

# THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES  
ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE 3<sup>ème</sup> CYCLE  
Spécialité : Physique des Solides

par

Thierry SARRAZIN

\*

## DÉFORMATION D'UN ALLIAGE ORDONNÉ

## A LONGUE PÉRIODE : CAS DE $Ni_3V$



Soutenu le 3 juin 1978 devant la Commission d'examen

Membres du Jury

M. DOUKHAN J.C.	Président
M. ESCAIG B.	Rapporteur
M. COULOMB	Examineur
M. MARTIN J.L.	Membre invité



030 023056 8

*A mes Parents,  
à Nadine.*

## REMERCIEMENTS

*Le travail présenté dans cette thèse a été effectué à l'U.E.R. de Physique Fondamentale de l'Université des Sciences et Techniques de Lille I, dans le laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide dirigé par M. le Professeur ESCAIG.*

*Je pense tout d'abord à tous ceux qui de près ou de loin ont contribué à cette étude et tout particulièrement à Guy VANDERSCHAEVE qui y a participé à tous les niveaux. Je leur en suis reconnaissant.*

*M. Pierre COULOMB, Professeur à l'Université Paul Sabatier de Toulouse,  
M. Jean-Claude DOUKHAN et M. Bertrand ESCAIG, Professeurs à l'Université de Lille I,  
M. Jean-Luc MARTIN, chargé de recherche au laboratoire d'Optique Electronique du  
C.N.R.S. de Toulouse ont bien voulu juger ce travail. Je les en remercie.*

*J'adresse à Martine FARGUE mes félicitations pour son travail de dactylographie,  
et mes remerciements pour sa gentillesse.*

*Mes remerciements vont également à M.M. RAFFAUD, CAREY et VILAIN qui  
se sont chargés des dessins, de la polycopie et de la confection de ce mémoire.*

## LISTE DES FIGURES

- Fig. 1 : Structure de la maille de la phase  $\alpha'$  de  $\text{Ag}_3\text{Mg}$ .
- Fig. 2 : Structure  $L_{12}$ .
- Fig. 3 : Tetraèdre de Thomson.
- Fig. 4 : Diagramme de Phase Ni-V.
- Fig. 5 : Maille de  $\text{Ni}_3\text{V}$ .
- Fig. 6 : Arrangement des atomes de V dans un plan (111).
- Fig. 7 :  $\sigma = f(\epsilon)$  : échantillon observé en M.F.
- Fig. 8a : Mâcles s'étendant sur plusieurs domaines.
- Fig. 8b : Nature ordonnée des mâcles de déformation.
- 8c
- Fig. 9a : Paire de faute extrinsèque intrinsèque avant la déformation.
- Fig. 9b : Paire de faute extrinsèque intrinsèque après la déformation.
- Fig. 10a : Direction des échantillons dans le lingot.
- Fig. 10b : Orientation des éprouvettes de compression.
- Fig. 11 : Monocristal monodomaine après déformation.
- Fig. 12 : Orientation des éprouvettes de compression.
- Fig. 13 : Montage de compression.
- Fig. 14 : Définition d'une limite élastique.
- Fig. 15 : Déformation des polycristaux à 293 K.
- Fig. 16 : Déformation des monocristaux à 293 K.
- Fig. 17 : Mesure des volumes d'activation sur les monocristaux.
- Fig. 18 : Effet de la température sur les monocristaux polydomaines.
- Fig. 19 : Effet de la température sur les polycristaux polydomaines.
- Fig. 20 : Effet de la température sur les monocristaux monodomaines.
- Fig. 21 : Effet de la température sur les polycristaux monodomaines.
- Fig. 22 : Flow Stress de  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .

- Fig. 23a : Monocristal polydomaine déformé à 293 K.
- Fig. 23b : Bandes de glissement à 840 K.
- Fig. 24a : Traces de glissement à 843 K face n1.
- Fig. 24b : Traces de glissement à 843 K face n2.
- Fig. 25 : Mise en évidence des plans de glissement actifs.
- Fig. 26 : Monocristal monodomaine après déformation.
- Fig. 27 : Lignes d'Equi-facteur de Schmid.
- Fig. 28 : Diagramme de phase de Ag-Mg.
- Fig. 29 : Activation thermique de la déformation  $Ag_3Mg$ .
- Fig. 30 : Essai de relaxation de contrainte.
- Fig. 31 : Détermination d'un volume d'activation (exemple).

# SOMMAIRE

Liste des Figures

Sommaire

INTRODUCTION.....	
CHAPITRE I : Quelques rappels sur les alliages ordonnés à longue période.....	
1.1. Domaines en antiphase.....	
1.2. Propriétés des phases $a_3b$ cubiques à faces centrées.....	
1.3. Défauts.....	
1.3.1. Différents types de défauts.....	
1.3.2. Energie des différents types de défauts....	
CHAPITRE II : Propagation des dislocations dans les alliages ordonnés à longue période.....	
Présentation du modèle de déformation.....	
CHAPITRE III : Cristallographie et plasticité de $Ni_3V$ .....	
3.1. Diagramme de phase et structure de la maille.....	
3.2. Application du modèle de déformation à $Ni_3V$ .....	
3.3. Objectifs de cette étude.....	
3.3.1. Comparaison d'un glissement $C\delta$ avec un glissement $4C\delta$ .....	
3.3.2. Mise en évidence d'une éventuelle activation thermique.....	
3.3.3. Mise en évidence d'un glissement $\langle 112 \rangle$ .....	
3.3.4. Conservation de l'ordre à grande distance au cours de la déformation.....	
Remarque - Origine des partielles $C\delta$	

CHAPITRE IV : Etude expérimentale.....	
4.1. Réparation des éprouvettes de déformation.....	
4.1.1. Matériau	
4.1.2. Préparation des éprouvettes de déformation.	
4.1.3. Traitements thermiques.....	
Remarque : la trempe	
4.2. Techniques de la déformation.....	
4.2.1. Définition de $\sigma$ et $\epsilon$ .....	
4.2.2. Montage de compression.....	
4.2.3. Mesures en température.....	
4.3. Examen des échantillons déformés.....	
CHAPITRE V : Résultats.....	
5.1. Définition d'une limite élastique.....	
5.2. Comparaison d'un glissement $C\delta$ avec un glissement $4C\delta$ .....	
5.2.1. Echantillons polycristallins.....	
5.2.2. Echantillons monocristallins.....	
5.2.3. Conclusion.....	
5.3. Etude de l'effet de la température.....	
5.3.1. Cristaux polydomaines.....	
5.3.2. Cristaux monodomaines.....	
5.4. Observation du glissement.....	
5.4.1. Echantillons polydomaines.....	
-Déformation à basse température	
-Déformation à haute température	
5.4.2. Echantillons monodomaines.....	
CHAPITRE VI : Conclusion.....	

ANNEXE 1 : Etude de la déformation de  $Ag_3Mg$ .....

- Rappels cristallographiques.....
- Etude expérimentale et résultats.....
- Conclusion.....

ANNEXE 2 : Calcul des volumes d'activation thermique.....

- Généralités sur les processus thermiquement actives
- Mesure des volumes d'activation.....

BIBLIOGRAPHIE.....

## INTRODUCTION

Ce travail fait partie d'une étude plus générale sur l'influence plastique de parois d'antiphase périodiques distribuées tous les M plans (100) dans un alliage ordonné cubique à faces centrées.

De nombreux alliages présentent cette caractéristique qui a pour propriété d'élever la limite élastique et de diminuer la consolidation. Il est important d'identifier les mécanismes correspondants pour mieux comprendre les propriétés mécaniques de ces alliages.

Un modèle sur la déformation plastique de tels alliages a été proposé par G. VANDERSCHAEVE et B. ESCAIG. Il prévoit que la déformation se produit par propagation de dislocations partielles, qui entraînent un défaut de faible énergie (faute d'empilement sans faute d'ordre). La structure de coeur de ces partielles dépend de la valeur de M.

Des points théoriques et expérimentaux ont déjà été établis :

- la propagation de la déformation se fait par glissement de dislocations partielles sur M couches ou plans adjacents (ce qui conduit à un micro-mâclage).

- ces dislocations ne peuvent traverser que deux des trois domaines possibles (un domaine est une région du cristal où la superpériode est selon une direction donnée, par exemple [001]. Aux trois directions [100], [010], [001] correspondent les trois domaines possibles). La traversée du troisième domaine nécessite, sauf dans le cas  $M = 1$ , un réarrangement atomique dans le coeur des partielles.

Nous avons étudié ce mécanisme de glissement plastique sur deux cas particulier,  $Ni_3V$  ( $M = 1$ ), et  $Ag_3Mg$  ( $M = 2$ ). La majeure partie de notre étude a portée sur  $Ni_3V$ , pour lequel aucun réarrangement atomique n'est nécessaire. (L'interface de glissement est ici confondue avec un seul plan atomique).

Dans une première partie, nous rappelons quelques généralités sur ce type particulier d'alliages ordonnés, et nous présentons le modèle de déformation qui sert de support à cette étude.

Dans la seconde partie sont exposées les caractéristiques cristallographiques de  $Ni_3V$ , l'étude expérimentale et les résultats obtenus sur cet alliage.

L'étude de l'alliage  $Ag_3Mg$  a soulevé de nombreux problèmes expérimentaux. Les résultats partiels obtenus sont reportés en annexe.

## CHAPITRE I

### QUELQUES RAPPELS SUR LES ALLIAGES ORDONNES

#### A LONGUE PERIODE

##### 1.1. DOMAINES EN ANTIPHASE

Lorsque l'ordre apparaît dans un alliage, des petits domaines ordonnés croissent en différents points du cristal, aux dépens de la matrice. Lorsque deux domaines arrivent au contact l'un de l'autre, leurs sous-réseaux peuvent ne pas coïncider.

Quand les sous réseaux se déduisent l'un de l'autre par une translation qui est une période du réseau fondamental c.f.c. mais non une période de la surstructure, la paroi les séparant est appelée paroi d'antiphase.

Dans certains systèmes, et à certaines températures, l'arrangement des parois en antiphase peut être régulier, et disposé périodiquement, de façon à former une nouvelle structure à grande maille. On parle alors d'antiphases périodiques, ou d'alliage ordonné à longue période. -Fig. 1-

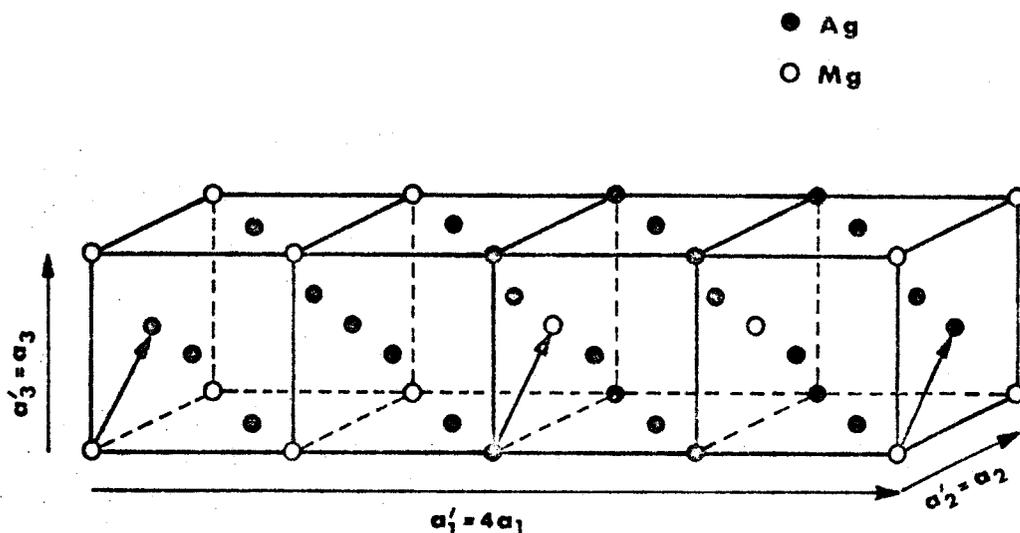


Figure 1 :  $Ag_3Mg$  (concentration atomique de Mg = 22 %)

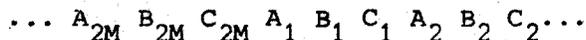
Les parois d'antiphase sont disposées périodiquement tous les 2 plans (100). Le vecteur d'antiphase est  $\frac{1}{2} (a_2 + a_3) [11,12]$ .

### 1.2. PROPRIETES DES PHASES $a_3b$ CUBIQUES A FACES CENTREES

La structure de la phase  $\theta$  de  $Ni_3V$  [3], ou de la phase  $\alpha'$  de  $Ag_3Mg$  appartiennent au groupe plus général des phases cubiques faces centrées  $a_3b$ .

Ces composés forment un empilement compact de plans denses, chaque atome ayant 12 premiers voisins. Dans l'état ordonné, il n'y a aucune liaison b-b entre premiers voisins.

Les plans denses se succèdent dans l'ordre ... ABC ABC ABC... Pour un alliage ordonné à longue période de type  $a_3b$  à antiphases périodique tous les M plans, la séquence d'empilement intéresse  $3 \times 2M$  plans, et s'écrit



### 1.3. LES DEFAUTS

#### 1.3.1. Différents types de défauts

Quand il y a violation de la règle des premiers voisins et création de liaisons b-b sans variation de la séquence d'empilement, on parle de défaut d'ordre, ou de faute d'ordre.

Quand il y a faute d'ordre avec modification de la séquence d'empilement, on parle de défaut d'empilement complexe [ 4 ] .

Une variation dans la séquence d'empilement, sans modification de la liaison des premiers voisins, est appelée faute d'empilement sans faute d'ordre, ou encore défaut d'empilement de surstructure (D.S.). Généralement, et par abus de langage, le défaut d'empilement de surstructure est appelé faute d'empilement.

#### 1.3.2. Energie des différents types de défauts

COWLEY [5] a montré pour  $\text{Cu}_3\text{Au}$  que, dans un défaut d'ordre, l'énergie d'interaction entre premiers voisins représente 90 % de l'énergie du défaut.

Dans un défaut d'empilement de surstructure, toutes les liaisons entre premiers voisins sont respectées ; il doit donc avoir une énergie plus faible que le défaut complexe. Il n'y a pas de raisons générales pour que l'énergie du défaut d'ordre lui soit toujours inférieure, ou supérieure, et on connaît des exemples allant dans les deux sens.

Toutefois, en étudiant la dissociation des dislocations parfaites, G. VANDERSCHAEVE a observé que pour la phase  $\alpha'$  de  $\text{Ag}_3\text{Mg}$  l'énergie du défaut de surstructure est nettement plus faible que celle du défaut d'ordre [6]. Dans  $\text{Ni}_3\text{V}$  (phase  $\theta$ ) l'énergie du défaut d'empilement intrinsèque de surstructure a pu être évaluée ( $19 \leq \gamma_I \leq 24 \text{ mJ/m}^2$ ) [7]; l'énergie du défaut d'ordre semble plus importante, la dissociation en partielles limitant un tel défaut n'ayant jamais été observée en microscopie électronique.

## CHAPITRE II

### PROPAGATION DES DISLOCATIONS

#### DANS LES ALLIAGES ORDONNES LONGUE PERIODE

De nombreux alliages ordonnés dérivent d'une structure  $L 1_2$  (notation du strukturbericht) -Figure 2- par un déplacement atomique de vecteur  $\frac{1}{2} [011]$  tous les M plans (100). (Par exemple  $Ni_3V$ ,  $Cu_3Pt$ ,  $Cu_3Pd$ ,  $Pt_3Ag$ ,  $Ag_3Pt$ ,  $Ag_3Mg$  ...)

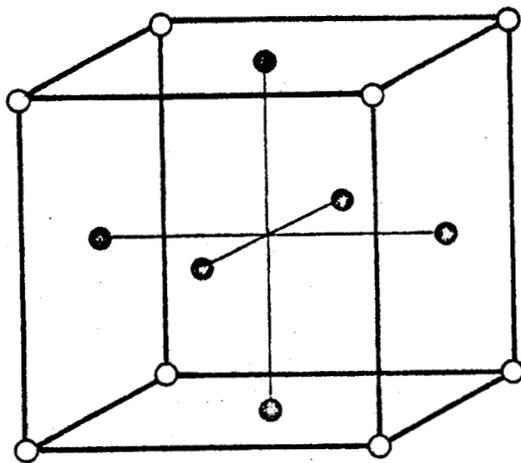


Figure 2 : Structure  $L 1_2$ ,  $P m3m$   
exemple type  $Cu_3Au$ .

Une longue période est ainsi formée, parallèle à l'un ou l'autre des 3 axes  $\langle 100 \rangle$  du cube. Selon la direction de la superpériode, 3 types de domaines peuvent exister à partir de la structure désordonnée.

A cause du changement de symétrie, les directions  $\langle 110 \rangle$  du réseau c.f.c. ne sont plus équivalentes. Une dislocation  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  parfaite dans la structure désordonnée devient une dislocation imparfaite de la structure ordonnée. La propagation de ces partielles dans les différents domaines traversés crée des défauts d'ordre.

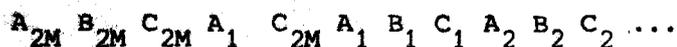
- Présentation du modèle de déformation

La déformation plastique pose le problème du passage des dislocations à travers des domaines où elles ne sont plus parfaites.

G. VANDERSCHAEVE et B. ESCAIG ont proposé un modèle de propagation de la déformation par faute d'empilement sans faute d'ordre. Ceci ne peut bien sûr s'appliquer que dans les A.O.L.P. où l'énergie du défaut de surstructure est inférieure à l'énergie du défaut d'ordre [6] [8] [9].

Dans ces conditions, il y a toujours moyen de traverser les différents domaines en trainant un défaut de basse énergie, c'est-à-dire dans notre cas un défaut de surstructure. En effet, des considérations géométriques relativement simples montrent que dans tout alliage, quelle que soit la valeur de M, il existe des cisaillements qui créent des fautes d'empilement sans faute d'ordre.

Dans un alliage de type  $a_3b$ , la séquence d'empilement intéresse  $3 \times 2M$  plans (111), et s'écrit...  $A_{2M} B_{2M} C_{2M} A_1 B_1 C_1 A_2 B_2 C_2$ . Un défaut de surstructure est créé en faisant glisser un plan  $B_1$  en position C, sans introduire de mauvaise liaison avec les voisins  $A_1$ . Le plan  $B_1$  doit donc se placer en position  $C_{2M}$ , ce qui conduit à la séquence :



ce qui correspond à une faute intrinsèque formée par une couche supplémentaire de 2 plans.

En utilisant les conventions habituelles du tétraèdre de Thompson -Figure 3- le déplacement atomique résultat de l'introduction de 2 plans (111) supplémentaires est  $2\delta\vec{D}$ .

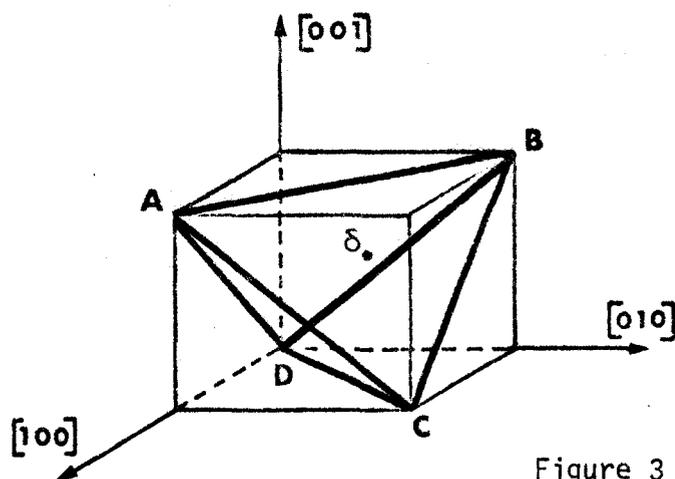


Figure 3 : Tétraèdre de Thomson.

Nous écrirons le vecteur de Burgers bordant à droite le défaut de surstructure  $2\delta\vec{D}$  modulo une translation de réseau. Pour une superpériode selon  $[100]$ , les deux plus courtes translation du réseau sont  $2\vec{DB}$  et  $2\vec{AC}$  -Figure 3-. Les partielles de SHOCKLEY correspondant à un tel défaut dans le plan (d) doivent donc avoir pour vecteur de Burgers  $2\delta\vec{B} \pm 2n\vec{AC}$  ( $2\delta\vec{D} + 2\vec{DB} = 2\delta\vec{B}$ ), avec n entier positif ou négatif. D'autres partielles glissiles sont aussi possibles, mais dépendent de la valeur de M [9].

Enfin, dans ce même plan (d), les plus courtes translations du réseau sont, outre  $2\vec{AC}$  :

$$\begin{aligned} \text{quand } M \text{ est impair} & : M \cdot 3\vec{B}\delta \\ M \text{ est pair} & : (M \cdot 3\vec{B}\delta) \pm \vec{AC} \end{aligned}$$

Les tableaux 1 et 2 donnent pour  $M = 1$  et  $M = 2$  les plus courtes translations parfaites, et les plus courts vecteurs de SHOCKLEY bordant un défaut de surstructure à droite. (Pour des raisons de simplicité, nous utilisons les notations du c.f.c. désordonné pour indexer les plans et les directions).

