y)$  à 250°K  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

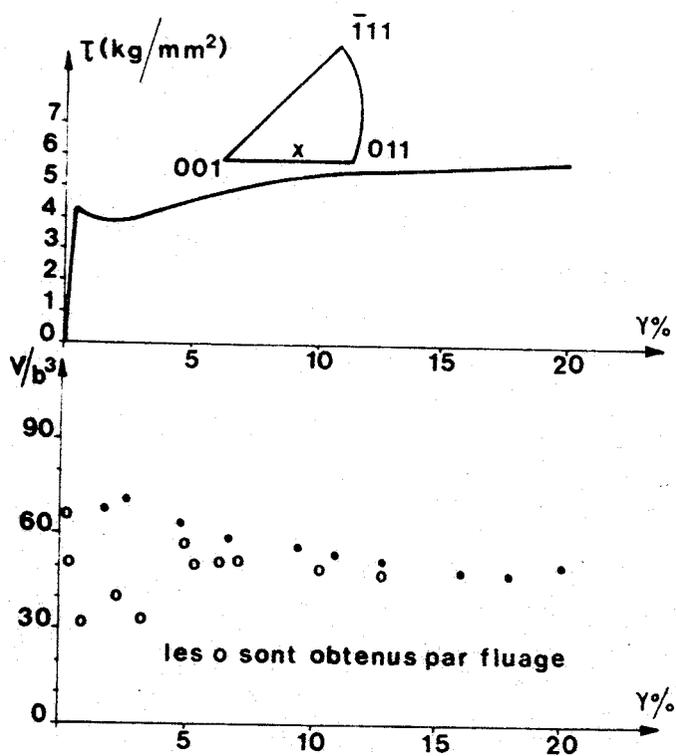


Fig 17 COURBES  $T(Y)$  et  $V(Y)$  à 225°K  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

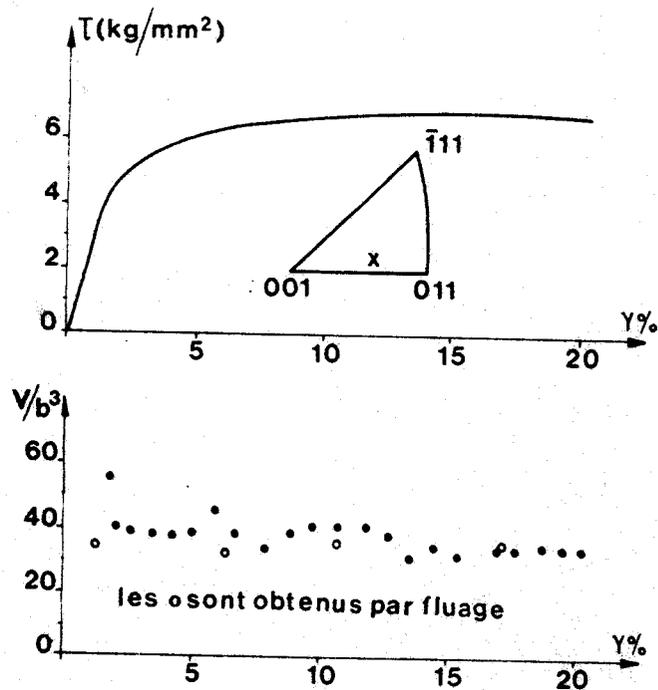


Fig 18 COURBES  $T(Y)$  et  $V(Y)$  à 200°K  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$



