

50376
UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

1973
50376

1973

129

N° d'ordre : 407
129

THESE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES
ET DES TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE SPÉCIALITÉ

par

Ghislaine COULON

*

ETUDE DE LA CONSOLIDATION

DU FER MONOCRISTALLIN

PAR TOPOGRAPHIE DE BERG - BARRETT



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

U. E. R. DE PHYSIQUE FONDAMENTALE

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. DEFRETIN 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. BOURIQUET Robert	Biologie Végétale
M. CELET Paul	Géologie
M. CONSTANT Eugène	Physique Industrielle-Electronique
M. CORSIN Pierre	Paléobotanique
M. DECUYPER Marcel	Mathématiques Générales
M. DEFRETIN 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. ZEYTOUNIAN 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. BKOUCHE 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.
M ^{le} 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
M ^{me} 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. GOSSSELIN 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
M ^{le} KO SMANN Yvette	Mathématiques
M. KREMBEL Jean	Chimie
M. LAURENT François	Automatique
M ^{le} LEGRAND Denise	Mathématiques
M ^{le} 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. LOUCHET Pierre	C. U. E. E. P.
M. MAHIEU Jean-Marie	Physique (I.U.T.)
M ^{me} 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.)
M ^e 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
Mle 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,

REMERCIEMENTS

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 et l'I.R.S.I.D. qui nous a fourni les monocristaux de fer.

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

Enfin, je ne saurais oublier l'équipe de mécanique qui a exécuté avec compétence différentes pièces du montage de Berg-Barrett, Madame FOULON et Madame NAVREZ qui se sont chargées de la tâche bien ingrate de la frappe du manuscrit ainsi que Monsieur Luc GIARD qui a réalisé tous les travaux photographiques et l'équipe de polycopie qui a assuré l'impression de ce mémoire.

S O M M A I R E

Introduction.

CHAPITRE I. : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I.1. La méthode de Berg-Barrett.

- I.1.1. - Origine des contrastes.

- 1) Contraste d'extinction
- 2) Contrastes d'orientation et de déplacement.

- I.1.2. - Dispositif expérimental.

- I.1.2.1. Conditions pour l'obtention d'une résolution optimale.
- I.1.2.2. Conditions imposées par l'observation des monocristaux de fer.

I.1.2.3. Description de l'appareil.

- 1) Anticathode et filtre.
- 2) Collimateur et fentes
- 3) Platine goniométrique
- 4) Emulsions photographiques.

I.2. Préparation des surfaces et nature des topographies obtenues.

- I.2.1. - Préparation des surfaces.

- I.2.2. - Nature des topographies accessibles.

I.2.2.1. Différentes réflexions possibles.

- a) Première orientation.
- b) Deuxième orientation.

I.2.2.2. Localisation des systèmes de glissement actifs.

CHAPITRE II. : RESULTATS EXPERIMENTAUX

II.1. Première orientation.

- II.1.1. - Domaine des hautes températures.
- II.1.2. - Zone de transition
- II.1.3. - Domaine des basses températures.

II.2. Deuxième orientation.

- II.2.1. Murs (111)
- II.2.2. Feuillet de dislocations ($\bar{2}11$) et (211)
- II.2.3. Lignes de glissement sur le plat (001)

CHAPITRE III. : INTERPRETATION ET DISCUSSION.

III.1. Première orientation.

- III.1.1. - Nature des amas de dislocations observés au dessus de 200° K.
 - III.1.1.1. Recherche des sous-joints sans contrainte à longue distance.
 - III.1.1.2. Sous-joints sans contrainte à longue distance compatibles avec les résultats expérimentaux.
 - III.1.1.3. Comparaison avec les amas observés.
- III.1.2. - Signification et justification de la température de transition.
 - III.1.2.1. Signification de la température de transition.
 - III.1.2.2. Evaluation d'une température de transition.

III.2. Deuxième orientation.

- III.2.1. - Nature des murs (111)
- III.2.2. - Bandes le long du plan de glissement primaire.
 - III.2.2.1. Origine des points de rebroussement visibles sur le plat.
 - III.2.2.2. Origine des contrastes observés sur les lignes de glissement primaire et conjugué.
- III.2.3. - Influence du frottement de réseau sur l'évolution du durcissement avec la température.

Conclusion.

Annexe

Bibliographie.

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

Il est maintenant bien établi que la limite élastique des métaux de structure cubique centrée est essentiellement contrôlée par une friction inhérente au réseau, agissant uniquement sur les dislocations vis.

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 α monocristallin sur les systèmes $(\bar{1}01)$ $[111]$ (1^{ère} orientation) et $(\bar{2}11)$ $[111]$ (2^{ème} orientation) entre l'ambiante et 120° K et jusqu'à 30 % de déformation.

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

- la mesure des paramètres macroscopiques de la déformation : durcissement, volume et énergie d'activation.

Cette étude a été faite par Jacques LECOQ [1]

- parallèlement, nous avons développé une investigation systématique de la sous-structure de dislocations par topographie X et suivi son évolution avec la déformation et la température.

En effet, la distribution des dislocations au cours du durcissement des cristaux devient de plus en plus hétérogène et constitue une structure cellulaire. Ce résultat a été observé depuis quinze ans sur de nombreux cristaux métalliques ou non. En particulier, dans le cas des cubiques centrés, de nombreuses études, faites par microscopie électronique sur le Niobium [21, 16], sur le Fer [8, 22], ont montré que les parois cellulaires sont constituées de murs de dislocations, perpendiculaires à la direction de glissement primaire et de feuillets de dislocations, parallèles aux plans de glissement primaires. Ces amas de dislocations sont plus ou moins parfaits et induisent des contraintes à longue distance. Ils correspondent assez aux multipôles décrits par HAZZLEDINE [18].

Ces études ont également révélé que l'hétérogénéité de la sous-structure de dislocations est en rapport avec un durcissement en plusieurs stades, marqués par des taux de durcissement différents.

Toutefois, on dispose de peu d'observations à basse température (courbe contrainte-déformation parabolique) et à déformations élevées : quelques comparaisons ont été faites entre l'ambiante et une température plus basse, 158° K pour le niobium [12], 173° K pour le fer [22], mais le phénomène n'est pas décrit dans son ensemble. En outre, ces observations faites par microscopie électronique, sont par nature très locales, donc peu représentatives.

Aussi, nous avons étudié ces parois cellulaires par la méthode de Berg-Barrett [2], qui est une méthode de topographie par réflexion X. Celle-ci, dont le pouvoir séparateur atteint quelques microns, permet l'analyse, à l'échelle de l'échantillon, des amas de dislocations créés au cours de la déformation et des rotations cristallines qu'ils engendrent.

Les topographies de Berg-Barrett, dans le cas de la première orientation, montrent que la sous-structure de dislocations, hétérogène à haute température, devient de plus en plus homogène au fur et à mesure que la température décroît.

En effet, aux plus basses températures, le frottement de réseau sur les dislocations vis primaires et conjuguées réduit fortement leur mobilité et inhibe toute interaction entre elles, préservant ainsi un réseau homogène de dislocations. Par contre, l'affaiblissement de ce frottement de réseau avec la température permet la formation d'amas de dislocations le long des lamelles de glissement. La transition entre les deux types de configuration s'effectue vers 200° K environ.

Dans le cas de la deuxième orientation, seules deux températures ont été étudiées : l'ambiante et 250° K. La sous-structure de dislocations observée est également hétérogène. Nous pensons poursuivre cette étude ultérieurement dans le domaine des basses températures.

Les différentes techniques expérimentales sont décrites dans le premier chapitre, les résultats sont rassemblés dans le deuxième chapitre. Le dernier chapitre est consacré à leur interprétation.

CHAPITRE I. : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I.1. - LA METHODE DE BERG-BARRETT

Jusqu'à présent l'examen des configurations de dislocations a surtout été fait par microscopie électronique. Son haut pouvoir de résolution permet en effet la mise en évidence des dislocations individuelles.

Mais, au taux de déformation étudié ici, les nombreuses dislocations, créées au cours de la déformation, se regroupent en amas plus ou moins grossiers. La microscopie électronique se révèle alors inadéquat, car les zones examinées par transmission sont trop petites pour être représentatives de la configuration dans son ensemble.

Il est donc nécessaire de la suppléer par une technique d'investigation, de moins haute résolution, mais capable de donner une vue plus générale du réseau de dislocations.

La méthode de Berg-Barrett présente cet avantage. C'est une méthode par réflexion X. Elle permet, en outre, l'observation des phénomènes en épaisseur sur une dizaine de microns et ne nécessite la préparation que d'une seule surface.

Cependant son pouvoir séparateur (quelques microns) est limité par la largeur du domaine de réflexion autour de l'angle de Bragg et par la taille du grain de la plaque photographique utilisée. De plus, compte-tenu de son faible grossissement (20 à 100 fois), seule l'observation des monocristaux est possible.

Pour une meilleure compréhension des topographies obtenues, nous rappelons tout d'abord brièvement l'origine des contrastes observés. Nous décrivons ensuite le dispositif expérimental.

I.1.1. Origine des contrastes [3]

Les contrastes présents sur les topographies X sont directement reliés à la largeur $\Delta\theta$ du domaine de réflexion autour de l'angle de Bragg.

Dans le cas d'un cristal parfait, non déformé, les ondes qui traversent le cristal se détruisent mutuellement par interférences successives, de sorte que la surface topographiée apparaît comme un fond continu clair : c'est l'extinction primaire.

L'apparition de défauts dans le cristal perturbe ce spectre continu et donne lieu à deux types de contraste :

1°) Contraste d'extinction.

Il est dû aux contraintes inhomogènes dans le réseau. La présence d'un défaut (dislocation) a pour effet de diminuer localement l'extinction primaire ; ceci se traduit sur la gélatine par un contraste noir sur un fond continu plus clair. Ce contraste permet, par exemple, l'observation de dislocations individuelles lorsqu'elles ne sont pas trop nombreuses.

2°) Contrastes d'orientation et de déplacement.

Ils sont dûs à une rotation locale du réseau (provoquée par un sous-joint par exemple). Ils dépendent de l'orientation du vecteur de rotation $\vec{\Omega}$ par rapport au faisceau incident. Soit :

$$\vec{\Omega} = \vec{\Omega}_1 + \vec{\Omega}_2 + \vec{\Omega}_3 \quad (1)$$

où $\vec{\Omega}_1$ est la normale au plan réflecteur, $\vec{\Omega}_2$ l'intersection du plan réflecteur avec le plan d'incidence et $\vec{\Omega}_3$ la normale au plan d'incidence.

La composante $\vec{\Omega}_1$, perpendiculaire au plan réflecteur, laisse inchangé l'angle d'incidence et n'intervient donc pas dans le contraste.

La composante $\vec{\Omega}_3$, perpendiculaire au plan d'incidence, intervient au contraire directement : une rotation γ change d'autant l'angle de réflexion. Sitôt que γ est supérieur à la largeur de réflexion utilisée $\Delta\theta$, c'est-à-dire quelques minutes (§ I.1.2.3.2.), il n'y a plus réflexion des rayons X : la zone désorientée est à l'origine d'un contraste noir-blanc appelé "contraste d'orientation" (PL. III - fig. 29).

La composante $\vec{\Omega}_2$, d'angle β , entraîne une variation faible de l'angle d'incidence $\delta\theta \approx 0,5 \beta^2$. A l'incidence de Bragg, dans les conditions usuelles où la largeur $\Delta\theta$ est supérieure à la minute et où la composante β n'excède pas quelques degrés, cela signifie que le faisceau incident reste

encore en position de réflexion. Par contre le rayon réfléchi est dévié perpendiculairement au plan d'incidence. Si D' représente la distance échantillon-plaque photographique, le point image se déplace de :

$$\Delta y = 2\beta D' \sin\theta \quad (2)$$

déplacement nettement perceptible avec le pouvoir de résolution de notre montage. Une ligne de contraste d'extinction par exemple, sera déplacée de cette quantité : cet effet est désigné assez improprement sous le nom de "contraste de déplacement".

Dans un "mur" de dislocations (sous-joint ou paroi cellulaire de sous-structure) qui apparaît, en général, au moins par contraste d'extinction, deux caractères peuvent ainsi être séparés par l'analyse des contrastes obtenus :

- (i) - la désorientation relative de part et d'autre du mur, c'est-à-dire le nombre de dislocations en excès d'un signe par rapport à l'autre : c'est la détermination de la composante $\vec{\Omega}_3$; c'est-à-dire du contraste d'orientation.
- (ii) - le nombre relatif de dislocations dont le signe se compense dans le mur et qui ne participent pas à la désorientation. Ces dislocations donnent à la paroi un léger caractère de pliage dont la présence est clairement mise en évidence par le contraste de déplacement : à la traversée du mur, une ligne de contraste étrangère subit en effet un déplacement successivement dans une direction, puis dans la direction opposée, accusant ainsi un point de rebroussement caractéristique des composantes $+\beta$ et $-\beta$ de la rotation du réseau cristallin à cet endroit (PL. III. - fig. 30).

I.1.2. Dispositif expérimental.

I.1.2.1. Conditions pour l'obtention d'une résolution optimale.

Notre montage a été réalisé en vue d'obtenir une résolution optimale.

Pour réduire la divergence verticale du faisceau incident, nous utilisons un tube à foyer linéaire horizontal [2].

D'autre part, si la plaque photographique est placée très près de la surface à topographier, les divergences horizontale et verticale [2] s'en trouvent diminuées d'autant. Dans toutes nos topographies la plaque

photographique a donc été positionnée parallèlement au faisceau incident (fig. 1), cette disposition permettant de réduire au maximum la distance échantillon-film (quelques millimètres dans la plupart des cas).

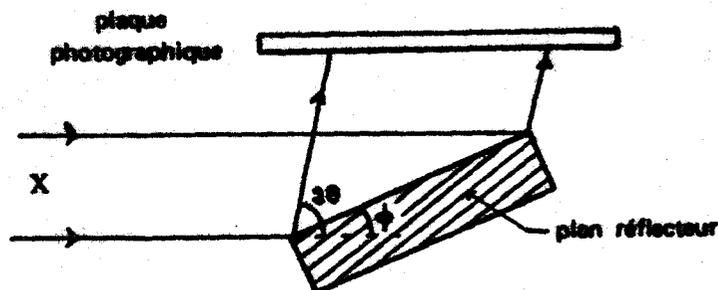


Fig. 1. : Cristal en position de réflexion.

En conséquence, dans le cas général, surface et plaque ne sont pas parallèles ; il en résulte une distorsion horizontale de l'image dont le grandissement est :

$$\gamma = \frac{\sin(2\theta - \phi)}{\sin 2\theta} \tag{3}$$

θ représente l'angle de Bragg de la réflexion utilisée et ϕ l'angle entre le rayon incident et la surface de l'échantillon.