Tableau 1 : M = 1

Plan (d)

Direction de la superpériode	[100]	[010]	[001]
Plus courtes parfaites	3Bδ = 1/2 [2 $\bar{1}\bar{1}$ ] 2CA = [0 $\bar{1}$ 1]	3Aδ = 1/2 [ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ ] 2BC = [10 $\bar{1}$ ]	3Cδ = 1/2 [ $\bar{1}\bar{1}$ 2] 2AB = [ $\bar{1}$ 10]
Plus courts vecteurs de Burgers des partielles	Bδ = 1/6 [2 $\bar{1}\bar{1}$ ] 2δB = 1/3 [ $\bar{2}$ 11] 4Aδ = 2/3 [ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ ] 4Bδ = 2/3 [2 $\bar{1}\bar{1}$ ] 4Cδ = 2/3 [ $\bar{1}\bar{1}$ 2]	Aδ = 1/6 [ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ ] 2δA = 1/3 [1 $\bar{2}$ 1] 4Aδ 4Bδ 4Cδ	Cδ = 1/6 [ $\bar{1}\bar{1}$ 2] 2δC = 1/3 [11 $\bar{2}$ ] 4Aδ 4Bδ 4Cδ

Tableau 2 : M = 2

Plan (d)

Direction de la superpériode	[100]	[010]	[001]
Plus courtes parfaites	2CA 6Bδ ± AC	2BC 6Bδ ± BC	2AB 6Bδ ± AB
Plus courts vecteurs de Burgers des partielles	2δB 4Aδ 4Cδ 4Bδ ± AC	2δA 4Bδ 4Cδ 4Aδ ± BC	2δC 4Aδ 4Bδ 4Cδ ± AB



Plusieurs autres caractères ont été mis en évidence quelle que soit la valeur de M :

- Propagation de la déformation par lamelle de glissement comprenant à la fois M couches ou plans atomiques adjacents

- difficulté pour ces lamelles de traverser un des trois domaines, difficulté provenant d'un réarrangement atomique de type dipolaire ou multipolaire du coeur des dislocations avant de pouvoir traverser ce domaine.

Nous présentons dans la suite l'étude de  $Ni_3V$  et  $Ag_3Mg$ .

Ces deux cas sont particulièrement intéressants puisque pour  $Ni_3V$ ,  $M = 1$ , et aucun réarrangement dipolaire n'est nécessaire ; l'interface de glissement est confondue avec un seul plan atomique. Pour  $Ag_3Mg$ ,  $M = 2$  ; cette interface devient une lamelle de 2 plans, ce qui nécessite un réarrangement de type dipolaire à la traversée de l'un des trois types de domaines (cf. tableau 2).

## CHAPITRE III

### ETUDE DE Ni<sub>3</sub>V : CRISTALLOGRAPHIE ET PLASTICITE

#### 3.1. DIAGRAMME DE PHASE ET STRUCTURE DE LA MAILLE

Les premiers travaux sur les alliages de Nickel datent de 1915 [10].

L'étude du diagramme de phase des alliages Ni-V a tout d'abord été entreprise par Pearson et Hume-Rothery [11], [12] jusqu'à une concentration atomique en Vanadium de 60 %.

On ne connaît actuellement que peu de choses sur la partie du diagramme riche en V [13], [14]. -Figure 4-

Pour une composition atomique en Vanadium proche de 25 %, la solution solide désordonnée Ni<sub>3</sub>V c.f.c. se transforme en dessous de T<sub>c</sub> = 1045° C en phase quadratique θ [3] avec une structure de type Ti Al<sub>3</sub>.

Cette phase (DO 22) dans la notation du Strukturbericht) a la symétrie  $I \frac{4}{m} \text{mm}, D_{4h}^{17}$ .

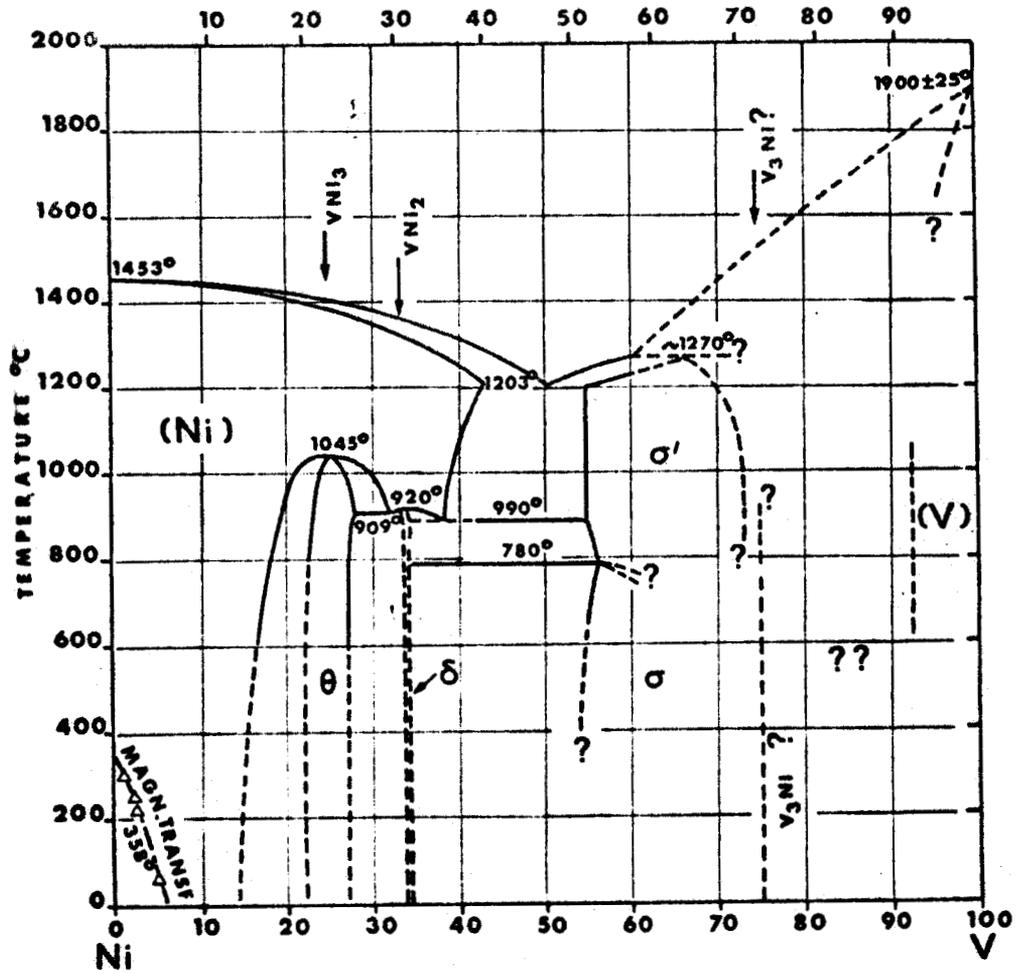


Figure 4 : Diagramme de Phase.

Les dimensions de la maille sont  $a = 3,542 \text{ \AA}$  et  $c = 7,212 \text{ \AA}$  ;  
 $c/a = 2,036$  pour une composition atomique en V de 26,12 % [11] -Figure 5-

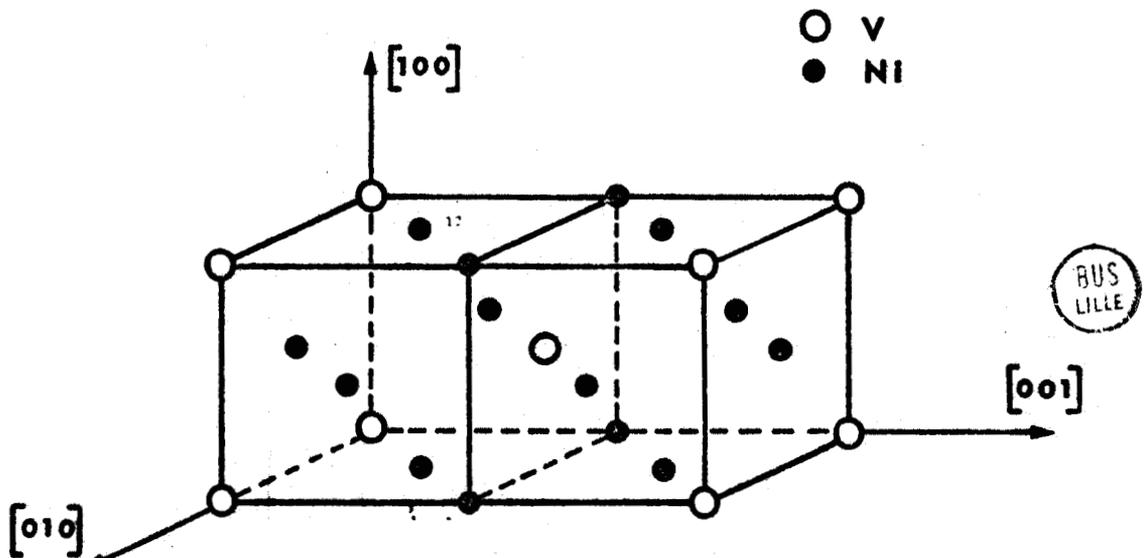


Figure 5 : Maille de  $\text{Ni}_3\text{V}$ .

L'étude du rapport  $c/a$  en fonction du pourcentage atomique de Vanadium a été effectuée par PEARSON [15]. Tableau 3.

% At.V	a (Å)	c (Å)	c/a
23,44	3,5358	7,1876	2,0328
23,70	3,5355	7,1920	2,0342
24,42	3,5356	7,1914	2,0340
24,75	3,5349	7,1984	2,0364
24,76	3,5346	7,2000	2,0370
25,18	3,5348	7,2004	2,0370
25,60	3,5343	7,2036	2,0382
26,14	3,5347	7,2132	2,0407

Cette phase est ordonnée avec des parois d'antiphase périodiques tous les plans  $\{001\}$  ( $M = 1$ ) [16]

### 3.2. APPLICATION DU MODÈLE DE DÉFORMATION À $Ni_3V$

Dans les plans de glissement, l'arrangement des atomes de Vanadium est rectangulaire -Fig. 6-. Les dislocations parfaites ont pour vecteurs de Burgers  $3C\vec{\delta}$  et  $2A\vec{B}$  dans le domaine où la superpériode est selon  $[001]$ . Les vecteurs de Burgers des partielles qui entraînent un défaut de surstructure sont rappelées au tableau 1.

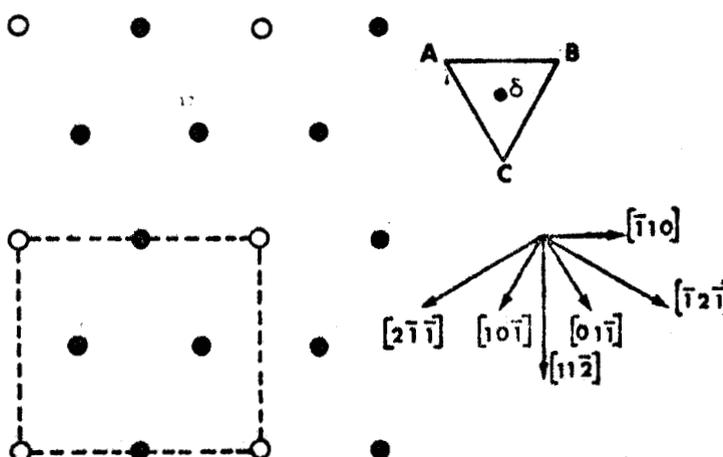


Figure 6 : Arrangement des atomes de Vanadium dans un plan (111).

L'énergie de ce défaut est probablement inférieure dans ce cristal à l'énergie du défaut d'ordre. En effet, il n'a jamais été observé au microscope électronique la présence, après déformation, de défauts d'ordre étendus. Par contre de larges défauts de surstructure ont été abondamment observés [7].

Toutes les partielles possibles pour limiter de tels défauts ne traversent pas les différents domaines de la même façon. En effet, dans un domaine de superpériode selon [001],  $C\delta$  et  $2\delta C$  se propagent sans créer de défauts d'ordre ; tandis qu'ils doivent en trainer un dans les deux autres domaines, [100] ou [010]. Par conséquent  $C\delta$  et  $2\delta C$  vont rester bloquées à la paroi des domaines [100] et [010].

Par contre les partielles  $4A\delta$ ,  $4B\delta$ ,  $4C\delta$  peuvent, elles, propager le même défaut de surstructure dans n'importe lequel des trois domaines [100] [010] et [001], qu'elles traversent donc sans difficultés.

### 3.3. OBJECTIFS DE CETTE ÉTUDE

A partir de cette analyse, la présente étude a été entreprise dans le but de répondre à 4 questions importantes.

#### 3.3.1. Comparaison d'un glissement $C\delta$ avec un glissement $4C\delta$

$Ni_3V$  est un cas commode pour faire varier la taille des domaines ; en effet la température de transition de phase ( $T_c = 1045^\circ C$ ) est assez élevée pour permettre des températures de recuit efficaces.

On prévoit dans ces conditions un glissement de type  $C\delta$  lorsque le grain sera pratiquement monodomaine, par opposition à un glissement de type  $4C\delta$  lorsque les grains comprennent un grand nombre de domaines.

Par conséquent, l'étude d'échantillons de taille de domaines très différente permet de tester les prévisions des contraintes

d'écoulement relatives au cas de partielles  $C\delta$ , et à celui des partielles  $4 C\delta$ .

En effet, la longueur du vecteur de Burgers de la dislocation de glissement influe sur la friction de forêt, qu'elle rencontre au cours de son déplacement, par la nature des jonctions formées. La contrainte d'arrachement de celles-ci est donc différente selon la nature  $C\delta$  ou  $4 C\delta$  de la partielle qui se propage.

Guy VANDERSCHAEVE a étudié ce problème en étendant le modèle de FONTAINE [17] à ce cas particulier. Il en résulte que la contrainte d'écoulement plastique peut s'écrire sous la forme :

$$\sigma = \frac{\mu n b}{l_F} \cdot \frac{\overline{\sigma_{R^c}}}{p}$$

où  $n = 1$  dans le cas d'une dislocation de type  $C\delta$ , 2 pour  $2 \delta C$ , 4 pour  $4 C\delta$

-  $\mu$  est le module d'Young

-  $b = |C\delta| = \frac{a}{\sqrt{6}}$  ( $a$  est le paramètre de la maille).

-  $l_F$  est la séparation moyenne des arbres du réseau de Frank.

-  $\overline{\sigma_{R^c}}$  coefficient numérique peu sensible à  $n$  et voisin de l'unité.

-  $p = \frac{a'^2}{2} \left(\frac{\tau g}{\tau}\right)^{1/3} \left(\frac{\overline{\Delta u}}{\tau l_F}\right)^{-1/3}$

avec -  $a'$  rapport entre le nombre total d'arbres, et le nombre d'arbres attractifs

-  $\tau g$  tension de ligne de la dislocation de glissement ;  $\tau g$  varie comme  $n^2$ .

-  $\tau$  tension de ligne de l'arbre

-  $\overline{\Delta u}$  énergie nécessaire pour arracher une jonction ;  $\overline{\Delta u}$  varie à peu près comme  $n$ .

Ainsi  $\sigma$  varie grossièrement comme  $n^{2/3}$  ; c'est-à-dire que le rapport entre les contraintes d'écoulement plastique pour des

dislocations partielles du type  $4C\delta$ , et pour des dislocations partielles du type  $C\delta$  est d'environ  $4^{2/3}$ , soit 2,5. Les calculs plus détaillés des quantités  $\sigma_R^c$  et  $\Delta u$  conduisent à un rapport variant selon les hypothèses de 1,5 à 1,8.

### 3.3.2. Mise en évidence d'une éventuelle activation thermique

Nous avons voulu mettre en évidence une éventuelle activation thermique des transformations de coeur des partielles nécessaires au glissement plastique à travers tous les types de domaines dans les alliages où  $M$  est différent de 1 (cas du synchro-shear). Pour ceci, il est nécessaire de comparer l'évolution avec la température des contraintes d'écoulement pour un cas  $M = 1$  ( $Ni_3V$ ) où de telles transformations de coeur sont absentes, et un cas  $M = 2$  ( $Ag_3Mg$ ) où celles-ci devraient se manifester (cf. Tableau 2).

### 3.3.3. Mise en évidence d'un glissement $\langle 112 \rangle$

Les dislocations du type  $C\delta$  sont parallèles aux directions  $\langle 112 \rangle$  ; il y a donc là un caractère distinctif différent des glissements  $\langle 110 \rangle$  usuels dans le réseau c.f.c. Pour le mettre en évidence, nous avons cherché à obtenir un facteur de Schmid qui soit sélectif pour ces deux directions ; c'est-à-dire qui soit plus élevé par exemple pour un système de glissement  $[112](111)$  que pour le plus favorisé des systèmes  $\langle 011 \rangle \{111\}$ .

L'observation des lignes de glissement sur les surfaces des échantillons monocristallin déformés permet cette étude de l'influence de l'orientation.

### 3.3.4. Conservation de l'ordre à grande distance pendant la déformation

La simplicité de la structure correspondant au cas  $M = 1$  ( $Ni_3V$ ) fournit un cas commode pour vérifier par l'expérience le véritable micro-mâclage de la déformation telle qu'elle est décrite dans le modèle.

En effet, un défaut de surstructure ne crée aucune mauvaise liaison aux premiers voisins. Si on superpose sur des plans (111) successifs un tel défaut (lamelle de glissement), on obtiendra un cristal mâclé dans lequel l'ordre à grande distance sera conservé. Cette propriété se trouve pouvoir être facilement observable dans le cas  $M = 1$ .

On peut montrer que dans l'hypothèse où la superpériode est selon  $[100]$ ,  $[18]$ , et où les mâcles sont ordonnées :

- dans une image en champ noir prise avec les réflexions  $[\frac{1}{2} 01]^*$  ou  $[\frac{1}{2} 10]^*$  de la matrice, les mâcles et la matrice sont en contraste.
- dans une image en champ noir prise avec les réflexions  $[-\frac{1}{2} 01]^*$  ou  $[-\frac{1}{2} 10]^*$  de la matrice, les mâcles sont hors contraste.

Les photos présentées ci-dessous ont été prise sur un échantillon polycristallin polydomaine déformé juste au delà de la limite élastique -Figure 7-.

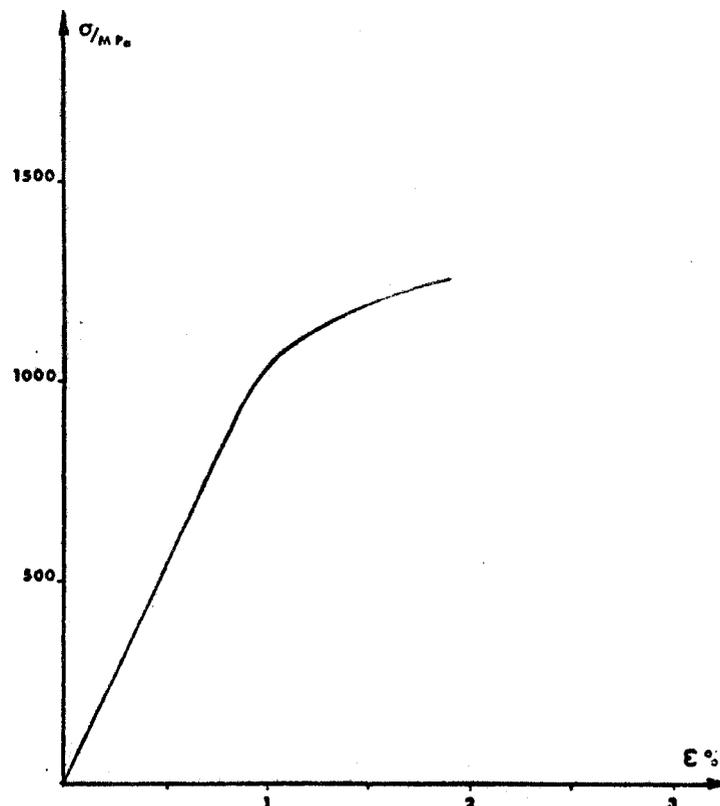


Figure 7 : Echantillon observé en M.E.

On remarque bien sur la figure 8a que la déformation se produit par propagation de mâcles et de fautes d'empilement s'arrêtant aux parois de domaines ou s'étendant sur plusieurs domaines.

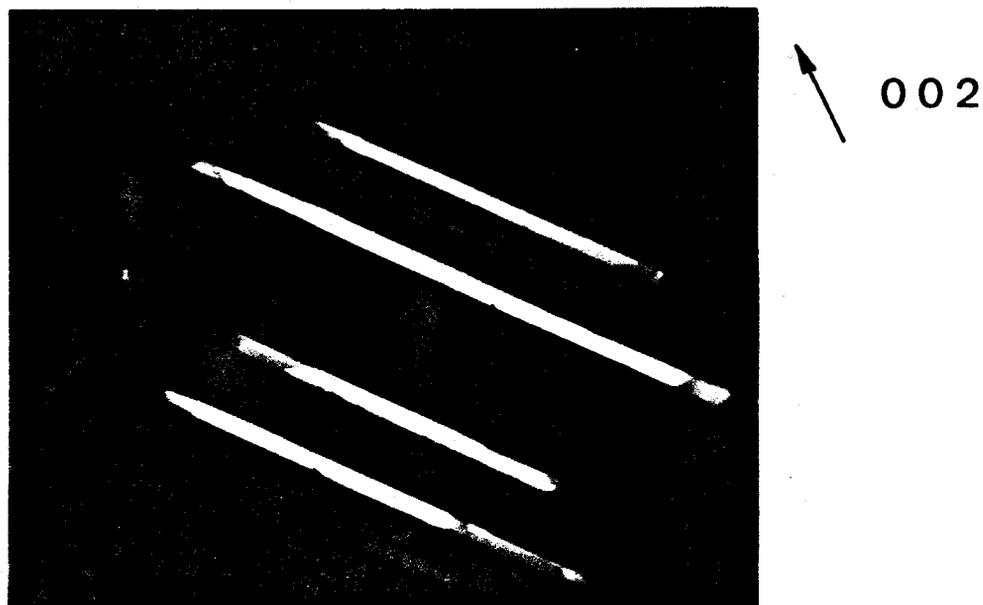


Figure 8a : Mâcles s'étendant sur plusieurs domaines.