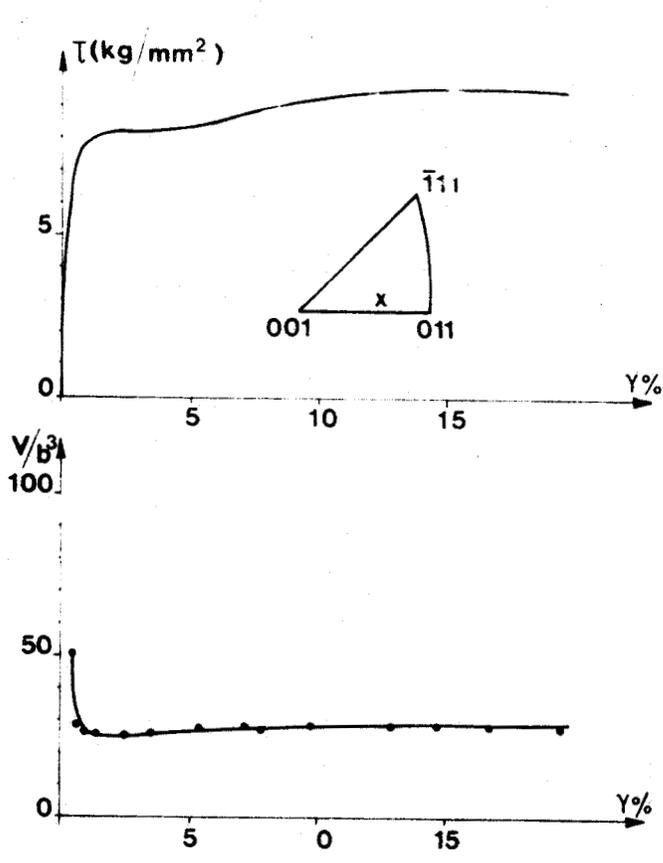


Fig 19 COURBES  $\tau(\gamma)$  et  $V'(\gamma)$  à 173°K  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

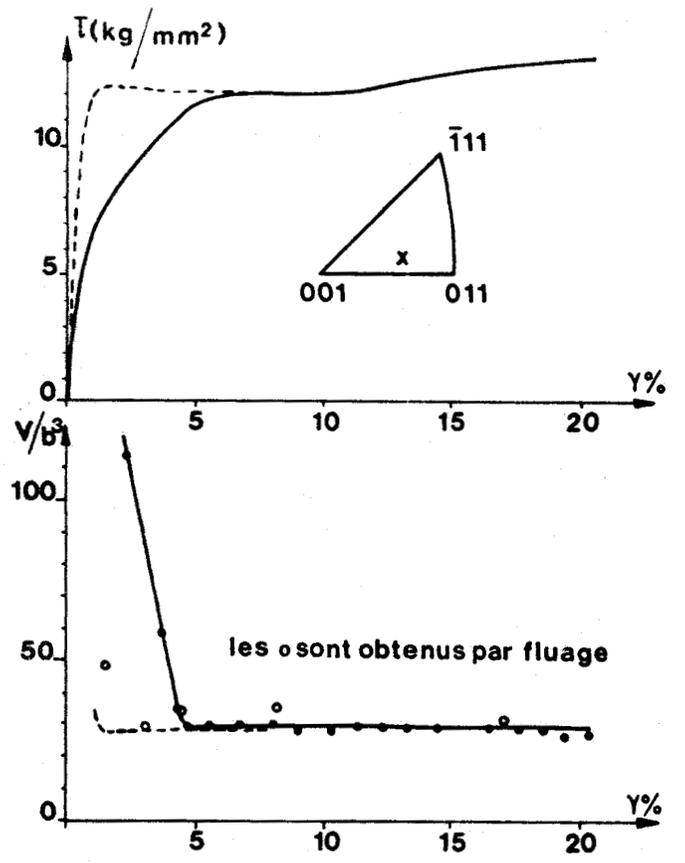


Fig 20 COURBES  $\tau(\gamma)$  et  $V'(\gamma)$  à 150°K  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

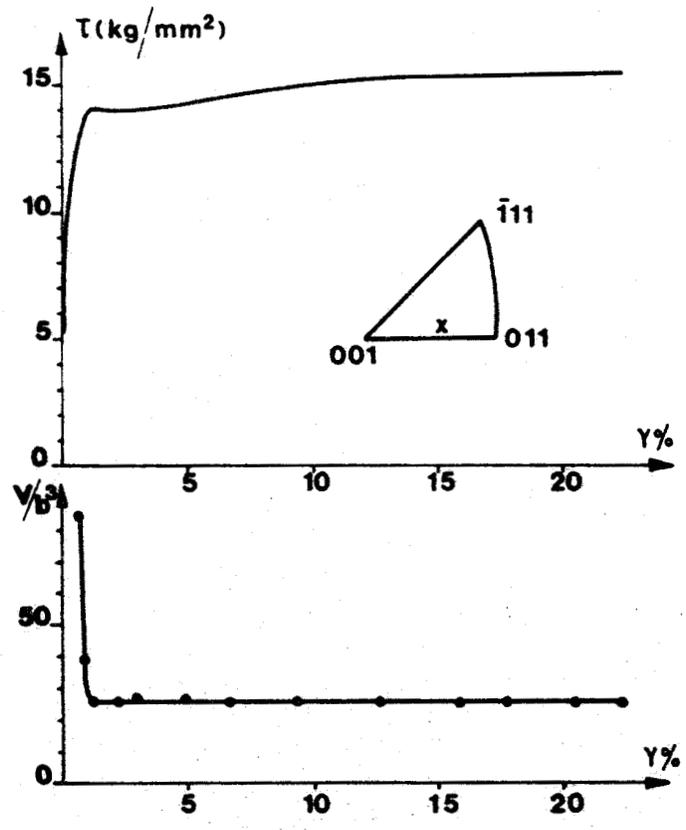


Fig 21 COURBES  $\tau(\gamma)$  et  $V'(\gamma)$  à 123°K  
 obtenues après 5% de pré-déformation à 183°K  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$



