

N° d'ordre : 472

50376

1980

90

50376
1980
90

THESE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES
ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

R. DUCLOS

*

ETUDE DE LA PLASTICITE

A HAUTE TEMPERATURE

DE SPINELLES Al-Mg MONOCRISTALLINS



Soutenu le 17 Mars 1980 devant la Commission d'examen

Rapporteurs : B. ESCAIG
J. GRILHE
J. PHILIBERT

Examineurs : B. JOUFFREY
J. PAQUET
J.P. POIRIER

U. E. R. DE PHYSIQUE FONDAMENTALE

S O M M A I R E

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I - STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE	5
I.1. Structure de $MgO \cdot Al_2 O_3$	5
I.1.1. Structure idéale	5
I.1.2. Structure réelle	8
I.2. Structure cristallographique des solutions $MgO \cdot n Al_2 O_3$	10
I.2.1. Solubilité de $Al_2 O_3$ dans $Mg Al_2 O_4$ Diagramme de Phase	10
I.2.2. Stabilité des solutions solides	12
I.2.3. Précipitation du corindon dans les spinelles $MgO \cdot 3,5 Al_2 O_3$	13
I.2.4. Précipitation sous contrainte	14
I.2.5. Structure cristallographique des solutions $MgO \cdot n Al_2 O_3$	15
I.3. Dislocations dans la structure spinelle	17
CHAPITRE II - TECHNIQUES EXPERIMENTALES	21
II.1. Matériau	21
II.2. Préparation des échantillons de défor- mation	22
II.3. Machines de déformation hautes tempé- ratures	23
II.3.1. Machine de fluage	23
II.3.2. Adaptation du montage sur la machine Instron	27

II.4. Observation de la sous structure de dis-	
locations après déformation	28
II.4.1. Biréfringence	28
II.4.2. Méthode de Berg Barrett	30
CHAPITRE III - DIFFUSION ET MONTEE DES DISLOCATIONS	
DANS LE SPINELLE	35
III.1. Diffusion dans le spinelle	35
III.1.1. Diffusion du magnésium	35
III.1.2. Diffusion de l'oxygène	35
III.1.3. Diffusion de l'aluminium	36
III.1.4. Remarques	
III.1.5. Diffusion dans les oxydes de	
structure spinelle	37
III.1.6. Cinétique de processus néces-	
sitant de la diffusion	40
III.2. Montée des dislocations dans le spinelle	41
III.2.1. Position du problème	41
III.2.2. Vitesse de montée des disloca-	
tions coin	43
CHAPITRE IV - ETUDE DE LA DEFORMATION PLASTIQUE A HAUTE	
TEMPERATURE DE $MgO.1,8 Al_2 O_3$	45
IV.1. Déformation par fluage	45
IV.1.1. Courbes de fluage	45
IV.1.2. Effet de la température sur la	
vitesse de fluage à l'état sta-	
tionnaire : énergie d'activation	47
IV.1.3. Effet de la contrainte	49
IV.1.4. Etude de la sous structure de	
dislocations	50
IV.1.5. Discussion	56

IV.2. Déformation à vitesse imposée	59
IV.2.1. Axe de compression [001]	60
IV.2.1.1. Courbes de déformation	60
IV.2.1.2. Paramètres d'activation thermique	60
IV.2.1.3. Systèmes de glissement	68
IV.2.1.4. Observation de la sous structure de dislocations par rayons X	71
IV.2.1.5. Discussion des résultats et comparaison avec ceux obtenus en fluage	75
IV.2.2. Axe de compression [111]	84
IV.2.2.1. Courbes de déformation	84
IV.2.2.2. Paramètres d'activation	84
IV.2.2.3. Systèmes de glissement	86
IV.2.2.4. Sous structures de déformation	88
IV.2.2.5. Discussion	91
IV.2.3. Axe de compression [110]	95
IV.2.3.1. Courbes de déformation	95
IV.2.3.2. Paramètres d'activation	95
IV.2.3.3. Systèmes de glissement	96
IV.2.3.4. Sous structures de dislocation	104
IV.2.3.5. Discussion	111
IV.3. Discussion du chapitre et conclusion	116

CHAPITRE V - DEFORMATION PLASTIQUE A HAUTE TEMPERATURE

DE MgO.1,1 Al ₂ O ₃	121
V.1. Axe de compression [001]	122
V.1.1. Etude par fluage	122
V.1.1.1. Courbes de fluage	122
V.1.1.2. Loi de fluage	123
V.1.1.3. Mode de déformation	124
V.1.1.4. Sous structures de fluage	125
V.1.1.5. Interprétation des résultats	127

V.1.2. Déformation à vitesse constante	130
V.1.2.1. Courbes contrainte - déformation	130
V.1.2.2. Paramètres d'activation	131
V.1.2.3. Mode de déformation	132
V.1.2.4. Sous structure de déformation	132
V.1.3. Discussion des résultats obtenus pour l'orientation [001]	136
V.2. Axe de compression [110]	141
V.2.1. Etude par fluage	141
V.2.1.1. Courbes de fluage	141
V.2.1.2. Mode de déformation	143
V.2.1.3. Sous structures de déformation	144
V.2.1.4. Interprétation des résultats de fluage	146
V.2.2. Déformation à vitesse constante	150
V.3. Discussion du chapitre et conclusion	153
 CHAPITRE VI - DISCUSSION GENERALE	 155
VI.1. Comparaison avec des spinelles d'autres compositions	155
VI.1.1. Composition n = 3	155
VI.1.2. Composition n = 1	160
VI.2. Comparaison avec les matériaux métalli- ques	162
VI.3. Influence de la limite de solubilité	165
 CONCLUSION	 169
 ANNEXE 1. - Etude de la précipitation de l'alumine dans $MgO.3,5 Al_2 O_3$ pendant des expériences de fluage	 173
A1.1. Introduction	173
A1.2. Techniques expérimentales	173
A1.3. Résultats	174

A1.3.1. Courbes de fluage	174
A1.3.2. Structures de précipitation	176
A1.3.3. Mesure du rapport de com- position après précipitation	176
A1.4. Interprétation des résultats	178
ANNEXE 2. - Origine des contrastes des topographies de Berg Barrett	183
ANNEXE 3. - Essai de relasation de contrainte	187
REFERENCES	189

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

Depuis deux décennies, l'intérêt technologique pour les oxydes métalliques s'est considérablement accru en raison de leur possibilité d'utilisation dans les secteurs de pointe. On peut citer leur utilisation comme ultra-réfractaires résistant très bien à la corrosion, comme céramiques magnétiques (ferrites), comme matériau laser (Rubis, YAG) et comme substrats de composants électroniques.

Quand on s'intéresse à leurs propriétés mécaniques à haute température, ils sont généralement utilisés, pour raison d'économie, sous forme polycristalline (matériaux frittés). Il importe alors, afin d'éviter une trop grande fragilité intergranulaire, que le nombre de systèmes de glissement facile, capables d'accomoder, à l'intérieur des grains, les diverses déformations aux joints de grains, soit suffisamment élevé (critère de Von Mises). La compréhension des processus de déformation au niveau du grain et le comportement à la déformation nécessitent dans un premier temps l'étude sur monocristal.

C'est dans cet esprit que commença au début des années soixante, l'étude de la déformation plastique de spinelles $MgO.nAl_2O_3$, sous forme monocristalline d'une part par Mac Brayer (1), et sous forme polycristalline d'autre part par Kriegel (2) et Palmour III (3) ; On pensait alors conformément aux premières études théoriques faites par Hornstra (4, 5), que les systèmes de glissement facile dans la structure spinelle étaient de type $\{111\} \langle 110 \rangle$ par analogie avec le glissement basal de l'alumine ; le nombre de ces systèmes de glissement permettant le changement de forme des grains nécessaire à la plasticité étant de douze.

Les études de plasticité qui suivirent (6, 7), effectuées sur des monocristaux $MgO.nAl_2O_3$ de rapport de composition n variable ($1 \leq n \leq 3$) montrèrent d'une part que les plans de glissement semblent dépendre de n ($\{111\}$ pour $n = 1$, $\{110\}$ pour $n = 2$, $\{111\}$ et $\{110\}$ pour $n = 3$) et d'autre part que la résistance à la déformation dépend elle

aussi de n , les cristaux équimolaires étant les plus difficiles à déformer plastiquement et les plus fragiles ; mais le rôle des lacunes de constitution introduites au fur et à mesure que n croît (voir §, I.2.5.) n'était pas éclairci. La microscopie électronique enfin(8) révéla que les dislocations sont dissociées en deux partielles colinéaires.

Depuis, les études entreprises sur la plasticité de divers spinelles se sont attachées essentiellement à une meilleure connaissance de la structure de coeur des dislocations, soit expérimentalement par microscopie électronique (9, 10) soit théoriquement par calcul des énergies des diverses fautes d'empilement possibles (11), et à l'observation toujours par microscopie électronique des réseaux de dislocations engendrés par la déformation (12, 13). Par contre, on constate que les études de sous structures de déformation à l'échelle de l'échantillon ainsi que la détermination des lois de comportement plastique ($\dot{\epsilon}$ (σ , T)) sont restées très insuffisantes alors qu'elles sont des compléments indispensables pour une meilleure compréhension des mécanismes qui régissent la plasticité d'où l'intérêt de l'étude entreprise ici sur les propriétés mécaniques et structurales à l'échelle de l'échantillon de monocristaux de spinelles $MgO.n Al_2 O_3$ ($n = 1,1$ et $n = 1,8$).

Un exemple montre cette nécessité ; il concerne la détermination des plans de glissement qui était tout à fait incomplète et a conduit à associer incorrectement les systèmes de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$ à la composition $n = 1$; nous avons au contraire démontré pour cette composition l'existence de glissement $\{110\}$ (14) qui semble d'ailleurs être plus facile que le glissement $\{111\}$ (15) ; les systèmes de glissement $\{100\} \langle 110 \rangle$ ont également été observés, lors d'essais de déformation à température ambiante sous pression de confinement, par Veyssièrè (16).

Il ressort de notre étude que la plasticité à haute température des spinelles ne saurait se produire sans diffusion. Soit que celle-ci gouverne la montée des dislocations, laquelle contrôle le franchissement des obstacles au glissement, soit qu'elle facilite le réarrangement cationique nécessaire au mécanisme même du glissement des dislocations, qui sont en général dissociées hors de leur plan de glissement (17).

Parallèlement à notre étude à l'échelle de l'échantillon, Nicole Doukhan a étudié, par microscopie électronique par transmission, la sous structure correspondante de déformation à l'échelle de la dislocation, et en particulier la dissociation des dislocations. Ce travail est rapporté dans sa thèse de doctorat (17) ; nous y ferons fréquemment référence.

Le Chapitre I de ce travail est consacré à la structure cristallographique de $MgO \cdot n Al_2 O_3$ et aux seuls rappels nécessaires sur les dislocations dans cette structure.

Le Chapitre II présente les techniques expérimentales que nous avons mises en oeuvre pour permettre la déformation et l'observation par rayons X de nos échantillons.