Les figures 8b et 8c montrent bien la nature ordonnée des mâcles de déformation.



Figure 8b : Nature ordonnée des mâcles de déformation.



Figure 8c : Nature ordonnée des mâcles de déformation.  
(mâcles hors contraste).

Nous avons réalisé personnellement les trois premiers points de cette étude. Ce dernier point a été étudié en participation avec G. VANDERSCHAEVE. Il montre bien que, contrairement à certaines hypothèses [19] [20] [21] :

- les mâcles de déformation sont ordonnées, et l'ordre à grande distance est conservé au cours de la déformation
- la direction de macleage est parallèle à  $C\delta$  ( $2\bar{1}\bar{1}$ )

Puisque certaines mâcles s'étendent sur plusieurs domaines elles doivent être engendrées par des partielles du type  $\frac{2}{3}\langle 211 \rangle$ , c'est-à-dire  $4A\delta$ ,  $4B\delta$ , ou  $4C\delta$ .

REMARQUE : Origine des partielles  $C\delta$  :

L'origine des partielles  $C\delta$  qui propagent la déformation a été éclaircie par G. VANDERSCHAEVE et B. ESCAIG [7].

Au cours de la mise en ordre, les dislocations  $\vec{CA}$  et  $\vec{CB}$ , qui entraînent une faute d'ordre, se recombinent pour donner une dislocation

parfaite  $3C\delta$ . Cette parfaite se dissocie elle-même en trois partielles  $C\delta$  limitant une paire de défauts de surstructure intrinsèque-extrinsèque.

La structure de coeur de la partielle limitant la faute extrinsèque est telle que, sous l'effet d'une contrainte, elle a tendance à se bloquer dans la direction  $\vec{CB}$  (ou  $\vec{CA}$ ) ; les dislocations parfaites  $3C\delta$  émettent donc des partielles  $C\delta$  propageant un micromâclage dans le domaine -Fig. 9a,b,c-.

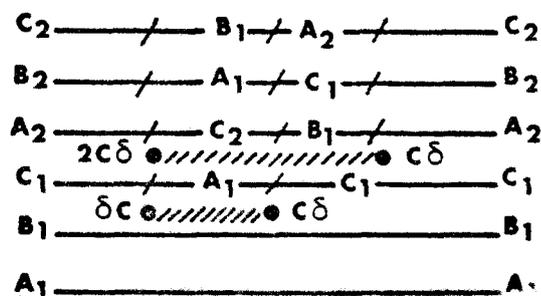


Figure 9a : Structure de la paire de D.S. extrinsèque intrinsèque avant la déformation.

Au cours de la déformation, il y a glissement de la composante  $\vec{CB}$  de  $2C\delta$  sous l'effet attractif de  $\delta C$  quand la dislocation est parallèle à  $CB$  ( $2C\delta \rightarrow \vec{CB} + \delta\vec{A}$ , et  $\delta\vec{C} + \vec{CB} \rightarrow \delta\vec{B}$ ). La partielle limitant la faute extrinsèque reste bloquée dans cette direction car, au cours de son mouvement, elle trainerait des défauts d'ordre sur 2 plans adjacents.

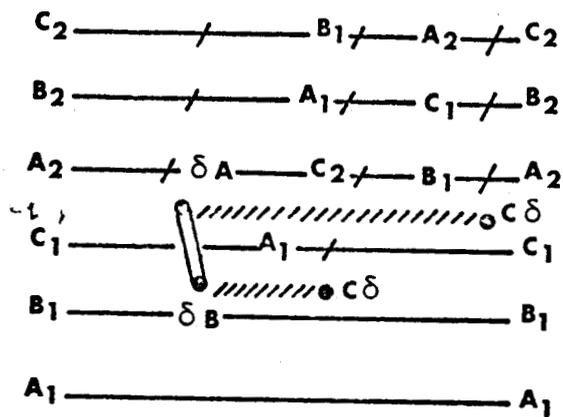


Figure 9b : Paire de faute extrinsèque intrinsèque après la déformation.



$20\bar{2}$



Paire de faute extrinsèque intrinsèque dans le matériau déformé. Le ruban de faute le plus étroit est extrinsèque. La partielle bordant cette faute est parallèle à  $[10\bar{1}]$ .

## CHAPITRE IV

### ETUDE EXPERIMENTALE

#### 4.1. PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES DE DÉFORMATION

##### 4.1.1. Matériau

Les monocristaux et polycristaux de  $Ni_3V$  nous ont été fournis par Cristal-Tec (C.E.N. Grenoble). Leur composition atomique en Vanadium est proche de 25 %. Le lingot polycristallin est un cylindre de 6 cm de long pour une section de 5 cm<sup>2</sup>. La dimension des grains est de l'ordre de quelques dixièmes de mm. Le monocristal est un cylindre de 2,5 cm de longueur sur une section de diamètre 1 cm.

##### 4.1.2. Préparation des éprouvettes de déformation

Les alliages de nickel sont des matériaux très difficiles à travailler. Tableau 4. [22].

Alliages de Mg	1
Alliages d'Al	1,8
Laiton	2,3
Fonte	3,5
Acier doux	6,3
Alliages de Ni	10

Tableau 4 : Puissance relative nécessaire pour usiner les métaux.

Nous avons dû renoncer à découper le lingot polycristallin avec les moyens habituels (scie abrasive, ou scie diamantée). Le Polycristal a donc dû être découpé par électro-érosion, au laboratoire de M. DE FOUQUET à l'E.N.S.M.A. de Poitiers, en éprouvettes de dimensions approximatives  $10 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$ .

Le monocristal a été découpé à la scie diamantée Isomet (Bühler) en éprouvettes de dimensions  $7 \times 2,5 \times 2,5 \text{ mm}^3$ .

Il est important de bien choisir la longueur des éprouvettes de compression. Si celle-ci est trop grande, il y a apparition de flambage ; si elle est trop courte, la déformation est trop hétérogène (rôle primordial des faces d'appui, l'échantillon au cours de la déformation prend la forme d'un tonneau [23]). Le rapport choisi,  $l^2/S \approx 12$ , s'est révélé être un bon compromis.

Les éprouvettes de déformation sont ensuite polies mécaniquement au carborandum (grain 320, puis 600), puis à la pâte diamant ( $6\mu$ ,  $1\mu$ ).

Un polissage électrolytique est encore nécessaire pour l'observation optique des surfaces après déformation. Ce polissage est effectué au Disa-Electropol (Struers), tension d'utilisation 15 V. L'électrolyte est un mélange 50/50 de  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}$ .

Nous n'avons pas pu obtenir des surfaces parfaitement polies, car au cours du polissage électrolytique il y a formation de bulles ; ces bulles sont à l'origine de la formation de trous sur les surfaces des échantillons. Cet effet peut être minimisé en agitant constamment l'échantillon dans le bain de polissage.

L'orientation des échantillons est déterminée par la méthode de Laue en retour. La précision de cette méthode ( $2^\circ$ ) est suffisante pour l'étude de la déformation plastique [24] [25]. La présence d'un fond continu très intense rend difficile l'indexation des Laue : les taches de diffraction ne contrastent pratiquement pas sur le fond continu. Nous avons choisi les conditions suivantes : 25 KV, 30 mA, collimateur 0,3 mm, temps de pose 1 H 30, anticathode en Molybdène. Les taches de diffraction présentent un astérisme très important.

La présence de 2 grains importants dans le lingot monocristallin a limité le nombre d'éprouvettes. Pour tirer un maximum d'échantillons du lingot, nous avons pris un axe de compression proche de  $\bar{1}13$ . La direction des éprouvettes est alors perpendiculaire à l'axe du lingot -Figure 10a et 10b-

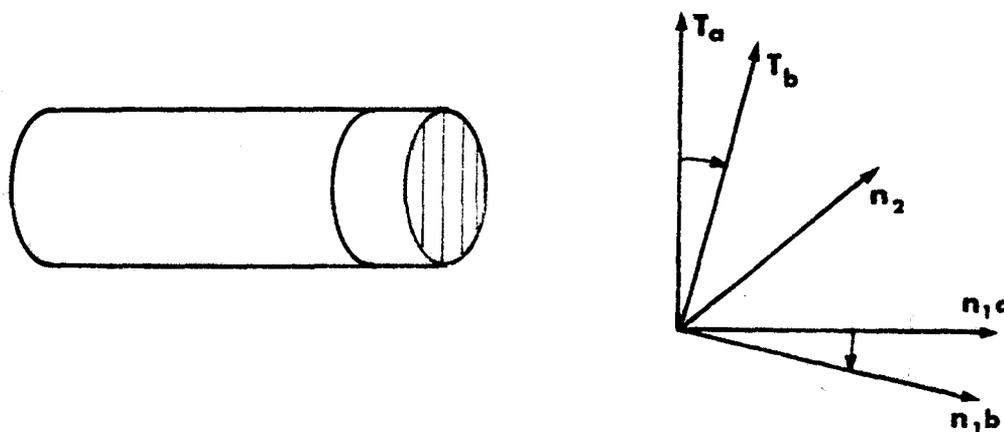


Figure 10a : Direction des échantillons de compression dans le lingot monocristallin. La direction de compression  $T_a$  est proche de  $\bar{1}13$ .

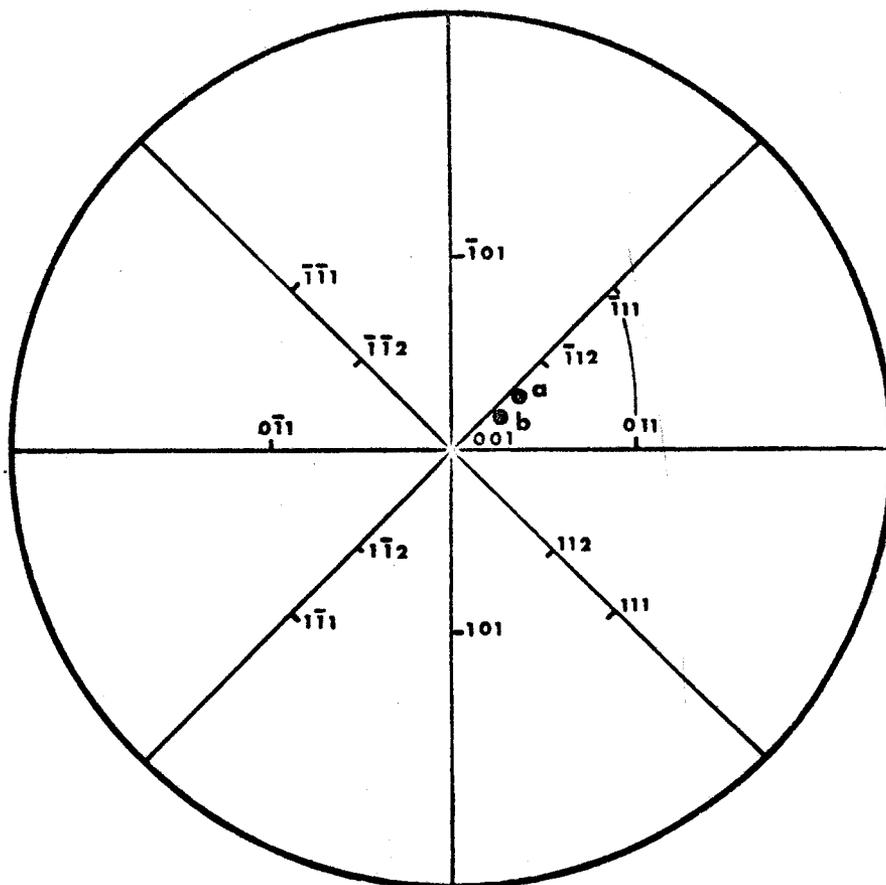


Figure 10b : Orientation des éprouvettes de compression  
La direction a est proche de  $\bar{1}13$ .

#### 4.1.3. Traitements thermiques

Nous avons vu au paragraphe 3.3.1.) que l'importance de la taille des domaines est primordiale dans notre étude. Nous avons travaillé sur des échantillons mono ou polycristallins possédant des petits domaines, de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$ , et sur des échantillons mono et polycristallins dont les domaines sont de l'ordre de grandeur du grain pour les polycristaux, c'est-à-dire plusieurs centaines de  $\mu\text{m}$ , et d'un ordre de grandeur équivalent pour les monocristaux.

Différents recuits ont été tentés dans le but d'obtenir une gamme suffisante de taille de domaines.

TANNER a publié des données sur les recuits. Ces données sont rassemblées dans le tableau 5 [16].

T° C	t (mn)	Diamètre moyen des domaines (µm)
900	5	0,8
800	5	0,3
600	200	0,09
400	10 000	0,03

Tableau 5

Variation de la taille des domaines en fonction du recuit.

La température de transition de phase (1045° C) est élevée par rapport à la température de fusion (1450° C). On comprend donc qu'il est relativement facile de faire croître les domaines de façon très appréciable et dans un temps suffisamment court.

Le monocristal et le polycristal présentent, à l'état brut de tout recuit, des domaines de forme allongée : 0,5 µm de diamètre pour une longueur de quelques µm. Il y a dans le polycristal quelques 10<sup>4</sup> domaines par grain. Nous avons appelé Polydomaines les échantillons polycristallins et monocristallins non recuits.

Une partie de ces échantillons a subi un recuit de 6 jours à 950° C. Pour mettre en évidence la taille des grands domaines, nous présentons sur la figure 26 l'état après compression des faces d'un monocristal.

Nous pensons que les déformations des domaines, étant plus ou moins incompatibles entre-elles, font apparaître sur cette figure les domaines individuels (cf. § 5.4.2.). On obtient ainsi, sur monocristal une taille de domaines de l'ordre de 200 ou 300 µm. Dans le polycristal, il est raisonnable de considérer que les tailles de domaines sont d'un même ordre de grandeur, c'est-à-dire qu'il ne devrait pas y avoir plus de 2 ou 3 domaines par grain. D'ailleurs, au cours des observations de M.E., aucune frontière de domaine n'a été observée sur ces échantillons.

Bien que chaque grain dans le polycristal, ou le monocristal lui-même, contienne donc quelques domaines, nous avons appelés Monodomains ces échantillons, dans un souci simplificateur.

Les recuits ont été effectués dans des fours Adamel. La température est réglée au degré. Les alliages de Ni-V s'oxydent très facilement, les échantillons sont donc placés dans des ampoules de silice nettoyées à l'Argon, et scellées sous vide. A l'issue des 6 jours de recuit, les échantillons ne présentent aucune trace d'oxydation.

REMARQUE : Pour pouvoir faire quelques essais mécaniques comparatifs sur la phase désordonnée de Ni<sub>3</sub>V, nous avons essayé de tremper quelques échantillons.

Les échantillons sont suspendus à un fil de platine et portés à 1200° dans un four vertical. Après quelques heures de ce recuit, on laisse tomber l'échantillon dans un récipient contenant un liquide de trempe (eau ou huile de trempe). Cette méthode simple, quoique efficace dans de nombreux cas (nous l'avons essayé avec succès sur Ag<sub>3</sub>Mg) ne nous a donné ici aucun résultat. La taille des domaines, dans les échantillons qui ont subi ce traitement reste identique à celle des échantillons non trempés. TANNER qui a étudié la transition ordre-désordre dans Ni<sub>3</sub>V [16] n'a pas réussi non plus à désordonner complètement cet alliage. Il a notamment remarqué que plus la température de trempe est atteinte rapidement, plus l'alliage est désordonné, mais plus le volume de la fraction désordonnée est petit.

#### 4.2. TECHNIQUES DE LA DÉFORMATION

L'essai de déformation plastique usuel le plus significatif est l'essai de traction. Toutefois, pour des raisons dues à la difficulté à réaliser les échantillons de traction, nous avons choisi l'essai de compression.

Les échantillons de Ni<sub>3</sub>V sont déformés à une vitesse de  $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Les mesures sont effectuées entre 77 K et 853 K.

Les mêmes essais ont portés sur les 2 séries d'échantillons monocristaux et polycristaux, monodomaines et polydomaines.

#### 4.2.1. Définition de $\sigma$ et $\epsilon$

La déformation d'un échantillon sur une machine Instron se traduit par une courbe : force exercée sur les têtes de l'échantillon  $F$ , variation de longueur de celui-ci  $\Delta l$  ;  $F = f(\Delta l)$ .

Les courbes de déformation que nous présentons représentent pour les polycristaux la contrainte nominale en fonction de la déformation :  $\sigma = f(\epsilon)$  ; la contrainte nominale est le rapport entre la force exercée sur les têtes de l'échantillon et la surface initiale  $\sigma = F/S_0$ . La déformation est le rapport entre la variation de longueur de l'éprouvette et la longueur initiale  $\epsilon = \frac{l_0 - l}{l_0}$

Pour les monocristaux, les contraintes et déformations sont résolues dans le plan de glissement. L'observation des marches de glissement sur les surfaces des échantillons déformés nous indique la valeur du facteur de Schmid à appliquer. L'orientation est proche de (a) -Figures 10b et 12-.

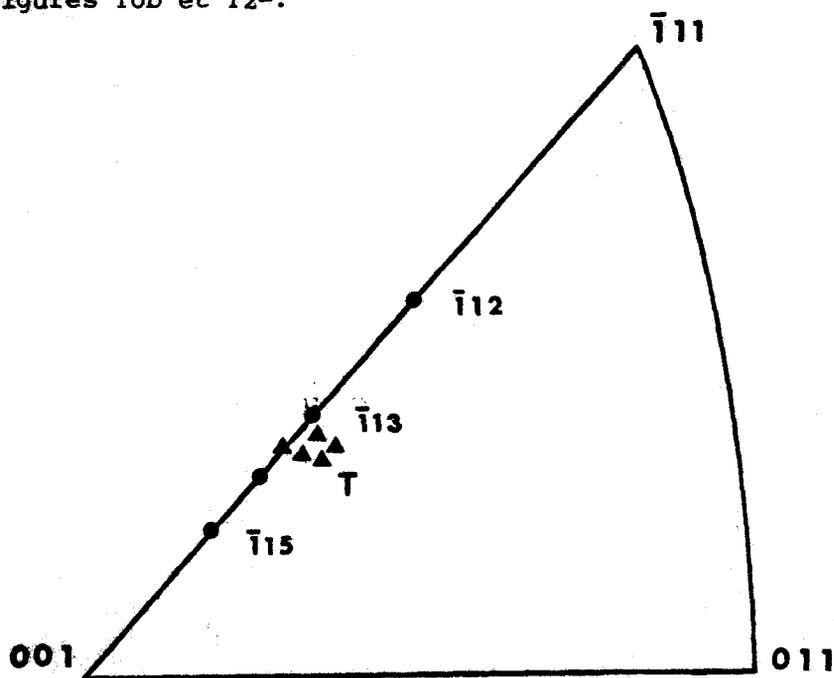


Figure 12 : Orientation des éprouvettes de compression.

Il existe toujours une déformation élastique, due à l'ensemble machine + montage de compression, qui n'est pas identique d'un essai à l'autre ; il est par conséquent indispensable d'en tenir compte en déterminant après chaque déformation d'échantillon une déformation de la machine [26]. Pour cela, les plateaux de compression sont simplement mis en contact, et la déformation est enregistrée.

#### 4.2.2. Montage de compression

Les essais de compression sont effectués sur une machine Instron (T.T.D.M.L. 1114).

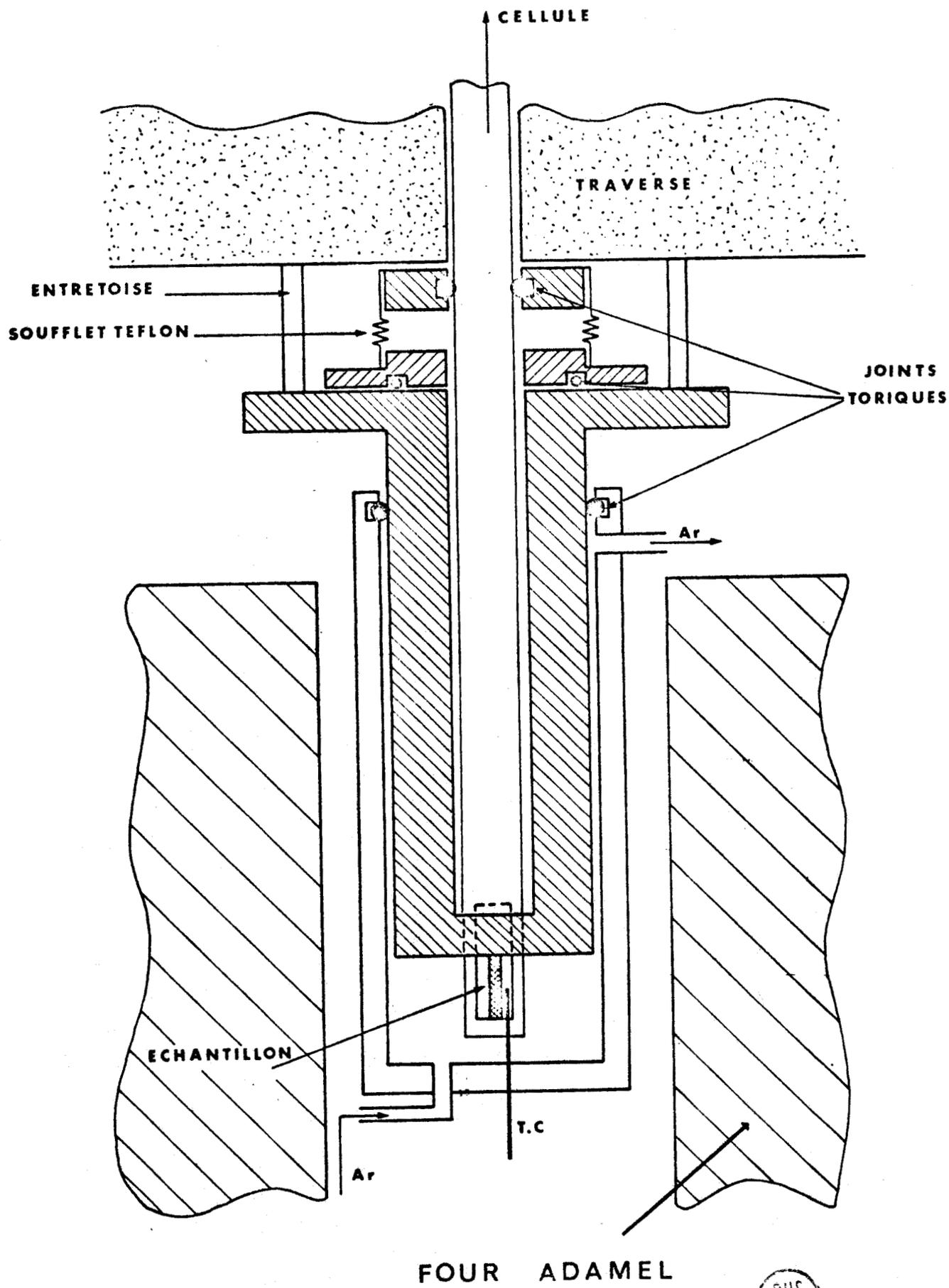
Le montage de compression est un montage inversé. Le plateau inférieur est fixe, et relié à la cellule de compression ; le plateau supérieur est mobile, et solidaire de la traverse -Fig. 13-. Ce montage est en acier NS 30 ; cet acier a un bon comportement mécanique dans la gamme de température qui nous intéresse, de 77 K à 900 K.