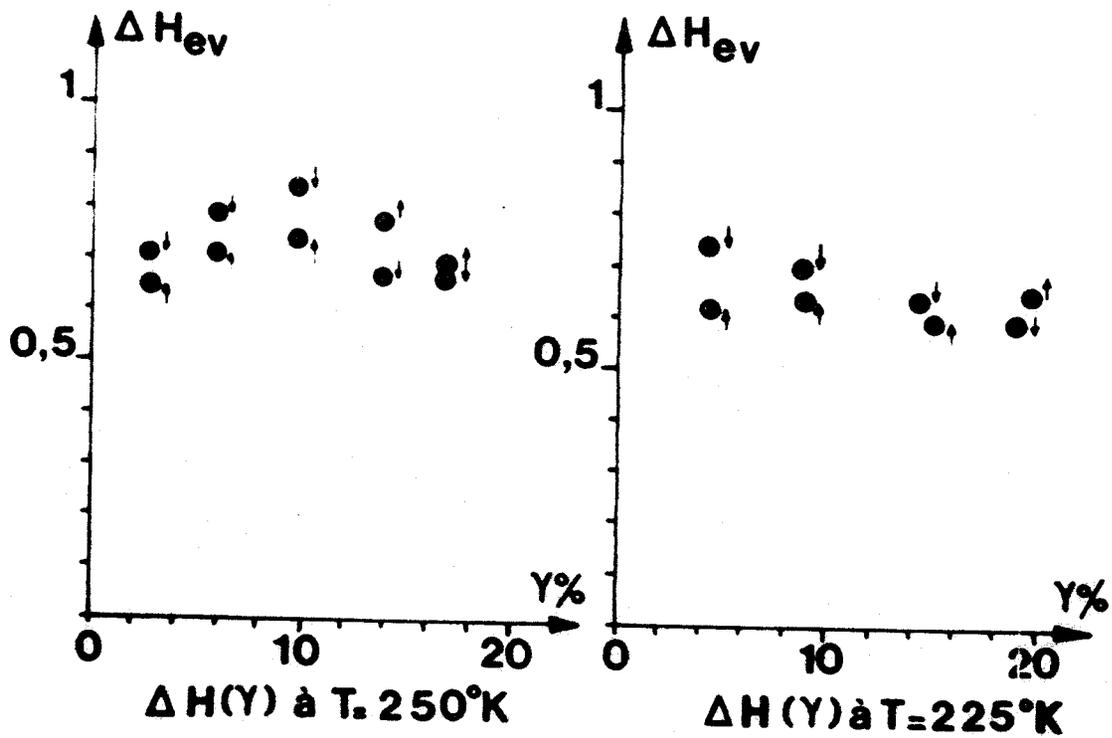
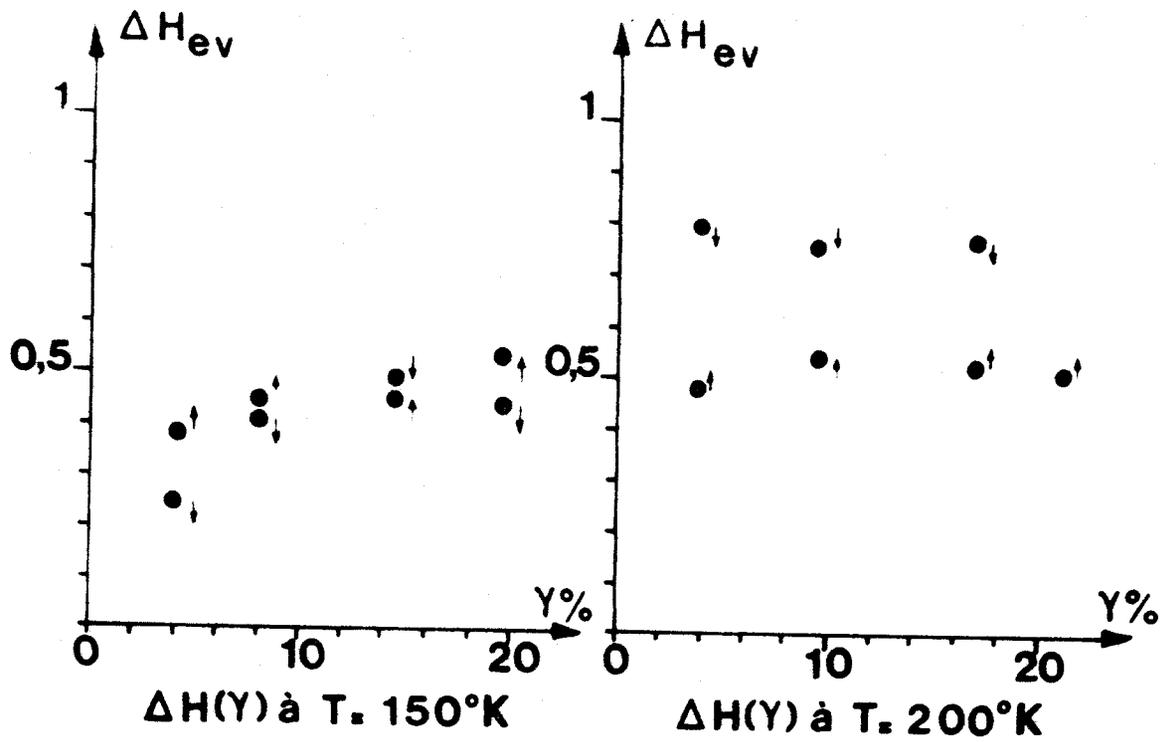