γ est toujours inférieur à 1, sauf dans le cas de l'incidence rasante où il est égal à 1 : d'où l'intérêt de travailler dans ces conditions particulières.

En outre, le rayon diffracté pénètre obliquement dans la gélatine, l'image d'un point sera, en fait, un trait horizontal : d'où la nécessité d'utiliser des plaques à faible épaisseur de gélatine et de choisir de préférence les réflexions dont l'angle θ est voisin de 45° (pénétration normale du faisceau).

1.1.2.2. Conditions imposées par l'observation des monocristaux de fer.

Le problème le plus important rencontré dans l'application de la méthode de Berg-Barrett est l'élimination du bruit de fond. Celui-ci est

essentiellement dû à la fluorescence du cristal étudié, à la diffusion inélastique des rayons X et aux rayons diffractés parasites. Ce dernier phénomène apparaît lorsque la relation de Bragg est vérifiée simultanément pour plusieurs familles de plans réflecteurs. Compte-tenu de la faible valeur de D' (§ 1.1.2.1.) les différentes images se superposent. Nous n'avons jamais observé cet effet.

Par contre, les deux premiers phénomènes produisent sur la plaque photographique un fond continu noir qui se superpose à l'image.

Il est alors nécessaire d'interposer un filtre approprié entre l'échantillon et le film.

- élimination de la fluorescence

Le filtre est d'autant plus efficace que le rapport entre les coefficients de transmission du faisceau diffracté et du faisceau fluorescent est grand.

Ainsi la fluorescence sera d'autant plus réduite si [4] d'une part on choisit une anticathode dont la longueur d'onde est nettement supérieure à celle de la fluorescence K du fer ($\lambda = 1,74 \text{ \AA}$) et si d'autre part on choisit un filtre dont la longueur d'onde d'absorption K est comprise entre celle du faisceau diffracté et du faisceau fluorescent.

L'emploi de la raie K_{α} du Chrome ($\lambda = 2,29 \text{ \AA}$) et d'un filtre en vanadium ($\lambda_{\text{abs}} = 2,26 \text{ \AA}$) se révèle être le plus approprié pour l'observation de monocristaux de fer.

- élimination de la diffusion inélastique.

On a pu constater expérimentalement que cet ensemble permet de réduire appréciablement le bruit de fond dû à la diffusion inélastique des rayons X et ne nécessite pas ainsi l'utilisation d'un second filtre.

1.1.2.3. Description de l'appareil.

Compte-tenu des remarques précédentes, nous avons choisi le dispositif expérimental suivant (fig. 2) :

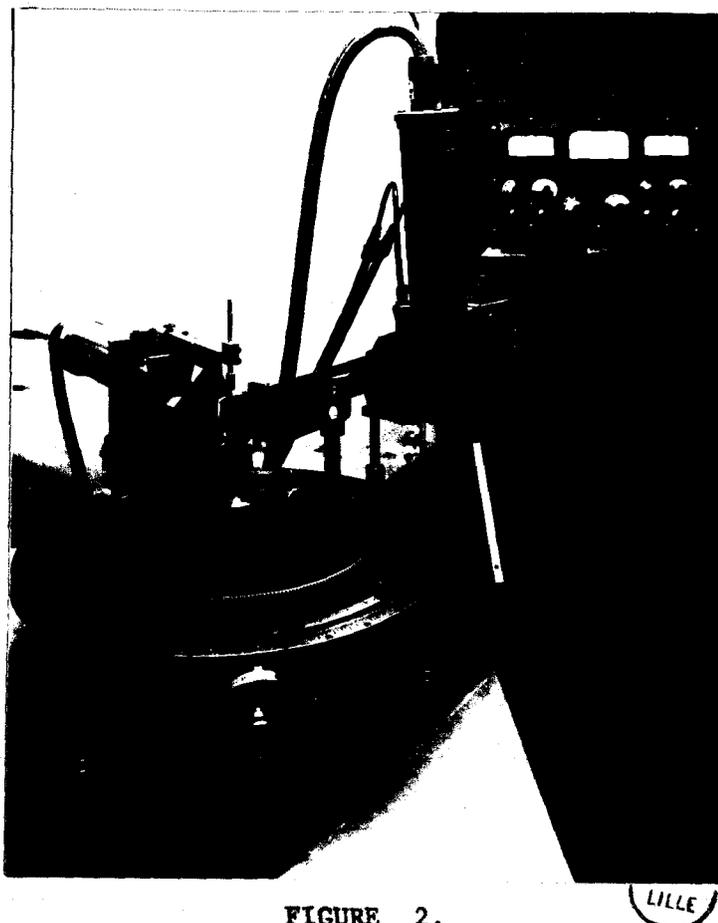


FIGURE 2.

1°) Anticathode et filtre.

Le tube à rayons X, à anticathode de chrome, supporte une puissance maximum de 450 watts. Les conditions normales de fonctionnement sont :
 $U = 50 \text{ kV}$, $I = 7,5 \text{ mA}$.

Son foyer linéaire, horizontal, a les dimensions suivantes : $7 \times 0,07 \text{ mm}^2$

Le filtre est constitué par une feuille de vanadium d'épaisseur $0,025 \text{ mm}$, placée tout contre la plaque photographique. Il a un facteur de transmission égal à $0,5$ pour la raie K_{α} et absorbe quasi totalement la raie K_{β} ($\lambda = 2,06 \text{ \AA}$) de l'anticathode.

2°) Collimateur et fentes.

A la sortie du tube, on place une fente verticale dont la largeur est réglable de 0 à 2 mm au centième près. Un collimateur, long de 300 mm , précède ensuite une seconde fente réglable en hauteur et en largeur.

La première fente permet de réduire la divergence du faisceau incident, donc d'améliorer la résolution de notre appareil. La limite inférieure nous étant imposée par le pouvoir de résolution des plaques photographiques utilisées, nous avons généralement travaillé avec des largeurs de fente variant de $0,10$ à $0,25 \text{ mm}$; c'est-à-dire avec un faisceau divergent de $1'$ à $3'$.

La longueur du collimateur a été choisie de façon à recueillir à la sortie de celui-ci un faisceau X à la fois peu divergent et suffisamment intense (la raie K_{α} du chrome est fortement absorbée par l'air).

La seconde fente joue le rôle de source effective. En réglant l'ouverture de celle-ci, on sélectionne ainsi une surface à topographier plus ou moins grande.

3°) Platine goniométrique.

Elle comprend :

- Une tête goniométrique verticale, placée en son centre. L'échantillon est mis en position de Bragg grâce aux trois degrés de liberté de la tête.

- Un compteur mobile, tournant autour de l'axe de la platine. C'est un photo-scintillateur à cristal Na I activé au thallium.

La cassette contenant la plaque photographique est solidaire du compteur ; on la place parallèlement au faisceau incident une fois que le faisceau diffracté est localisé.

4°) Emulsions photographiques.

Deux types de plaques de haute résolution, à faible épaisseur de gélatine, répondent à nos besoins : les plaques M.R.P. (Kodak) de résolution $0,5 \mu\text{m}$ et les plaques nucléaires Ilford de $10 \mu\text{m}$ d'épaisseur de gélatine et de résolution $1 \mu\text{m}$.

Nous avons cependant préféré ces dernières, car, malgré leur pouvoir de résolution plus faible, elles sont plus sensibles et nécessitent ainsi des temps de pose moins longs. Toutefois, ceux-ci varient, selon les réflexions utilisées et les surfaces topographiées, de 15 à 24 heures.

Ces émulsions se développent dans du révélateur D.19b Kodak suivant un procédé décrit par Newkirk [5].

Pour l'ensemble de nos topographies, l'émulsion se trouve à une distance D' de quelques millimètres environ de la surface observée.

On peut remarquer que, même dans les cas les plus défavorables ($D' \sim 5$ mm), notre appareil reste performant. Ainsi, pour une largeur de fente d'entrée $l = 0,10$ mm, la résolution $x = \frac{l}{L} D'$, où L représente la longueur du collimateur, est égale à 1,5 μ m environ.

I.2. - PREPARATION DES SURFACES ET NATURE DES TOPOGRAPHIES OBTENUES

I.2.1. Préparation des surfaces.

Après déformation plastique, on découpe à la scie chimique à fil un morceau ($10 \times 3 \times 1$ mm³) dans la partie médiane de l'éprouvette, là où la déformation est la plus homogène. Le bain de découpage a la composition suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} 80 \text{ ml } \text{H}_2\text{O}_2 \text{ à } 110 \text{ volumes} \\ 20 \text{ ml } \text{HF} \end{array} \right.$$

Compte-tenu de la géométrie de nos échantillons deux faces sont observables : le plat et la tranche.

Afin d'étudier ce qui se passe réellement à l'intérieur du cristal et d'éliminer tous les défauts superficiels, on polit chimiquement les surfaces à topographier à l'aide du bain suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} 95 \text{ ml } \text{H}_2\text{O}_2 \text{ à } 110 \text{ volumes} \\ 5 \text{ ml } \text{HF} \end{array} \right.$$

Ce polissage s'est révélé efficace sur le plat de l'échantillon ; par contre, sur la tranche il ne suffit pas à effacer l'écrouissage dû au découpage mécanique de l'éprouvette à la scie d'horloger [1].

Pour cette raison, une fois le plat topographié, on coupe à nouveau à la scie chimique l'échantillon dans le sens de la longueur et on topographie une des deux tranches en regard, préalablement polie chimiquement.

I.2.2. Nature des topographies accessibles.

I.2.2.1. Différentes réflexions possibles.

Pour la raie K_{α} du chrome et pour le fer dont le réseau est cubique centré de paramètre $a = 2,87 \text{ \AA}$, seuls trois types de réflexions vérifient la relation $\lambda = 2d \sin\theta$ lorsque le cristal est en position de Bragg :

\vec{g}	θ	Facteur de structure : F^2
< 110 >	34° 24'	1414
< 200 >	53°	961
< 211 >	77° 54'	718

Fig. 3

Les réflexions du type < 211 > ont été éliminées systématiquement à cause de leur facteur de structure relativement faible et surtout de leur angle de Bragg trop écarté de 45° (§ I.1.2.1.).

D'autre part la géométrie des échantillons restreint le nombre des réflexions < 110 > et < 200 > qui sont utilisables. Le cas des échantillons de 1^{ère} orientation et celui des échantillons de 2^{ème} orientation sont différents, et doivent être ici discutés séparément.

Les éprouvettes de 1^{ère} orientation ont été découpées de façon à étudier la déformation plastique du fer par glissement sur le système primaire $(\bar{1}01) [111]$ (facteur de Schmid égal à 0,5).

Pour la 2^{ème} orientation l'axe de traction a été choisi de façon à solliciter le système de glissement $(\bar{1}\bar{1}2) [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ (facteur de Schmid de 0,5).

a) 1^{ère} orientation

- Le plat est un plan (001)

Seule la réflexion (001) est possible ; les autres réflexions < 110 >, (100) et (010) ont un plan réflecteur trop incliné par rapport

1ère orientation

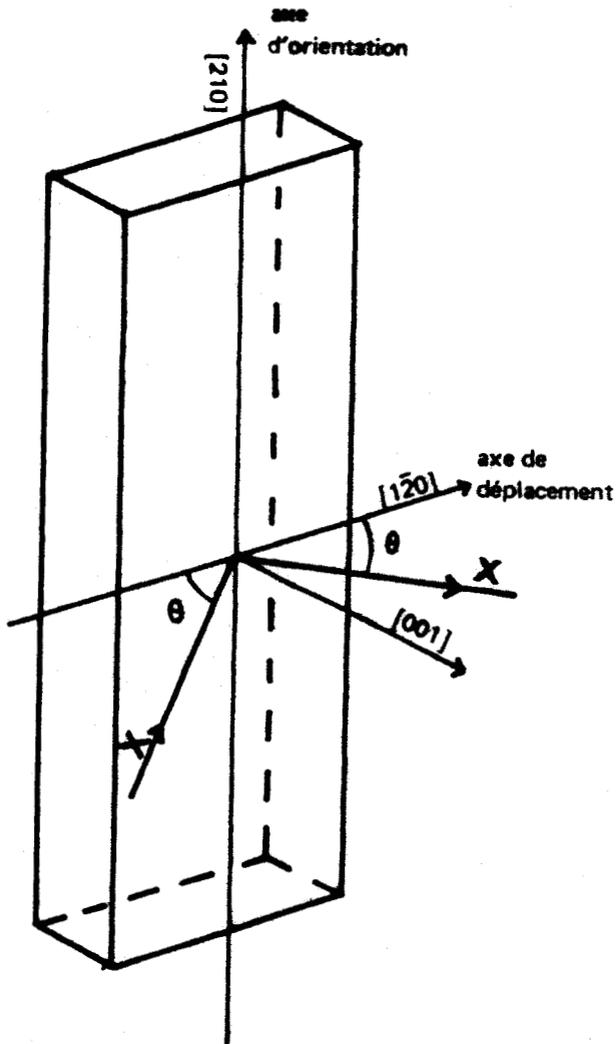


Figure : 4

Position de l'éprouvette lors d'une topographie de la face (001)

Plan réflecteur utilisé : (001)

$$\theta = 53^\circ$$

Plan d'incidence : (210)

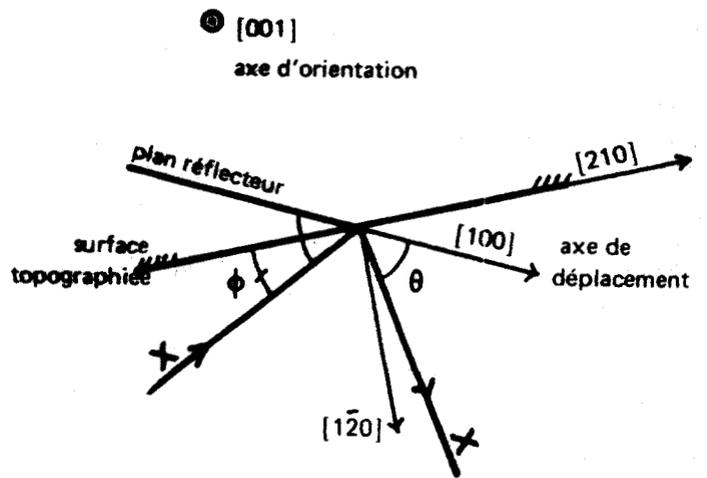


Figure : 5

Coupe dans le plan d'incidence (001).

Position de l'éprouvette lors d'une topographie de la face (120).