#### 4.2.3. Mesures en température

Afin d'étudier le comportement plastique du matériau en fonction de la température, le montage de compression a été conçu pour déformer en atmosphère inerte. L'échantillon est isolé de l'extérieur par l'intermédiaire d'une enceinte dans laquelle on peut soit faire un vide primaire, soit faire circuler un gaz dont le débit est mesuré à la sortie du montage par un bulleur.

Un joint torique rend l'enceinte solidaire du montage de compression. La partie supérieure de l'enceinte est refroidie par une circulation d'eau pour éviter la détérioration du joint torique, et par suite les entrées d'air. L'étanchéité entre la partie fixe et la partie mobile est assurée par un soufflet en téflon.

Le chauffage de l'ensemble est assuré par un four tubulaire Adamel relié à une régulation de température.



FOUR ADAMEL

BHS  
LILLE

Figure 13 : Montage de compression.

L'extrémité d'un Thermocouple traversant l'enceinte par un raccord étanche, est placée au niveau des plateaux de compression. Ce Thermocouple est relié à un enregistreur Sefram. Il est par conséquent possible de s'assurer de la bonne stabilisation thermique de l'échantillon.

Pour les essais à basse température, l'échantillon et les plateaux de compression plongent dans un bain réfrigérant : azote liquide pour les mesures à 77 K, ou Isopentane pour les mesures supérieures à 120 K. L'isopentane se trouve dans un bain thermostatique B.R.T. (Air Liquide). Un thermocouple donne ici également la température de l'échantillon à chaque instant.

Ce bain thermostatique permet une excellente stabilisation en température de l'échantillon et du montage de compression, nécessaire pour pouvoir mesurer des relaxations de contrainte significatives. Les relaxations de contraintes sont parfois très faibles, et les dilatations thermiques des différentes parties du montage peuvent largement fausser leur mesure.

#### 4.3. EXAMEN DES ÉCHANTILLONS DÉFORMÉS

Les surfaces des échantillons déformés sont observées au microscope métallographique Reichert (observation des marches de glissement).

Des lames minces sont ensuite découpées à la scie diamantée et amincies électrolytiquement dans un Ténupol (Struers) pour une observation en microscopie électronique à 100 kV (Philips EM 300). L'électrolyte utilisé est préconisé par Struers pour le Nickel et ses alliages : 50 cm<sup>3</sup> d'acide perchlorique, 950 cm<sup>3</sup> d'acide acétique (référence commerciale A8). Les conditions de polissage sont 70 V, température de l'électrolyte 18° C. Les lames minces sont rincées à l'alcool éthylique.

Cette technique d'amincissement qui donne d'excellents résultats avec Ni<sub>3</sub>V nous a posé de très nombreux problèmes dans le cas d'Ag<sub>3</sub>Mg (Annexe 1).

## CHAPITRE V

### RESULTATS

#### 5.1. DÉFINITION D'UNE LIMITE ELASTIQUE

Dans certains des cas que nous avons rencontrés, la présence d'un domaine préplastique étendu et l'absence d'une variation franche de la consolidation pose le problème de l'évaluation de la limite élastique -Figure 14-.

Quand il n'apparaît pas de cassure dans la courbe contrainte déformation, la définition physique d'une limite élastique consiste à notre avis à mesurer la contrainte à partir de laquelle le volume d'activation devient à peu près indépendant de la déformation.

Nous avons choisi de déterminer les volumes d'activation par la méthode de relaxation de contrainte. Cette technique est détaillée en annexe 2.

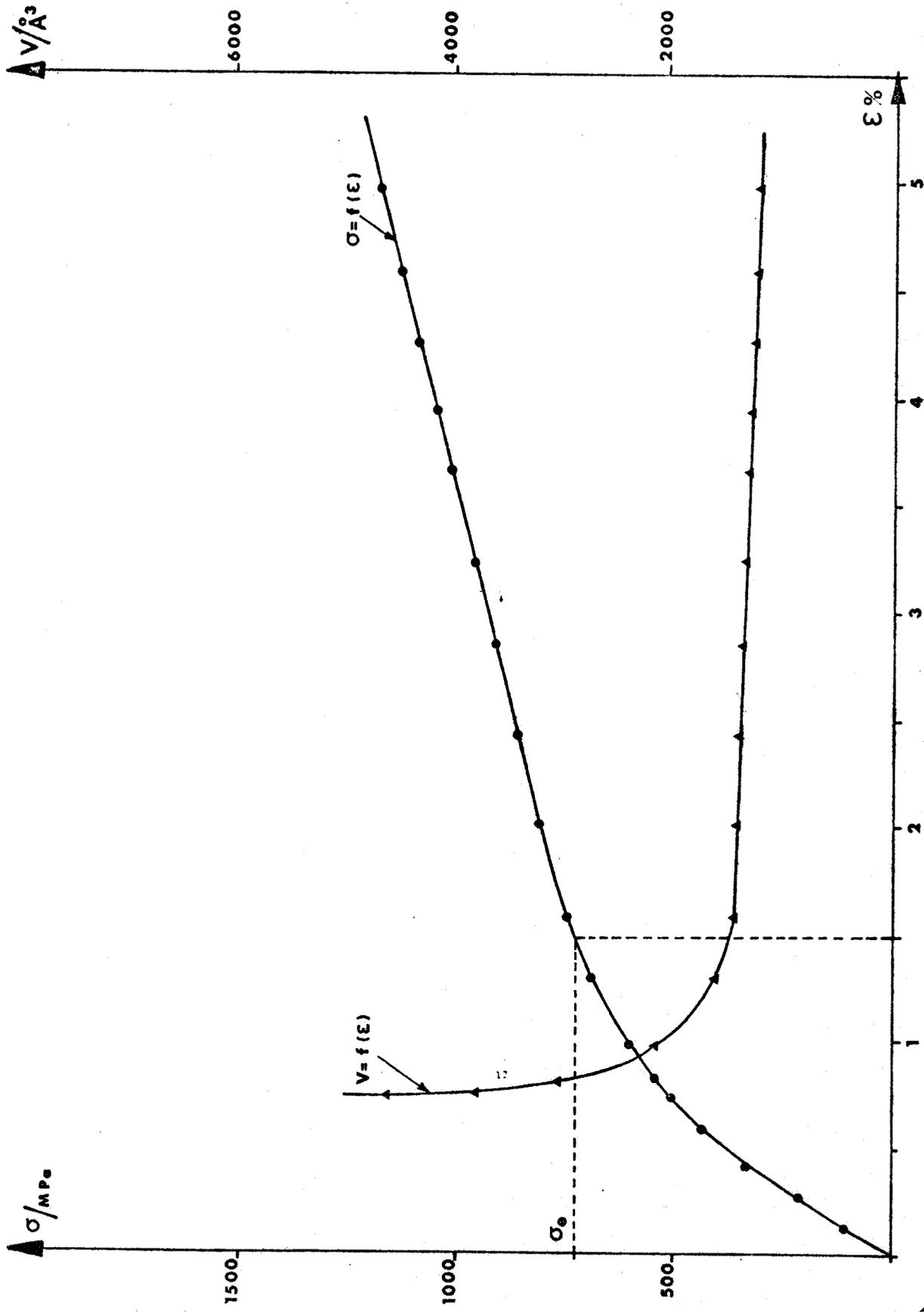


Figure 14 : Définition d'une limite élastique.



## 5.2. COMPARAISON D'UN GLISSEMENT $C_8$ AVEC UN GLISSEMENT $4C_8$

Cette comparaison a été étudiée à la fois sur les polycristaux et les monocristaux.

### 5.2.1. Echantillons polycristallins

Dans le cas d'échantillons déformés à température ambiante, et pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , la limite élastique est de 720 MPa pour les échantillons monodomains, et de 1320 MPa pour les échantillons polydomaines ; ce qui correspond à un rapport égal à 1,8 -Figure 15a-.

La déformation plastique observée à cette limite atteint environ 1,5 % -Figure 15b-.

Dans le domaine où ils restent constants, le taux de consolidation des polydomaines a pour valeur 4800 MPa ; celui des monodomains est 2,6 fois plus élevé : 12 300 MPa.

### 5.2.2. Echantillons monocristallins

Des monocristaux ont été déformés à l'ambiante, à la même vitesse, dans l'orientation (a) -Figure 10b-.

Les mesures de limite élastique (atteinte ici pour 4 % de déformation résolue -Figure 16a-) donnent 350 MPa pour les échantillons monodomains, et 520 MPa pour les échantillons polydomaines -Figure 16b- ce qui donne un rapport de 1,5. -Figure 16b-.

Dans le domaine où ils restent constants, le taux de consolidation des cristaux monodomains est ici 2300 MPa, à comparer avec 1850 MPa pour les polydomaines, soit un rapport moitié environ du précédent (1,24). On peut considérer que cette variation importante est due uniquement aux comportements différents des cristaux monodomains.

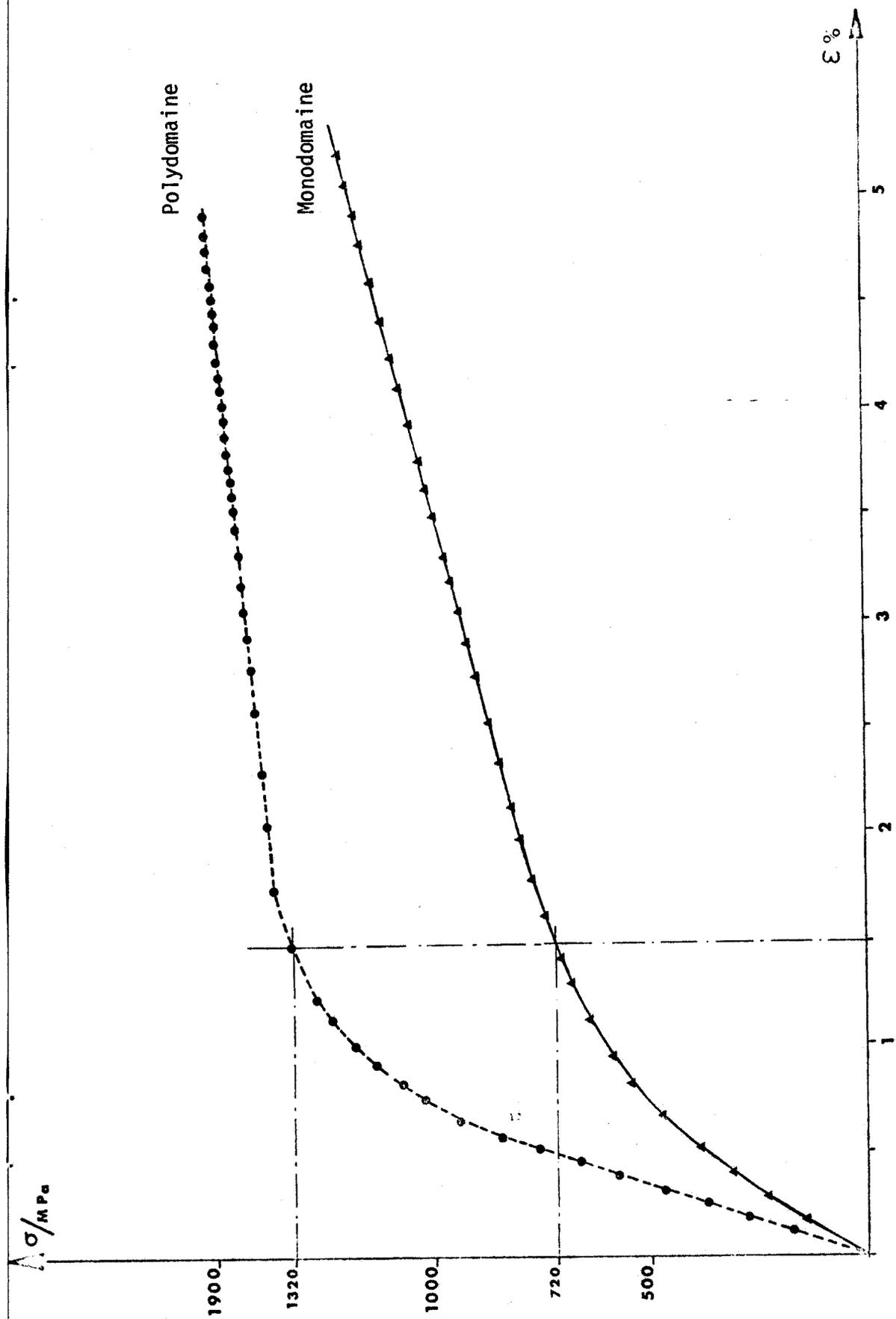


Figure 15a :  $\sigma = f(\epsilon)$  polycristaux déformés à 293 K.



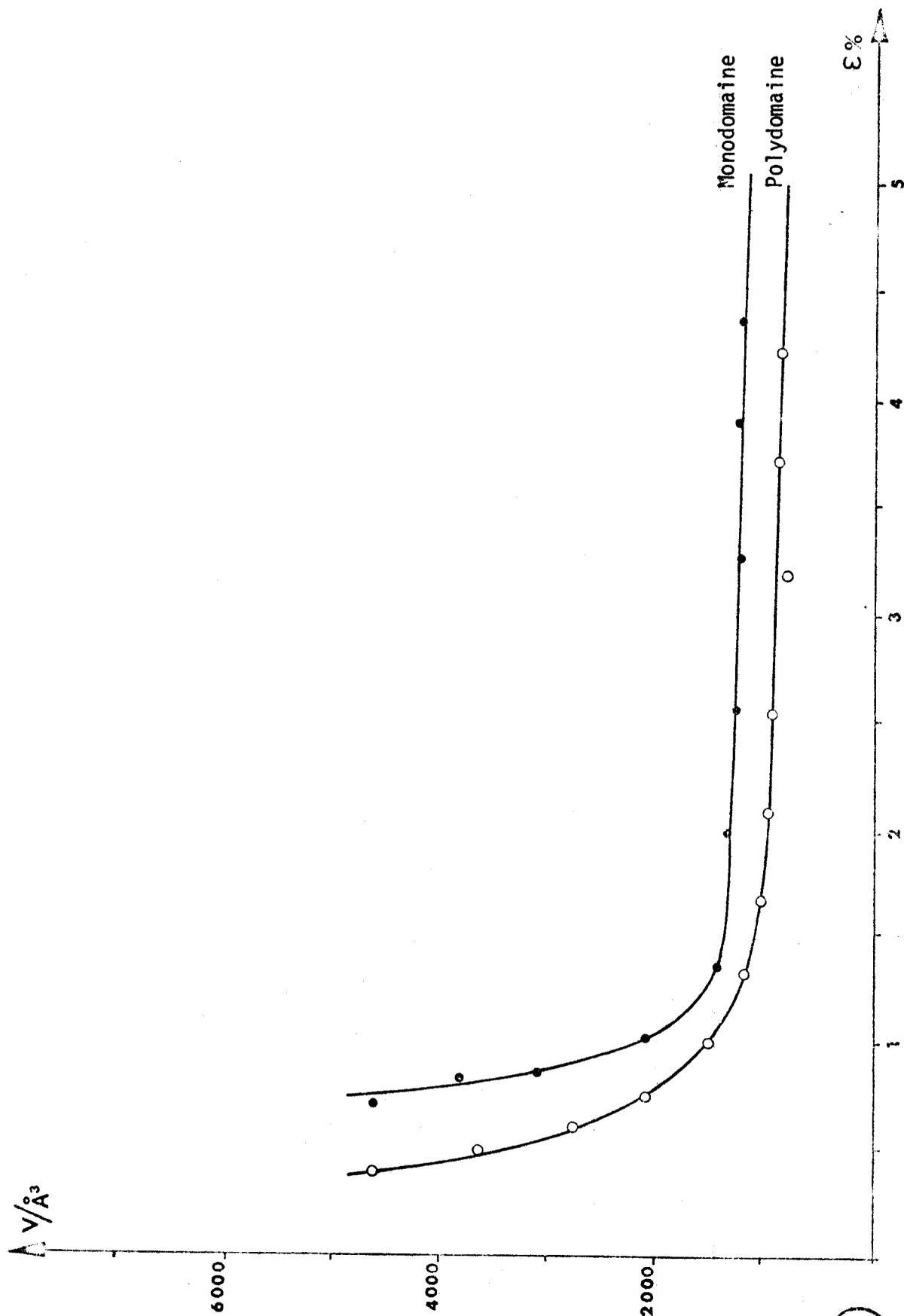


Figure 15b :  $V = f(\epsilon)$  polycristaux déformés à 293 K.