Fig22 un saut de T à  $(T + \Delta T)$  est noté  $\uparrow$   
 un saut de T à  $(T - \Delta T)$  est noté  $\downarrow$   
 Courbes  $\Delta H(Y)$  pour le système de glissement  $(\bar{1}01) [111]$

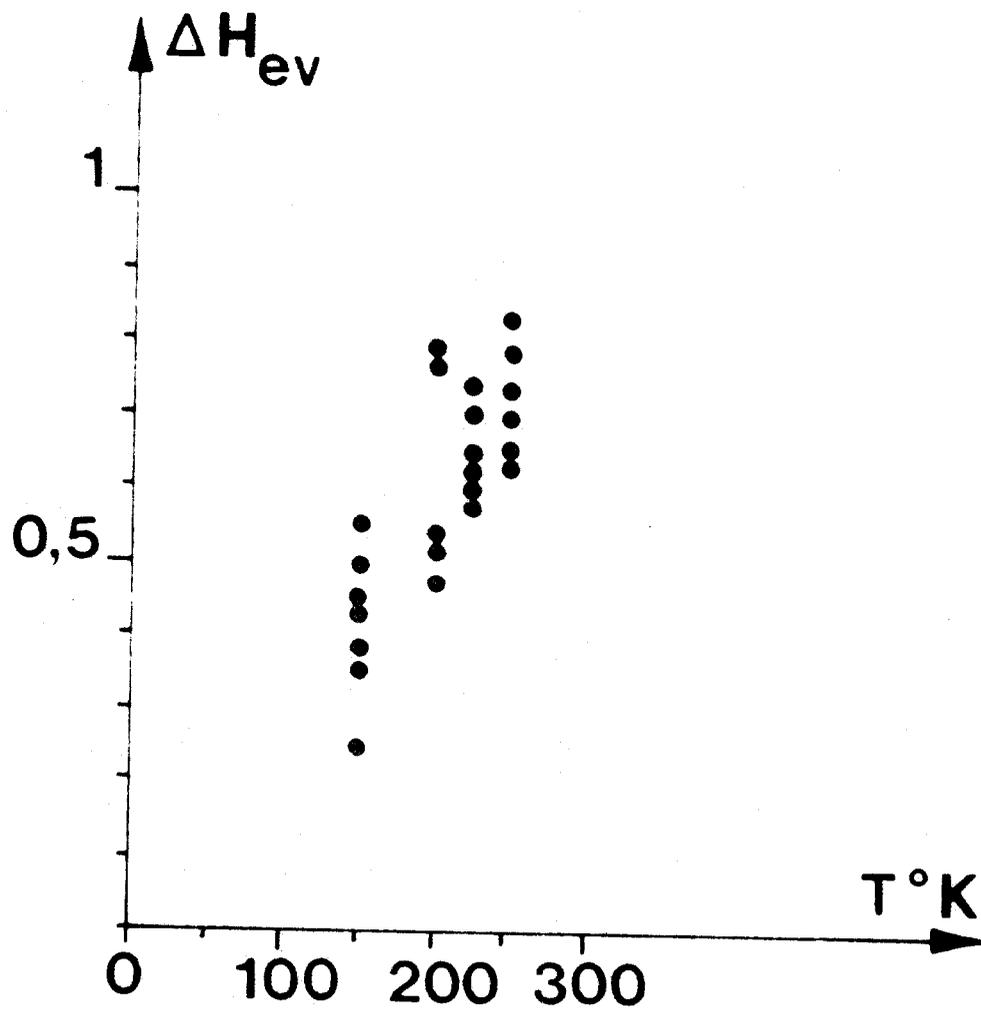


Fig 23 COURBE  $\Delta H(T^{\circ}\text{K})$  pour le système de glissement  $(\bar{1}01) [111]$