Dans la mesure où la montée des dislocations joue un grand rôle dans la déformation haute température et où cette montée nécessite de la diffusion de matière, les principaux résultats concernant la diffusion dans le spinelle sont rappelés au chapitre III. Nous y établissons une expression de la vitesse de montée utile à la suite.

La Déformation plastique du spinelle $MgO \cdot 1,8 \cdot Al_2 O_3$ est abordée au chapitre IV. Trois orientations de l'axe de compression ont été étudiées en déformation à vitesse imposée : [001], [110] et [111] chacune d'elles présente un mode de déformation particulier : glissement {110} pour l'axe [001], glissement dévié {110} \leftrightarrow {111} dans le cas de l'orientation [110] et montée des dislocations si on déforme selon [111]. Les cinétiques de déformation observées montrent cependant que le mécanisme qui gouverne la déformation est la montée des dislocations dans chacun des cas.

L'étude détaillée de la sous structure, par topographies de Berg Barrett, met en évidence l'évolution de celle-ci avec la température ; elle montre également que la sous structure est caractéristique de l'orientation de la contrainte et peut être utilisée comme marqueur.

Seule l'orientation [001] a été étudiée en fluage. Les essais effectués dans des conditions ($\dot{\epsilon}$, σ) très proches de celles utilisés

en déformation à vitesse imposée donnent des résultats très semblables. On montre toutefois que l'état permanent qu'on atteint à vitesse imposée ($\dot{\sigma} = 0$, $\ddot{\epsilon} = 0$) correspond à un des états transitoires de fluage.

L'étude de la plasticité de $\text{MgO} \cdot 1,1 \text{Al}_2 \text{O}_3$, développée au chapitre V montre essentiellement la difficulté du glissement des dislocations pour cette composition. Il produit, dans un premier stade les dislocations dont la montée assure la déformation par la suite.

On montre que ce stade de glissement préplastique diffère suivant l'orientation choisie (glissements $\{110\}$ pour l'orientation $[001]$ et $\{111\}$ pour $[110]$) et conditionne des modes de multiplication très distincts.

Là encore, essais de fluage et essais de déformation à vitesses imposées ont été réalisés et donnent des résultats très comparables.

Dans le chapitre VI, enfin, on compare nos résultats avec ceux obtenus par d'autres auteurs au cours d'études antérieures, et on montre la cohérence de l'ensemble. Il est curieux de constater, en particulier, que dans ces spinelles l'effet de faute d'empilement est inverse de celui observé dans les métaux usuels : leur ductilité augmente lorsque celle-ci décroît. Une tentative d'explication est avancée.

CHAPITRE I. - STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE

L'étude des propriétés mécaniques de tout monocristal nécessite avant toute chose la connaissance de sa structure cristallographique ; celle-ci conditionne par exemple les vecteurs de Burgers des dislocations, les plans de glissement, le mode de dissociation.

Nous présentons donc dans ce chapitre tout d'abord la structure du minéral $MgAl_2O_4$, structure idéale et structure réelle résultant de perturbations comme la distorsion ou le désordre cationique.

Nous étudions ensuite comment on passe du spinelle équimolaire $MgO.Al_2O_3$ aux spinelles non équimolaires $MgO.n Al_2O_3$ et les problèmes qui apparaissent quant à la stabilité structurale de ces composés.

Nous terminons par un rappel sur les dislocations dans la structure spinelle.

I.1. Structure de $MgO.Al_2O_3$

I.1.1. Structure idéale

Le minéral spinelle $Mg Al_2O_4$ a donné son nom à une structure cristalline, la structure spinelle, dans laquelle cristallise un grand nombre d'oxydes de formule générale $X Y_2 O_4$.

Comme dans la plupart des structures d'oxyde, les ions oxygène sont beaucoup plus gros que les ions métalliques et la structure du spinelle $Mg Al_2 O_4$ peut être approximativement représentée par un empilement cubique compact d'ions oxygène dans lequel les ions Mg^{2+} et Al^{3+} occupent certains interstices. Chaque maille élémentaire contient 8 molécules $[Mg Al_2 O_4]$. Cet empilement compact contient 64 sites tétra-

édriques (nombre de coordination 4) et 32 sites octaédriques (nombre de coordination 6) par maille. Dans la structure spinelle un huitième des sites tétraédriques et une moitié des sites octaédriques sont occupés. La maille élémentaire de la structure spinelle "idéale" est représentée sur la figure 1.

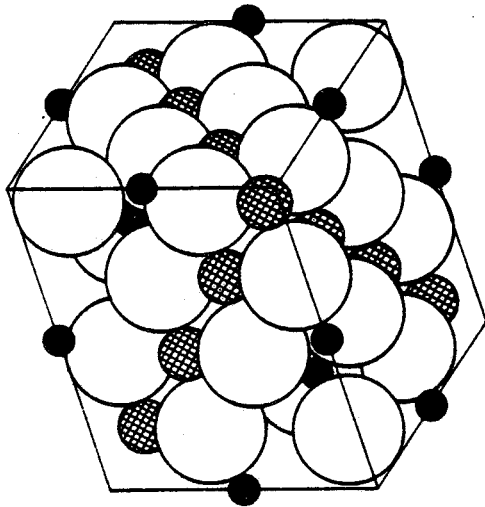


Figure 1 : Maille élémentaire de spinelle contenant $8 [\text{Mg Al}_2 \text{O}_4]$. Les sphères blanches représentent les ions O^{2-} , les noires les ions Mg^{2+} et les hachurées les ions Al^{3+} .

Si on projette cette structure parallèlement aux plans $\{111\}$, on remarque entre les plans compacts d'ions oxygène, une alternance de 2 types de couches (figure 3).

- i) des couches où seuls les ions aluminium sont présents, ils occupent les $3/4$ des sites octaédriques ; la figure 4a en montre l'arrangement en hexagones et en triangles. Cette structure a été appelée couche Kagomé par Iida (18).
- ii) des couches mixtes comprenant à la fois des cations Mg^{2+} et des cations Al^{3+} . Dans ces couches les ions magnésium viennent se placer dans les sites tétraédriques

Il est commode de la subdiviser en huit parties ; la structure peut alors être décrite comme un empilement cubique à faces centrées de cubes A et B, les cubes A contenant le groupe Mg_2O_4 et les cubes B le groupe Al_4O_4 (figure 2).

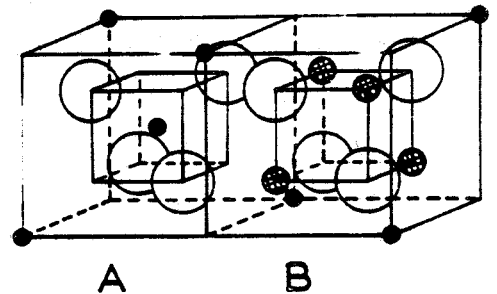


Figure 2 : Représentation des cubes A et B.

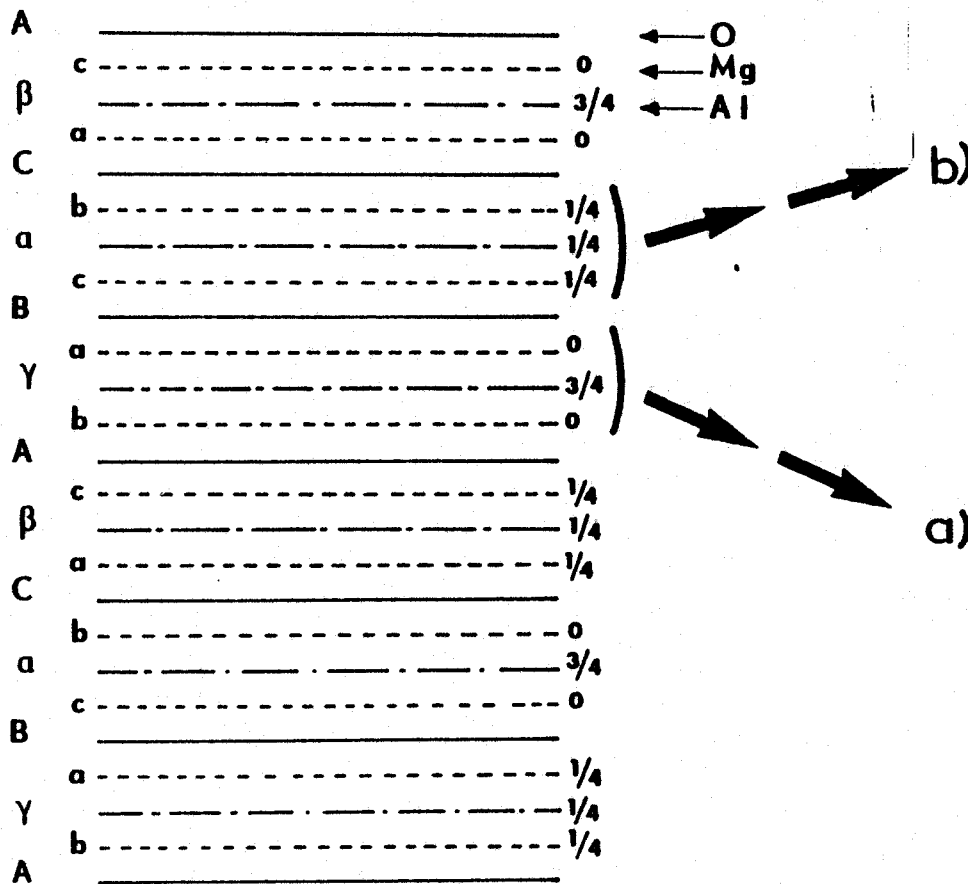


Figure 3 : Projection du réseau parallèlement aux plans {111} et taux d'occupation des sites cationiques.

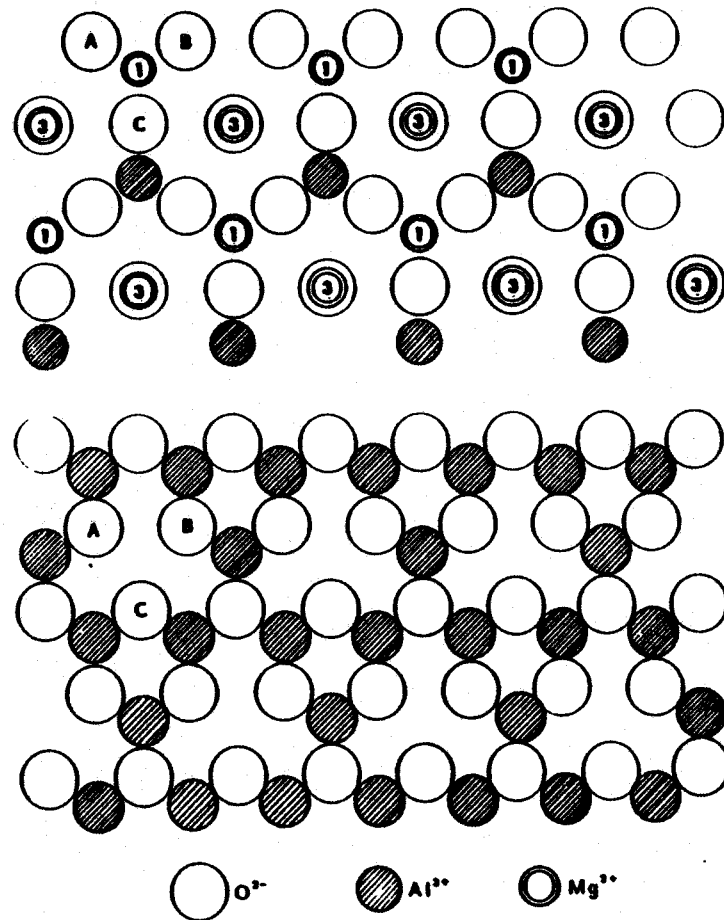


Figure 4 : a) couche Kagomé
b) couche mixte

Par mesure de simplicité, nous n'avons représenté que le plan d'oxygène entre les deux couches cationiques. l'unité de hauteur est le quart de la distance séparant deux plans oxygène voisins.

situés immédiatement au-dessus et en-dessous des sites octaédriques laissés vacants au centre des hexagones de la couche Kagomé (figure 4b).