BUS  
LILLE

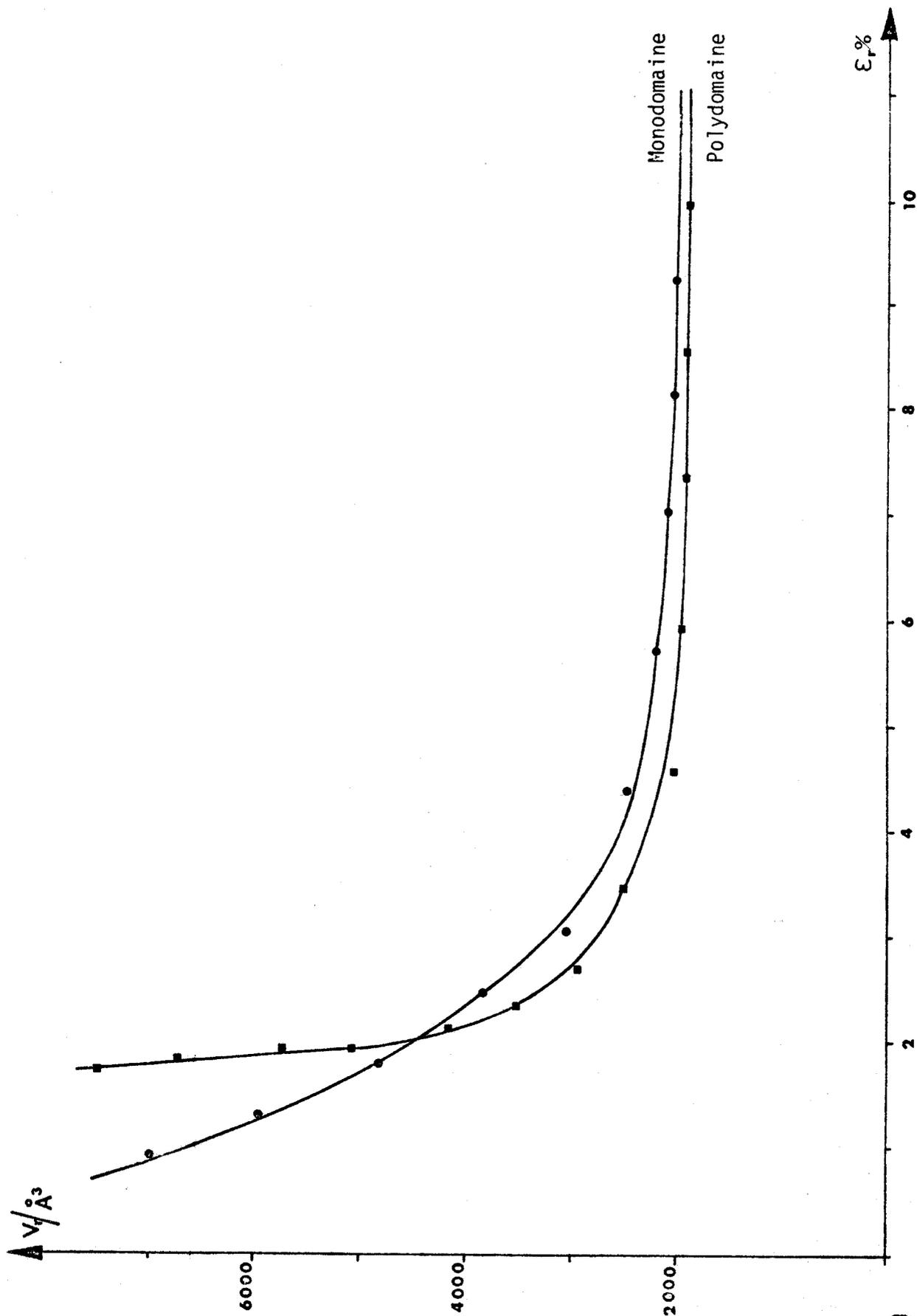
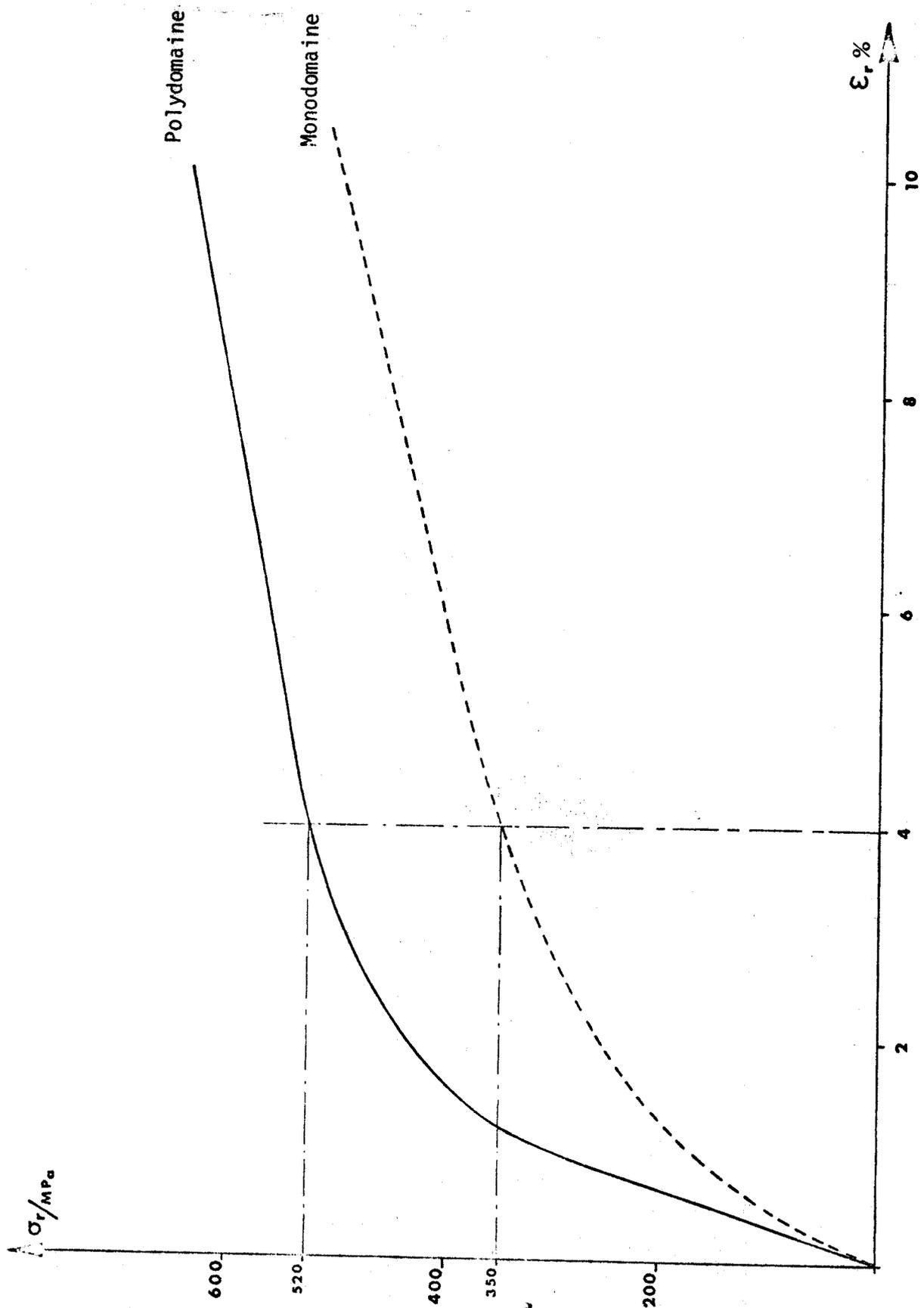


Figure 16a :  $V = f(\epsilon)$  monocristaux déformés à 293 K.

BUS  
LILLE



BHS  
LILLE

Figure 16b :  $\sigma_r = f(\epsilon_r)$  monocristaux déformés à 293 K.

En effet, les cristaux polydomaines monocristallins gardent pour l'orientation présente une consolidation équivalente au cas polycristallin leur rapport (4800 MPa/1850 MPa) est égal à 2,6, ce qui est de l'ordre du facteur de Taylor à considérer lorsque l'on compare les contraintes nominales des polycristaux avec les contraintes résolues des monocristaux ; le même facteur apparaît dans les limites élastiques indiquées sur les figures 15a et 16b : 1320 MPa/520 MPa = 2,5 pour les polydomaines, et 720 MPa/350 MPa = 2,1 pour les monodomaines, ce qui montre la cohérence des mesures. Par contre, les cristaux monodomaines perdent la moitié de leur consolidation à l'état monocristallin (leur rapport 12 300/2300 est égal à 5,3, soit deux fois le facteur de Taylor).

### 5.2.3. Conclusion

Il faut d'abord noter, c'est le point le plus important, que la contrainte d'écoulement plastique des échantillons polydomaines, où la déformation est due à la propagation de dislocations de type  $4C\delta$ , et la contrainte d'écoulement plastique des échantillons monodomaines où la déformation est due à la propagation de partielles du type  $C\delta$ , sont dans un rapport en bon accord (1,5 dans le cas des monocristaux, et 1,8 dans le cas des polycristaux) avec les valeurs calculées par G. VANDERSCHAEVE dans son extension du modèle de Fontaine au cas des alliages ordonnés.

Le second point concerne les mécanismes de consolidation. Pour les cristaux polydomaines, la situation paraît simple : leur consolidation après quelques pour cents de déformation est identique dans les poly ou mono-cristaux ; elle représente la consolidation intrinsèque aux glissements de type  $4A\delta$ ,  $4B\delta$  et  $4C\delta$ , de l'ordre de 2000 MPa. Les cristaux monodomaines sont ici différents. A l'état monocristallin, leur consolidation est assez voisine de la précédente (Figure 16b) et représente probablement la consolidation intrinsèque aux glissements  $C\delta$ . Par contre leur consolidation à l'état polycristallin est deux fois plus forte. Nous pensons que la raison de ce comportement tient au caractère  $C\delta$  des glissements plastiques produits. En effet, ceci diminue à quatre le nombre de systèmes de glissement disponible dans le polycristal (il n'existe qu'une direction  $C\delta$  convenable dans

un plan (111) Tableau 1), au lieu de 12 pour un cristal polydomaine. Tant que le glissement  $4C\delta^{\uparrow}$  n'est pas activé, dans le domaine considéré en déformation (en dessous de 1320 MPa -Figure 15a-), les déformations des grains voisins ne peuvent pas être accomodées plastiquement aux joints, selon le critère de VON MISES [ 23,27 ] qui demande au moins cinq systèmes indépendants. Nous avons vérifié en poursuivant la déformation, que cette consolidation anormalement forte ne se prolonge pas, les deux courbes de la figure 15a se confondent au delà de leur point de rencontre). Il en résulte, pour une déformation donnée du polycristal, un niveau de contraintes internes (non relâchées) supérieur qui se traduit sous la forme d'une consolidation supérieure. Cet effet ne se produit évidemment pas dans le cas monocristallin, puisqu'il ne peut pas y avoir déformations incompatibles des différents domaines entre eux : l'état de déformation imposé par les domaines voisins aux parois d'un domaine considéré n'est pas quelconque et dépend de moins de cinq paramètres.

### 5.3. ÉTUDE DE L'EFFET DE LA TEMPÉRATURE

Dans cette étude, les cristaux polydomaines ne se comportent visiblement pas comme les cristaux monodomaines. Dans notre modèle, ces différences doivent être rapportées aux propriétés des glissements  $4C\delta^{\uparrow}$  et  $C\delta^{\uparrow}$ .

#### 5.3.1. Cristaux polydomaines (glissement $4C\delta$ )

Les quelques températures explorées font apparaître :

- Dans le cas monocristallin : (1) une décroissance assez régulière de la limite élastique (atteinte encore vers 4 % de déformation -Figure 17-) de 636 MPa à 123 K à environ 450 MPa à 873 K, visible sur les courbes résolues de la figure 18.

(2) Une consolidation constante en dessous de l'ambiante.

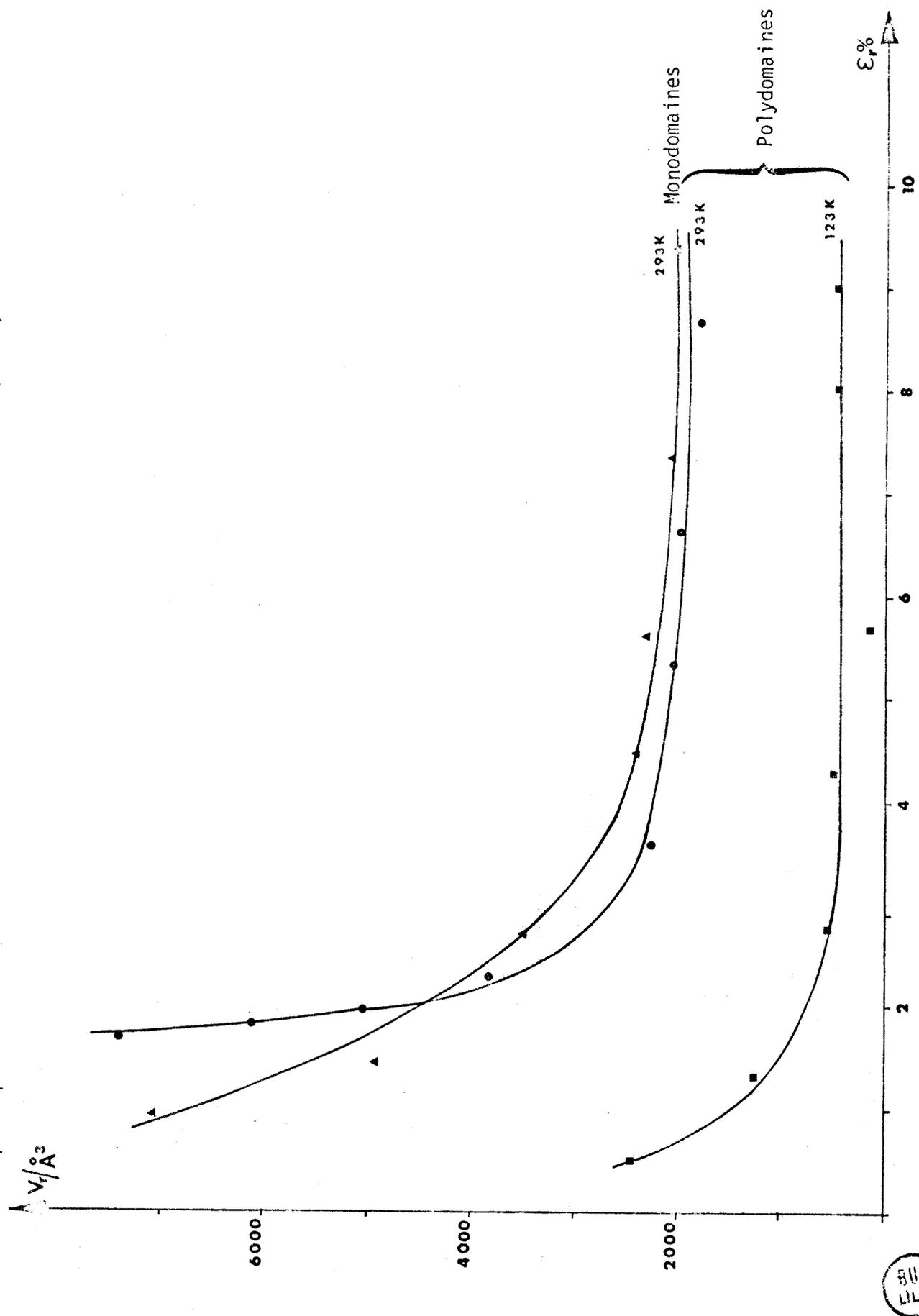


Figure 17a :  $V = f(\epsilon)$  monocristaux déformés à basse température et à température ambiante.



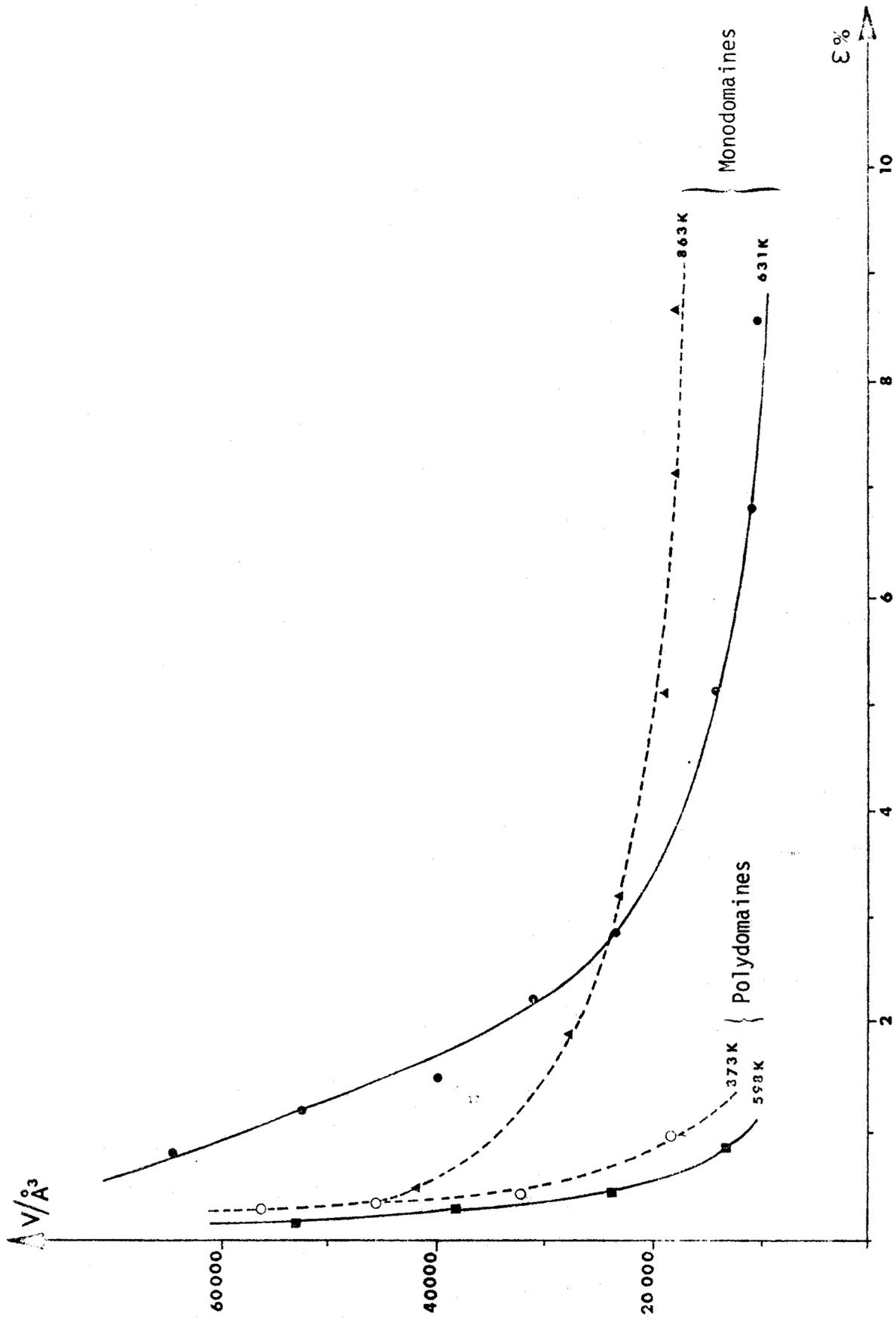


Figure 17b :  $V_r = f(\epsilon_r)$  monocristaux déformés à  $T_F/3$  et  $T_F/2$ .



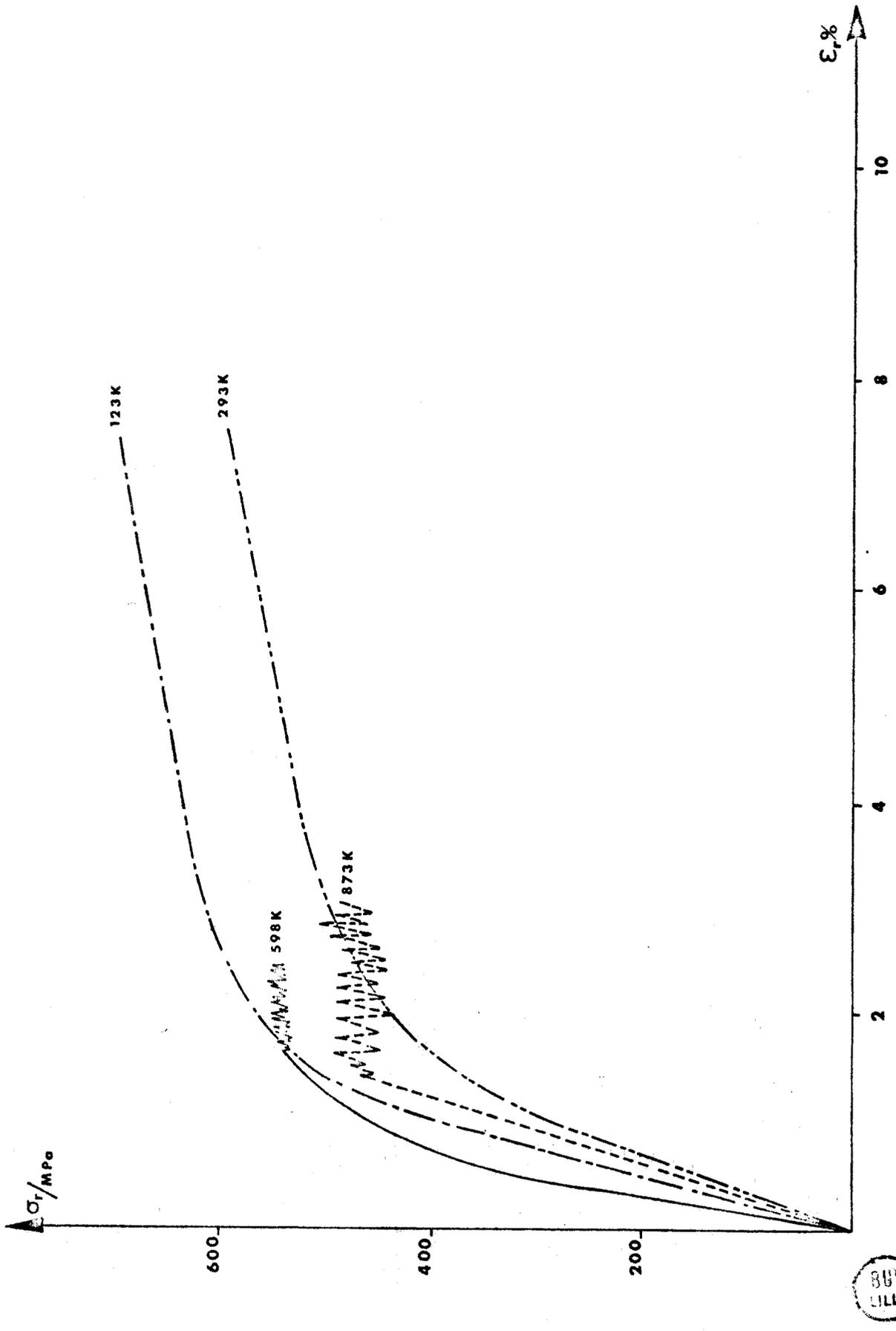


Figure 18 : Effet de la température sur les monocristaux polydomaines.

BUS  
LILLE

(3) Une déformation discontinue, par saccades, nettement visible sur les courbes de déformation à 598 K et 873 K, et clairement favorisée par la température. Ces brusques décrochements de contrainte s'accompagnent d'un claquement sec émis par l'éprouvette, analogue aux "cris" bien connus pour les mâcles.

- Dans le cas polycristallin : (1) une décroissance également régulière de la limite élastique (atteinte vers 2 % -Figure 19a-) de 1560 MPa à 77 K à 1070 MPa à 843 K, visible sur la figure 19b.

(2) une consolidation plus forte à basse température, et qui s'annule à 843 K (moitié du point de fusion).

(3) aucun décrochement brusque sur les courbes de déformation à 843 K.