Plan réflecteur utilisé : (010) - $\theta = 53^\circ$

$$\text{angle d'incidence } \phi = 27^\circ$$

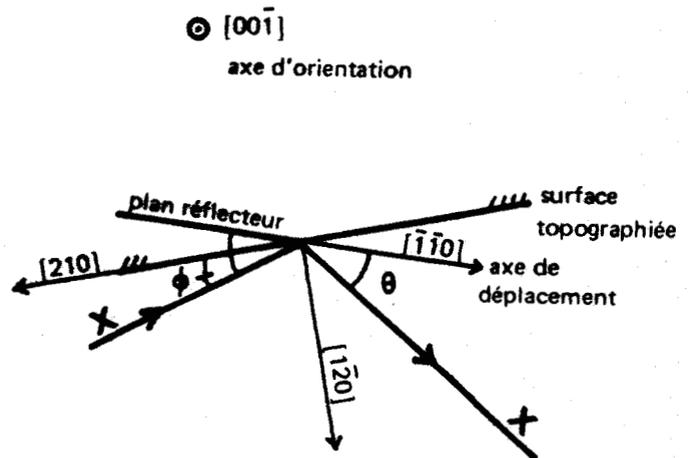


Figure : 6

Coupe dans le plan d'incidence (001)

Position de l'éprouvette lors d'une topographie de la face (120).

Plan réflecteur utilisé : (110) - $\theta = 35^\circ$

$$\text{angle d'incidence } \phi = 16^\circ$$

à la surface à topographier. La réflexion (001) est une réflexion symétrique : surface et plan réflecteur sont confondus ; elle présente l'avantage d'avoir un angle de Bragg voisin de 45°, par contre il y a une légère distorsion horizontale de l'image ($\gamma = 0,83$). Nous avons topographié la surface dans deux positions différentes :

* L'axe $[210]$ est vertical (fig. 4). C'est l'axe sur lequel les composantes des rotations cristallines donnent un contraste d'orientation. Nous le désignons dans la suite par "axe d'orientation". (§ I.1.1.2.). L'axe de déplacement est suivant la direction $[\bar{1}\bar{2}0]$.

* La surface est tournée de 90° autour de $[001]$. L'axe $[\bar{1}\bar{2}0]$ devient maintenant l'axe d'orientation, tandis que l'axe $[210]$ est l'axe de déplacement.

- La tranche est un plan $(\bar{1}\bar{1}0)$.

Pour les mêmes raisons que précédemment, deux réflexions sont ici utilisables :

$$* \vec{g} = [1\bar{1}0]$$

Le plan réflecteur $(\bar{1}\bar{1}0)$ est en zone avec la surface, l'axe de zone étant $[001]$. (fig. 6). En position de réflexion, l'échantillon est placé de façon à ce que l'axe $[001]$ soit vertical ; l'angle d'incidence est égal à $\phi = 16^\circ$. Nous sommes ici dans un cas favorable, proche de l'incidence rasante ($\gamma \neq 1$)

L'axe d'orientation est ici l'axe $[001]$; l'axe des contrastes de déplacement est suivant la direction $[110]$.

$$* \vec{g} = [0\bar{1}0]$$

Le plan $(0\bar{1}0)$ est aussi en zone avec la surface, l'axe de zone étant $[001]$ (fig. 5). L'échantillon est positionné de manière à ce que cet axe soit vertical. L'angle d'incidence est égal à $\phi = 27^\circ$. L'axe d'orientation est parallèle à $[001]$ et l'axe de déplacement à $[100]$.

Ainsi, pour toute désorientation, $\vec{g} = [hkt]$, introduites en cours

de la déformation, ces deux dernières réflexions permettent de savoir si h et l sont nuls ou pas. Les topographies effectuées sur la face (001), ainsi que celle effectuée sur la face ($\bar{1}\bar{2}0$) pour la réflexion $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}0]$ nous donnent des relations entre les indices h et k .

Par contre, sauf dans le cas où il est nul, l ne peut être complètement déterminé à partir des contrastes obtenus pour cette géométrie.

b) 2^{ème} orientation

- Le plat est un plan (001)

Comme on l'a vu précédemment, seule la réflexion (001) est possible. On a également topographié cette surface dans deux positions différentes :

* L'axe $[\bar{1}\bar{1}0]$ est vertical (fig. 7), il détermine les contrastes d'orientation ; l'axe de déplacement est parallèle à $[\bar{1}10]$

* La surface est tournée de 90° autour de $[001]$: l'axe d'orientation est parallèle à $[\bar{1}10]$, l'axe de déplacement à $[\bar{1}\bar{1}0]$

- La tranche est un plan ($\bar{1}10$)

Seules trois réflexions sont utilisables :

* $\vec{g} = [\bar{1}00]$

Le plan réflecteur ($\bar{1}00$) est en zone avec la surface, l'axe de zone étant $[\bar{1}10]$ (fig. 9). En position de réflexion l'axe $[00\bar{1}]$ est vertical, il détermine ainsi les contrastes d'orientation ; l'axe de déplacement est parallèle à $[010]$. L'angle d'incidence est égal à $\phi = 8^\circ$.

* $\vec{g} = [010]$

Le plan réflecteur (010) est en zone avec la surface, autour de l'axe $[\bar{1}10]$ (fig. 8). En position de réflexion l'axe $[00\bar{1}]$ est toujours placé verticalement : c'est l'axe d'orientation ; l'axe de déplacement est suivant la direction $[\bar{1}00]$. L'angle d'incidence est égal à $\phi = 8^\circ$.

* $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}0]$

C'est une réflexion symétrique, l'angle d'incidence ϕ est égal à l'angle

2ème orientation

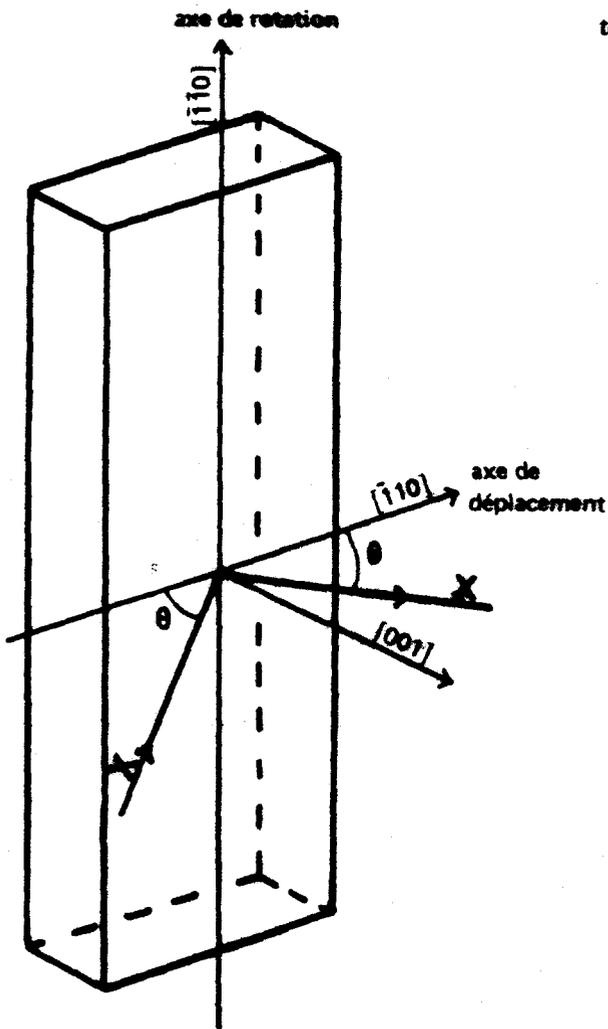


Figure : 7

Position de l'éprouvette lors d'une topographie de la face (001)

Plan réflecteur utilisé : (001)

$$\theta = \phi = 53^\circ$$

Plan d'incidence : $(\bar{1}\bar{1}0)$

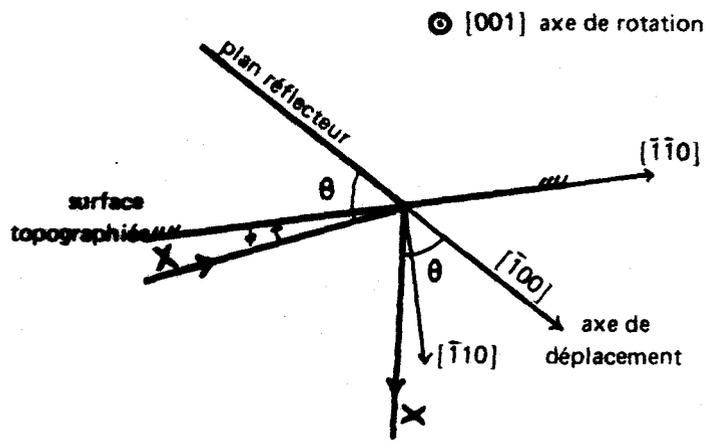


Figure : 8

Coupe dans le plan d'incidence (001).

Position de l'éprouvette lors d'une topographie de la face $(\bar{1}\bar{1}0)$.

Plan réflecteur utilisé : (010) - $\theta = 53^\circ - \phi = 8^\circ$

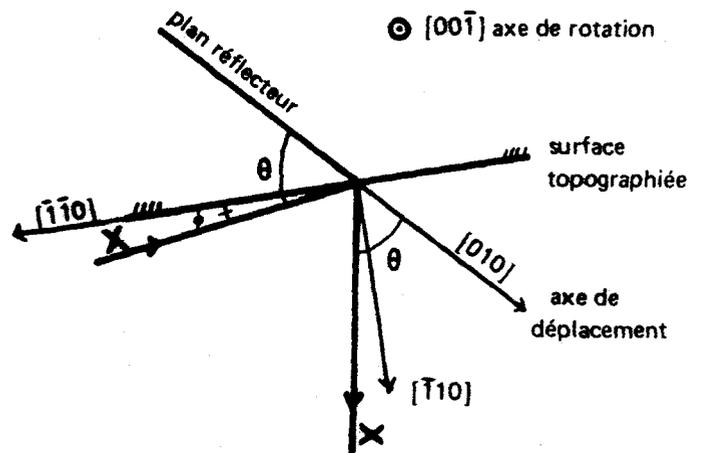


Figure : 9

Coupe dans le plan d'incidence $(00\bar{1})$.

Position de l'éprouvette lors d'une topographie de la face $(\bar{1}\bar{1}0)$.

Plan réflecteur : $(\bar{1}00)$ - $\theta = 53^\circ - \phi = 8^\circ$.

◎ [001] axe de rotation

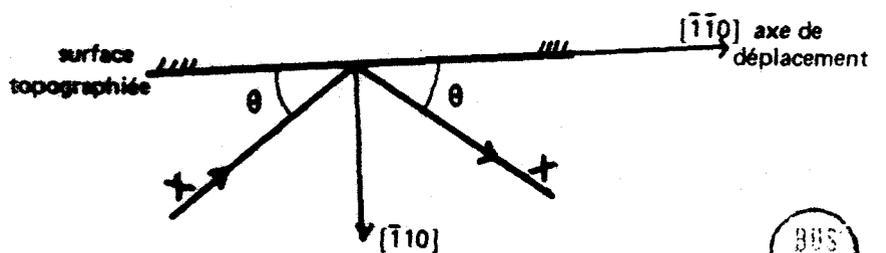


Figure : 10

Coupe dans le plan d'incidence (001)

Topographie de la face $(\bar{1}\bar{1}0)$

Plan réflecteur : $(\bar{1}\bar{1}0)$ - $\theta = \phi = 35^\circ$



de Bragg $\theta \approx 35^\circ$. (le grandissement γ est égal à 0,63). En position de réflexion l'axe $[001]$ est vertical (fig. 10), c'est l'axe d'orientation ; l'axe de déplacement est suivant la direction $[110]$.

Ainsi, pour toute désorientation $\vec{\Omega} = [hkl]$ du réseau cristallin, les contrastes présents sur les topographies permettent de savoir si h , k , l sont nuls ou pas, et nous donnent des relations entre h et k .

Par contre, sauf dans le cas où il est nul, l reste indéterminé.

I.2.2.2. Localisation des systèmes de glissement actifs.

a) 1^{ère} orientation

Pour cette orientation le système conjugué $(101) [\bar{1}11]$ a un facteur de Schmid voisin de 0,5, il y a de fortes chances pour qu'il devienne actif dès les premiers pourcents de déformation.

Les deux systèmes primaire et conjugué sont mis en évidence sur les topographies de la façon suivante (fig. 11) :

- * Ils ont même trace sur la face (001) , suivant la direction $[010]$.
- * Sur la tranche $(1\bar{2}0)$ ils ont des traces symétriques par rapport à $[001]$, faisant entre elles un angle de 96° environ.

b) 2^{ème} orientation

Cette fois-ci le système conjugué $(112) [\bar{1}\bar{1}1]$ a un facteur de Schmid relativement faible (0,38), de ce fait il jouera peu de rôle sauf aux grandes déformations (30 %).

Les deux systèmes primaire et conjugué apparaissent sur les topographies avec les caractéristiques suivantes (fig. 12) :

- * Les deux plans $(\bar{1}\bar{1}2)$ et (112) sont en zone avec la face (001) , l'axe de zone est $[\bar{1}\bar{1}0]$: leurs traces sont donc confondues suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$ sur le plat.
- * Sur la tranche $(1\bar{1}0)$ leurs traces sont parallèles aux deux directions de glissement $[\bar{1}\bar{1}1]$ et $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ contenues dans le plan de la surface. Elles sont symétriques par rapport à $[001]$ et font entre elles un angle de 108° environ.