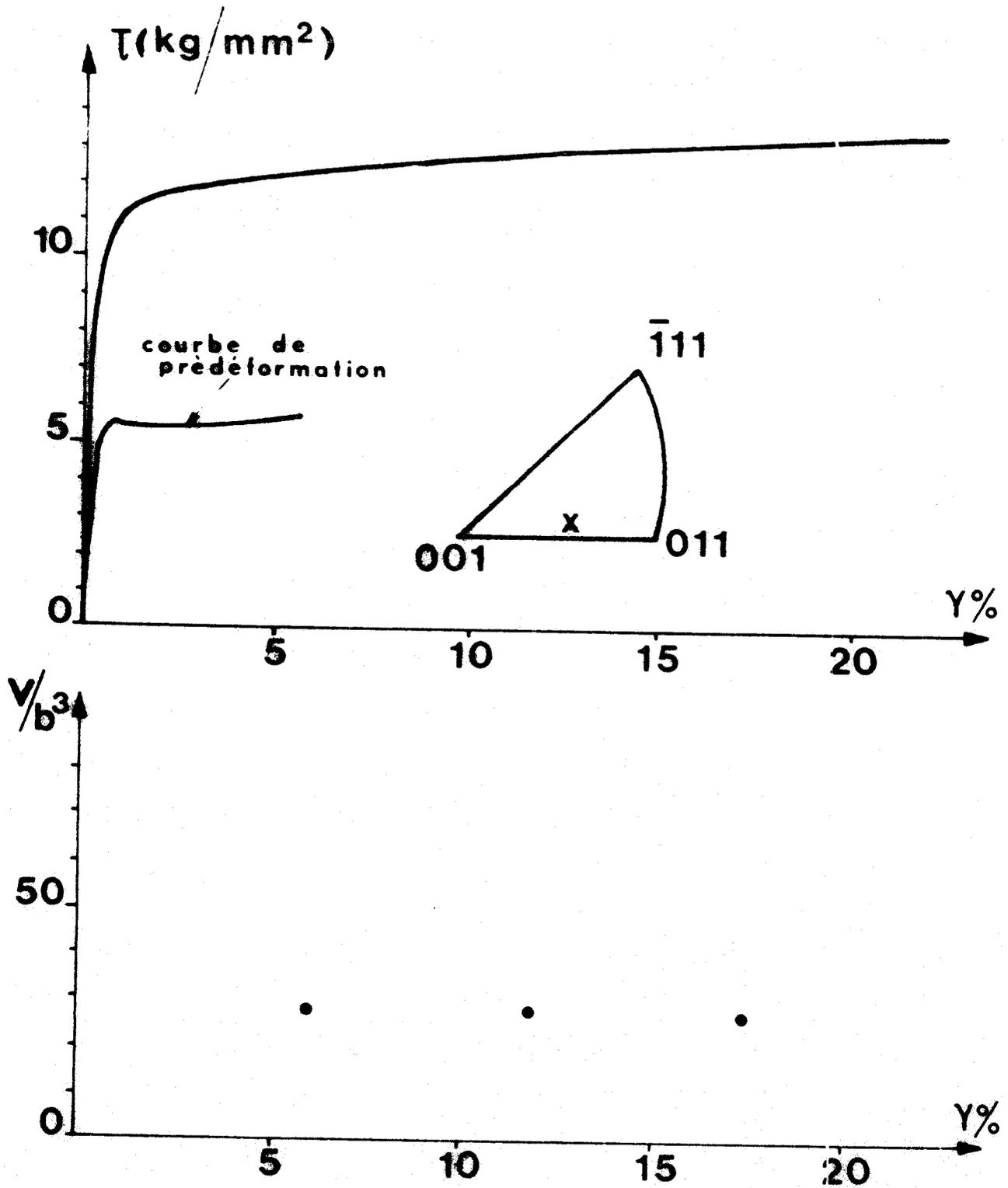


Fig 24 **COURBES  $\tau(\gamma)$  et  $V^*(\gamma)$  à 150°K**  
**obtenues après prédeformation à 200°K**  
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