Il semble donc que la caractéristique la plus marquante soit la présence de brusques chutes de contrainte observée pour les monocristaux. Nous interprétons celles-ci comme la manifestation d'un micro-mâclage, sans doute assez fin, lié à la coalescence en lamelles de glissement, c'est-à-dire des défauts d'empilements de surstructure trainés par des particules  $4C\delta^+$ . Cette coalescence, ou ce mâclage, peut du reste être plus ou moins parfaite car nous n'avons pas pu obtenir les traces habituelles de mâclage en surface, nos observations indiquant plutôt dans ce cas des bandes très fines et très hétérogènes de glissement. Ces observations sont détaillées au § 5.4.2. Nous pensons que ce phénomène explique aussi la consolidation nulle observée pour la déformation des polycristaux à 843 K. Dans le cas polycristallin, en effet, le décrochement de ce micro-mâclage ne se produit pas en phase dans tous les grains, ce qui dilue les discontinuités de contraintes correspondantes sur l'éprouvette, et en empêche leur observation sur la courbe donnée par l'Instron ; celle-ci ne peut refléter qu'un effet moyen, c'est-à-dire un niveau constant de contrainte. Cette interprétation est renforcée par le fait que ce niveau correspond tout à fait au niveau moyen des décrochements observés

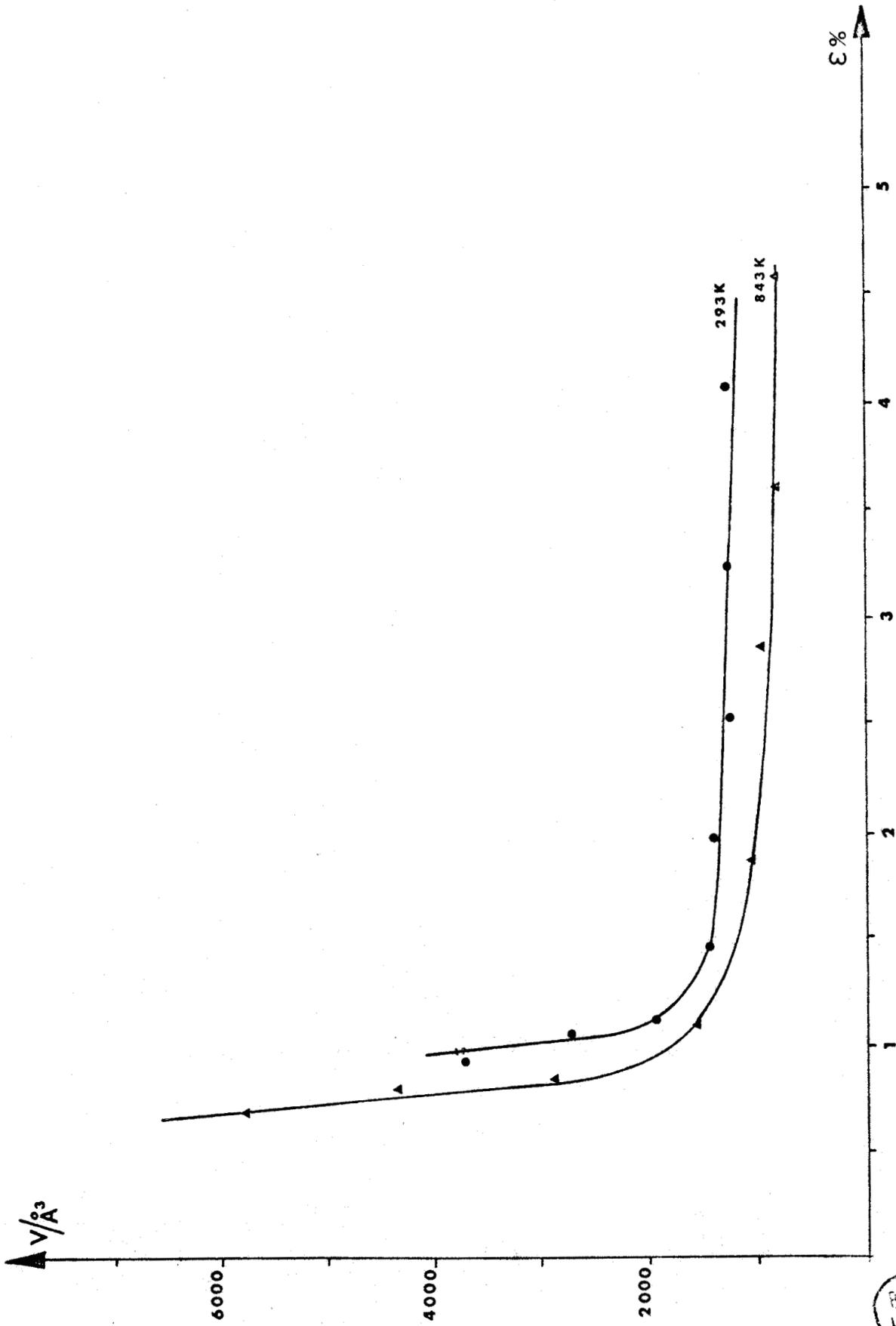
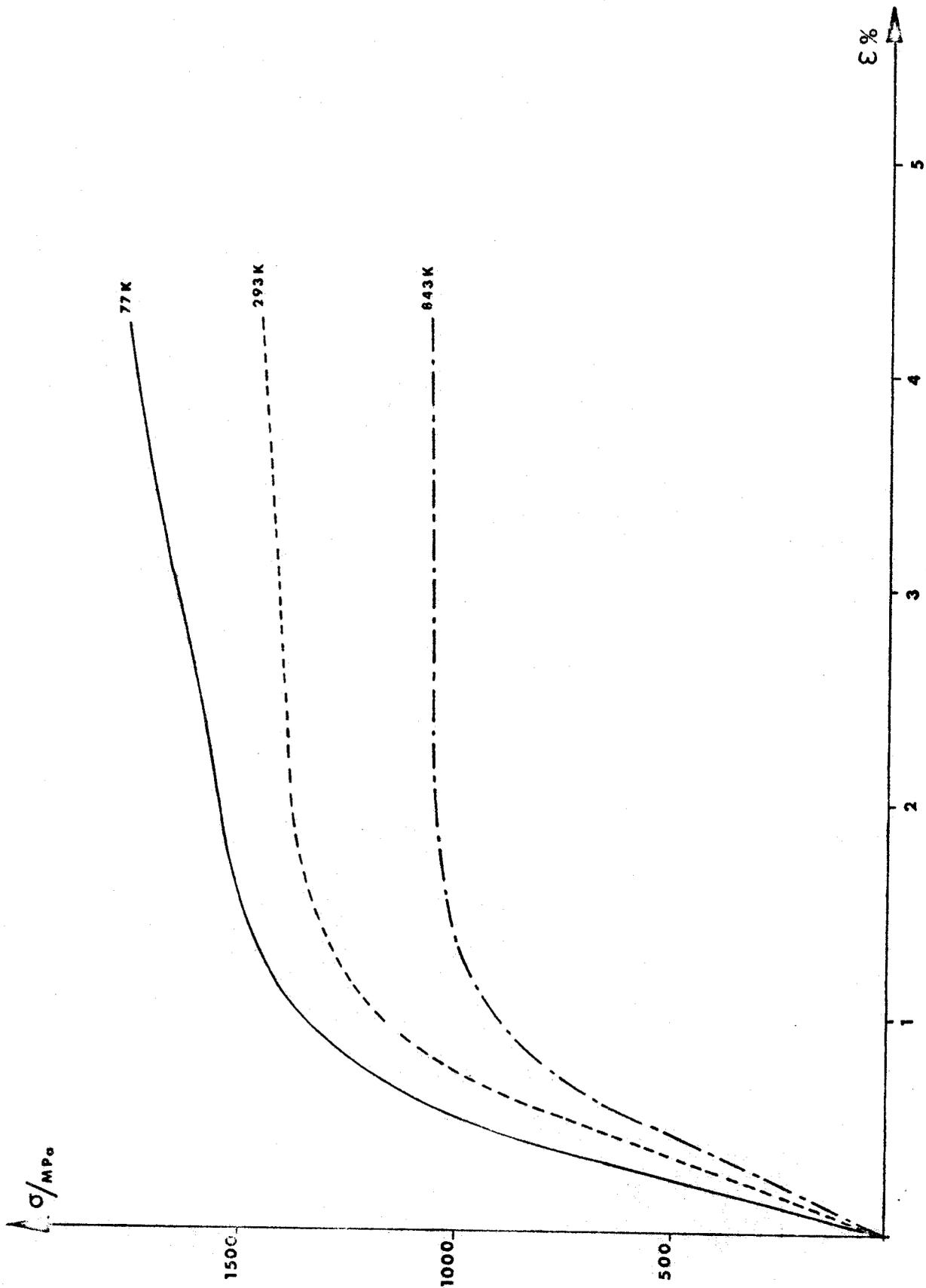


Figure 19a :  $V = f(\epsilon)$  polycristaux polydomaines.

BUS  
LILLE



BUS  
LILLE

Figure 19b : Effet de la température sur les polycristaux polydymaines.

sur le monocristal à une température analogue -Figure 18 et 19b- compte tenu du facteur de Taylor ( $1070 \text{ MPa}/450 \text{ MPa} = 2,4$ ).

Mis à part l'observation d'une consolidation assez élevée à 77 K, le reste des observations indique le comportement habituel de déformation des cristaux c.f.c. : consolidation constante en fonction de la température (Stade II de déformation pour l'orientation considérée) peu d'effets polycristallins aux faibles déformations étudiées, léger durcissement quand la température s'abaisse.

Ces observations ne se retrouvent pas complètement dans le cas des monocristaux monodomains.

### 5.3.2. Cristaux monodomains (glissement $C\bar{6}$ )

Pour les quelques températures étudiées, ces cristaux ne se comportent pas de façon différente à l'état mono ou polycristallin, hormis l'observation déjà faite au § 5.2.3., que la consolidation à l'état polycristallin reste toujours deux fois plus élevée que celle des monocristaux, quelque soit la température.

Les figures 20 et 21a montrent :

- (1) une évolution non uniforme, quoique relativement faible (20 à 30 % de la limite élastique), des contraintes d'écoulement avec la température. Ce caractère est plus détaillé sur les monocristaux, figure 20, où la limite élastique (toujours atteinte vers 4 % de déformation résolue) semble augmenter avec la température, puis montrer un maximum pour les températures voisines de 650 K, avant de décroître aux températures supérieures.
- (2) Les consolidations sont tout à fait indépendantes de la température et ne s'annulent pas, même à 863 K.
- (3) aucun décrochement de contrainte sur les courbes de déformation.

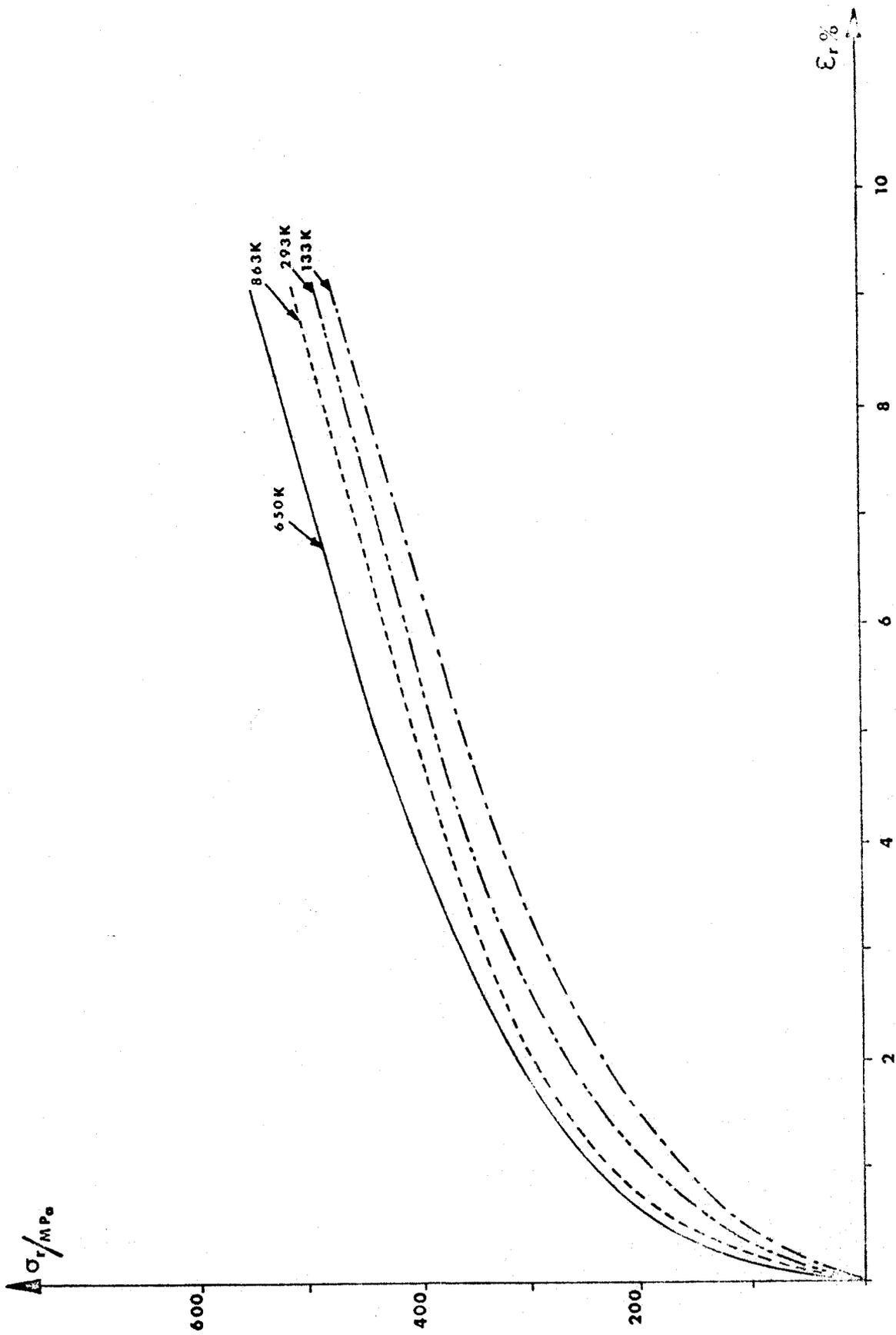


Figure 20 : Effet de la température sur les monocristaux monodomaines.



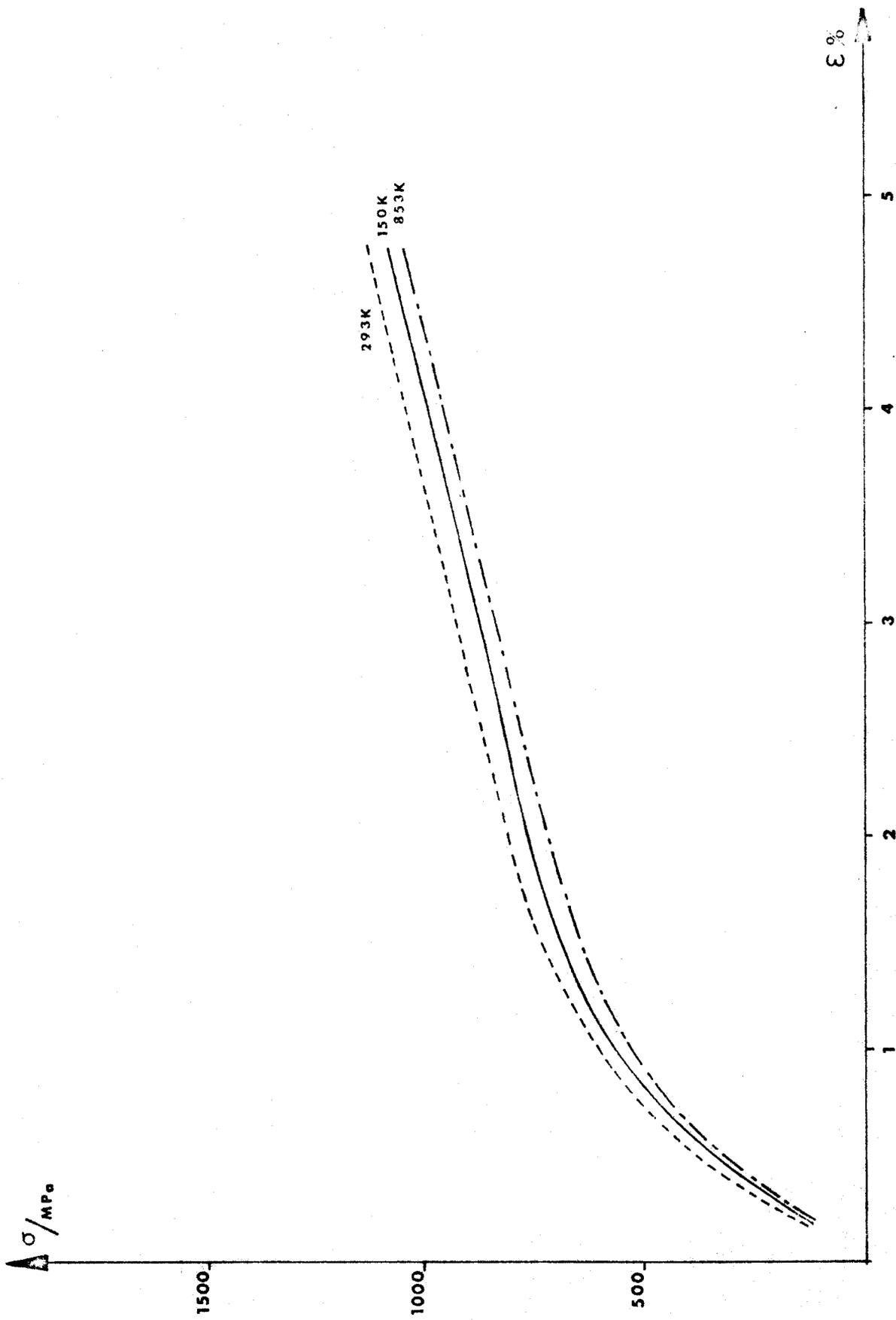


Figure 21a : Effet de la température sur les polycristaux monodomaines.



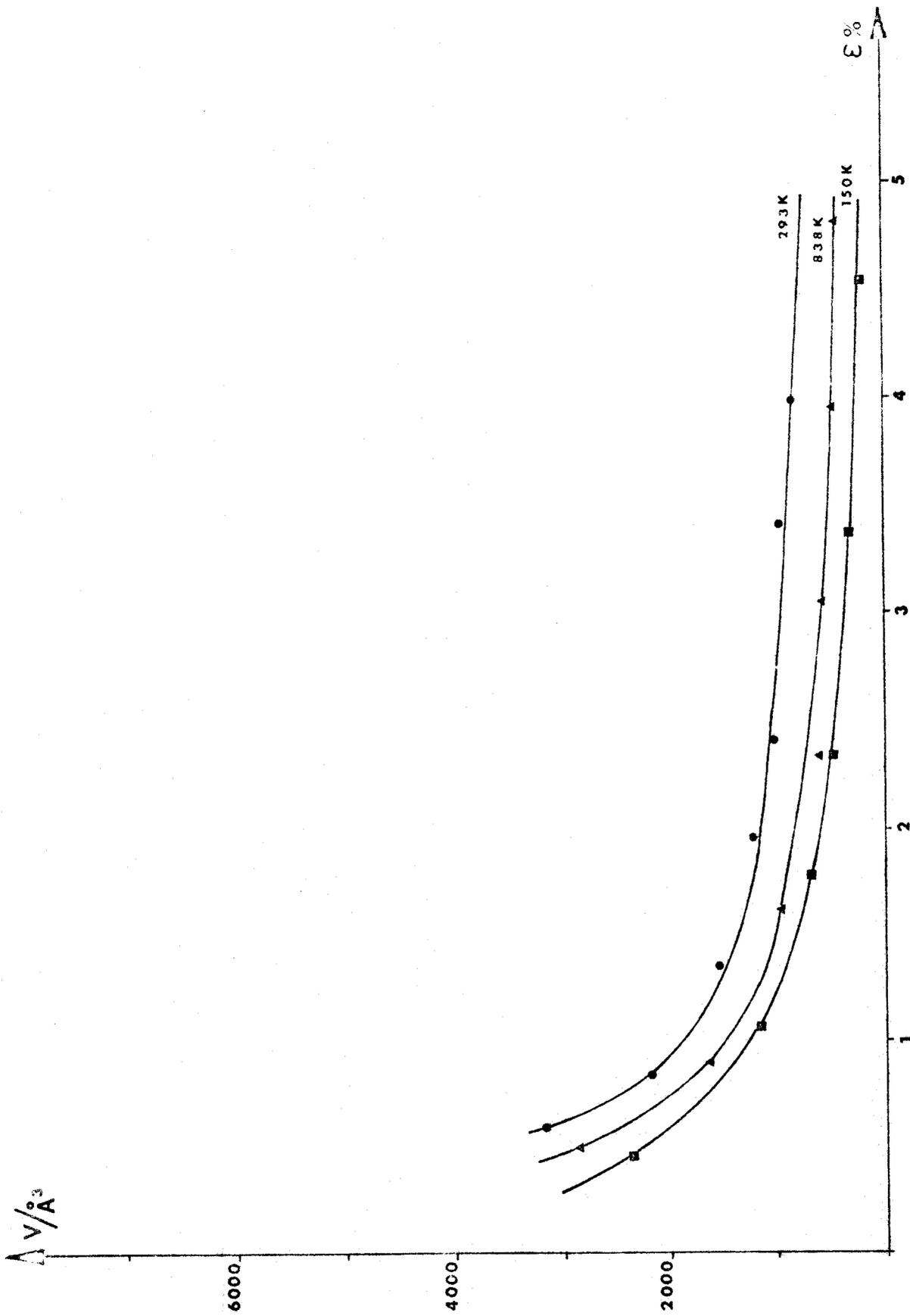


Figure 21b :  $V = f(\epsilon)$  polycristaux monodomaines.



Ces trois points montrent qu'apparemment le micro-mâclage ne se produit pas, ou se produit différemment avec la nature C $\delta$  du glissement. Le caractère de la déformation des monodomains ressemble au comportement des structures L1<sub>2</sub> et par exemple à celui de Ni Al [28] [29] -Figure 22-.