1.1.2. Structure réelle

Plusieurs facteurs viennent perturber la structure idéale du spinelle :

1) La distorsion

Le volume d'un site tétraédrique est en général trop petit pour qu'un ion métallique puisse venir s'y placer sans déformer le tétraèdre d'ions oxygène qui l'entoure ; le tétraèdre d'oxygène du cube A est alors dilaté tandis que l'octaèdre d'ions oxygène des cubes B se contracte légèrement. On a l'habitude de noter cette distorsion par la valeur du paramètre u où $u a_0$ représente la distance dans un cube A entre le centre d'un oxygène et une des faces opposées du cube (figure 5). Dans le cas idéal, u vaut $3/8$ (0,375) ; pour

$Mg Al_2 O_4$ sa valeur est de 0,387. On voit que dans une telle structure, le paramètre de la maille, peu différent d'un oxyde à un autre, va essentiellement dépendre des rayons ioniques des cations. Le tableau I donne la valeur du paramètre a_0 pour quelques oxydes de type $X^{2+} Y_2^{3+} O_4$.

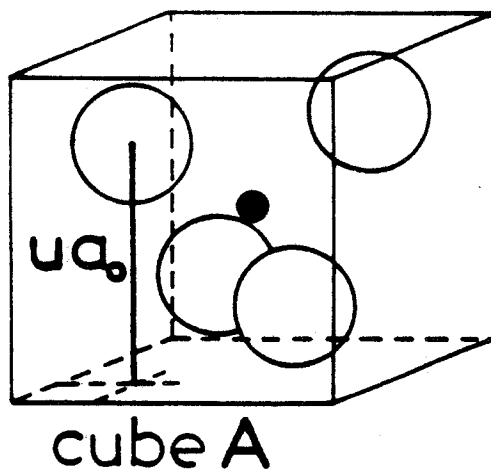


Figure 5 :

Définition du paramètre u .

Tableau I (d'après (19, 20))

	Y^{3+} $r_{Y^{3+}}$ (Å)	Al^{3+} 0,51	Cr^{3+} 0,63	Fe^{3+} 0,64
X^{2+}	$r_{X^{2+}}$	a_o	a_o	a_o
Ni ²⁺	0,69	8,05	8,30	8,36
Cu ²⁺	0,72	8,07	--	8,37
Zn ²⁺	0,74	8,07	8,30	8,42
Mg ²⁺	0,66	8,08	8,31	8,36
Co ²⁺	0,72	8,08	8,32	8,36
Fe ²⁺	0,74	8,12	8,34	8,39
Mn ²⁺	0,80	8,26	8,49	8,55
Cd ²⁺	0,97	--	8,57	8,69

2) Le désordre cationique

La structure idéale dans laquelle les cations X sont en sites tétraédriques et les cations Y en sites octaédriques est appelée "structure normale". Elle correspond à un maximum de stabilité de l'édifice cristallin pour les oxydes $X Y_2 O_4$ quand on en calcule l'énergie électrostatique (19).

Bien que la structure cristallographique du spinelle soit connue, grâce aux rayons X depuis 1915 (21), il faut attendre 1952 pour que Bacon (22) montre, en utilisant la diffraction des neutrons, qui permet de distinguer les magnésium bivalents des aluminium trivalents, que la structure normale prédomine dans une poudre de spinelle $Mg Al_2 O_4$ obtenue par calcination à 1400°C ; toutefois, d'après l'intensité des pics de réflexion une légère tendance à l'inversion se manifeste.

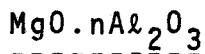
L'inversion consiste à avoir des cations bivalents en sites octaédriques et des cations trivalents en sites tétraédriques ; dans notre cas, le degré d'inversion est défini par i , fraction d'ions magnésium remplacés dans leurs sites tétraédriques par des ions aluminium. Un spinelle est inverse quand tous les cations bivalents sont en sites octaédriques et une moitié des cations trivalents en sites tétraédriques ($i = 1$).

Brun et Coll (23) ont confirmé la structure normale pour des spinelles Mg-Al naturels non recuits au-delà de 800°C . Dès que ces spinelles sont chauffés à une température supérieure à 800°C , ils se désordonnent et deviennent inverses à un fort degré et le refroidissement ne les réordonnent pas.

Stoll et Coll (24) ont mesuré, par diffraction de neutrons, le degré d'inversion d'une poudre de spinelle Mg-Al synthétique : celui-ci peut varier de 0,10 à 0,15 selon l'histoire thermique de l'échantillon. Ces résultats sont confirmés par Schmocker et Coll (25) qui ont mesuré sur des spinelles $\text{Mg Al}_2\text{O}_4$ naturels des degrés d'inversion pouvant atteindre 0,30 selon la température de recuit.

D'après ces résultats, il faut s'attendre, vu les températures auxquelles nous avons effectué nos essais de déformation ($1300 < T < 1700^{\circ}\text{C}$), bien au-delà de la température de transition ordre-désordre de 800°C , à un désordre cationique important dans nos spinelles, désordre dont il faudra tenir compte dans les études théoriques.

I.2. Structure cristallographique des solutions



I.2.1. Solubilité de Al_2O_3 dans $\text{Mg Al}_2\text{O}_4$. Diagramme de Phase.

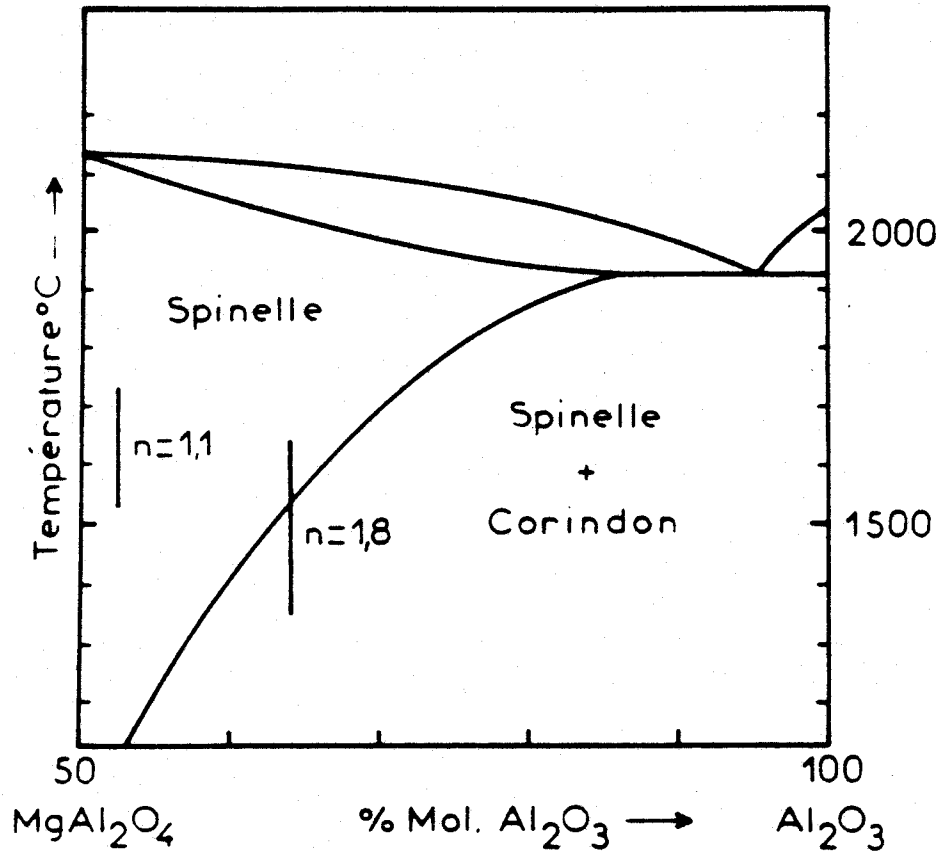


Figure 6 : Diagramme de phase du système $MgO \cdot Al_2O_3$. Les traits représentent les domaines étudiés pour les compositions $n = 1,1$ et $n = 1,8$.

La Figure 6 représente le diagramme de phase du système $MgO-Al_2O_3$ dans sa partie riche en alumine (26). On constate que la solubilité de l'alumine dans le spinelle est très grande et que toute une série de solutions solides $MgO \cdot n Al_2O_3$, avec n variant entre 1 et 5, se forme à haute température. A température ambiante seul, théoriquement, le composé $Mg Al_2O_4$ est stable, l'alumine en excès dans les autres composés devant commencer à précipiter dès que la température devient inférieure à la température limite de solubilité dépendant du rapport de composition n . On peut toutefois obtenir ces solutions solides à l'ambiante si on prend le soin de les tremper depuis la température d'élaboration, ce qui est le cas des monocristaux élaborés par la méthode de Verneuil (27). Reste à connaître la stabilité de ces composés riches en alumine quand ils sont maintenus à une température inférieure à la température limite de solubilité,

mais suffisante pour permettre une diffusion non négligeable des cations, ce qui est le cas pour grand nombre de nos essais, la présence de précipités d'alumine pouvant modifier sensiblement les propriétés mécaniques de ces matériaux.

Nous étudions dans ce qui suit cette stabilité et les différentes étapes de la précipitation éventuelle de l'alumine α , telle qu'elle ressort de la littérature et de nos propres expériences. Nous étudions enfin la structure cristallographique des solutions solides $\text{MgO} \cdot n \text{Al}_2\text{O}_3$.

1.2.2. Stabilité des solutions solides

Si l'on fait abstraction des spinelles $\text{MgO} \cdot n \text{Al}_2\text{O}_3$ pour lesquels $n > 2,5$ les différents auteurs (6, 7, 8) qui ont étudié la déformation plastique de ces spinelles n'ont jamais rapporté la présence de précipités d'alumine α dans leurs échantillons après essais.

Wang (28) a recuit pendant une heure à 1250°C , sous atmosphère d'hydrogène, des plaquettes de $\text{MgO} \cdot 2,5 \text{Al}_2\text{O}_3$ destinées à la préparation de substrats par croissance épitaxiale et n'a observé ni détérioration des surfaces, ni précipitation d'alumine.