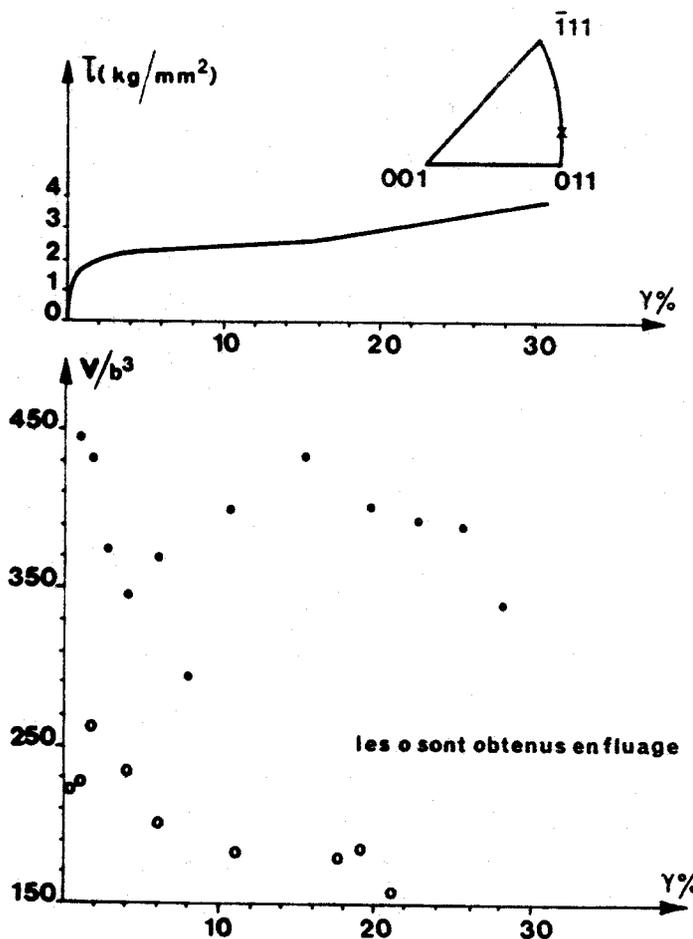


Fig 25  
 Courbes  $T(Y)$  et  $V^*(Y)$  a  $294^{\circ}\text{K}$   
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

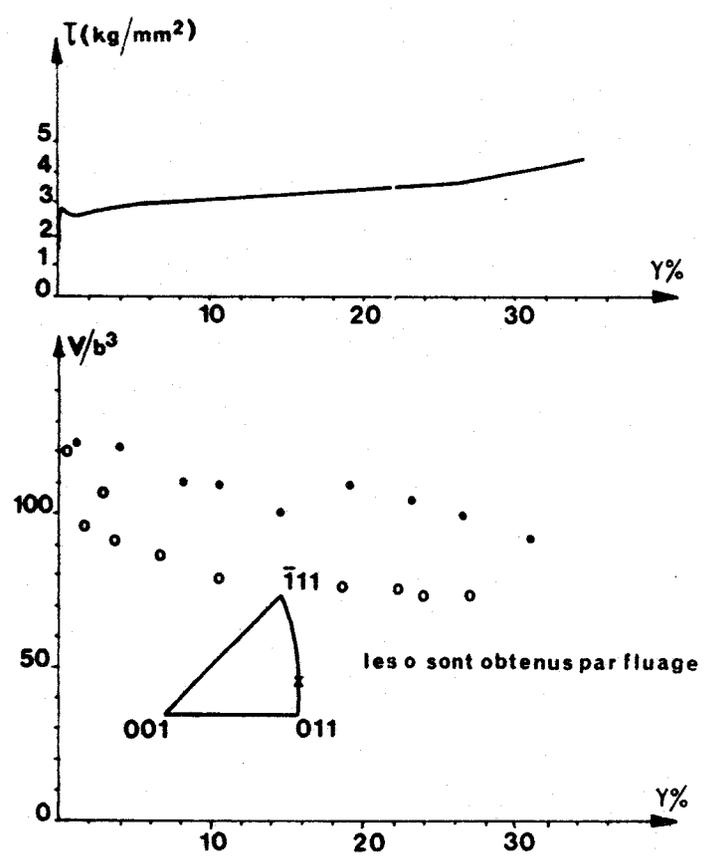


Fig 26  
 Courbes  $T(Y)$  et  $V^*(Y)$  a  $250^{\circ}\text{K}$   
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