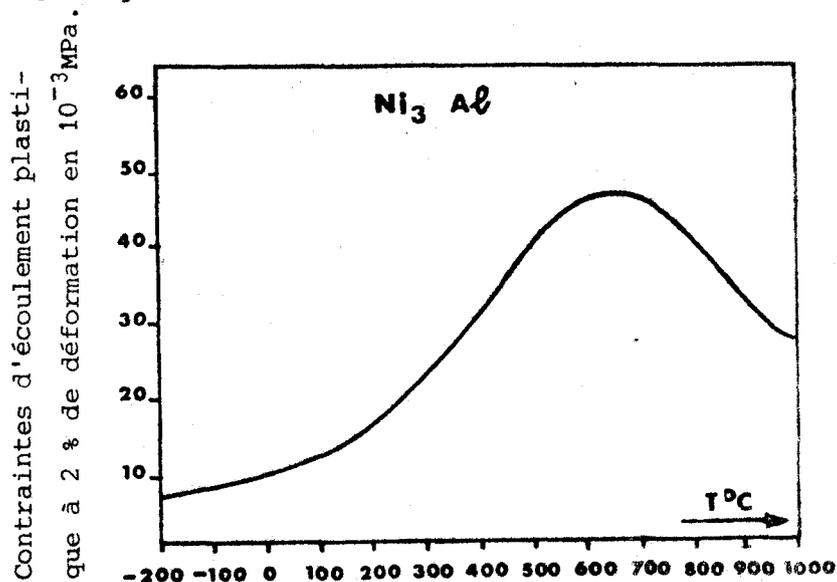


Figure 22 : Etude du flow-stress de Ni<sub>3</sub>Al en fonction de la température [30] [31]

#### 5.4. OBSERVATION DU GLISSEMENT

Ces observations ont été faites essentiellement sur les monocristaux. Ici encore l'observation des surfaces après déformation distingue les cristaux polydomaines des cristaux monodomains.

##### 5.4.1. Echantillons polydomaines

Les observations sont nettement différentes selon la température comme le laissent prévoir les courbes de déformation de la figure 18.

- Déformation à basse température

L'examen des surfaces des échantillons monocristallins déformés dans l'orientation (a) -Figure 10b- montre que les lignes de glissement, (ou les micro-mâcles) sont fines et réparties uniformément sur toute la longueur de la face observée -Figure 23a-.

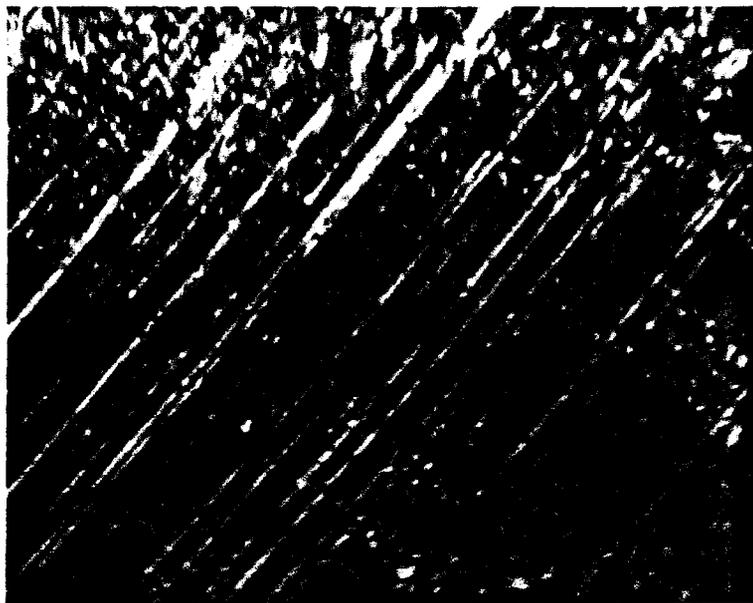


Figure 23a : Monocristal polydomaine déformé à 293 K.

- Déformation à chaud

Les lignes de glissement des monocristaux polydomaines apparaissent ici comme de fines bandes hétérogènes et non plus réparties uniformément sur les surfaces des échantillons déformées -Figure 23b-

Le passage de ces bandes correspond très probablement aux décrochements sur les courbes de déformation. On remarque que si celles-ci représentent des mâcles, ces mâcles sont très fines (micro-mâclage) et réparties par paquet. Le caractère de mâcle de ces bandes apparaît plus nettement par examen des surfaces en contraste interférentiel.

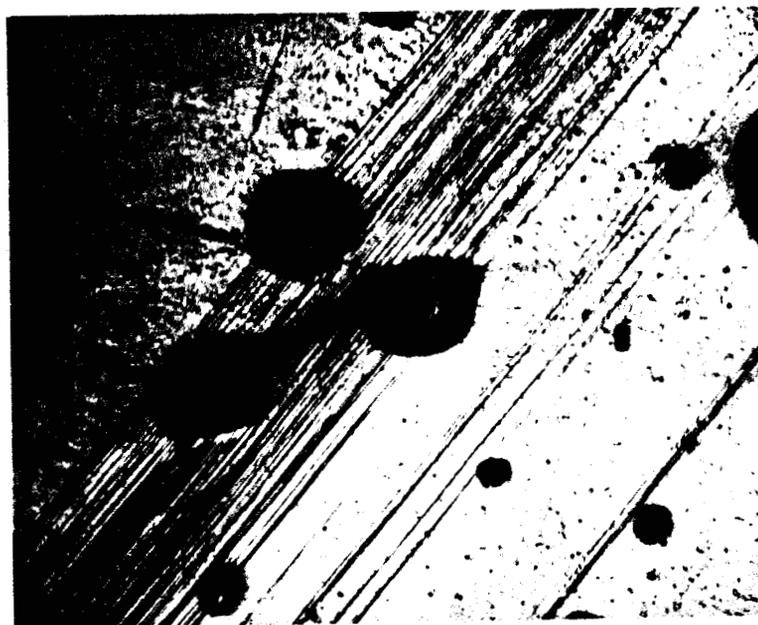
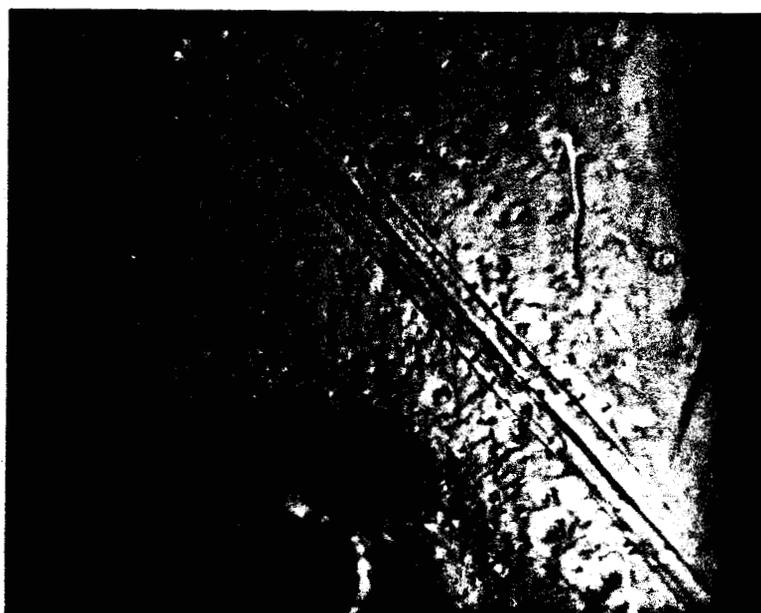


Figure 23b : Bandes de glissement à 840 K.

Si l'analyse des marches de surface permet d'identifier aisément la nature  $\{111\}$  des plans de glissement, par contre l'orientation (a) étudiée n'a pas permis de montrer sans ambiguïtés que la direction de glissement est parallèle à  $\langle 112 \rangle$  de préférence à  $\langle 110 \rangle$ .

Un exemple est donné sur les figures 24a et 24b.



BUS  
LILLE

Figure 24a : Traces de glissement à 843 K face n1.

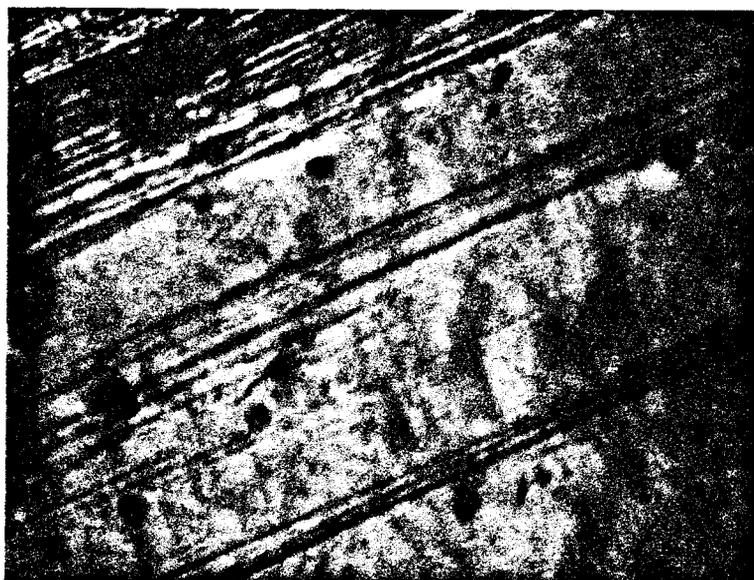


Figure 24b : Traces de glissement à 843 K face n2.

La figure 25 permet de s'assurer que les traces de glissement représentent bien les plans (111) et  $(\bar{1}\bar{1}1)$ , mais l'examen des facteurs de Schmid correspondant montre que si l'existence d'un glissement  $[\bar{1}\bar{1}2]$  et  $[1\bar{1}2]$  n'est pas impossible, celle des glissements  $[\bar{1}01]$  et  $[101]$ , choisis sur la base de la seule prédominance des facteurs de Schmid aurait pu correspondre aux mêmes traces. Tableau 6.

Systemes de glissement	Facteur de Schmid
$[\bar{1}01]$ (111)	0,49
$[101]$ $(\bar{1}\bar{1}1)$	0,43
$[1\bar{1}2]$ $(\bar{1}\bar{1}1)$	0,43
$[\bar{1}\bar{1}2]$ (111)	0,43
$[011]$ $(\bar{1}\bar{1}1)$	0,35
$[112]$ $(\bar{1}\bar{1}1)$	0,32

Tableau 6



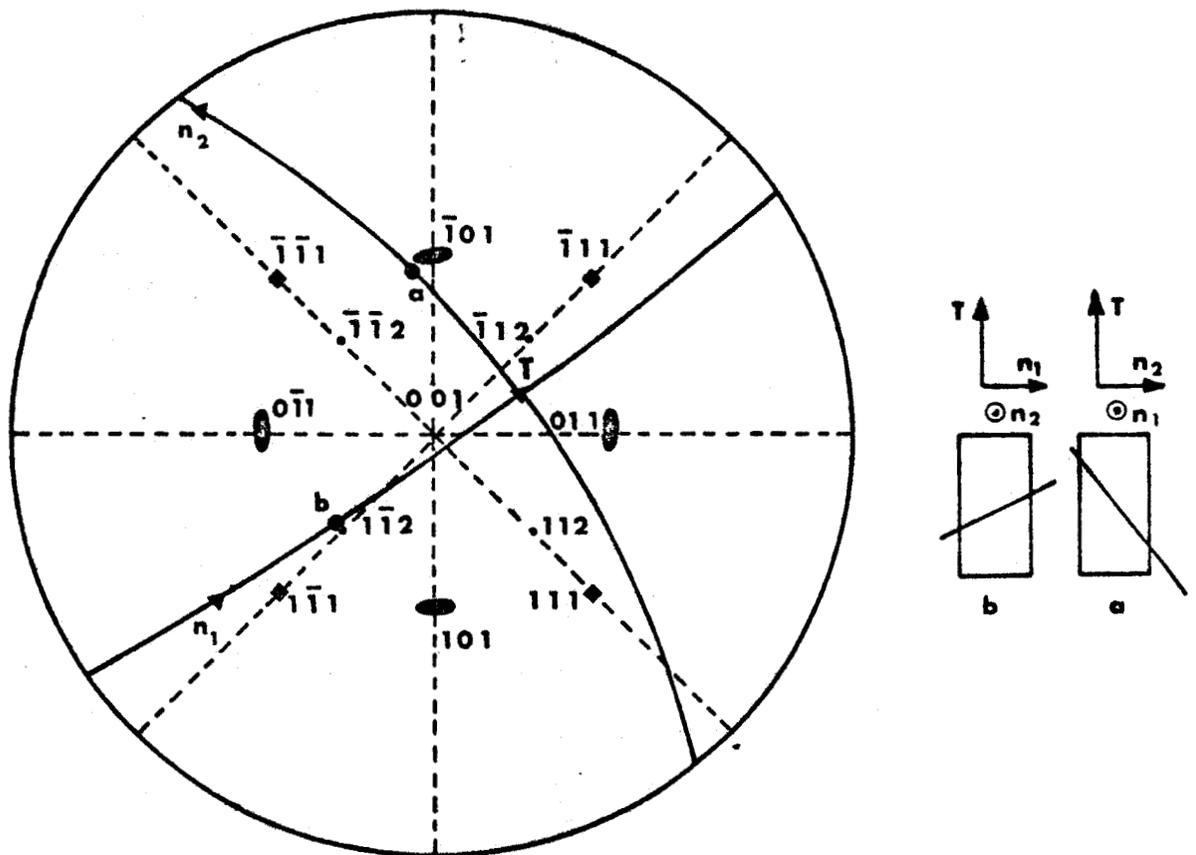


Figure 25 : Mise en évidence du caractère  $(\bar{1}11)$  et  $(111)$  des traces de glissement.

Une orientation de l'éprouvette plus proche de  $[\bar{1}15]$  sur le triangle standard permettrait peut être une meilleure sélection du caractère  $\langle 112 \rangle$  sur  $\langle 110 \rangle$  comme l'indique la figure 27. Un essai de compression dans cette orientation est envisagé.

#### 5.4.2. Echantillons monodomains

Quelle que soit la température à laquelle ont été déformés les monocristaux monodomains, l'observation optique des surfaces de glissement montre de nombreux systèmes de glissement et des fissures. Figure 26. (cf. 3.3.1.) Nous pensons que ces fissures proviennent à la fois de la déformation trop importante subie en compression (10 %) et du rapport  $l^2/s$  des dimensions de l'éprouvette trop petit.

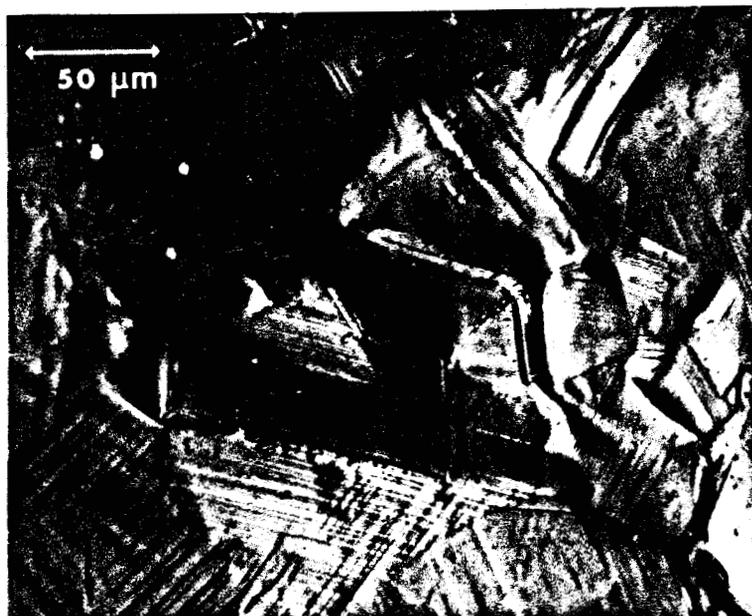


Figure 26 : Monocristal monodomaine après déformation.

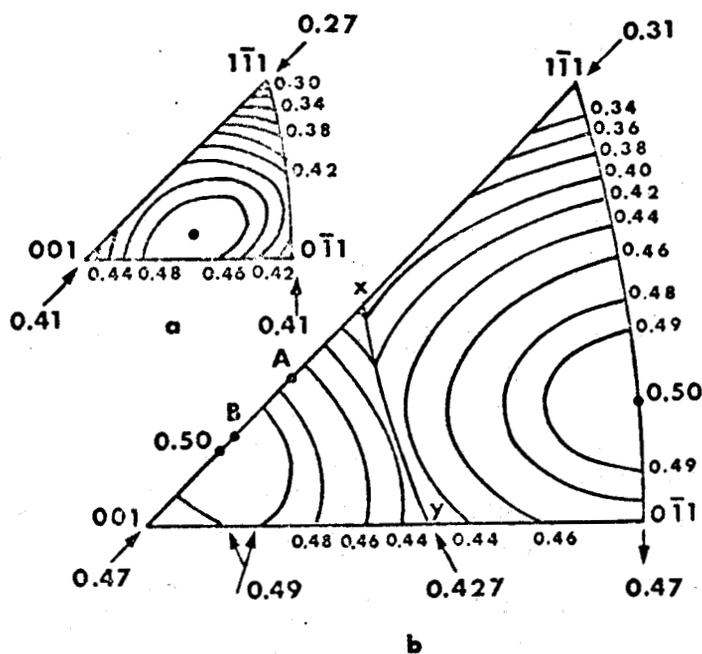


Figure 27 : Lignes d'équi-facteur de Schmid pour les systèmes de glissement  $\langle 110 \rangle \{111\}$  (a) et  $\langle 112 \rangle \{111\}$  (b).

## CONCLUSION

Plusieurs points sont à dégager de cette étude :

- le rapport des limites élastiques entre échantillons monodomaines et échantillons polydomaines est de 1,5 ou 1,8 selon leur caractère monocristallin ou polycristallin, ce qui est en bon accord avec les valeurs trouvées par G. VANDERSCHAEVE dans l'extension du modèle de FONTAINE au cas des A.O.L.P. Cela tend bien à prouver le caractère  $C\delta$  du glissement dans les monodomaines et le caractère  $4C\delta$  du glissement dans les polydomaines. Ce fait est corroboré par la nature ordonnée des macles de déformations, macles créés par des vecteurs de cisaillement parallèles à  $\langle 112 \rangle$ .
- l'augmentation de la température de déformation favorise (dans le cas des polydomaines) une coalescence de lamelles de glissement, c'est-à-dire la manifestation d'un micro-maclage lié au comportement  $4C\delta$  de la déformation.
- le caractère de la déformation, avec la température, des monodomaines ressemble au comportement des structures  $L12$  ; il ne semble pas y avoir de micro-maclage avec la nature  $C\delta$  du glissement.

L'extension de ce travail aux autres valeurs de  $M$  est d'un intérêt certain. En effet d'après le modèle proposé (et vérifié dans le cas  $M = 1$ ), la déformation devrait mettre en jeu, dans le cas de  $\text{Cu}_3\text{Pd}$  par exemple (où  $M$  varie de 3 à 8 selon la concentration en Pd), une lamelle de glissement qui peut comprendre jusqu'à 8 plans consécutifs.

Pour le cas particulier de  $\text{Ni}_3\text{V}$ , il est nécessaire de confirmer la nature des dislocations responsables de la déformation dans les monocristaux non seulement en microscopie électronique, mais également en microscopie optique en choisissant une orientation de l'axe de compression qui permette de mieux sélectionner le caractère  $\langle 112 \rangle$  du glissement.

Enfin, des informations décisives sur le mécanisme de déformation devraient être obtenues par des essais "in situ" en microscopie électronique à haute tension.

ANNEXE 1

ETUDE DE LA DEFORMATION DE  $Ag_3Mg$

$Ag_3Mg$  est un cas particulièrement intéressant pour l'étude du glissement plastique synchrone dans les alliages ordonnés à longue période.

En effet, si une partielle  $4A\delta$  peut propager un défaut de surstructure dans les domaines  $[100]$  et  $[010]$  (cf. tableau 2, Chapitre 2), elle se bloque à la paroi du domaine  $[001]$  ; il suffit alors de la nucléation d'un dipole  $\vec{BC}/\vec{CB}$  pour propager  $4A\delta + \vec{BC}$  et  $4A\delta - \vec{BC}$ , ce qui entraîne la propagation de 2 défauts de surstructure sur 2 plans adjacents.

La nécessité de créer cette interface de glissement de 2 plans explique tout l'intérêt de cette étude, première étape à une extension de la vérification du modèle de déformation aux valeurs élevées de  $M$ .

En mesurant les paramètres d'activation thermique de la plasticité, nous pensons caractériser la nucléation du glissement synchrone obtenu en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

- RAPPELS CRISTALLOGRAPHIQUES

La forme du diagramme de phase a été précisée par Gangulee et Bever [32] Fig. 28. Les travaux de Schubert [33], puis de ceux de Fujiwara [34], ont porté sur la nature de la phase ordonnée  $\alpha'$  de  $AgMg$ .

Cette phase est du type  $DO_{23}$ , c'est une surstructure à longue période dérivant de  $L1_2$  par un arrangement de parois d'antiphase selon  $\{100\}$ . -Figure 1-.