De même au cours de nos expériences de fluage d'échantillons $\text{MgO} \cdot 1,8 \text{Al}_2\text{O}_3$, dont la durée est de l'ordre d'une journée, nous n'avons jamais observé de précipités à l'intérieur de nos échantillons même à l'échelle de la microscopie électronique (17). Toutefois, ces mêmes échantillons au bout d'une journée à 1400°C sont recouverts d'une couche blanchâtre d'alumine polycristalline d'épaisseur $100 \mu\text{m}$. Les clichés de Laue montrent que les cristaux d'alumine ne sont pas orientés par rapport à la matrice. Saafeld et Jagodzinski (29) ont également remarqué que la précipitation du corindon est différente selon qu'elle se produit à la surface de l'échantillon, les cristaux n'étant pas orientés, ou à coeur, où les lamelles d'alumine se forment parallèlement aux plans $\{111\}$ du spinelle.

Pour les échantillons déformés à vitesse imposée, aucune trace d'alumine n'est visible même en surface. Il semble donc que la stabilité thermique de la solution solide pour $n < 2$ est relativement bonne même pour des temps de recuit de l'ordre d'une journée.

Par contre, au-dessus de $n = 2,5$ la précipitation est facilement observable ; plusieurs auteurs en ont étudié les différentes étapes, soit par rayons X (29), soit par microscopie électronique (30, 31). Nous en résumons ci-dessous les principaux résultats.

1.2.3. Précipitation du corindon dans les spinelles $Mg_{0,3,5}Al_2O_3$

La précipitation du corindon se caractérise par trois stades :

- i) un stade de pré-précipitation ($T < 1200^\circ C$) au cours duquel se forment d'abord un premier type de pré-précipités, semblables à des zones de Guinier - Preston sphériques, de structure similaire à celle de la matrice spinelle ; ils donnent naissance soit à un fond continu diffus sur les clichés de rayons X, soit à des halos diffus entourant les spots de diffraction de la matrice en microscopie électronique.

Ces premiers pré-précipités sont peu à peu remplacés par d'autres pré-précipités, de structure cristalline encore proche de celle de la matrice, mais qui donnent cette fois naissance à de nouvelles taches sur les clichés de diffraction électronique.

- ii) Un stade au cours duquel on observe deux types de précipités intermédiaires, semi-cohérents avec la matrice, de structures monocliniques. Ces deux types de précipités se forment préférentiellement sur les sous joints de croissance et les dislocations isolées.

Les précipités de type I se présentent sous forme d'aiguilles plates parallèles aux plans {311} de la matrice. Les relations d'orientation sont les suivantes : $(001)_p // \{311\}_M$ et $[010]_p // \langle 110 \rangle_M$

Les paramètres de la maille élémentaire déterminés par rayons X (29) sont :

$$a = 9,31 \text{ \AA} ; b = 5,64 \text{ \AA} ; c = 12,1 \text{ \AA} ; \beta = 110^\circ 46'$$

Les précipités de type II apparaissent après ceux de type I et semblent croître plus lentement. Ils se développent sous forme de fines lamelles parallèlement aux directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice. Les relations d'orientation sont :

$$[010]_p // \langle 100 \rangle_M \text{ et } [001]_p // \langle 110 \rangle_M.$$

Les paramètres de la maille de cette seconde phase intermédiaire ont été déterminés par analyse des clichés de diffraction électronique (30). Ils valent :

$$a = 5,1 \text{ \AA} ; b = 4,0 \text{ \AA} ; c = 5,65 \text{ \AA} ; \beta = 123^\circ 41'$$

iii) Le stade final est constitué de plaquettes d'alumine α qui se sont nucléées indépendamment de la sous structure existante. Le plan (0001) de ces plaquettes est parallèle aux plans {111} de la matrice spinelle.

Il faut noter ici que la phase $\gamma - Al_2O_3$ n'a jamais été observée durant la précipitation ni par rayons X (29), ni par microscopie électronique (31).

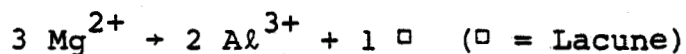
1.2.4. Précipitation sous contrainte (32) (Cf. Annexe 1).

Dans la mesure où les plaquettes d'alumine α ont des orientations bien déterminées par rapport à la matrice spinelle, nous avons étudié l'influence d'une contrainte et de son orientation sur les plans de précipitation de l'alumine α . Nous avons montré essentiellement que le choix du plan {111} de précipitation de l'alumine α correspond à

un \acute{e} contrainte normale maximum (en compression) et non \grave{a} un processus de cisaillement tel que Veyssiere et Coll (33) ont propos \acute{e} lors d'une \acute{e} tude semblable sur des ferrites de nickel. Le fait que la phase γ - Al_2O_3 n'apparaissent pas durant la pr \acute{e} cipitation est coh \acute{e} rent avec cette interpr \acute{e} tation.

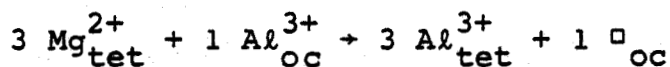
1.2.5. Structure cristallographique des solutions
 $MgO.n Al_2O_3$

A partir du compos \acute{e} $Mg Al_2O_4$, $MgO.n Al_2O_3$ se forme en rempla \acute{c} ant du magn \acute{e} sium par de l'aluminium de la mani \acute{e} re suivante :



La structure de ces compos \acute{e} s $MgO.n Al_2O_3$ reste spinelle.

Jagodzinski et Saafeld (34) ont montr \acute{e} par l' \acute{e} tude de des intensit \acute{e} s des pics de Bragg que les lacunes sont introduites en sites octa \acute{e} driques et non en sites t \acute{e} tra \acute{e} driques comme on aurait pu s'y attendre. On peut r \acute{e} crire la substitution selon la r \acute{e} action :

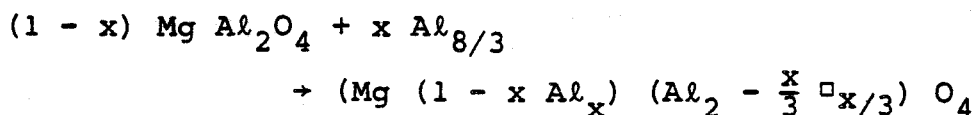


Cette \acute{e} criture reste \acute{e} videmment formelle dans la mesure o \grave{u} les cations se d \acute{e} sordonnent tr \acute{e} s vite d \acute{e} s que l'on chauffe au-dessus de 800 $^{\circ}$ C. Toutefois, il est vraisemblable que la lacune reste fortement li \acute{e} e aux aluminium exc \acute{e} dentaires en formant ainsi un complexe d' \acute{e} nergie \acute{e} lectrostatique de liaison relativement \acute{e} lev \acute{e} e, donc stable \grave{a} haute temp \acute{e} rature.

Le groupement de ces 3 aluminium t \acute{e} tra \acute{e} driques autour d'une lacune octa \acute{e} drique est \acute{e} quivalent \grave{a} un dip \acute{o} le \acute{e} lectrique. En appariant ceux-ci de fa \acute{o} n antiparall \acute{e} le, les aluminium appartenant au plan t \acute{e} tra \acute{e} drique soit adjacent sup \acute{e} rieur, soit adjacent inf \acute{e} rieur, aux sites octa \acute{e} driques

lacunaires considérés, il est clair qu'on obtient un groupement de lacunes en position premières voisines, par paire $\langle 110 \rangle$ dont l'énergie de liaison est d'origine dipolaire. Par un calcul d'énergie électrostatique plus complet, Jagodzinski et Haefner (35) ont en effet montré que de telles lacunes ont tendance à former des paires $\langle 110 \rangle$ premières voisines. Par la suite, Patrat, Brunel et de Bergevin (36) ont effectivement vérifié par diffusion de rayons X, l'appariement des lacunes parallèlement aux directions $\langle 110 \rangle$ prévues ; en revanche le groupement de trois aluminium tétraédriques autour de la lacune octaédrique n'a pu l'être faute de pouvoir distinguer les ions Al^{3+} des ions Mg^{2+} par les techniques usuelles de rayons X.

Dans la substitution, le sous réseau oxygène restant invariant, il s'avère commode de prendre celui-ci comme référence : la substitution se schématise ainsi



avec $x = \frac{3(n - 1)}{3n + 1}$.

Enfin, nous avons vu au paragraphe I.1.2. que le paramètre de la maille élémentaire des spinelles varie légèrement selon le type d'ions occupant les sites cationiques. Il doit donc en être de même pour $MgO.n Al_2O_3$ suivant le degré d'occupation des sites cationiques. On comprend aisément que le fait de remplacer sur les sites tétraédriques des ions Mg^{2+} de rayon ionique $r_{Mg^{2+}} = 0,66 \text{ \AA}$ par des ions Al^{3+} de rayon ionique $r_{Al^{3+}} = 0,51 \text{ \AA}$ diminue le volume de la maille au fur et à mesure que la concentration en ions Al^{3+} augmente. La paramètre a_0 passe ainsi de $8,086 \text{ \AA}$ pour $n = 1$ à $7,970 \text{ \AA}$ pour $n = 3,5$. La mesure du paramètre de la maille constitue donc un moyen simple et commode de connaître le rapport de composition ; la Figure 7 représente la variation de ce paramètre avec la composition n (28,37). Cet effet sensible démontre ainsi la réalité du remplissage progressif en aluminium excédentaire des sites tétraédriques,

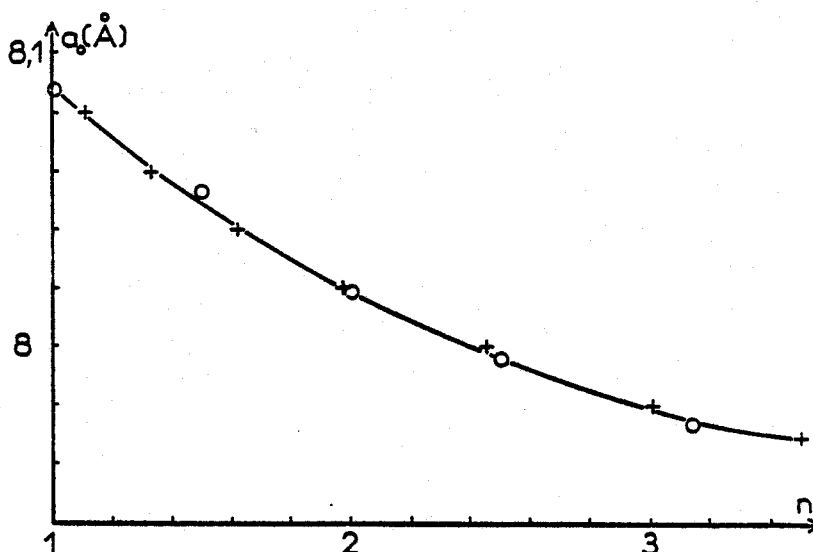


Figure 7 :

Variation du paramètre de la maille en fonction du rapport de composition n (+ (37) ; 0 (28)).

lorsque la composition n augmente.