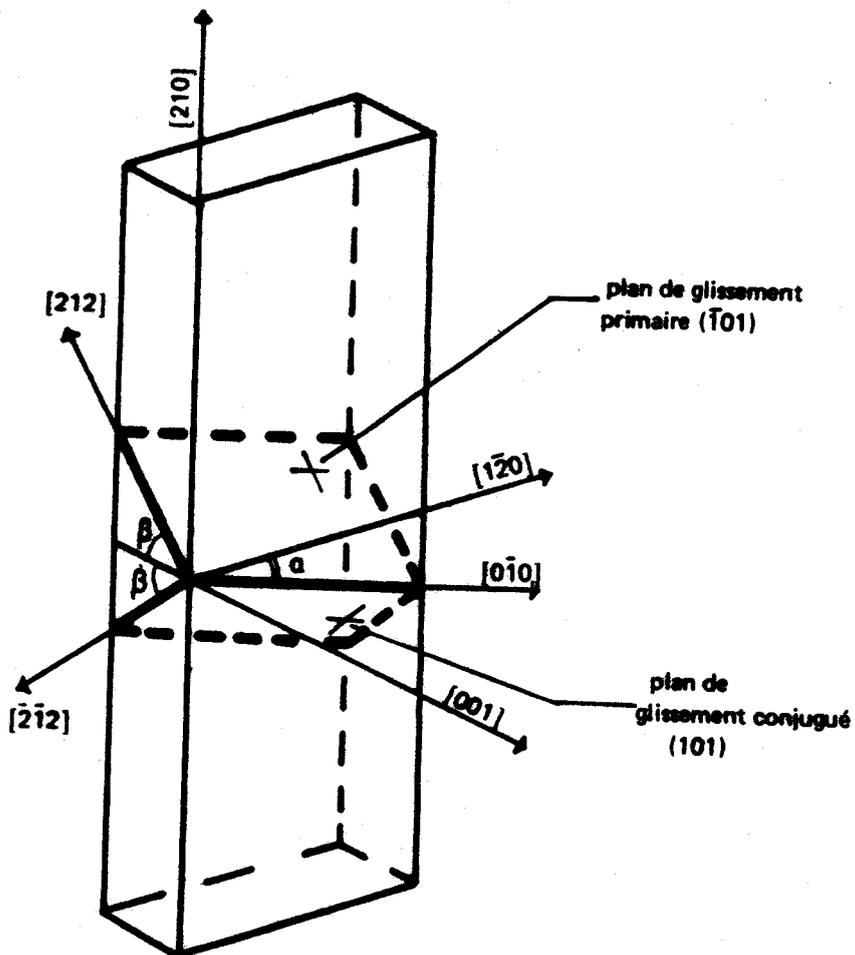


Figure : 11
 Echantillon de 1^{ère} orientation
 Trace des systèmes de glissement actifs
 $\alpha = 26^{\circ}57$ - $\beta = 48^{\circ}19$

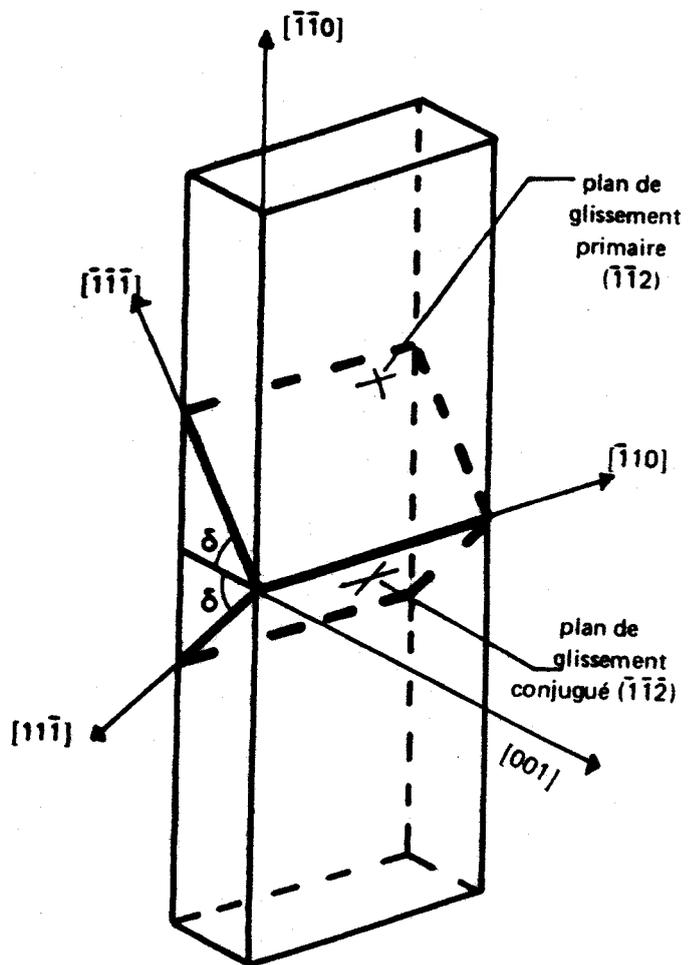


Figure : 12
 Echantillon de 2^{ème} orientation
 Trace des systèmes de glissement actifs
 $\delta = 54^{\circ}74$

CHAPITRE II. : RESULTATS EXPERIMENTAUX

II.1. - PREMIERE ORIENTATION

L'étude des grandeurs macroscopiques caractérisant la déformation des échantillons de première orientation montre l'existence de deux régimes de déformation différents de part et d'autre de 200° K [1]. (fig. 13c + 19c).

Parallèlement à cette étude, nous avons suivi l'évolution de la sous-structure de dislocations avec la température de l'ambiante à 123° K. Pour chaque température nous avons comparé la sous-structure mise en place après 8 % de déformation avec celle obtenue après 20 % de déformation.

Nos observations confirment la présence d'une transition aux alentours de 200° K. En conséquence, nous présentons nos résultats en trois parties : domaine des hautes températures, zone de transition et domaine des basses températures.

II.1.1. Domaine des hautes températures.

Les différentes topographies (planche II) mettent en évidence deux types d'amas de dislocations : des murs dans les plans (111) et une structure plus fine en feuillets dans les plans de glissement primaire et conjugué.

a) Contraste grossier dû à la présence de murs (111) formés de dislocations coins primaires. Ces murs induisent des flexions alternées autour de l'axe $\vec{\Omega}_1 = [1\bar{2}1]$

En effet, l'examen des plaques nucléaires nous indique :

* l'axe $\vec{\Omega}_1$ a une composante nulle suivant [210] : il y a absence totale de contraste d'orientation sur les topographies (001) ; les murs (111) y apparaissent essentiellement par contraste d'extinction (PL. I : fig. 13a - 14a - 15a).

$\gamma = 20\%$



Figure 20 : face (001)
plan réflecteur (001)

$\gamma = 20\%$



Figure 21 : Micrographie optique
des lignes de glissement sur la face
(001)

$\gamma = 8\%$

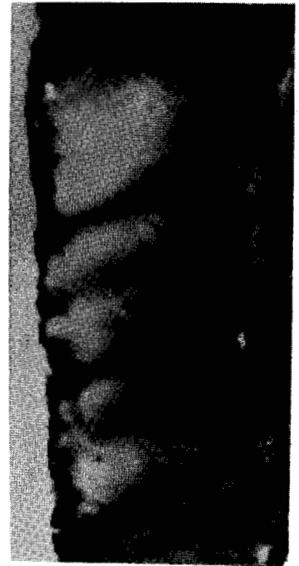


Figure 22 : face (001)
plan réflecteur (001)

$\gamma = 20\%$



Figure 23 : face (001)
tournée de 90°
plan réflecteur (001)

$\gamma = 20\%$

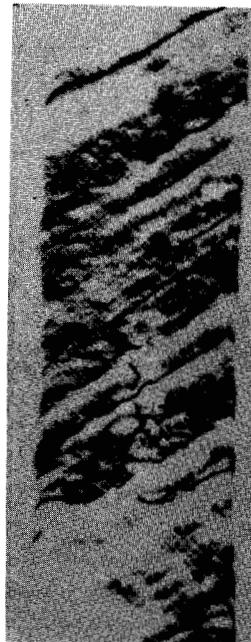


Figure 24 : face (120)
plan réflecteur (110)



Figure 25 : face (120)
plan réflecteur (010)

* l'axe $\vec{\Omega}$ a une composante non nulle suivant $[1\bar{2}0]$: une topographie faite à 90° de la précédente révèle un contraste d'orientation important (PL. II. : fig. 23).

* l'axe $\vec{\Omega}$ a une composante suivant $[001]$: sur la face $(1\bar{2}0)$ les murs sont mis en évidence par contraste d'orientation pour les deux réflexions $\vec{g} = (0\bar{1}0)$. (PL. II. : fig. 25) et $\vec{g} = [1\bar{1}0]$. (PL. II. : fig. 24).

Le seul axe raisonnable compatible avec ces observations est bien l'axe $[1\bar{2}1]$, direction des coins primaires.

Ces murs sont relativement éloignés les uns des autres ; à 250° K leur distance va de $500 \mu\text{m}$ à 8 % de déformation (PL. II. : fig. 22) à $200 \mu\text{m}$ à 20 % de déformation (PL. II. : fig. 20). A l'ambiante, elle descend jusqu'à $30 \mu\text{m}$ à 35 % de déformation (PL. I. : fig. 13a). A 225° K (PL. I. : fig. 15a), les murs deviennent à peine perceptibles.

b) Contraste fin dû à la présence de feuillets $(\bar{1}01)$ et (101) . Ces feuillets provoquent une flexion du réseau autour de l'axe $\vec{\Omega}_f = [1\bar{1}\ell]$ avec $\ell \neq 0$. Ces feuillets sont surtout mis en évidence sur les topographies $(1\bar{2}0)$. L'analyse des différents contrastes présents sur celles-ci nous révèle que :

* l'axe $\vec{\Omega}_f$ a une composante non nulle sur $[100]$ et nulle suivant $[110]$: le contraste de déplacement, induit par les feuillets, nettement visible pour la réflexion $(0\bar{1}0)$ (PL. I. : fig. 14b - 15b) disparaît pour la réflexion $(1\bar{1}0)$ (PL. II. : fig. 24).

* l'axe $\vec{\Omega}_f$ a une composante sur $[001]$: Pour les deux réflexions précédentes (PL. II. : fig. 24-25) un contraste d'orientation important se manifeste sur les traces des feuillets.

Seul un axe $[1\bar{1}\ell]$ avec $\ell \neq 0$ satisfait à ces conditions.

La rotation provoquée par les feuillets autour de cet axe explique aussi le contraste d'orientation observé par ailleurs sur les topographies (001) . (PL. I. : fig. 13a - 14a - 15a).

Ces feuillets sont serrés ; ils correspondent assez bien aux lignes de glissement observées par microscopie optique sur le plat (001) (PL. II. : fig. 21), avec une correspondance un-un à 250° K.

II.1.2. Zone de transition.

A 200° K, la sous-structure de dislocations est bien différente. On avait remarqué précédemment que les murs (111) étaient à peine discernables à 225° K (PL. I. : fig. 15a).

Ici ils ont totalement disparu (PL. I. : fig. 16a). Seuls les feuillets restent présents. Ils sont cependant plus espacés ; distants de 10 μm à 250° K (PL. I. : fig. 14a) et de 20 μm à 225° K (PL. I. : fig. 15a), ils le sont maintenant de 30 μm . L'observation optique des lignes de glissement (PL. III. : fig. 27) montre qu'un feuillet n'apparaît plus que toutes les dix lignes environ.

Ces circonstances rendent plus aisée l'observation des feuillets.

Sur la face (001) de nombreuses déviations des lignes de contraste s'observent ; elles sont caractéristiques des différents plans de cross-slip possibles. Les plus fréquentes sont perpendiculaires aux traces des plans primaire et conjugué (PL. III: A fig. 26) et correspondent au plan (0 $\bar{1}1$), plan de transfert commun aux deux systèmes de glissement.

Les lignes de contraste présentent en outre de courts segments horizontaux (à 18° des lignes de glissement) ; ils indiquent la présence de déviations sur le plan (211) (PL. III: B fig. 26).

En ce qui concerne les contrastes des feuillets, ils présentent essentiellement les mêmes caractéristiques qu'à 250° K, mais de façon plus nette. Sur la tranche (1 $\bar{2}0$), la réflexion (0 $\bar{1}0$) (PL. III. : fig. 30) permet même la mesure de l'amplitude des rebroussements observés $\Delta y = 2\beta D' \sin\theta$ selon l'équation (2) (§ I.1.2.), donc celle de l'angle β . Ici D' , distance échantillon-plaque nucléaire, est de l'ordre du millimètre, d'où un angle β d'environ quinze minutes.

En réalité ainsi qu'on l'a remarqué section(I.1.2.), l'angle β est en fait un angle de pliage autour de la direction de rotation $[1\bar{1}l]$ correspondant à des formes de rebroussement assez symétriques sur la figure 30 de la planche III ; c'est-à-dire à une accumulation à peu près égale de dislocations de signe opposé dans le feuillet. La topographie du plat (001)



Figure 26 : face 001
plan réflecteur (001)

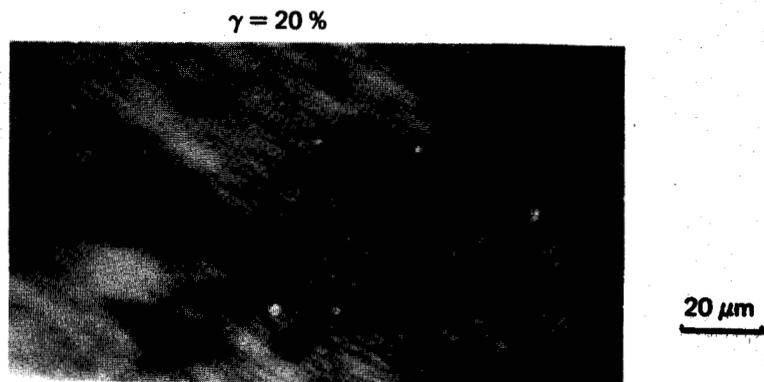


Figure 27 : Micrographie optique des lignes de glissement sur la face (001)

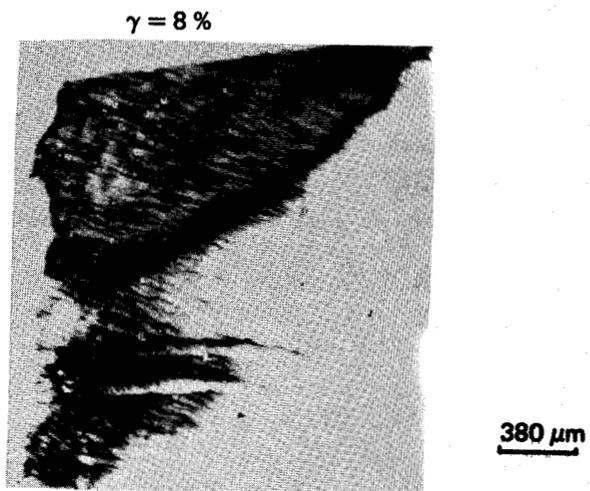


Figure 28 : face (001)
plan réflecteur (001)

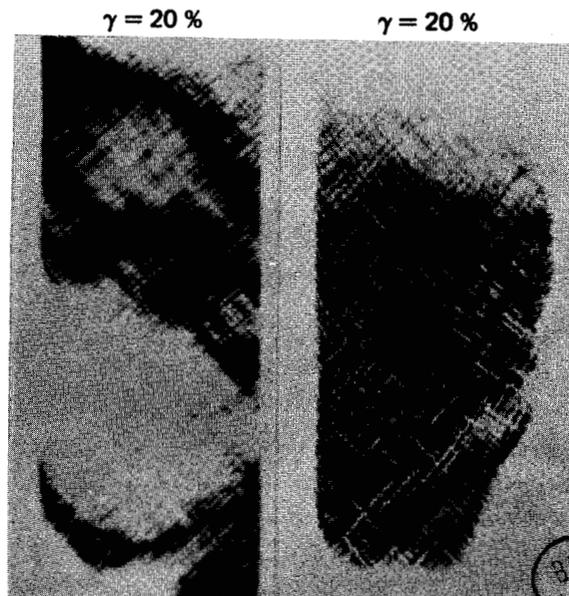


Figure 29 : face $(1\bar{2}0)$
plan réflecteur $(1\bar{1}0)$

Figure 30 : face $(1\bar{2}0)$
plan réflecteur $(0\bar{1}0)$

(PL. III. : fig. 26), qui est sensible aux désorientations cristallines d'axe $[210]$ n'indique que très peu de contraste de désorientation. La rotation de réseau présumée dans le feuillet, $[\bar{1}\bar{1}l]$, a pourtant une composante non nulle sur cet axe. On en déduit qu'il y a probablement très peu de dislocations en excès d'un signe sur l'autre, induisant une désorientation globale du cristal de part et d'autre du feuillet très faible.