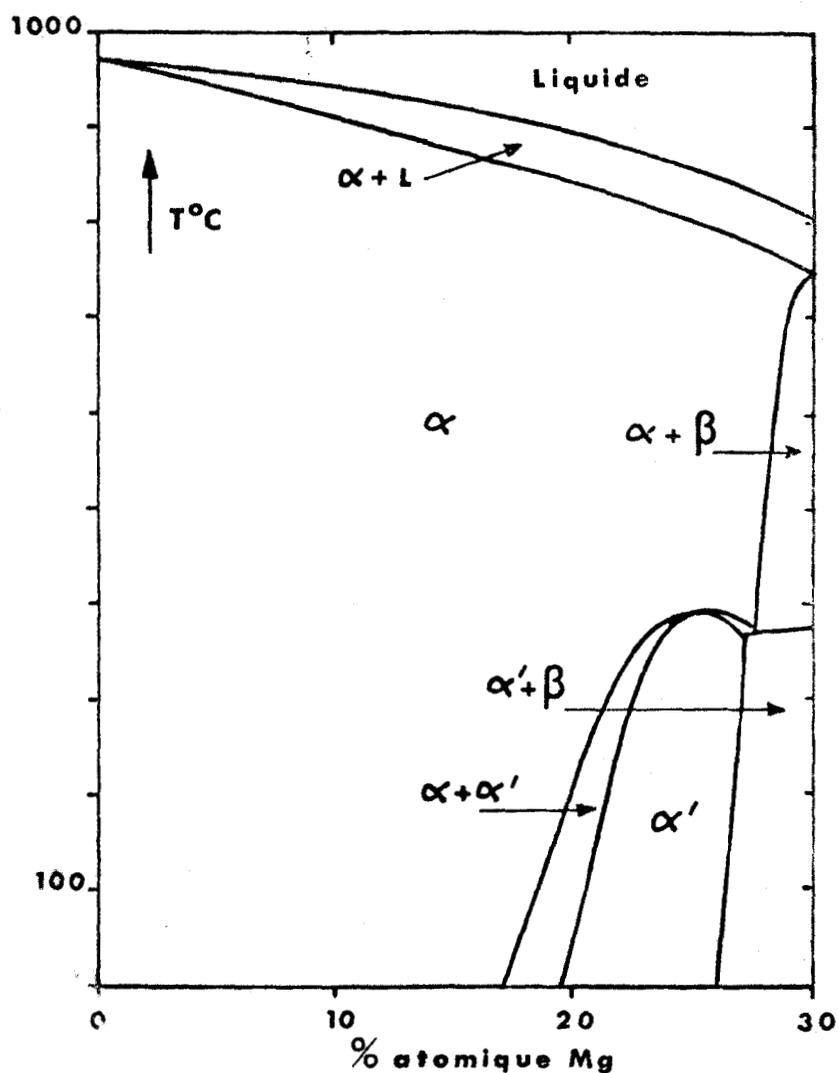


Figure 28 : Diagramme de phase de Ag-Mg.

- ETUDE EXPERIMENTALE ET RESULTATS

- . Nous n'avons travaillé que sur polycristaux.
- . La technique de préparation des échantillons est décrite dans [26].
- . Certains échantillons sont trempés (étude de la phase désordonnée) par la méthode décrite au § II.1.3.
- . Une faible activation thermique semble se manifester dans le cas des échantillons ordonnés -Fig. 29-. La limite élastique mesurée à 1 % de déformation passe de 225 MPa à 294 K à 260 MPa à 142 K.

. Cet effet est plus net pour la phase désordonnée : 92 MPa à 293 K et 150 MPa à 77 K.

. Le rapport des limites élastiques (pour 1 % de déformation) entre les échantillons ordonnés et les échantillons désordonnés à 293 K est 2,4. Cette valeur est en bon accord avec les valeurs théoriques [9] calculées à l'aide du modèle de Fontaine : 2,3.

#### - CONCLUSION

Cette étude est loin d'avoir apporté les résultats escomptés ; des problèmes techniques se sont posés, problèmes qui sont encore loin d'être résolus. En effet nous n'avons entre autres pas réussi à obtenir de lames minces pour l'observation en microscopie électronique. Nous avons essayé sans résultats la technique d'amincissement ionique, et plusieurs méthodes d'amincissement électrolytique. Il serait trop long de présenter tous les essais effectués par cette dernière méthode ; tous les paramètres qui entrent en jeu dans cette technique ont été étudiés : l'appareillage (Disa Electropol ou Tenupol) la tension d'utilisation (de 5 V à 120 V), la température de l'électrolyte (de -50° C à 30° C), l'intensité qui parcourt l'échantillon, le débit d'électrolyte arrivant sur l'échantillon et ceci pour toutes les compositions d'électrolyte trouvées dans la littérature et entre autres dans [35], [36], sur l'amincissement électrolytique de l'Argent et de ses alliages, du magnésium et de ses alliages.

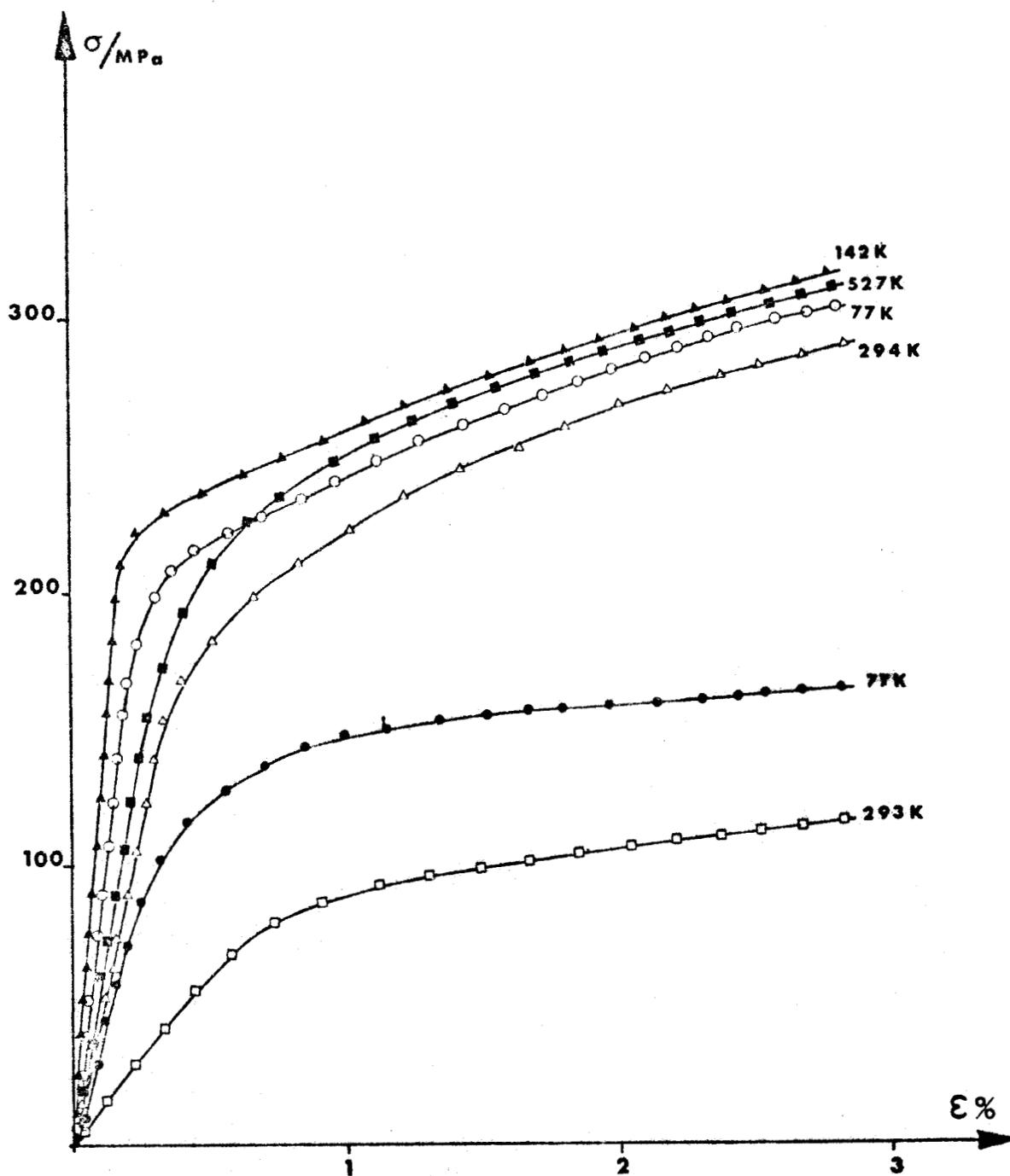


Figure 29 : Activation thermique de la déformation.



## ANNEXE 2

### CALCUL DES VOLUMES D'ACTIVATION THERMIQUE

#### GENERALITES SUR LES PROCESSUS THERMIQUEMENT ACTIVES [ 37,38,39]

. Au cours de son mouvement sous l'effet d'une contrainte appliquée, une dislocation rencontre 2 types d'obstacles : à longue et à courte distance ; les premiers représentent les contraintes internes, et les seconds naissent de l'interaction de la dislocation avec un obstacle localisé (défaut ponctuel, impureté, ...) ou avec le réseau cristallin lui-même (barrière de Peierls).

. L'activation thermique n'ayant lieu que dans un domaine très localisé, il est clair que seuls les obstacles du second type seront actives thermiquement.

Soit une barrière d'énergie  $\Delta g$ . Si  $\Delta R$  est la distance séparant la dislocation de sa position de col, le minimum d'énergie à fournir par activation thermique pour une longueur  $l$  de dislocation sera :

$$\Delta G = \Delta g - \sigma \cdot b \cdot l \cdot \Delta R \quad (1), \text{ où } \sigma \text{ est la contrainte appliquée.}$$

Les deux principes de la thermodynamique permettent d'écrire :

$$d(\Delta G) = \left[ \frac{\partial (\Delta G)}{\partial \sigma} \right]_{T, s. s. d.} d\sigma + \left[ \frac{\partial (\Delta G)}{\partial T} \right]_{\sigma, s. s. d.} dT \quad (2)$$

On définit alors une entropie d'activation

$$\Delta S = - \left[ \frac{\partial (\Delta G)}{\partial T} \right]_{\sigma, s. s. d.} \quad (3)$$

et un volume d'activation :

$$V = - \left[ \frac{\partial (\Delta G)}{\partial \sigma} \right]_{T, s.s.d.} \quad (4)$$

s.s.d. signifie que la sous-structure de dislocation reste constante.

. Sous l'effet d'une contrainte, la vitesse de la déformation plastique  $\dot{\epsilon}$  suit une loi d'Arrhénius :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp - \left( \frac{\Delta G}{kT} \right) \quad (5)$$

$\dot{\epsilon}_0$  est un paramètre qui dépend de la sous structure de dislocations et des fréquences de vibration de ces dislocations.

L'expérience nous fournit deux types de mesures :

$$\left[ \frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \right]_{T, s.s.d.} \quad \text{et} \quad \left[ \frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}{\partial T} \right]_{\sigma, s.s.d.}$$

On peut déduire de ces mesures  $V$  le volume d'activation et  $\Delta H$  l'enthalpie d'activation :

$$V = kT \left[ \frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0}{\partial \sigma} \right]_{T, s.s.d.} \quad (6)$$

$$\Delta H = kT^2 \left[ \frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0}{\partial T} \right]_{\sigma, s.s.d.} \quad (7)$$

à condition bien sûr que la sous structure de dislocation ne varie pas au cours de l'expérience.

. Dans notre étude nous avons simplement mesuré  $V$  au cours d'essais de déformation à vitesse constante. Nous avons employé la méthode qui perturbe le moins la sous-structure de dislocation : la méthode de relaxation de contrainte. Cette méthode a été décrite par Guin et Pratt.

MESURE DES VOLUMES D'ACTIVATION [40]

Cette méthode consiste à arrêter en cours de déformation la traverse mobile de la machine. On observe alors la décroissance au cours du temps de la contrainte subie par l'échantillon -Fig. 30-.

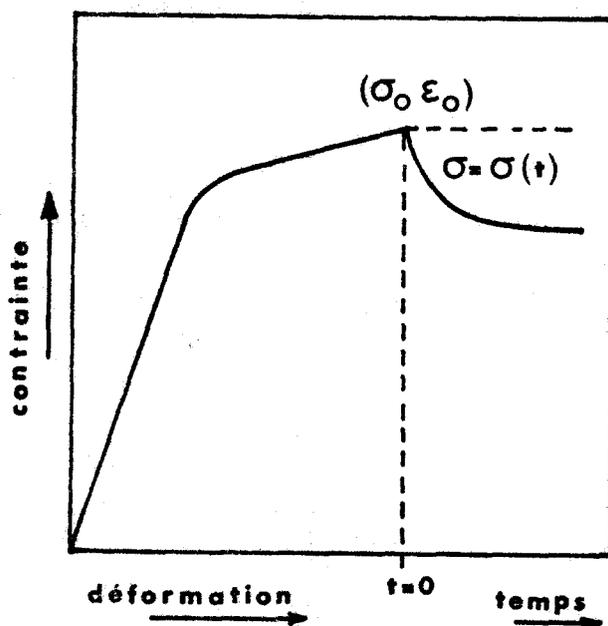


Figure 30 : Essai de relaxation de contrainte.

Dans l'hypothèse d'un glissement activé thermiquement, les courbes de relaxation ont une forme logarithmique :

$$\sigma_0 - \sigma = \lambda \log c - \lambda \log (t+c)$$

Il est donc possible, et ceci se vérifie expérimentalement, d'obtenir une droite en traçant  $\sigma_0 - \sigma$  en fonction de  $\log(t+c)$  pour une constante  $c$  à déterminer -Fig. 31-.

La valeur du volume d'activation se déduit alors de la pente  $\lambda$  de cette droite par la relation

$$v = 2,3 \frac{kT}{\lambda}$$

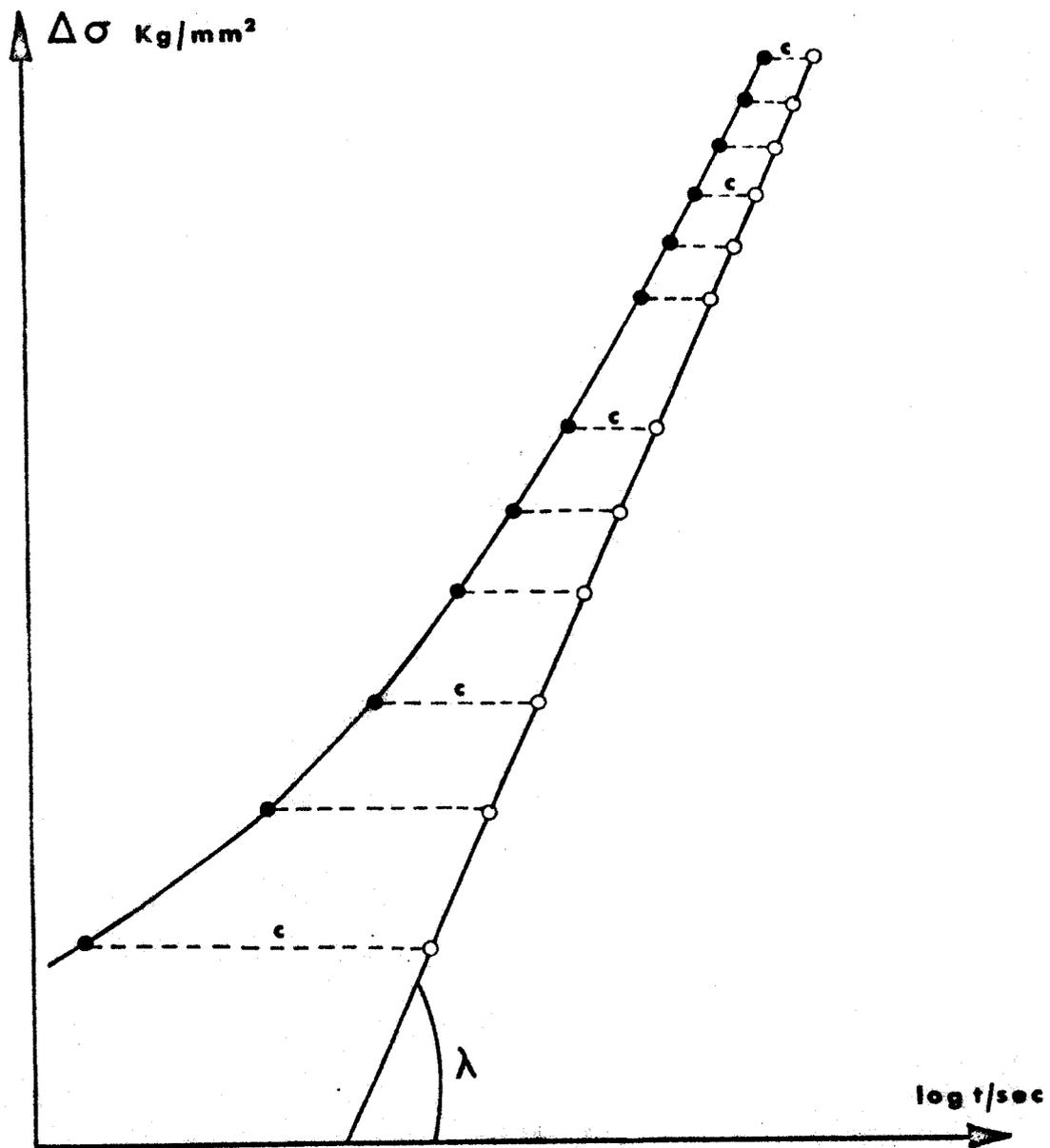


Figure 31 : Détermination du volume d'activation par la méthode de relaxation de contrainte.

BIBLIOGRAPHIE

1. G. VANDERSCHAEVE, Thèse de 3e cycle (1970).
2. Kunio FUJIWARA, Naketo HIRABAYASHI, Denjiro WATANABE et Shiro OGAWA, Journal of the Phys. Society of Japan, Vol. 13, n° 12 (fév. 1953).
3. HANSEN, Constitution of Binary Alloys, Mac Graw Hill, 1958, p. 1055.
4. B.H. KEAR, A.F. GIAMEI, J.M. SILCOCK, R.K. HAM, Scripta. Met. 2, (1968) 287.
5. J.M. COWLEY, Phys. Review 77, (1950) 669.
6. G. VANDERSCHAEVE, G. COULON, B. ESCAIG, Phys. Stat. Solid. (a) 9 (1972) 541.
7. G. VANDERSCHAEVE, B. ESCAIG, Lettres du journal de Physique, Tome 35 (1978) L 74.
8. G. VANDERSCHAEVE, B. ESCAIG, Phys. Stat. Solid (a) 20 (1973) 309
9. G. VANDERSCHAEVE, Journal de Physique, supp. au n° 12, Tome 35 déc. 1974, C7-47.
10. H. GIEBEHAUSEN, Z. anorg. Chemis. 91 (1915) 254-256.
11. W.B. PEARSON and W. HOME-ROTHERY, J. Inst. Métals, 80, (1952) 641.652.
12. W.B. PEARSON, Nature 169 (1952) 934
13. W. ROSTOKER, J. Inst. Métals. 80 (1952) 698 (discussion)
14. W. ROSTOKER and A. YAMAMOTO, Trans. A.S.M. 46 (1954) 1136-1163.
15. W.B. PEARSON, Lattice Spacings & Structure of Métals and Alloys volume 1, (1958) p. 792.
16. L.E. TANNER, Phys. Stat. Solid. 30, 685 (1968).
17. G. FONTAINE, Journal de Physique, Tome 27 (1966) 323.
18. G. VANDERSCHAEVE, T. SARRAZIN, Phys. Stat. Solid (a) 43, 459 (1977).
19. L.N. BUYNova, V.I. SYUTKINA, O.D. SHASHKOV, E.S. YAKOVLEVA Fiz. Métal metalloed 29 (1970) 1221.

20. L.N. BUYNОВА, V.I. SYUTKINA, O.D. SHASHKOV, E.S. YAKOVLEVA  
Fiz Métal Metalloved 33 (1972) 1195.
21. L.N. BUYNOVA, V.I. SYUTKINA, O.D. SHASHKOV, E.S. YAKOVLEVA  
Fiz Métal Metalloved 34 (1972) 561.
22. Sciences et Techniques de l'Ingénieur n° 46, décembre 1977.
23. JAOUL, Etude de la plasticité et Application aux Cristaux.
24. C.S. BARRETT, Structure des Métaux, Dunod, Paris (1957).
25. A. GUINIER, Technique et Pratique de la Radiocristallographie  
Dunod, Paris (1956).
26. T. SARRAZIN, Rapport de D.E.A. (1976).
27. VON MISES, R.Z. ANGEW, Math. Mech. 8 (1928) 161.
28. G.F. BOLLING and R.H. RICHMAN, Acta. Met. 13 (1965) 709.
29. DAVIES R.G. and STOLOFF N.S., Phil. Mag. 12 (1965) 297.
30. FLINN P.A., Trans. Amer. Inst. Met. Engrs. 206 (1956) 1353.
31. DAVIES R.G. and STOLOFF N.S., Trans. Amer. Inst. Engrs. 227  
(1963) 769.
32. GANGULEE and BEVER, Transaction of the Metallurgical Society  
of Aime, volume 242 (1968) 272.
33. SCHUBERT, KIEFER, WILKENS, HAUFLER, Zeitsch Metall. 46 692 (1955).
34. FUJIWARA, HIRABAYASHI, WATANABE, Journal of the Phys. Soc.  
of Japan. Vol. 13, n° 2 (1958).
35. P.J. GOODHEW, Spécimen Préparation in Matériaux Science.  
Practical Methods in Electron Microscopie, Ed. Audrey M. Glavert.
36. W.J. Mc. G. TEGART, The Electrolytic and Chemical Polishing of  
Métaux, Pergamon Press.
37. G. SCHOECK, Phys. Stat. Solid. 8 499 (1965).
38. J.P. HIRTH and W.B. NIX<sup>12</sup>, Phys. Stat. Solid, 34 9 (1969).
39. H.G. EVANS and R.D. RAWLINGS, Phys. Stat. Solid, 34 9 (1969).
40. GUIU and PRATT, Phys. Stat. Solid, 6, 111 (1964).



**Arrakis enseigne l'attitude du couteau.**

**Couper ce qui est incomplet et dire :**

**«Maintenant c'est complet car cela s'achève ici».**

**- Dune -**

**Frank HERBERT**