1.3. Dislocations dans la structure spinelle

Dans la structure spinelle la plus petite translation de réseau est égale à $\frac{a_0}{2} \langle 110 \rangle$; c'est le vecteur de Burgers d'une dislocation parfaite.

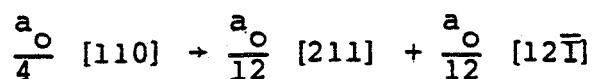
Les études théoriques d'Hornstra (4, 5) ont prévu deux modes possibles de dissociation pour les dislocations de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a_0}{2} \langle 110 \rangle$.

a) une dissociation en deux partielles de vecteurs de Burgers colinéaires :

$$\frac{a_0}{2} [110] \rightarrow \frac{a_0}{4} [110] + \frac{a_0}{4} [110]$$

elle ne faute que le sous réseau cationique. C'est la plus couramment observée (8, 14, 38).

b) dans les plans $\{111\}$ chacune des partielles précédentes peut se dissocier de nouveau :



Cette dernière réaction a été à la base des arguments d'Hornstra pour avancer que les dislocations devraient glisser dans les plans $\{111\}$.

Cette dissociation n'a jamais été observée dans nos spinelles. Il semble toutefois qu'elle ait été mise en évidence dans des ferrites de nickel, par Veysseyre (39), sur une dislocation faisant partie d'un sous joint.

Le glissement des dislocations sur les plans $\{111\}$ introduit un type de déplacement ionique déjà décrit par Kronberg (92) dans le corindon sous le nom "Synchro Shear" (Figure 8).

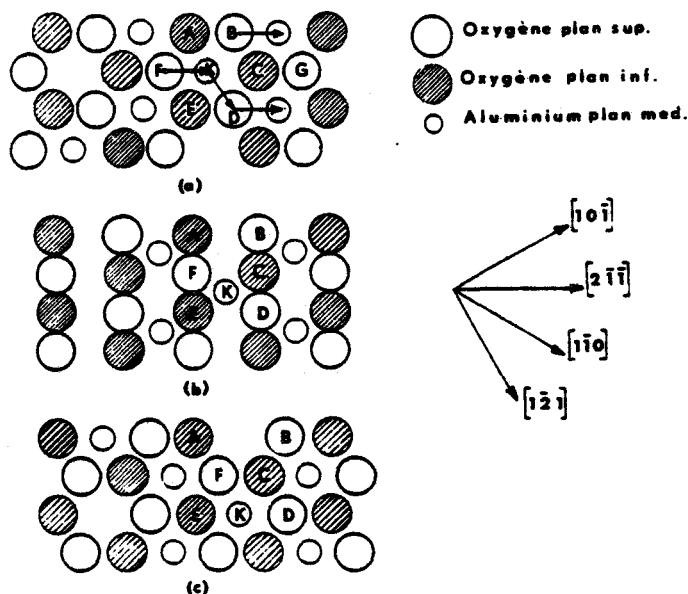


Figure 8 :

Cisaillement synchrone avec cations octaédriques :

- a) état initial
- b) état intermédiaire
- c) état final.

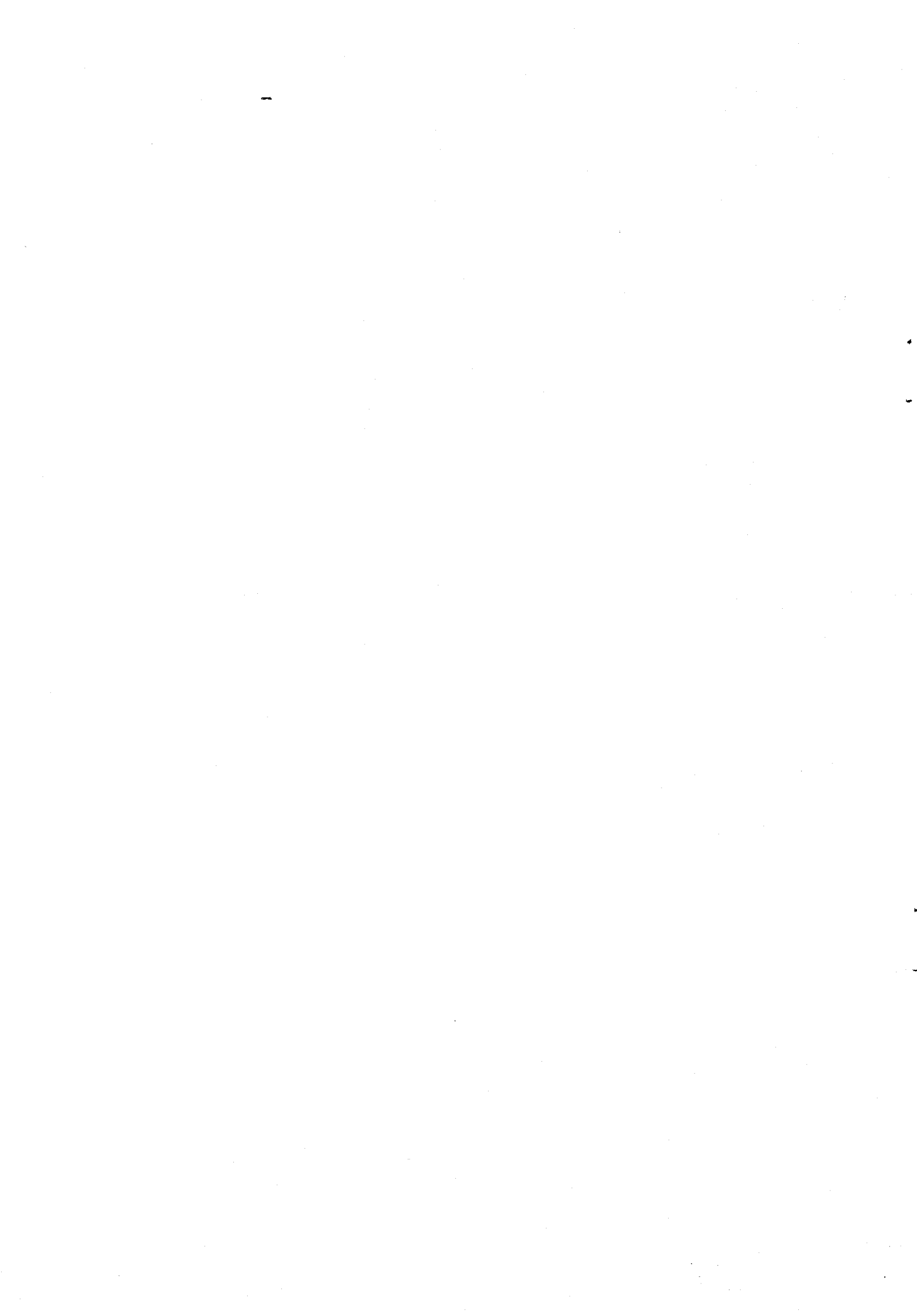
Quand deux plans voisins d'oxygène glissent l'un sur l'autre, les cations octaédriques pris entre les deux plans doivent se déplacer différemment des oxygènes, par une succession de glissements à $\pm 60^\circ$ de celui des ions oxygène. La position F (Figure 8a) nécessite pour l'ion aluminium K un déplacement en sens opposé au mouvement des

ions oxygène et G, le passage au-dessus de l'ion C. Le mouvement de l'ion K va se faire vers la position D. On obtiendrait des résultats analogues en considérant non plus une couche Kagomé, mais une couche mixte contenant les deux sortes de cations.

c) enfin un autre mode de dissociation possible dans les plans {111} a été proposé par Doukhan et Escaig (38) :

$$\frac{a_0}{2} [110] + \frac{a_0}{6} [211] + \frac{a_0}{6} [12\bar{1}]$$

La faute d'empilement qu'elle définit, correspond à un accolement cohérent de macles {111}, et pourrait avoir une énergie relativement faible surtout dans un spinelle normal (39). Il semble qu'elle ait été observée sur un seul exemple, après déformation à haute température du spinelle de composition $n = 1,8$ (38).



CHAPITRE II. - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

La déformation de monocristaux de spinelle et l'observation de la sous structure de dislocations des échantillons déformés a nécessité la mise au point de différents matériels et techniques :

- Préparation des échantillons,
- Machine de fluage haute température et adaptation du montage sur une machine Instron.
- Techniques d'observation de la sous structure par rayons X et biréfringence.

II.1. Matériau

Nos monocristaux de spinelle $MgO.n Al_2O_3$ ($n \sim 1,1 ; 1,8 ; 3,5$) ont été élaborés par la méthode de Verneuil (27) (Cristal Tec, LETI. CEN Grenoble). Les monocristaux obtenus par cette méthode se présentent sous forme de cylindres de 30 mm de diamètre environ et plusieurs centimètres de long. Ils sont recouverts d'une croûte blanchâtre polycristalline.

Le rapport de composition n des différents échantillons a été déterminé d'après la mesure du paramètre de la maille au moyen d'un diagramme de poudre (Diagramme de Debye-Scherrer). On a trouvé les valeurs suivantes :

$$n = 1,1 \pm 0,05$$

$$n = 1,8 \pm 0,07$$

$$n = 3,5 \pm 0,1$$

qui correspondent à des valeurs de n légèrement supérieures à celles des poudres de départ, la magnésie étant légèrement volatile aux températures d'élaboration.

L'analyse des impuretés contenues dans nos cristaux a été faite par spectroscopie d'émission. Les principaux éléments dosables ne s'y trouvent qu'à l'état de traces

et leur total n'est guère supérieur à quelques p.p.m.; ce sont les éléments suivants : Cr, Fe, Si, Mn, Cu, B.

La sous structure de dislocations présente dans les échantillons bruts de croissance a été mise en évidence soit par figures de corrosion ($H_3 PO_4$ 3 mn à $370^\circ C$ sur les faces {111}) (Figure 9a), soit par la méthode de Berg-Barrett (Figure 9b). Ces deux figures montrent clairement que la

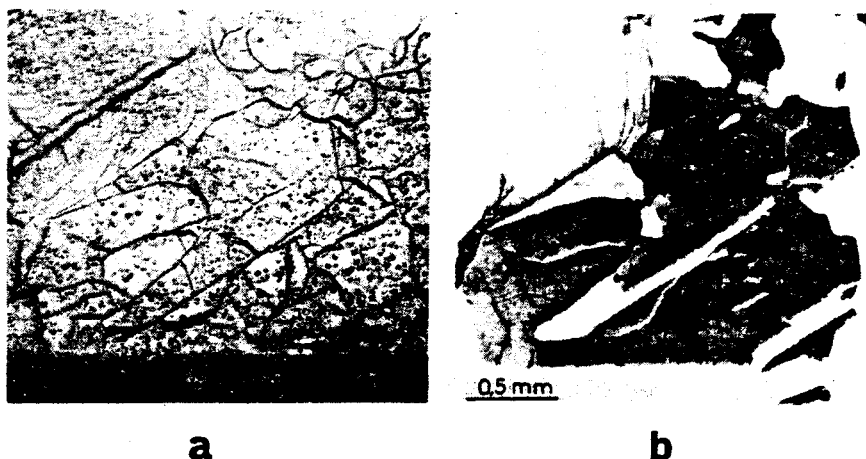


Figure 9 :

Sous structure de dislocations dans un échantillon $MgO.1,8 Al_2 O_3$ brut de croissance (face 111).

plupart des dislocations est regroupée en sous joints d'orientation quelconque, délimitant des sous grains dont la taille moyenne est de quelques centaines de microns. La densité de dislocations individuelles dans les sous grains est très faible, de l'ordre de $10^7 m^{-2}$. Cette sous structure est typique des monocristaux obtenus par la méthode de Verneuil.