De ce point de vue existe une légère différence avec les contrastes observés à 225° K et à 250° K . A ces températures au contraire, on observe un contraste d'orientation plus important sur les topographies du plat (PL. I. : fig. 14a - 15a), et qui augmente encore à l'ambiante : les feuillets contiennent un excès plus net de dislocations d'un certain signe à plus haute température. Ceci est en accord avec les observations de Foxall et al [16], faites en microscopie électronique sur des échantillons de niobium déformés à l'ambiante, où les désorientations de part et d'autre d'un feuillet atteignent quelques dizaines de minutes.

Enfin, comme le montrent les topographies (PL. III. : fig. 26-26) les sous-structures de dislocations à 8 % ou 20 % sont essentiellement identiques.

II.1.3. Domaine des basses températures.

A 173° K les feuillets sont toujours présents (PL. I. : fig. 17a), mais les désorientations qu'ils provoquent sont nettement plus faibles qu'à 200° K (PL. I. : fig. 17b) : les contrastes de déplacement et d'orientation sont également moins importants.

A 150° K il y a disparition totale des feuillets.

Même à 20 % de déformation, les contrastes d'orientation et de déplacement sont inexistantes sur la tranche $(1\bar{2}0)$ pour les deux réflexions (PL. IV. : fig. 34-35). On ne perçoit plus que les traces rectilignes des deux systèmes de glissement sans doute par léger contraste d'extinction. Sur la face (001) les contrastes d'extinction provoqués par des feuillets éventuels sont à peine perceptibles (PL. IV. : fig. 31).

A 8 % de déformation, on ne voit pratiquement plus rien (PL. IV. : fig. 32).

sans prédéformation

$\gamma = 20 \%$

$\gamma = 8 \%$



550 μm

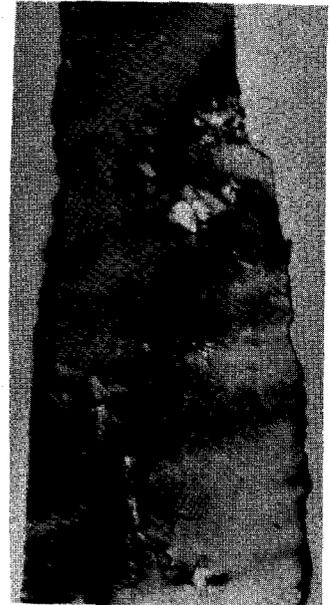
400 μm

Figure 31 : face (001)
plan réflecteur (001)

Figure 32 : face (001)
plan réflecteur (001)

avec prédéformation de 5% à 200° K

$\gamma = 20 \%$

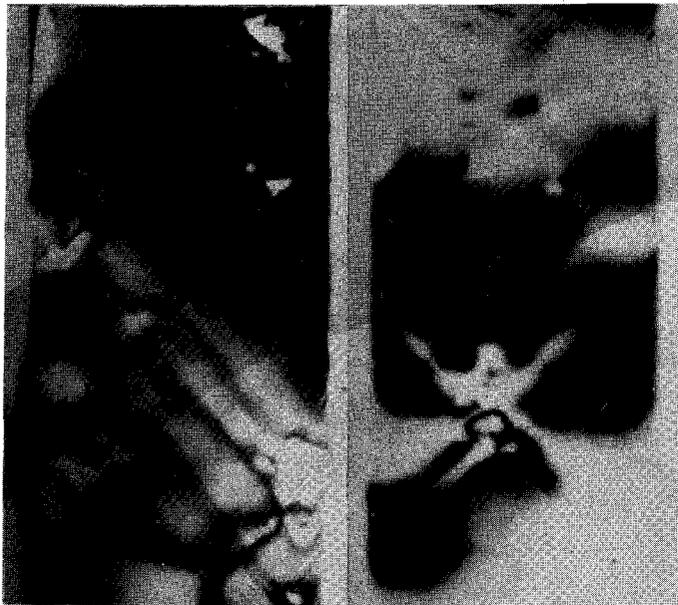


500 μm

Figure 33 : face (001)
plan réflecteur (001)

$\gamma = 20 \%$

$\gamma = 20 \%$



250 μm

200 μm

Figure 34 : face ($1\bar{2}0$)
plan réflecteur ($0\bar{1}0$)

Figure 35 : face ($1\bar{2}0$)
plan réflecteur ($1\bar{1}0$)

$\gamma = 20 \%$



200 μm

Figure 36 : face ($1\bar{2}0$)
plan réflecteur ($0\bar{1}0$)

BUS
LILLE

Pour tous les essais de traction effectués à des températures inférieures à 150° K, nous avons constaté [1] l'apparition d'un mâclage important.

Ainsi, pour obtenir un cisaillement suffisant à 123° K, il a fallu prédéformer ultérieurement l'éprouvette de 5 % à 180° K.

Les topographies faites sur cette éprouvette sont différentes de celles réalisées sur les éprouvettes non prédéformées (PL. I. : fig. 19a - 18a - 19b - 18b). La comparaison des fig. 17 et 19 de la planche I. montre que la sous-structure établie lors de la prédéformation à 180° K a sans doute été peu modifiée par la déformation ultérieure à 123° K.

Un essai fait à 150° K sur une éprouvette prédéformée de 5 % à 200° K confirme ce résultat (PL. IV. : fig. 33-36).

Ceci montre la prudence avec laquelle on doit considérer les observations de sous-structure dans des échantillons prédéformés : celles-ci sont sans doute plus caractéristiques de la température de prédéformation que de la température de la déformation elle-même.

II.2. - DEUXIEME ORIENTATION

=====

Les courbes contrainte-cisaillement réduits $\tau(\gamma)$, obtenues à l'ambiante et à 250° K, présentent deux stades de déformation à durcissement constant (PL. V. : fig. 37 et 38). La transition stade 1 - stade 2 s'effectue vers 16 % de déformation à la température ambiante et vers 27 % de déformation à 250° K.

Corrélativement, nous avons examiné la sous-structure de dislocations aux taux de déformation suivants : 15 %, 20 % et 30 %.

Les topographies révèlent la présence de deux types d'amas principaux : des murs dans les plans (111) et des bandes, parallèles aux lignes de glissement primaires, où les désorientations cristallines sont plus complexes.

PLANCHE V : Courbes contrainte - cisaillement réduits τ (γ)

T = 296°K

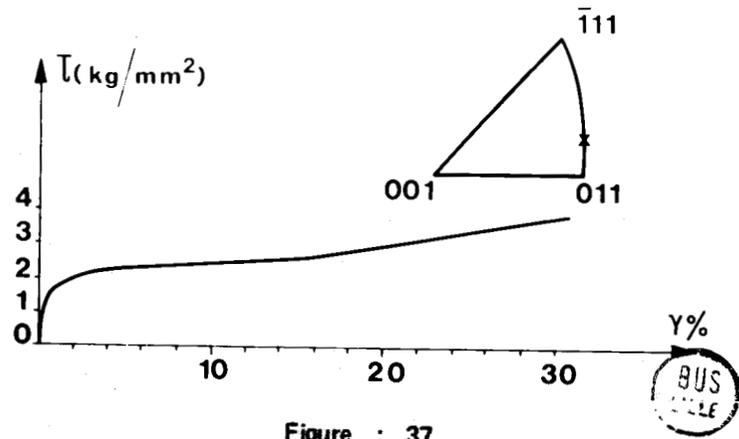


Figure : 37

T = 250°K

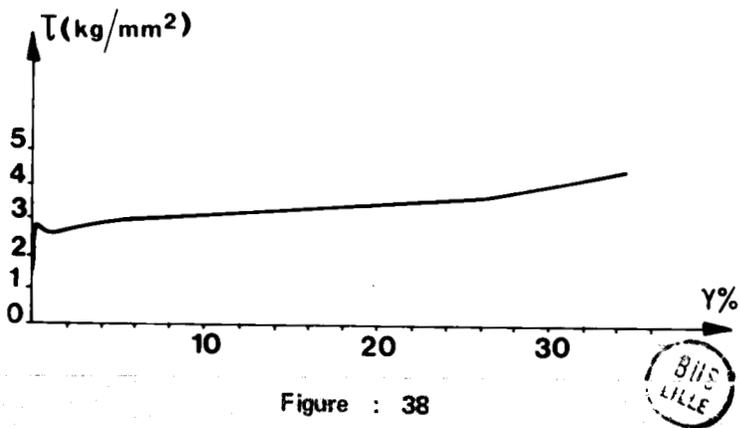


Figure : 38

2^{ème} orientation

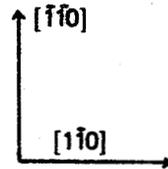
PLANCHE VI : Evolution de la sous-structure de dislocations sur le plat (001)

$T = 296^{\circ}\text{K}$

$\gamma = 30\%$

$\gamma = 20\%$

$\gamma = 15\%$



$\vec{g} = [001]$

{ axe d'orientation : $[\bar{1}\bar{1}0]$
axe de déplacement : $[\bar{1}\bar{1}0]$

500 μm

Figure : 39

Figure : 40

Figure : 41

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

$T = 296^{\circ}\text{K} - \gamma = 30\%$



500 μm

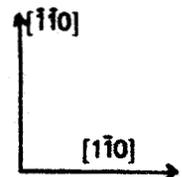
Figure : 42

$\vec{g} = [001]$

{ axe d'orientation : $[\bar{1}\bar{1}0]$
axe de déplacement : $[\bar{1}\bar{1}0]$

$\gamma = 30\%$

$\gamma = 20\%$



$\vec{g} = [001]$

500 μm

Figure : 43

Figure : 44

{ axe d'orientation : $[\bar{1}\bar{1}0]$
axe de déplacement : $[\bar{1}\bar{1}0]$

PLANCHE VII : Evolution de la sous - structure de dislocations sur la tranche $(\bar{1}10)$

T = 296^oK

• axe d'orientation identique : [001]



Fig 45 : $\gamma = 30 \%$
 $\vec{g} = [\bar{1}00]$

axe de déplacement : [010]



Fig 46 : $\gamma = 30 \%$
 $\vec{g} = [\bar{1}10]$

axe de déplacement : $[\bar{1}\bar{1}0]$

murs (111)
bandes



Fig 47 : $\gamma = 20 \%$
 $\vec{g} = [010]$

axe de déplacement : $[\bar{1}00]$



Fig 48 : $\gamma = 15 \%$
 $\vec{g} = [\bar{1}00]$

axe de déplacement : [010]

250 μ m

T = 250^oK

• axe d'orientation identique : [001]



Fig 49 : $\gamma = 30 \%$
 $\vec{g} = [010]$

axe de déplacement : $[\bar{1}00]$



Fig 50 : $\gamma = 20 \%$
 $\vec{g} = [\bar{1}00]$

axe de déplacement : [010]

250 μ m

II.2.1. Murs situés dans les plans (111)

Ils apparaissent dès 15 % de déformation pour les deux températures étudiées. Leur distance moyenne varie avec la température et avec le taux de déformation.

A la température ambiante, elle est de l'ordre de 600 μm dans les échantillons déformés de 15 % (PL. VII. : fig. 48), elle diminue ensuite au fur et à mesure que γ augmente : 330 μm pour $\gamma = 20\%$ (PL. VII. : fig. 47) ; 170 μm pour $\gamma = 30\%$ (PL. VII. : fig. 45).

D'autre part, quand la température diminue, les murs deviennent de plus en plus espacés : à 250° K, leur intervalle de séparation atteint 400 μm environ dans les échantillons déformés de 30 % (PL. VII. : fig. 49).

Etude des contrastes et détermination de l'axe de désorientation des murs (111).

* Sur le plat (001) (axe $[\bar{1}\bar{1}0]$ vertical) les murs apparaissent par contraste d'extinction pour la réflexion $\vec{g} = [001]$ (PL. VI. : fig. 39 → 41, 43 et 44) : l'axe de désorientation $\vec{\Omega}_{\text{mur}} = [hkl]$ n'a donc pas de composante suivant l'axe d'orientation $[\bar{1}\bar{1}0]$, on en déduit que : $h + k = 0$

* Si on tourne l'échantillon de 90° autour de $[001]$ (axe $[1\bar{1}0]$ vertical) les murs sont mis alors en évidence par contraste d'orientation (PL. VI. : fig. 42) : $\vec{\Omega}_{\text{mur}}$ a une composante suivant $[1\bar{1}0]$, d'où $h - k = 0$

* Sur la tranche $(1\bar{1}0)$ et pour les trois réflexions utilisées (PL. VII) on dénote la présence des murs par contraste d'extinction ; ceci implique que l'axe $\vec{\Omega}_{\text{mur}}$ n'a pas de composante suivant l'axe d'orientation $[001]$, c'est-à-dire que : $l = 0$.

* D'autre part pour les réflexions $\vec{g} = [010]$ (PL. VII. : fig. 47-49) et $\vec{g} = [100]$ (PL. VII. : fig. 45 et 48) les lignes de contraste (bandes et lignes de glissement primaires) sont fortement déplacées au passage des murs ; elles ne le sont plus pour la réflexion symétrique $\vec{g} = [1\bar{1}0]$ (PL. VII. : fig. 46) : il en résulte que $\vec{\Omega}_{\text{mur}}$ a une composante non nulle suivant les axes $[100]$ ($h \neq 0$) et $[010]$ ($k \neq 0$) ; mais nulle suivant l'axe $[\bar{1}\bar{1}0]$ ($h + k = 0$), comme on l'a déjà remarqué.