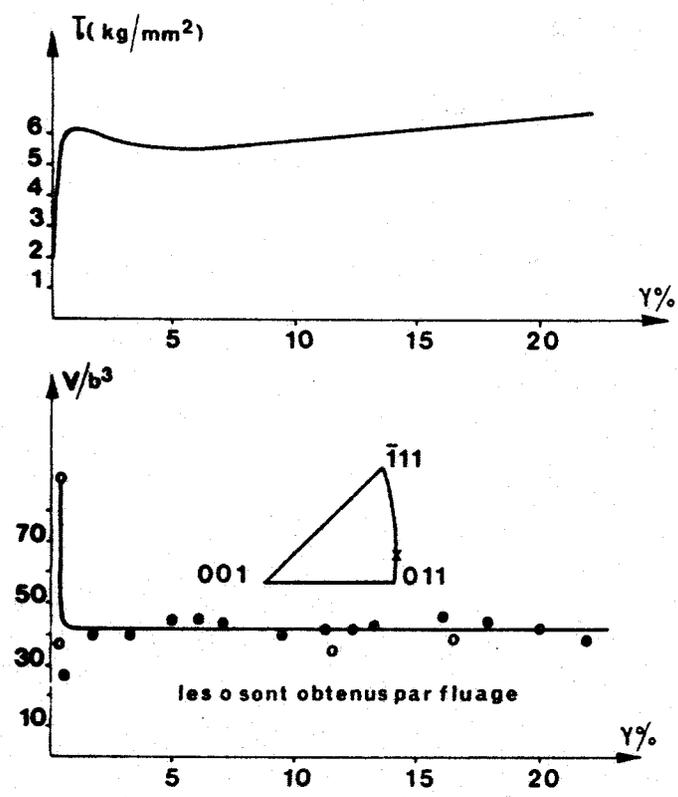


Fig 27  
 Courbes  $T(Y)$  et  $V^*(Y)$  a  $200^{\circ}\text{K}$   
 $\dot{\gamma}_0 = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$