II.2. Préparation des échantillons de déformation

Les échantillons utilisés pour la déformation sont des prismes à base carrée de dimensions approximatives $2,5 \times 2,5 \times 6 mm^3$. Ils sont taillés, après orientation aux rayons X par diagramme de Laue en retour, au moyen d'une scie circulaire imprégnée de diamant ; l'axe de compression

est parallèle à mieux de 1° à l'orientation désirée.

Trois orientations de l'axe de compression ont été utilisées dans cette étude :

- Orientation [001] avec des faces {100}
- Orientation [110] avec des faces {100} et {110}
- Orientation [111] avec des faces {110} et {211}.

Après découpe, les faces des échantillons sont polies au papier carborandum (grain 600) puis sur un drap imprégné de pâte diamant ($15 \mu\text{m}$, $6 \mu\text{m}$, $1 \mu\text{m}$). A ce stade de la préparation les éprouvettes de déformation sont optiquement transparentes. Enfin si l'on désire observer des lignes de glissement sur les faces des éprouvettes déformées, on procède à un polissage chimique dans de l'acide orthophosphorique à 350°C pendant quelques minutes.

II.3. Machines de déformation hautes températures

La nécessité de travailler sous air pour éviter une éventuelle évaporation de MgO (1), à haute température ($1300^\circ\text{C} < T < 1700^\circ\text{C}$) à cause de la fragilité des échantillons et sous des contraintes de plusieurs dizaines de M Pa, a imposé un équipement spécifique typique de ce genre d'expériences (40 - 44) : pistons de compression en alumine frittée et four à élément chauffant en graphite (41) ou en chromite de Lanthane (45).

Nous avons opté pour le four à élément chauffant en graphite pour des raisons d'encombrement et de commodité d'installation du dispositif de compression sur notre machine de déformation à vitesses constantes (Instron 5 tonnes).

II.3.1. Machine de fluage (figure 10)

a) Dispositif d'application de la charge

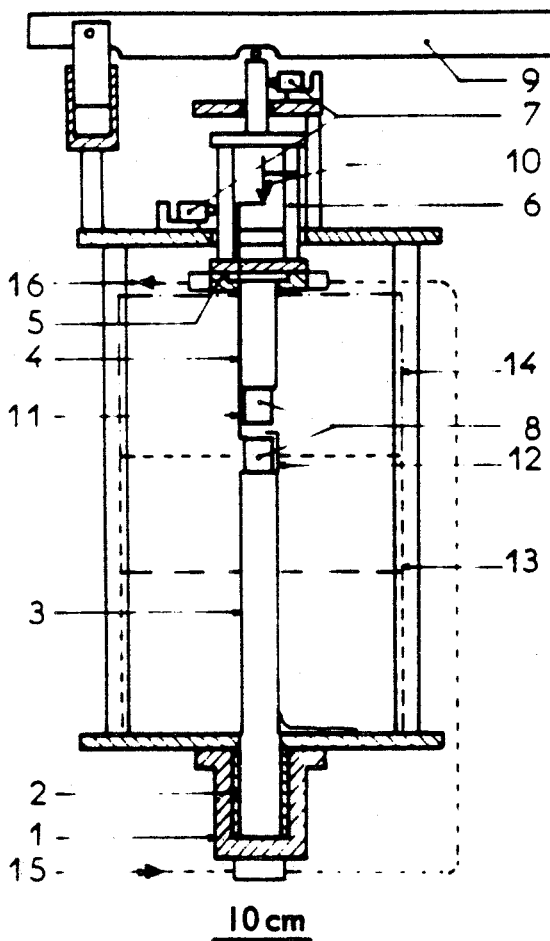


Figure 10 : Schéma de la machine de fluage.

- 1 : Support du piston inférieur
- 2 : Entretoises de blocage
- 3 : Piston inférieur
- 4 : Piston supérieur
- 5 : Collerette de bridage
- 6 : Système de guidage
- 7 : Roulement à billes
- 8 : Blocs d'alumine monocristalline
- 9 : Bras de levier
- 10 : Capteur de déplacement
- 11 : Tige de rappel
- 12 : Thermocouple
- 13 : Four en position basse
- 14 : Four en position de travail
- 15 : Arrivée eau de refroidissement
- 16 : Sortie eau de refroidissement.

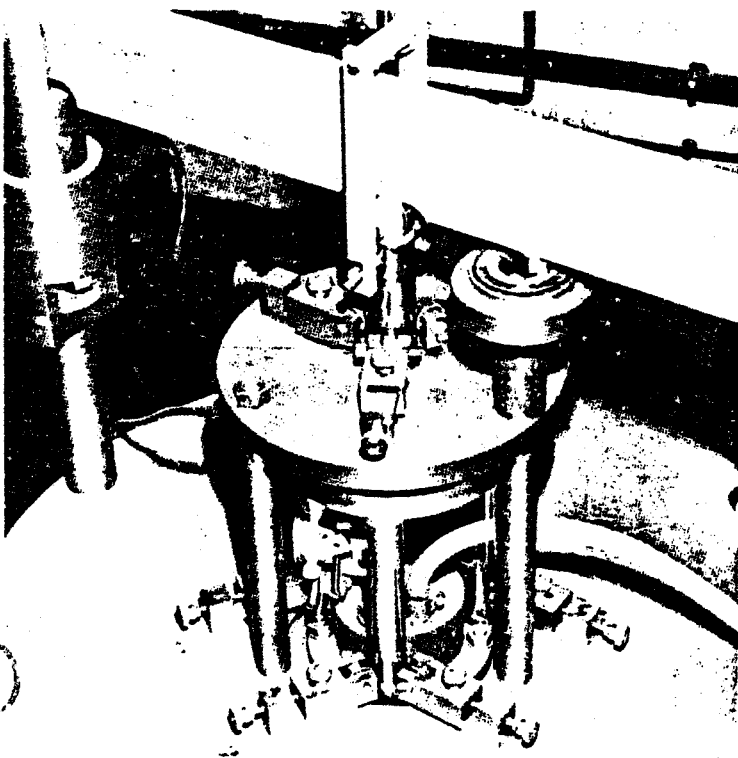


Figure 11 : Machine de fluage : système de guidage du piston supérieur.

BIS
LILLE

L'échantillon est comprimé entre les deux pistons - 3,4 - en alumine frittée (A F 997). Pour éviter une déformation parasite de ces pistons au cours des essais de fluage, la partie se trouvant dans la zone chaude du four ($T \geq 1300^{\circ}\text{C}$) a été remplacée par des blocs - 8 - d'alumine monocristalline ($\phi : 30 \text{ mm}$, $L : 35 \text{ mm}$), l'axe \vec{c} de ces blocs étant parallèle à l'axe du montage de manière à éviter tout glissement basal. Enfin le contact avec l'échantillon se fait par l'intermédiaire de pastilles également en alumine monocristalline et de même orientation que les blocs. Pour éviter une diffusion toujours possible de l'alumine des pastilles dans l'échantillon, on intercale une feuille de platine de $10 \mu\text{m}$ d'épaisseur.

Le piston inférieur - 3 - est fixe. Il est mis en place sur la machine par le dessous une fois le four positionné ; sa longueur est telle qu'elle permet une mise en place aisée de l'échantillon.

Le piston supérieur - 4 -, à embase, est bridé sur le système de guidage - 6 - au moyen de la collerette - 5 -. Ce système de guidage (Figure 11) permet le réglage du parallélisme des 2 plateaux de compression. Il est composé de 3 tiges en acier cémenté sur lesquelles viennent s'appuyer des roulements à billes ajustables - 7 -. Ce dispositif à l'avantage d'être de réalisation très simple et peu coûteuse et empêche en outre toute rotation du piston supérieur. Le poids de l'équipage mobile est équilibré par un contre poids.

La charge est appliquée sur la tige poussoir supérieure - 4 - au moyen du bras de levier - 9 - dont le rapport de multiplication est de 5, le contact se faisant par l'intermédiaire d'un roulement à billes ; des charges de l'ordre de 150 kg peuvent être appliquées ; la sensibilité d'un tel montage est de l'ordre de 100 grammes.

b) Mesure de la déformation de l'échantillon.

La variation de longueur de l'échantillon est mesurée par un capteur de déplacement - 10 - Tesa de type inductif de sensibilité supérieure au micron.

Compte tenu de la longueur des pistons et de possibles variations de température le long de ces pistons, le capteur mesure le déplacement relatif du poussoir supérieur - 4 - par rapport à la tige de rappel - 11 -, en saphir de 250 mm de long et 3 mm de diamètre, reposant sur le haut du bloc monocristallin - 8 - inférieur. Ce dispositif nous permet de mettre en charge dès que la température de l'essai est atteinte sans avoir à attendre un parfait équilibre thermique des tiges poussoirs.

Les déformations, mesurée sur l'échantillon ou enregistrée par le capteur, sont toujours pratiquement les mêmes.

c) Four

Les échantillons sont déformés à l'intérieur d'un four tubulaire à élément chauffant en graphite. Les essais ayant lieu à l'air, l'élément chauffant est protégé vers l'intérieur par un moufle en alumine et l'on établit un balayage d'argon dans le four.

La température maximum d'essai avec un tel montage est en fait limitée par le matériau du moufle ; elle est théoriquement de 1750°C environ dans notre cas. En fait bien que la plupart des essais ait été réalisée à une température nettement inférieure à cette température limite (1600 - 1650°C) il s'est avéré qu'il se produit une réaction dans le four entre le graphite et l'alumine du moufle ; celui-ci se corrode alors assez vite et devient poreux, avec toutes les conséquences prévisibles pour l'élément chauffant. Il a été nécessaire de changer les moufles toutes les cent heures de fonctionnement environ. Ces faits nous ont conduit à préférer les essais de déformation à vitesse constante aux essais de fluage à cause de leur plus courte durée (7 h. contre 30 h.).

La régulation à bande proportionnelle nous assure pendant un essai une température constante à $\pm 1^\circ\text{C}$. Celle-ci est mesurée au moyen de 2 thermocouples - 12 - Pt - 6 % Rd/Pt - 30 % Rd, un de régulation et un de contrôle.

La température de travail est atteinte au bout de 2 heures.

11.3.2. Adaptation du montage sur la machine Instron (Figure 12).

Les principaux éléments utilisés sur notre machine Instron sont les mêmes que ceux vus précédemment.

Le piston inférieur - 8 - et son embase - 6 - sont vissés sur la cellule de mesure - 4 -, elle-même posée sur la poutre inférieure fixe - 1 - du bâti.