L'ensemble de ces observations montre que l'axe de désorientation $\vec{\Omega}_{\text{MUR}}$ est du type $h [1\bar{1}0]$ avec $h \neq 0$, parallèle à la direction coin des dislocations du système primaire.

Les murs (111) sont donc des sous-joints de flexion pure. Ils induisent des désorientations du réseau assez grandes. Ainsi, à la température ambiante et pour $\gamma = 30 \%$, la mesure du déplacement des lignes de contraste à leur passage nous donne un pliage de l'ordre de $1,2^\circ$ autour de l'axe $[100]$ (PL. VII. : fig. 45) et autour de l'axe $[010]$; soit un pliage total de l'ordre de 2° à 3° autour de $[1\bar{1}0]$.

Ces murs sont donc comparables aux bandes de pliage couramment observées [6, 7, 8, 9].

Remarques

1°) Sur le plat (001) et pour la réflexion (001), de tels sous-joints doivent être à l'origine d'un contraste de déplacement important lorsque l'axe $[1\bar{1}0]$ est horizontal. Toutefois cet effet n'est pas observable. En effet, sur cette face, toutes les lignes de contraste (murs (111), plans de glissement primaire et conjugué) sont horizontales et confondues avec la direction $[1\bar{1}0]$. (fig. 12). Aussi, les sous-joints de flexion (111) déplacent en principe ces lignes de contraste, perpendiculairement à $[1\bar{1}0]$ uniformément tout le long de la ligne.

2°) En outre, lors de cette réflexion, la plaque photo n'est pas parallèle à l'échantillon, distance plaque-échantillon et déplacement augmentent donc le long d'une ligne de contraste de sorte que celle-ci, primitivement horizontale, doit s'incliner par rapport à $[1\bar{1}0]$ d'un angle α dont la valeur s'obtient à partir de la relation (2) du paragraphe (I.1.1.2). L'angle de Bragg θ est voisin de 45° , ainsi α est donné approximativement par $\text{tg } \alpha = \frac{2\beta}{\gamma} \sin^2 \theta$ où β est l'angle de désorientation et γ le grandissement de la topographie (§ I.1.2.1) ; ici γ est égal à 0,83.

Si β est égal à 1° , α est alors de l'ordre du degré ; on voit que cette inclinaison des lignes de contraste ne sera décelable qu'aux grandes déformations (PL. VI. : fig. 43).

II.2.2. Bandes parallèles aux lignes de glissement primaires

On remarque à l'intérieur de ces bandes à la fois la présence du système primaire $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ ($\bar{1}\bar{1}\bar{2}$) et du système conjugué $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ ($\bar{1}\bar{1}\bar{2}$). En dehors de ces bandes, la déformation se fait par glissement sur le seul système primaire.

Ces zones représentent particulièrement clairement l'apparition du système de glissement conjugué. Elles apparaissent vers 15 % de déformation à l'ambiante (PL. VII. : fig. 48) et au dessus de 20 % de déformation à 250° K (PL. VII. : fig. 50). Leur nombre croît avec la déformation et avec la température. A l'ambiante et pour $\gamma = 30\%$, elles recouvrent presque toute la surface ($\bar{1}\bar{1}\bar{0}$) (PL. VII. : fig. 45).

Pour les réflexions $\vec{g} = [100]$ et $\vec{g} = [010]$ (PL. VII), les lignes de contraste, parallèles aux lignes de glissement primaires, sont déplacées au passage de celles qui sont parallèles aux lignes de glissement conjuguées (figure 51). Ce contraste de déplacement semble disparaître pour la réflexion $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ (fig. 52).



Figure 51 :

Détail de la figure 48 (PL. VII)
 Topographie de la tranche $[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$
 $\vec{g} = [100]$
 axe de déplacement : $[010]$
 axe d'orientation : $[00\bar{1}]$
 $\gamma = 15\%$



Figure 52 :

Topographie de la tranche $(\bar{1}\bar{1}\bar{0})$
 $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$
 axe de déplacement : $[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$
 axe d'orientation : $[00\bar{1}]$
 $\gamma = 15\%$

Une désorientation autour d'un axe $[\bar{h}h\bar{l}]$ avec $h \neq 0$ pourrait donc être associée à un tel contraste.

D'autre part, les topographies (planche VII) semblent indiquer que les lignes de glissement apparaissent seulement par contraste d'extinction. L'absence de contraste d'orientation implique alors un axe de désorientation $[\bar{1}\bar{1}0]$:

La distance entre les lignes de contraste conjuguées ne dépasse pas une vingtaine de microns ; de plus, le déplacement est ici beaucoup plus faible que celui dû aux murs (111) : les sous-joints sont certainement très locaux et de faible désorientation.

II.2.3. Lignes de glissement sur le plat (001)

Les topographies réalisées sur le plat mettent en évidence deux types de contraste : un contraste grossier et une structure beaucoup plus fine, parallèle et qui s'intercale avec les lignes de contraste plus grossier.

- (i)-Le contraste grossier, déjà signalé (§ II.2.1), le long de la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$ est dû certainement aux murs (111).

En effet, l'intervalle de séparation entre les lignes de contraste grossier, visibles sur le plat (planche VI) est analogue à celui mesuré entre les traces des murs (111) observées sur la tranche (§ II.2.1.). (Planche VII)

En outre, les lignes de contraste caractéristiques des murs (111) présentent des points de rebroussement locaux et symétriques (Pl. VI. : fig. 39 et 43) lorsque l'axe de déplacement est parallèle à $[\bar{1}\bar{1}0]$. Ces rebroussements, perpendiculaires à $[\bar{1}\bar{1}0]$, sont très importants à grande déformation. Ils semblent ainsi liés à l'apparition des bandes (§ III.2.2.) et donc être le résultat de l'interaction entre les systèmes primaire et conjugué.

- (ii)-Le contraste plus fin est également parallèle à $[\bar{1}\bar{1}0]$, traces confondues des systèmes de glissement primaire et conjugué (fig. 53). Ces lignes de glissement apparaissent de façon plus ou moins locale et ne traversent généralement pas tout le cristal. Contrairement au cas de la première orientation, elles sont ici très fines et peu discernables.



Fig. 53.

Détail de la figure 43 (Planche VI).

axe de déplacement : $[\bar{1}\bar{1}0]$

axe d'orientation : $[\bar{1}\bar{1}0]$

Les points de rebroussement, observés précédemment sur les traces des murs (III), sont également présents sur les lignes de glissement et permettent bien souvent de révéler la présence de celles-ci uniquement aux endroits où elles sont déplacées.

L'origine de ces rebroussements sera discutée ultérieurement dans le chapitre III.

CHAPITRE III. : INTERPRETATION ET DISCUSSION

III.1. - PREMIERE ORIENTATION

III.1.1. Nature des amas de dislocations observés au dessus de 200° K.

On a mis en évidence deux types d'amas :

- (i)-Des murs (111) constitués par une seule famille de dislocations : les coins primaires $\frac{1}{2}$ $[111]$. Ils sont probablement obtenus par piégeage mutuel des dislocations au cours de la déformation. Ils donnent lieu à des flexions alternées autour de la direction $[\bar{1}21]$, direction des dislocations coins primaires. (voir annexe § II.1). Ils sont donc à rapprocher des bandes de pliage couramment observées dans les cubiques centrés [6, 7, 8, 9].

Au taux de déformation étudié ici, leur espacement reste trop important pour qu'ils jouent un rôle considérable dans le durcissement [14, p. 252].

- (ii)-Des feuillets sur les deux plans de glissement primaire et conjugué. Ils donnent lieu à un contraste plus fin et sont beaucoup plus rapprochés. Ils traduisent probablement l'interaction entre les vis primaires et conjuguées. Ils sont plus stables que les murs (111) et jouent ici un rôle essentiel.

Il y a donc lieu de discuter leur nature exacte et leur mode de formation.

La sous-structure de dislocations évolue au cours de la déformation plastique, essentiellement de façon à écranter le mieux possible les contraintes à longue distance induites par cette sous-structure elle-même : c'est la polygonisation de glissement [14, p. 250].

Mais dans le domaine de température envisagé ici, les dislocations ne peuvent pas sortir de leur plan de glissement : sans montée des dislocations les contraintes ne peuvent être complètement relaxées. Cependant la déviation des dislocations vis, facile dans les métaux cubiques cen-

trés $\left[\text{Fe} [8, 9, 10] - \text{Nb} [11, 12] - \text{Mo} [13] \right]$ aide dans une certaine mesure à obtenir un écrantage optimum, tout au moins une polygonisation plus complète.

Quoi qu'il en soit, un bon moyen de décrire les attractions possibles entre dislocations, au cours de la déformation plastique, est de rechercher d'abord en quoi consisterait la polygonisation parfaite des dislocations émises par glissement, même si on sait par ailleurs qu'elle ne sera réalisée que grossièrement.

III.1.1.1. Recherche des sous-joints sans contrainte à longue distance.

A l'aide de la formule de Franck (annexe), nous avons cherché quels étaient les sous-joints possibles dans le cas où la déformation se fait uniquement par glissement.

Nous n'avons envisagé que les attractions entre deux familles de dislocations :

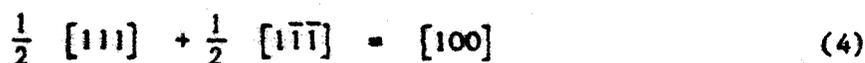
α) une famille de type $\frac{1}{2} [111]$ et une famille de type $\frac{1}{2} [1\bar{1}\bar{1}]$.

β) une famille de type $[100]$ et une famille de type $\frac{1}{2} [111]$.

Ce choix se justifie par le fait qu'au cours de la déformation, seuls deux systèmes de glissement sont susceptibles d'entrer en jeu : le système primaire $(\bar{1}01) [111]$ dont le facteur de Schmid est maximum et égal à 0,5 et le système conjugué $(101) [1\bar{1}\bar{1}]$ dont le facteur de Schmid est égal à 0,47.

Dans le cas (α) les dislocations primaires et conjuguées s'attirent, mais nous supposons qu'elles ne réagissent pas entre elles.

Dans le cas (β) elles interagissent suivant la réaction :



Les dislocations $[100]$ ainsi formées ont été souvent observées en microscopie électronique dans le niobium [16], dans le molybdène [17].

Les différents sous-joints possibles sont énumérés dans le tableau de la planche VIII.

III. 1.1.2. Sous-joints sans contrainte à longue distance compatibles avec les résultats expérimentaux.

D'après nos observations (§ II.1.1.b) l'axe du sous-joint doit être du type $[11h]$ avec $h \neq 0$.

Parmi toutes les possibilités citées dans le tableau (PL. VIII), seuls les deux cas 1.b) peuvent être à l'origine des contrastes observés sur les topographies. Ils correspondent tous deux à un sous-joint de flexion formé de deux familles de dislocations parallèles et glissant dans le même plan ($0\bar{1}1$).

Le plan de ce sous-joint est du type $(h k k)$. L'axe de rotation $\vec{\Omega}$ se trouve à l'intersection du plan de glissement ($0\bar{1}1$) et du plan du sous-joint : il est donc parallèle à la direction $[-2k, h, h]$.

Il en résulte que : $h = 2k = 1$.

Ceci nous conduit à un sous-joint de flexion (211) d'axe $\vec{\Omega} = [\bar{1}11]$. Les densités respectives des dislocations dans le sous-joint sont données par les relations (3) citées en annexe.

Finalement, deux configurations sont possibles :

- (i)-Ou bien le sous-joint est formé de dislocations $[100]$ et de dislocations primaires $\frac{1}{2} [111]$, la densité des $[100]$ étant moitié de celle des primaires. Les deux familles sont parallèles à la direction $[\bar{1}11]$, les dislocations sont de caractère mixte.

La formation d'un tel sous-joint peut s'expliquer de la façon suivante : les vis primaires et conjuguées s'attirent mutuellement. Dans les cubiques centrés, les dislocations vis, dans leur configuration de moindre énergie, sont sessiles. Cependant, aux hautes températures, le frottement de réseau devient négligeable devant l'effet de la température et elles peuvent alors dévier dans le plan de transfert commun ($0\bar{1}1$) de façon à relâcher leurs contraintes. Ceci est visible sur les nombreuses déviations des lignes de contraste, observées sur la face (001) (PL. III: A. fig. 26).

Il faut cependant qu'une longueur suffisante de dislocation vis primaire passe dans le plan de transfert ($0\bar{1}1$) pour pouvoir réagir avec les vis conjuguées, et créer des dislocations $[100]$ assez longues et assez mobiles pour former ainsi des amas stables. En effet de simples jonctions $[100]$,

formées au contact des vis primaires et conjuguées, sont trop courtes pour être mobiles et ne peuvent contribuer à la formation de sous-joints stables : des observations faites en microscopie électronique [17] ont décelé leur présence même à basse température, là où la sous-structure de dislocations est pourtant homogène.

- (ii)-Ou bien le sous-joint est constitué simplement de dislocations primaires et conjuguées, la densité des primaires étant alors trois fois plus élevée que celle des conjuguées. Ce cas est analogue au précédent, mais cette fois-ci, les deux familles n'ont pas réagi entre elles parce qu'elles ont dévié chacune sur des plans $(0\bar{1}1)$ parallèles, mais non confondus. Dans le plan du sous-joint, les dislocations primaires ont un caractère mixte, tandis que les conjuguées sont de type vis.

III.1.1.3. Comparaison avec les amas réellement observés.

En fait, sur nos topographies (PL. I. : fig. 14b → 17b), les feuillets sont décelables principalement sur les deux plans de glissement. Par contre, ils n'apparaissent sur le plan (211) que localement et sur de courtes distances (PL. III : B. fig. 26). Ceci montre que la polygonisation obtenue par glissement est loin d'être parfaite et que les sous-joints décrits précédemment ne peuvent être que locaux et, en quelque sorte "idéaux". Ceci peut s'expliquer par le fait que la formation de tels sous-joints nécessite l'alignement des dislocations primaires le long de la direction $[\bar{1}11]$ (§ IV. 1.1.2.). Elles doivent pour cela tourner dans le plan de transfert $(0\bar{1}\bar{1})$ d'un angle relativement grand ($70^\circ 53'$), cette rotation ne peut se produire que sous l'effet de fortes contraintes et n'apparaîtra donc que localement si elle apparaît.

Par le fait même, les amas réellement formés induisent des contraintes à longue distance et jouent, par conséquent, un rôle important dans le durcissement.

La formation et la stabilité de tels arrangements (mieux appelés multipôles) ont déjà été étudiées par Hazzledine [18].

Enfin les topographies indiquent qu'en plus des dislocations précédentes un grand nombre de dislocations de signe opposé viennent s'accoler au sous-joint.