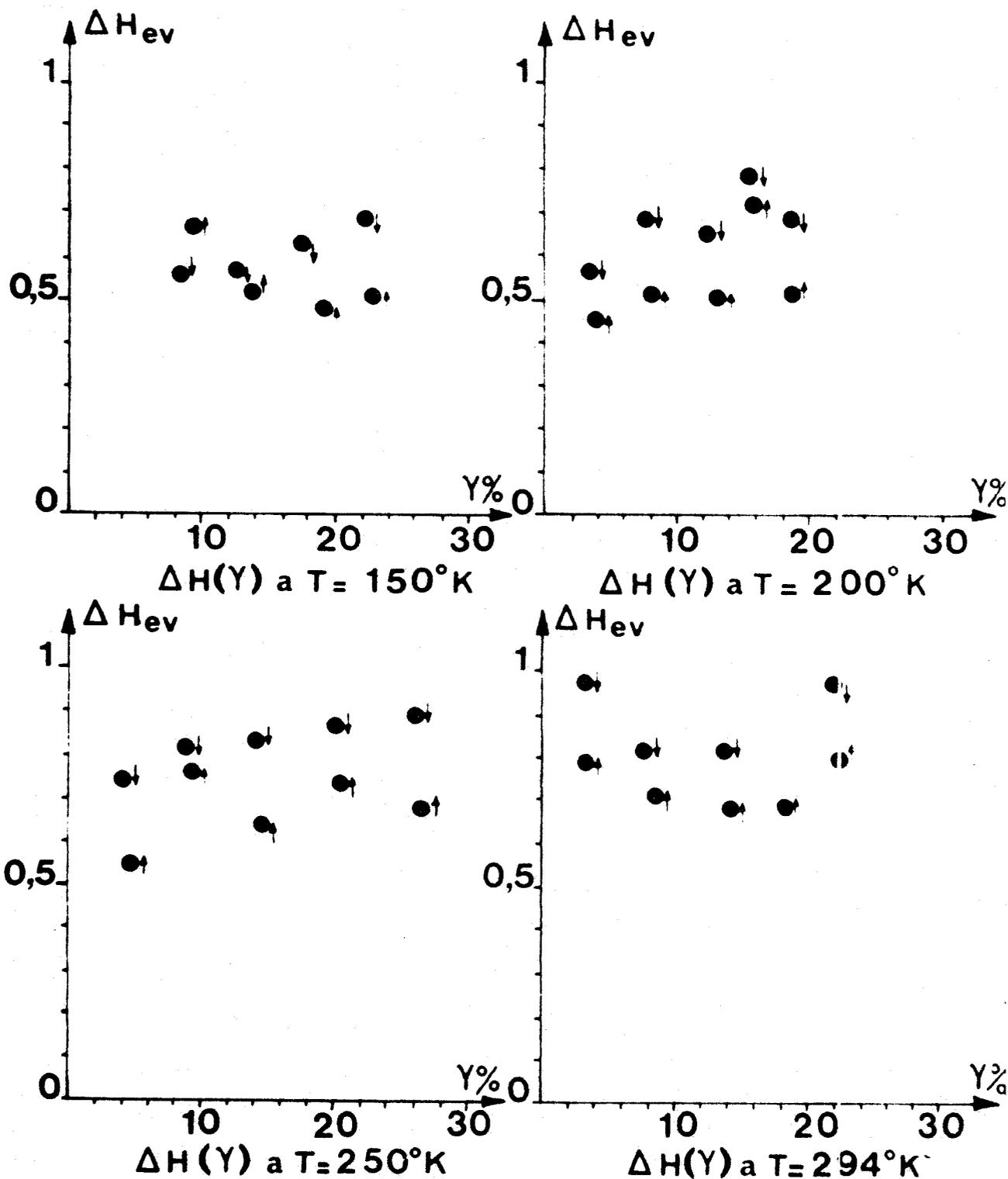


Fig 28 un saut de  $T_a(T + \Delta T)$  est noté  $\uparrow$

un saut de  $T_a(T - \Delta T)$  est noté  $\downarrow$

Courbes  $\Delta H(Y)$  pour le système de glissement  $(\bar{2}11) [111]$

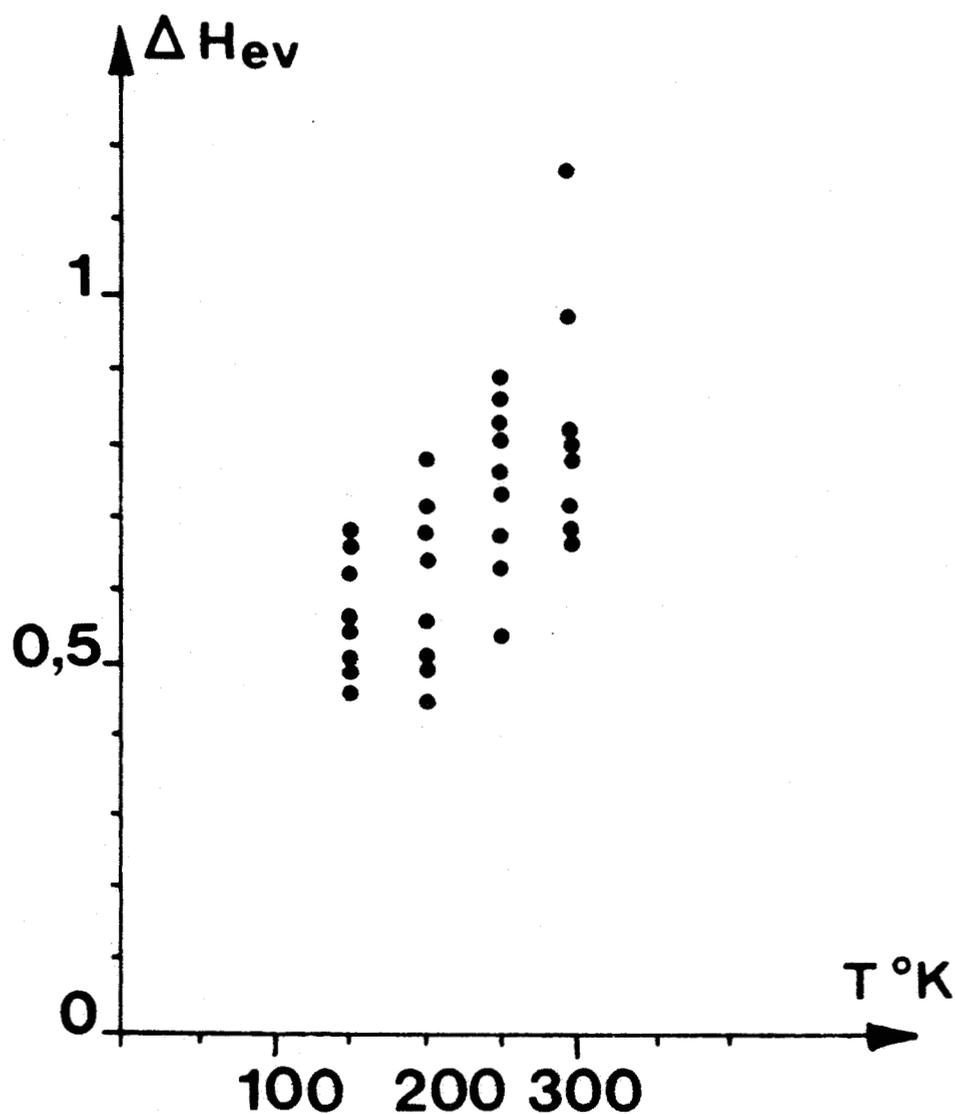


Fig 29

COURBES  $\Delta H(T^{\circ}K)$  pour le système de glissement  $(\bar{2}11)[111]$