Le piston supérieur - 9 - est bridé sous la poutre mobile - 2 -. Le réglage du parallélisme se fait en intercalant entre les 2 poussoirs une pièce cylindrique dont les 2 faces sont rigoureusement parallèles et en appliquant une charge de 300 kg. Le piston inférieur - 8 - est alors rendu solidaire de son embase - 6 - au moyen des câles - 7 - que l'on vient bloquer dessus.

La hauteur réduite du four permet une mise en place facile de l'échantillon et un contrôle visuel de la descente du piston supérieur et de son contact avec l'échantillon. Le four est ensuite remonté et accroché sous la traverse mobile.

Pendant la montée en température, on applique sur l'ensemble une force de 20 à 40 N de manière à assurer un contact permanent entre les différents éléments du montage. Une fois la température de l'essai atteinte, la vitesse de déplacement de la poutre mobile ne pouvant être réglée à partir de la mesure de la longueur de l'échantil-

lon, il est nécessaire d'attendre que les tiges poussoirs atteignent leur longueur d'équilibre ; ceci demande environ une heure.

Là également déformations mesurées et enregistrées sont trouvées presque identiques ce qui peut justifier le fait que l'on n'ait pas mesuré, dans ce cas ci, les vitesses réelles de déformation au moyen de tiges de rappel.

II.4. Observation de la sous structure de dislocations après déformation

L'étude de la sous structure de dislocations après déformation est visiblement indispensable pour établir de façon réaliste les mécanismes qui contrôlent la déformation.

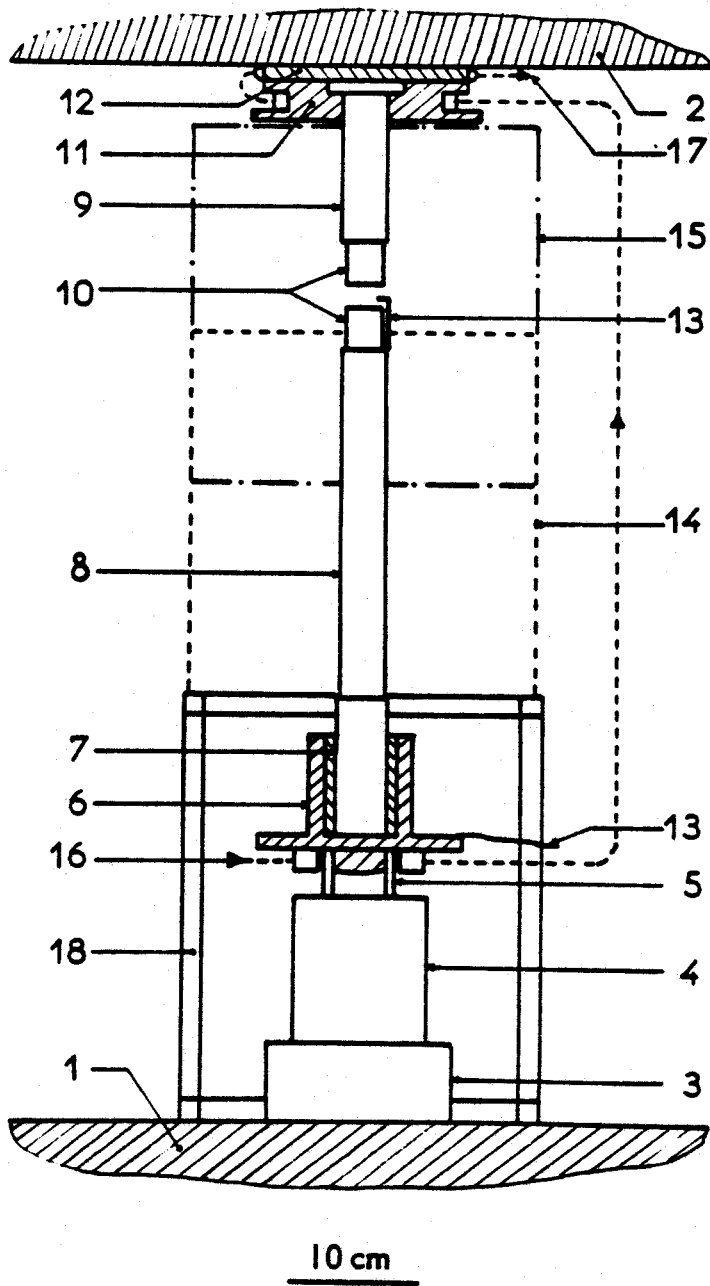
Nous avons pour notre part développé cette étude à l'échelle macroscopique :

- par examen optique des échantillons déformés,
- par analyse de la biréfringence
- par topographies de rayons X en réflexion ou méthode de Berg-Barrett.

II.4.1. *Biréfringence*

Nos cristaux à symétrie cubique sont optiquement isotropes ; placés entre polariseur et analyseur croisés, ils ne modifient pas le plan de polarisation de la lumière incidente et celle-ci est arrêtée par l'analyseur.

Mais une fois déformés, des accumulations locales de dislocations peuvent détruire la symétrie cubique de nos échantillons ; ceux-ci présentent une biréfringence accidentelle. C'est cette biréfringence qui est utilisée pour connaître la répartition des dislocations dans l'échantillon.



- 1 : Traverse fixe
- 2 : Traverse mobile
- 3 : Support de cellule (Laiton)
- 4 : Cellule de mesure
- 5 : Bague de fixation
- 6 : Support du piston inférieur
- 7 : Entretoises (Laiton)
- 8 : Piston inférieur (A.F. 997)
- 9 : Piston supérieur (A.F. 997)
- 10 : Blocs en alumine monocristalline
- 11 : Bride (Laiton)
- 12 : Pièce d'étanchéité (Laiton)
- 13 : Thermocouple
- 14 : Four en position basse
- 15 : Four en position de travail
- 16 : Arrivée d'eau de refroidissement
- 17 : Sortie d'eau
- 18 : Support du four en position basse.

Figure 12 : Schéma du dispositif expérimental pour les essais à vitesse constante.



II.4.2. Méthode de Berg-Barrett

La méthode de Berg Barrett est une méthode de topographies par réflexion de rayons X (Figure 13).

C'est une méthode non destructive qui ne nécessite la préparation que d'une seule surface. Si l'image obtenue est "moins fine" que celle donnée par la méthode des figures de corrosion (figures 9a et b) elle fournit par contre de plus amples informations sur la nature des murs de dislocations et les rotations locales qu'ils induisent. De plus, dans notre cas la technique des figures de corrosion s'est avérée d'un emploi très délicat et de faible reproductibilité.

Les différents contrastes que l'on peut observer sur des topographies de Berg Barrett sont rappelés dans l'annexe 2 (voir également les références 46, 47, 48).

a) Dispositif de Berg Barrett

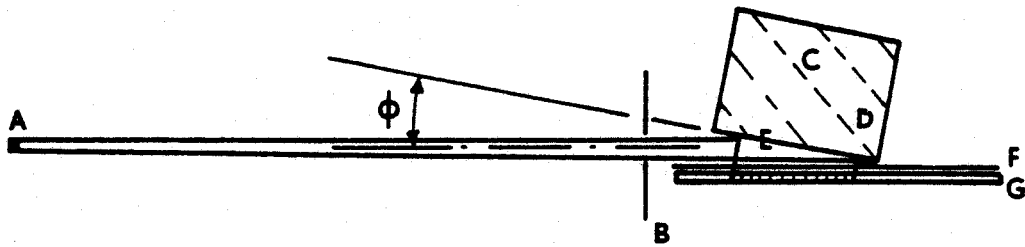
Deux radiations ont été utilisées au cours de ce travail :

- La radiation $K\alpha$ du chrome (λ 2,29 Å) (figure 14).

On utilise dans ce cas un filtre de vanadium de 25 μ m d'épaisseur pour éliminer la radiation $K\beta$ (λ = 2,06 Å).

Les conditions d'utilisation sont V = 40 kV,
 I = 8 mA.

A cause de la faible puissance du tube (400 W) dont nous disposons, nous en utilisons le foyer ponctuel. Si de ce fait la divergence du faisceau incident est limitée à quelques minutes, le temps de pose se trouve par contre considérablement réduit ; ceci nous permet d'utiliser des plaques photographiques H·R·P·Kodak au lieu des plaques nucléaires Ilford plus sensibles mais beaucoup plus onéreuses.



- | | | | |
|---|--------------------|-----------------------|---------------------|
| A | Source de rayons X | D | plan réflecteur |
| B | fente | E | face à topographier |
| C | cristal | F | filtre |
| G | | plaque photographique | |

Figure 13 : Schéma de principe du dispositif de Berg Barrett.

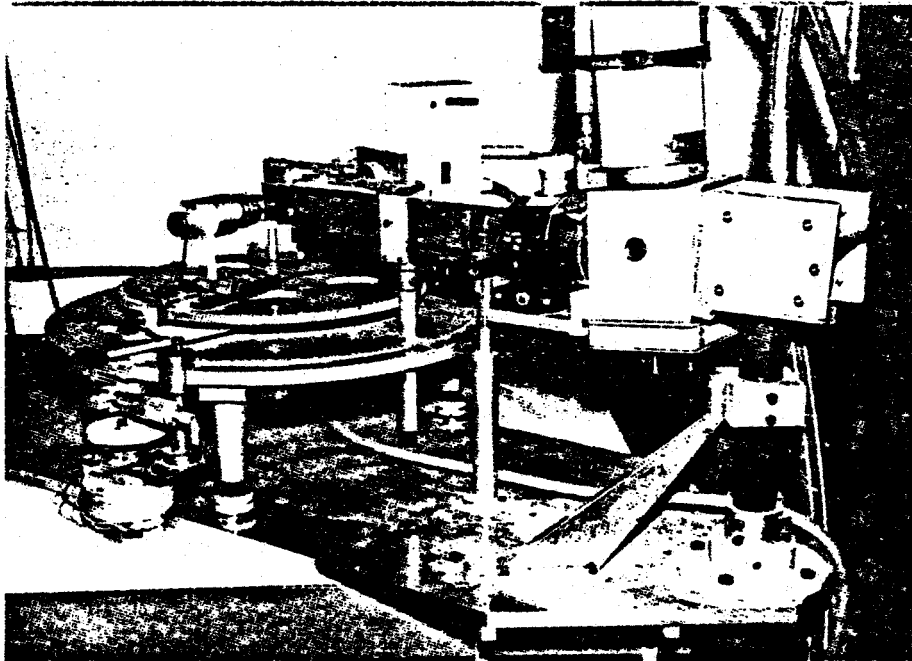


Figure 14 : Chambre de Berg Barrett avec tube à anticathode de chrome.



Le temps de pose pour une plaque H.R.P. dans les conditions indiquées plus haut est de l'ordre de 15 heures.

Dans le cas de cristaux fortement déformés, où les désorientations peuvent atteindre plusieurs degrés, la zone en réflexion se trouve très réduite à cause de la faible divergence du faisceau incident. Nous avons été amenés, pour avoir une vue d'ensemble de l'échantillon, à faire osciller celui-ci de $\pm 2^\circ$ autour d'un axe perpendiculaire au plan d'incidence (axe Oz de la figure A2/2). On utilise dans ce cas du film Kodak Industrex.