III.1.2. Signification et justification de la température de transition.

III.1.2.1. Signification de la température de transition

Comme le montrent les topographies X (Planche I.), la sous-structure de dislocations, très hétérogène au dessus de 200° K, devient de plus en plus homogène au fur et à mesure que la température décroît.

Ce sont tout d'abord les murs (111) qui disparaissent ; à 200° K seuls quelques feuillats (101) et $(\bar{1}01)$ sont visibles (PL. I. - fig. 16a) ; les rotations cristallines qu'ils engendrent diminuent elles-mêmes au fur et à mesure que la température décroît. A 150° K, elles deviennent indiscernables (PL. I. - fig. 18a).

La structure homogène observée à basse température est la conséquence de la friction inhérente au réseau et agissant uniquement sur les dislocations de type vis. Cette force de friction (ou force de Peierls) provient sans doute d'une dissociation sessile du coeur de ces dislocations simultanément sur plusieurs plans, mais sur des distances de l'ordre de quelques Angströms seulement [19].

Ceci a pour effet de réduire fortement la mobilité des dislocations vis et d'interdire toute déviation des dislocations vis hors de leur plan de glissement sur de grandes distances. Par le fait même, toute polygonisation, c'est-à-dire toute interaction entre les systèmes primaire et conjugué est rendue impossible.

T = 200° K représente la température à laquelle apparaissent les premiers feuilletts, c'est-à-dire la température à partir de laquelle une dislocation vis peut dévier sur une longueur suffisante hors de son plan de glissement pour polygoniser.

Nous allons maintenant discuter pourquoi la transition se produit aux environs de 200° K.

III.1.2.2. Evaluation d'une température de transition.

On peut se représenter la déviation des dislocations vis de deux façons différentes :

1°) Deux boucles de dislocations primaires de signe opposé glissent dans deux plans parallèles ($\bar{1}01$) distants de d . Quand, sous l'effet de la contrainte appliquée, celles-ci se trouvent proches l'une de l'autre, les segments vis de chacune d'entre elles s'attirent, dévient dans le plan de transfert et s'annihilent [20].

Elles laissent alors dans ce plan deux dislocations coins primaires le long de $[\bar{2}11]$. Du fait de leur grande mobilité, celles-ci peuvent ensuite se réarranger pour relâcher leurs contraintes internes.

Ce modèle n'est qu'une simplification de la réalité. En effet, à 200° K et au dessus, la densité des dislocations vis conjuguées est importante ; on a pu montrer en microscopie électronique que dans le stade II, elle était du même ordre de grandeur que celle des vis primaires [16, 22]. Il en résulte qu'après leur déviation dans le plan $(01\bar{1})$, les vis primaires peuvent ne pas toujours s'annihiler entre elles, mais interagir aussi avec les conjuguées et former ainsi les feuillets (101) et $(\bar{1}01)$.

Quoi qu'il en soit, ce schéma simplifié permet d'établir les conditions de déviation des vis :

Les vis ne peuvent dévier que si l'effet conjugué de leur attraction mutuelle et de la contrainte appliquée résolue dans le plan de transfert est supérieur à l'effet du frottement de réseau dans ce plan [21] ; soit :

$$\tau \cos \theta + \frac{\mu b \sin \theta}{2\pi d} \geq \tau \quad (5)$$

où τ est la contrainte appliquée, résolue dans le plan de glissement à la limite élastique, θ l'angle entre le plan de glissement et le plan de transfert et d l'intervalle entre deux plans actifs consécutifs.

A la température de transition, les deux membres de cette inégalité sont égaux ; on obtient ainsi la distance d :

$$d = \frac{\mu b \sin \theta}{2\pi \tau (1 - \cos \theta)} \quad (6)$$

Sachant que θ est égal à 45° , cette relation s'écrit :

$$d = \frac{\sqrt{3}}{2\pi} \frac{\mu b}{\tau} \quad (7)$$

A 200° K : $\tau = 5 \text{ kg/mm}^2$ et $\mu = 8000 \text{ kg/mm}^2$ (PL. I. - fig. 16c) ; on obtient ainsi : $d = 450b$.

La longueur du vecteur de Burgers est égale à : $b = \frac{a\sqrt{3}}{2}$ où a est le paramètre de la maille ($a = 2,87 \text{ \AA}$).

Ce qui donne : $d = 450 \times 2,48 \text{ \AA} = \underline{0,11 \text{ \mu m}}$

2°) La déviation des vis primaires dans le plan $(0\bar{1}1)$ peut encore être expliquée par l'attraction qu'exerce le feuillet en formation sur celles-ci. On peut schématiser celui-ci par un multipôle en formation dans le plan (211) .

Deux dislocations vis de même signe se repoussent ; cependant elles peuvent être obligées de passer l'une près de l'autre, si l'une d'entre elles est par exemple bloquée par un obstacle. Un tel couple, contrairement au dipôle, crée des contraintes à longue distance.

Il va arrêter toute dislocation glissant dans un plan voisin et être ainsi à l'origine de la construction du feuillet. Celui-ci n'annule ses contraintes à longue distance que s'il traverse le cristal de part en part.

Il est évident qu'un tel arrangement n'est stable que si les vis sont bloquées à leur extrémité ; la vitesse de formation du feuillet croît avec sa longueur. On peut montrer [14] qu'il exerce sur une dislocation des contraintes de la forme :

$$\sigma = \frac{\mu b}{2\pi d} \log \frac{nd}{x} \quad (8)$$

où x représente la distance séparant la dislocation de l'extrémité du feuillet, d la séparation moyenne entre les dislocations vis dans le feuillet et n le nombre de ces dislocations.

On a supposé pour cela que : $nd \gg x \gg d$

Dans la mesure où le terme $\frac{1}{d}$ croît plus vite que $\log \frac{nd}{x}$, la relation (8) peut s'écrire plus simplement : $\sigma = \frac{\mu b}{2\pi d}$ (9)

La dislocation vis primaire ne déviara dans le plan $(0\bar{1}1)$ et ne sera captée par le feuillet en formation que si, aidée par la contrainte appliquée et par la contrainte exercée par le feuillet, elle réussit à vaincre le frottement de réseau.

Ceci se traduit par une relation identique à l'équation (5) et conduit au même résultat que précédemment : $d \approx 0,11 \mu\text{m}$.

Un tel sous-joint doit provoquer une désorientation du réseau de l'ordre de $\Omega = b/d \approx 3 \cdot 10^{-3}$ radian, c'est-à-dire d'une dizaine de minutes.

Ceci est en bon accord avec nos observations expérimentales (§ II.1.2.).

III.2. - DEUXIEME ORIENTATION

III.2.1. Nature des murs (111)

L'ensemble de nos topographies (PL. VI et VII) montre que les murs de dislocations (111) provoquent une rotation du réseau autour de l'axe $\vec{\Omega}_{\text{mur}} = h [1\bar{1}0]$ et sont, en conséquence, des sous-joints de flexion pure.

De plus la direction $[1\bar{1}0]$ correspond à la direction des dislocations coins primaires. Les murs sont donc, sans doute, constitués de dislocations coins primaires (annexe : § II.1).

Ils sont de même nature que ceux rencontrés dans le cas de la première orientation. Ils contiennent eux aussi des dislocations de signe opposé, donnant lieu à des flexions alternées autour de $[1\bar{1}0]$: ceci se traduit sur les topographies $(1\bar{1}0)$ (PL. VII : fig. 45 - 47 - 49) par des rebroussements des autres lignes de contraste à leur passage. Ils sont présents dès le stade 1 et ne jouent aucun rôle dans l'apparition du stade 2.

III.2.2. Bandes le long du plan de glissement primaire.

Dans le cas de la première orientation, aux hautes températures, les feuillets résultant de l'interaction des vis primaires et conjuguées traversent toute l'épaisseur du cristal et s'étendent sur toute la longueur de celui-ci (PL. I. : fig. 14b → 16b). Ceci est essentiellement dû au fait que le système conjugué se manifeste facilement, dès les premiers pour cents de la déformation.

Ici, au contraire, les échantillons ont été découpés de façon à ce que le facteur de Schmid du système conjugué soit nettement plus faible que celui du système primaire (§ I.2.2.2.).

Par suite, les feuillets éventuels apparaissent à une échelle beaucoup plus locale, en certains endroits du plan de glissement primaire où l'interaction avec le système conjugué forme les bandes observées. Celles-ci devraient rester locales, sans traverser tout l'échantillon et n'intervenir, d'autre part, qu'aux déformations les plus élevées (§ II.2.2.).

A l'ambiante, même à 30 % de déformation, il existe encore des zones où le glissement se fait uniquement sur le système primaire (PL. VII. fig. 45).

Si les bandes observées ne s'étendent pas sur toute la largeur du cristal, elles doivent, sur le plat, donner lieu à des contrastes très localisés.

De plus, les lignes de glissement pratiquement invisibles en dehors des bandes (système primaire seul) doivent présenter des contrastes plus marqués à l'intérieur des zones d'émergence des bandes (formation de feuillets éventuels). Ces deux aspects sont bien observés sur la figure 53. (§ II.2.3.).

III.2.2.1. Origine des points de rebroussement visibles sur le plat.

Nous pensons que les points de rebroussement, visibles sur les traces des murs (III) (PL. VI. : fig. 39 et 43), représentent la localisation des bandes précédentes sur le plat. D'une part, leur apparition coïncide et se développe en même temps que le nombre de bandes augmente (§ II.2.3.).

Ils traduisent donc l'interaction entre les systèmes primaire et conjugué.

D'autre part, présents lorsque l'axe de déplacement est parallèle à $[1\bar{1}0]$, ils disparaissent lorsqu'il est parallèle à $[\bar{1}10]$ (PL. VI. - fig. 39 et 42). Seule une rotation du réseau autour d'un axe $[1\bar{1}0]$ peut être à l'origine de tels rebroussements.

Le caractère localisé des bandes explique le caractère localisé des perturbations subies par les lignes de contraste qui les rencontrent. On voit en effet (PL. VI. : fig 39) ces lignes se déplacer tout d'abord vers le haut au moment où elles rencontrent la bande et ensuite vers le bas au moment où elles en sortent.

III.2.2.2. Origine des contrastes observés sur les lignes de glissement primaires et conjuguées

D'après nos observations, seul un sous-joint d'axe $[1\bar{1}0]$ peut rendre compte des contrastes observés (§ II.2.2.) - (fig. 51 et 52).

Ces contrastes, tout comme les points de rebroussement précédents, coïncident avec l'apparition du système conjugué et traduisent son interaction avec le système primaire.

D'autre part, comme nous l'avons remarqué (§ II.2.2.), les sous-joints, responsables du déplacement des lignes de glissement primaire, sont des sous-joints de faible désorientation. Et il est probable que les rebroussements observés, c'est-à-dire la désorientation de la bande par rapport au reste du cristal, ne sont rien d'autre que les effets globaux moyens de ces faibles désorientations.

Enfin, ces sous-joints apparaissent au moment où s'effectue la transition stade 1 - stade 2 (§ II.2.). Ils semblent donc être la cause du fort durcissement caractéristique du stade 2 (PL. V : fig. 37 et 38) et créent, en conséquence, des contraintes à longue distance.

La nature exacte de ces sous-joints (ou plus exactement amas) reste à préciser à l'échelle de la dislocation, c'est l'un des objectifs de nos prochaines recherches.

III.2.3. Influence du frottement de réseau sur l'évolution du durcissement avec la température.

Tout comme, dans le cas de la première orientation, nous avons cherché à l'aide de la formule de Frank (annexe) quels étaient les sous-joints possibles dans le cas où la déformation se fait uniquement par glissement.

Nous avons envisagé les attractions entre les deux familles de dislocations primaires $\vec{b}_1 = 1/2 [111]$ et conjuguées $\vec{b}_2 = \frac{1}{2} [\bar{1}\bar{1}1]$. Les différents sous-joints possibles, sans contrainte à longue distance, sont énumérés dans le tableau suivant (Planche IX).

<p>SOUS-JOINTS de FLEXION PURE (dislocations parallèles)</p>	$\left \begin{array}{l} \vec{\Omega} // [1\bar{1}0] \\ \vec{v} \perp [1\bar{1}0] \end{array} \right.$	<p>plans de glissement différents : $\vec{a}_1 = [\bar{1}\bar{1}2] \quad \vec{a}_2 = [\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ familles de dislocations coins primaires et conjuguées</p>
	$\left \begin{array}{l} \vec{\Omega} \text{ quelconque} \\ \vec{v} \perp [1\bar{1}0] \end{array} \right.$	<p>même plan de glissement : $\vec{a}_1 = \vec{a}_2 = \vec{a} = [1\bar{1}0]$ familles de dislocations mixtes primaires et conjuguées</p>
<p>SOUS-JOINT MIXTE (dislocations non parallèles)</p>	$\left \begin{array}{l} \vec{\Omega} // [1\bar{1}0] \\ \vec{\Omega} \cdot \vec{v} \neq 0 \end{array} \right.$	<p>plans de glissement différents : $\vec{a}_1 = [\bar{1}\bar{1}2] \quad \vec{a}_2 = [\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ familles de dislocations mixtes primaires et conjuguées.</p>
<p>SOUS-JOINT de TORSION PURE (dislocations non parallèles).</p>	$\cdot \vec{\Omega} // \vec{v} // [1\bar{1}0]$	<p>même plan de glissement : $\vec{a}_1 = \vec{a}_2 = \vec{a} = [1\bar{1}0]$ familles de dislocations vis primaires et conjuguées.</p>

PLANCHE IX.

Nos observations (§ II.2.2.) indiquent la présence de sous-joints d'axe $[1\bar{1}0]$: toutes les éventualités sont donc possibles.

Et contrairement au cas de la première orientation, les dislocations primaires et conjuguées peuvent polygoniser sans dévier dans le plan de transfert $(1\bar{1}0)$. De plus, l'axe de traction étant voisin de l'axe $[\bar{1}\bar{1}0]$, la contrainte appliquée résolue dans le plan de transfert est nulle.

Par contre, de même que dans le cas de la première orientation, le frottement de réseau contrôle l'interaction entre les deux systèmes. En effet, à 250° K cette interaction ne survient que vers 20 % de déformation tandis qu'elle apparaît déjà aux environs de 15 % de déformation à l'ambiante. (§ II.2.2.). Ceci traduit l'affaiblissement du frottement de réseau au fur et à mesure que la température augmente. Plus la température est basse et plus le frottement de réseau est important, de sorte qu'il retarde de plus en plus l'activation thermique du système conjugué.

Enfin, si on compare les deux orientations, il apparaît que pour une même température et un même taux de déformation, la sous-structure de dislocations est plus hétérogène pour la première orientation que pour la deuxième. Cette différence de comportement provient uniquement de la différence de géométrie des échantillons, comme nous l'avons remarqué.

(§ III.2.2.).

CONCLUSION

Plusieurs conclusions peuvent être tirées de cette étude :

1°) Nos résultats montrent la commodité de la méthode de Berg-Barrett pour suivre, à l'échelle de l'échantillon, l'évolution de la sous-structure de dislocations, en particulier à grande déformation. Elle permet l'observation des phénomènes en épaisseur (10 μm), dans leur aspect moyen global, et la mesure des désorientations du réseau provoquées par les amas de dislocations formés au cours de la déformation. De plus, elle ne nécessite la préparation que d'une seule surface.

Cependant elle s'avère insuffisante dans le cas d'une étude détaillée des amas. Compte-tenu du faible pouvoir de résolution de cette méthode, l'identification des dislocations présentes dans les amas n'est pas possible et on devra avoir alors recours à la microscopie électronique.

Ces deux méthodes sont donc complémentaires et une étude complète de la sous-structure de dislocations nécessite l'utilisation simultanée de ces deux moyens d'investigation.

2°) Dans le cas de la première orientation, nos topographies montrent nettement que, lorsque la température décroît, le réseau de dislocations, d'abord essentiellement hétérogène, devient de plus en plus homogène. La transition entre les deux configurations s'effectue vers 200° K.

En dessous de 200° K, il n'y a pas d'amas de dislocations visibles sur les topographies, le réseau cristallin ne présente pas de rotation décelable : les systèmes de glissement primaire et conjugué sont indépendants. Le durcissement est contrôlé uniquement par l'interaction entre le réseau et les dislocations vis. En effet, à basse température, celle-ci l'emporte sur l'effet de la température et réduit fortement la mobilité des vis : ceci rend impossible tout réarrangement des dislocations.

Au dessus de 200° K, en plus des bandes de pliage (111), on dénote la présence de feuillets le long des deux plans de glissement. Ces feuillets résultent de l'interaction entre les vis primaires et conjuguées : aux hautes températures, l'affaiblissement du frottement de réseau permet aux dislocations vis de relâcher leurs contraintes internes en déviant dans le plan de transfert commun (011).

Si les dislocations vis primaires et conjuguées dévient sur une longueur suffisante, elles forment alors les amas stables, plus ou moins grossiers, visibles sur les topographies. Ces amas provoquent des rotations cristallines autour de l'axe $\vec{\Omega} = [\bar{1}11]$; ils sont analogues aux multipôles décrits par Hazzledine [18] et induisent des contraintes à longue distance : de ce fait, et contrairement aux murs (111), ils jouent un rôle important dans le durcissement.

3°) Dans le cas de la deuxième orientation, les topographies X mettent en évidence un réseau de dislocations hétérogène pour les deux températures étudiées : 294° K et 250° K.

Deux types d'amas sont en présence :

- Des murs (111) constitués de dislocations coins primaires et analogues à ceux observés dans le cas de la première orientation. Ils apparaissent dès le début du stade 1 et ne jouent aucun rôle dans le durcissement du stade 2.
- Des bandes, parallèles au plan de glissement primaire, à l'intérieur desquelles on dénote la présence du système conjugué.

L'apparition de ces bandes, c'est-à-dire l'entrée en jeu du système conjugué coïncide avec la transition stade 1 - stade 2 des courbes contrainte-cisaillement réduits. Ainsi le fort durcissement du stade 2 est dû aux amas formés par suite de l'interaction entre les deux systèmes de glissement.

Deux remarques s'imposent :

- A 250° K, les bandes apparaissent plus tardivement dans la déformation qu'à la température ambiante. Ceci montre que le frottement de réseau devient plus important quand la température décroît et qu'il retarde ainsi l'interaction entre les systèmes primaire et conjugué.

- D'autre part, la sous-structure observée ici est moins hétérogène que celle observée dans le cas de la première orientation pour une même température et pour un même taux de déformation : ceci résulte de ce que, pour la première orientation, le système conjugué entre en activité dès les tous premiers pour cents de la déformation.

Il est évident que certains points de notre étude restent à éclaircir :

- Dans le cas de la première orientation, les observations faites en microscopie électronique par d'autres auteurs [16, 22] ne concordent pas parfaitement avec nos observations. Elles révèlent la présence de feuillets le long des plans de glissement primaires seulement. Dans le cas du niobium déformé à l'ambiante, Foxall et al [16] ont estimé, d'après les lignes de Kikuchi, que la désorientation de part et d'autre d'un feuillet est parallèle à ce qui serait pour notre système de glissement la direction $[1\bar{3}3]$ ou $[1\bar{3}2]$. Ces différences méritent d'être approfondies. Elles peuvent provenir du caractère beaucoup plus local des examens en microscopie électronique, par opposition au caractère moyen global observé sur nos topographies.

Nous avons l'intention de reprendre nous-mêmes ces micrographies électroniques. Nous comptons également, au moyen de cette dernière technique, identifier les dislocations présentes dans les amas et corrélérer ces résultats avec ceux obtenus par topographie X.

- Dans le cas de la deuxième orientation, nous pensons tout d'abord poursuivre l'étude entreprise par topographie de Berg-Barrett dans le domaine des plus basses températures. Nous voulons voir si le réseau de dislocations évolue toujours vers une configuration plus homogène et à quelle température a lieu la transition si elle existe.

D'autre part, nous compléterons ces examens par des observations faites par microscopie électronique.

Enfin, il est intéressant de noter que le phénomène, observé dans le cas de la première orientation et que nous pensons confirmer dans le cas de la deuxième orientation, n'est pas spécifique au fer. Il s'étend probablement à tous les cristaux où existe un frottement de réseau prépondérant, donnant une limite élastique fortement décroissante avec la température. C'est un cas très fréquent dans la nature et cela justifie l'intérêt de poursuivre et de compléter cette étude.

ANNEXE : FORMULE DE FRANK ET APPLICATIONS [15].

=====

I. FORMULE DE FRANK

Cette relation permet de déduire quels sous-joints, sans contrainte à longue distance, peuvent être formés à partir de familles de dislocations données. FRANK a montré que, pour un joint quelconque, on avait la relation :

$$\vec{d} = 2(\vec{r} \wedge \vec{\Omega}) \sin \frac{\eta}{2} \quad (1)$$

où \vec{r} est un vecteur quelconque contenu dans le plan du joint,
 \vec{d} la somme des vecteurs de Burgers des dislocations coupées par \vec{r} ,
 $\vec{\Omega}$ l'axe de désorientation du joint,
 et η l'angle de désorientation.

Dans le cas où le sous-joint n'introduit que des désorientations faibles, alors la relation (1) se réduit à :

$$\vec{d} = (\vec{r} \wedge \vec{\Omega}) \eta \quad (2)$$

Cette relation montre que :

- la densité des dislocations d'une famille donnée est proportionnelle à η .
- les dislocations d'une même famille sont rectilignes, parallèles et équidistantes.

II. DETERMINATION DES SOUS-JOINTS POUVANT ETRE CONSTRUITS A PARTIR D'UNE OU DE DEUX FAMILLES DE DISLOCATIONS

Il suffit pour cela de connaître la normale \vec{v} au plan du sous-joint et l'axe de désorientation $\vec{\Omega}$.

Nous supposons ici que la montée des dislocations n'est pas possible : seul le glissement est permis.

1°) Une seule famille.

La relation (2) s'écrit :

$$\vec{d} = n \vec{b} = (\vec{r} \wedge \vec{\Omega}) n \quad \forall \vec{r}$$

On en déduit que :

$$\begin{cases} \vec{b} // \vec{v} \\ \vec{\Omega} \perp \vec{v} \end{cases}$$

Ceci définit un sous-joint de flexion pure.

D'autre part, les dislocations restant confinées dans leur plan de glissement, la direction des dislocations et l'axe $\vec{\Omega}$ sont obligatoirement à l'intersection du plan de glissement et du plan du joint ; c'est à dire :

$$\vec{\Omega} // \vec{b} \wedge \vec{a}$$

avec \vec{a} la normale au plan de glissement.

Les dislocations constituant le sous-joint de flexion sont nécessairement coins.

Leur densité est égale à : $\rho = \frac{r}{|\vec{r}|} = \frac{\eta}{b}$

2°) Deux familles.

Soient \vec{b}_1 et \vec{b}_2 leur vecteurs de Burgers ; \vec{a}_1 et \vec{a}_2 les normales à leurs plans de glissement.

Deux alternatives peuvent se présenter :

a) toutes les dislocations sont parallèles à \vec{r}_0 : joints de flexion pure.

Quand $\vec{r} = \vec{r}_0$ on a $\vec{d} = 0$; d'après (2), on en déduit que :

$$\vec{\Omega} // \vec{r}_0$$

Ainsi seul un sous-joint de flexion pure est possible.

Le plan du sous-joint est donc perpendiculaire au plan de glissement. La direction exacte de \vec{v} peut être déterminée soit par la connaissance de \vec{u} , soit par celle des densités relatives des dislocations de chaque sorte.

On a alors : $\vec{a} // \vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2$, c'est-à-dire : $\vec{v} \cdot \vec{a} = 0$
 * Les plans de glissement sont confondus.

$$\left\{ \begin{array}{l} \vec{u} // \vec{a}_1 \wedge \vec{a}_2 \\ \vec{v} // (\vec{a}_1 \wedge \vec{a}_2) \wedge (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2) \end{array} \right.$$

Les plans de glissement des deux familles sont différents :
 L'axe \vec{u} est alors obligatoirement à l'intersection des deux plans ; le sous-joint de flexion est défini par :

Seul le glissement est permis ; deux cas peuvent se produire :

$$\left. \begin{array}{l} \rho_1 = \frac{|\vec{b}_2 \wedge (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)| \cdot \vec{v}}{|\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|} \\ \rho_2 = \frac{|\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|}{|\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2| \cdot \vec{v}} \end{array} \right\}$$

(4)

Les densités respectives des dislocations sont :

$$\vec{v} \cdot (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2) = 0$$

Les joints de flexion possibles sont donc ceux pour lesquels :

Il en résulte évidemment que : $\vec{v} // \vec{u} \wedge (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)$

(3)

$$\vec{d} = n_1 \vec{b}_1 + n_2 \vec{b}_2 = (r \wedge \vec{u}) \wedge \vec{u}$$

D'autre part, pour $\vec{r} \neq \vec{r}_0$, (2) s'écrit :

b) les dislocations des deux familles ne sont pas parallèles : joints de torsion et joints mixtes.

Quel que soit \vec{r} , \vec{d} est toujours défini dans le plan (\vec{b}_1, \vec{b}_2) ; ceci implique que :

$$\vec{r} // \vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2$$

Les densités respectives des dislocations sont :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_1 = n \frac{\vec{v} \cdot (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)}{|\vec{b}_1 \wedge \vec{v}| |\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|} \\ \rho_2 = n \frac{\vec{v} \cdot (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2)}{|\vec{b}_2 \wedge \vec{v}| |\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2|} \end{array} \right.$$

En conséquence, les différents sous-joints possibles sont tels que :

$$\vec{v} \cdot (\vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2) \neq 0$$

* Si les plans de glissement des dislocations sont différents,
les lignes de dislocations sont d'après (3) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \vec{\xi}_1 = \vec{b}_2 \wedge \vec{v} \\ \vec{\xi}_2 = \vec{b}_1 \wedge \vec{v} \end{array} \right. \quad (5)$$

Elles doivent, de plus, vérifier :

$$\left\{ \begin{array}{l} \vec{\xi}_1 \cdot \vec{a}_1 = 0 \\ \vec{\xi}_2 \cdot \vec{a}_2 = 0 \end{array} \right. \quad (6)$$

Ceci nous conduit à un sous-joint mixte défini par :

$$\left\{ \begin{array}{l} \vec{v} // (\vec{a}_1 \wedge \vec{b}_2) \wedge (\vec{a}_2 \wedge \vec{b}_1) \\ \vec{\Omega} // \vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2 \end{array} \right.$$

* Si les dislocations ont le même plan de glissement, on a alors :

$$\vec{a} // \vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2$$

Compte tenu de (5) et (6), on aboutit finalement à un sous-joint de torsion pure tel que :

$$\vec{\Omega} // \vec{v} // \vec{b}_1 \wedge \vec{b}_2$$

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

- [1] J. LECCQ
Thèse de 3^{ème} cycle. Lille (1973)
- [2] J.B. NEWKIRK
Trans. of AIME. Vol. 215. (1959) 483.
- [3] M. WILKENS
Can. J. Phys. Vol. 45. (1967) 567.
- [4] A.P.L. TURNER, T. VREELAND, Jr and D.P. POPE.
Acta Cryst. A.24. (1968) 452.
- [5] S.B. AUSTERMAN and J.B. NEWKIRK.
Advances in X-Ray Analysis. Vol. 10. p. 134.
- [6] M.S. DUESBERY and R.A. FOXALL.
Phil. Mag. 20 (1969) 719.
- [7] F. GULD and P.L. PRATT
Phys. Stat. Sol. 15 (1966). 539.
- [8] A.S. KEH
Phil. Mag. 12 (1965). 9.
- [9] D. STOHLE, B. SESTAK and M. WILKENS.
Z. Metallk. 61 (1970) 642.
- [10] B. SESTAK and S. KADECKOVA
Czech. J. Phys. B.19 (1969) 112.
- [11] T.E. MITCHELL, R.A. FOXALL and P.B. HIRSCH
Phil. Mag. 8(1963) 1895.



- [12] D.K. BOWEN, J.W. CHRISTIAN and G. TAYLOR
Can. J. Phys. 45(1967) 903.
- [13] J. RICHTER
Phys. Stat. Sol.40(1970) 565.
- [14] J. FRIEDEL
"Dislocations" (1964) Pergamon Press.
- [15] S. AMELINCKX and W. DEKEYSER
Solid State Physics. vol. 8. p. 325.
- [16] R.A. FOXALL, M.S. DUESBERY and P.B. HIRSCH
Can. J. Phys. 45 (1967) 607.
- [17] A. LUFT
Phys. Stat. Sol. 42 (1970) 429
- [18] P.M. HAZZLEBINE
Journal de Physique n° 7-8 tome 27. (1966) p. C3.210.
- [19] B. ESCAIG
Journal de Physique. tome 28 (1967) p. 171.
- [20] N.F. MOTT
Phil. Mag. vol. 43. (1952) 1151.
- [21] G. TAYLOR and J.W. CHRISTIAN
Phil. Mag. 15 (1967) p. 893.
- [22] A.S. KEH, W.A. SPITZIG and Y. NAKADA.
Phil. Mag. 23. (1971) 829.