- La radiation $K\alpha$ du cuivre ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) avec filtre de nickel de 50 \mu m d'épaisseur. Les conditions d'utilisation sont $V = 40 \text{ kV}$, $I = 20 \text{ mA}$. On utilise ici le foyer linéaire du tube. Le temps de pose avec une plaque H.R.P. est du même ordre de grandeur que précédemment.

Dans les deux cas lorsqu'une haute résolution n'est pas nécessaire, on utilise du film Kodak Industrex ; le temps de pose se trouve réduit alors à 10 minutes.

Avant observation, les surfaces à topographier sont polies chimiquement dans de l'acide orthophosphorique vers 300°C pour les faces $\{100\}$ et 350°C pour les autres faces.

b) Réflexions utilisées.

Pour obtenir une topographie de Berg Barrett dans les meilleurs conditions, un certain nombre de facteurs doit être satisfait.

- i) Afin d'améliorer la résolution, les rayons X réfléchis doivent pénétrer la gélatine le plus perpendiculairement possible.
- ii) pour cette même raison, la plaque photo doit être placée au plus près de la face à topographier (elle est parallèle au faisceau incident dans nos montages).

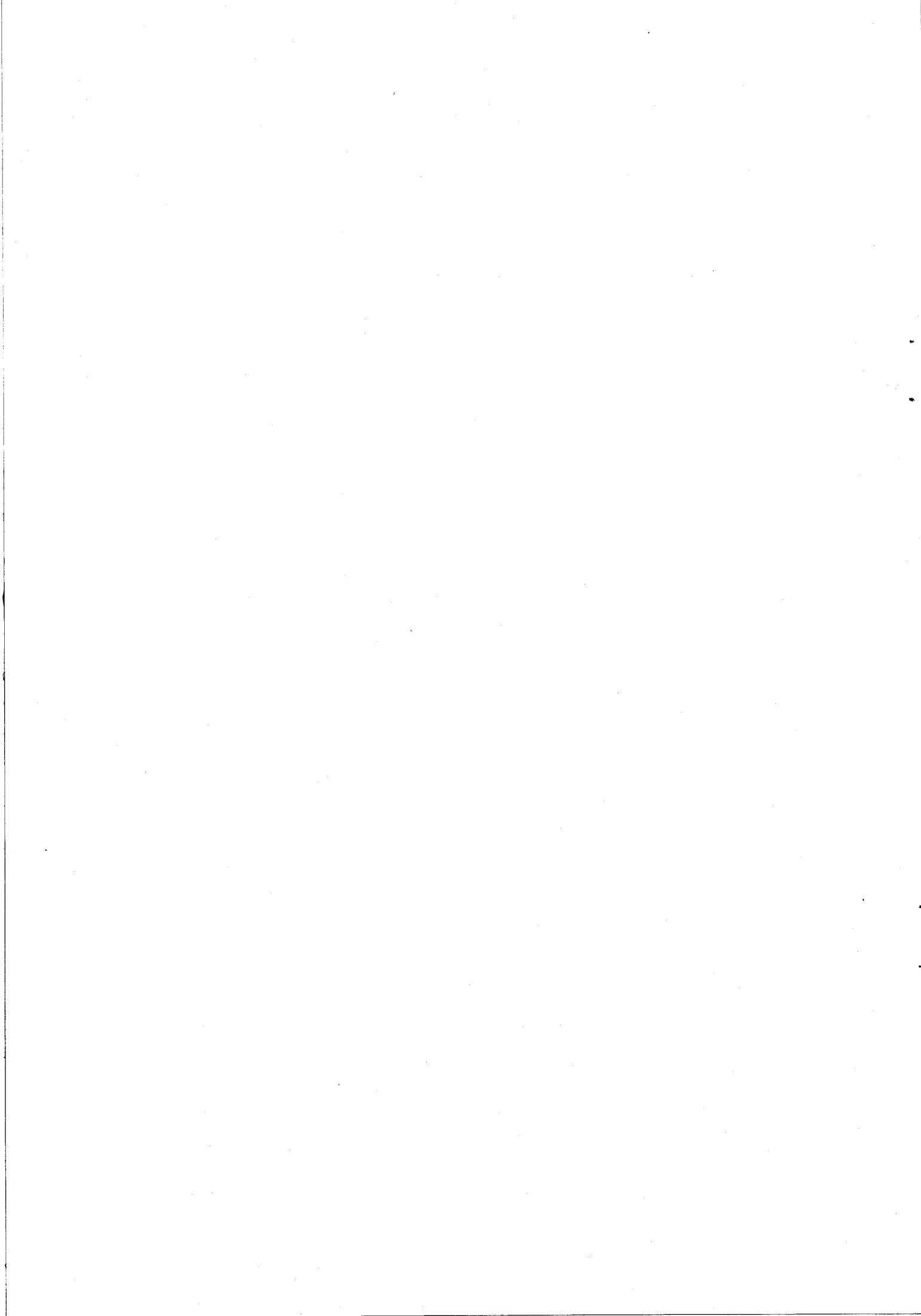
iii) pour diminuer la distorsion (grandissement longitudinal sur la plaque) l'angle ϕ entre la face à topographier et le faisceau incident doit être petit.

Toutes ces raisons font que pour une face donnée, le nombre de plans réflecteurs utilisables se trouve très restreint dans la mesure où peu de réflexions ont un facteur de structure élevé.

Nous avons résumé dans le tableau II les diverses réflexions utilisées pour les trois types de faces de nos échantillons.

Tableau II

Surf. Obs.	Plan reflec.	Angle de Bragg	ϕ	λ K α
{100}	{440}	53°12	8°12	Cr
"	{400}	22°24	22°24	Cu
{110}	{800}	49°36	4°36	Cu
"	{440}	32°26	32°26	Cu
"	{444}	41°18	5°92	Cu
{211}	{440}	53°12	23°12	Cr



CHAPITRE III. - DIFFUSION ET MONTEE DES DISLOCATIONS

DANS LE SPINELLE

Le but de ce chapitre est d'établir l'expression de la vitesse de montée qui sera utilisée dans la suite de ce travail. La montée des dislocations mettant en jeu de la diffusion, la première partie sera consacrée à une courte revue bibliographique des expériences permettant d'atteindre les coefficients d'autodiffusion des différentes espèces d'ions constituant notre réseau. Dans la seconde partie seront évoqués les problèmes théoriques qui se posent lors de la montée des dislocations dans les cristaux ioniques de type $X Y_2 O_4$.

III.1. Diffusion dans le spinelle

A ce jour les expériences de diffusion dans les spinelles $MgO.n Al_2O_3$ sont peu nombreuses et si les coefficients d'autodiffusion des ions oxygène et magnésium dans $Mg Al_2O_4$ sont connus avec plus ou moins de certitude, la nature des défauts liés à leur diffusion est mal connue et la diffusion de l'aluminium est encore à réaliser.

III.1.1. *Diffusion du magnésium*

Le coefficient d'autodiffusion du magnésium est le premier à avoir été mesuré en 1958 par Lindner et Akerstrom (49). Ils ont utilisé le radiotracteur ^{28}Mg et déterminé le profil de pénétration par comptage. Ils obtiennent, entre 900°C et 1400°C un coefficient d'autodiffusion de Mg^{2+} égal à :

$$D_{Mg} = 2 \times 10^2 [\exp(-3,73 \text{ ev}/kT)] \text{ cm}^2/\text{S}$$

III.1.2. *Diffusion de l'oxygène*

Ando et Oishi (50) sont les premiers à avoir déterminé le coefficient d'autodiffusion de l'oxygène pour

diverses valeurs du rapport de composition ($n = 1 ; 1,2 ; 2,2$). Ils ont employé une technique d'échange gaz/solide utilisant ^{18}O comme traceur : Après recuit des échantillons dans une atmosphère d'oxygène enrichie en ^{18}O , l'oxygène de l'échantillon est réduit en CO puis converti en CO_2 . Le rapport $^{46}\text{CO}_2/^{44}\text{CO}_2$ mesuré au spectrographe de masse permet le calcul du taux d' ^{18}O dans l'échantillon.

Les coefficients d'autodiffusion de l'oxygène attribués par ces auteurs à la diffusion intrinsèque dépendent peu de la valeur du rapport de composition et sont égaux à :

$$D_{\text{O}} (n = 1) = 8,9 \cdot 10^{-1} [\exp (- 4,6 \text{ ev/kT})] \text{ cm}^2/\text{S}$$

$$D_{\text{O}} (n = 1,2) = 2,2 [\exp (- 4,6 \text{ ev/kT})] \text{ cm}^2/\text{S} \approx D_{\text{O}} (n = 2,2)$$

Récemment Reddy (51) en utilisant des méthodes nucléaires pour la détermination du profil de pénétration trouve un coefficient d'autodiffusion de l'oxygène pour $n = 1$ peu différent de celui obtenu précédemment :

$$D_{\text{O}} (n = 1) = 1,5 \cdot 10^{-2} [\exp (- 4,5 \text{ ev/kT})] \text{ cm}^2/\text{S}$$

III.1.3. Diffusion de l'aluminium

Dans le cas présent la diffusion de l'aluminium n'a pas été étudiée au moyen d'un radiotracteur (^{26}Al), ce qui nécessite des techniques de préparation d'échantillons particulières (52) mais à partir d'expériences d'interdiffusion entre MgO et Al_2O_3 par Whitney et Stubican (53).

« de 1565 à 1700°C le coefficient d'autodiffusion de Al^{3+} dans $\text{Mg Al}_2\text{O}_4$ est donné par :

$$D_{\text{Al}} = 2,23 \cdot 10^4 [\exp (- 6,1 \text{ ev/kT})] \text{ cm}^2/\text{S}$$

et est d'un ordre de grandeur plus petit que le coefficient d'autodiffusion de Mg^{2+} ».

III.1.4. Remarques

On a tracé sur la figure 15 en traits gras les droites représentatives des coefficients d'autodiffusion des différents ions en fonction de l'inverse de la température.

On constate que le coefficient d'autodiffusion du magnésium est de 5 ordres de grandeur supérieur aux 2 autres, en particulier à celui de l'aluminium. Or Whitney et Stubican n'annoncent qu'une différence d'un ordre. Dans ces conditions et dans la mesure où aucune confirmation n'a été apportée à l'une ou l'autre des valeurs, nous considérons la valeur du coefficient d'autodiffusion de l'aluminium donnée par ces auteurs comme douteuse. Sa valeur est cependant nécessaire pour calculer la vitesse de montée des dislocations ; il importe donc de connaître, si ce n'est sa valeur exacte, du moins son ordre de grandeur.

Il existe dans notre cas différentes possibilités pour obtenir des informations sur la diffusion :

- considérer les résultats acquis sur la diffusion des cations dans d'autres oxydes de structure spinelle.
- examiner les résultats de cinétiques de processus mettant en jeu la diffusion, tel le frittage, la réaction de formation du spinelle, la précipitation ...

C'est ce que nous faisons ci-après.

III.1.5. Diffusion dans des oxydes de structure spinelle.

Les résultats sont présentés dans le tableau

III.

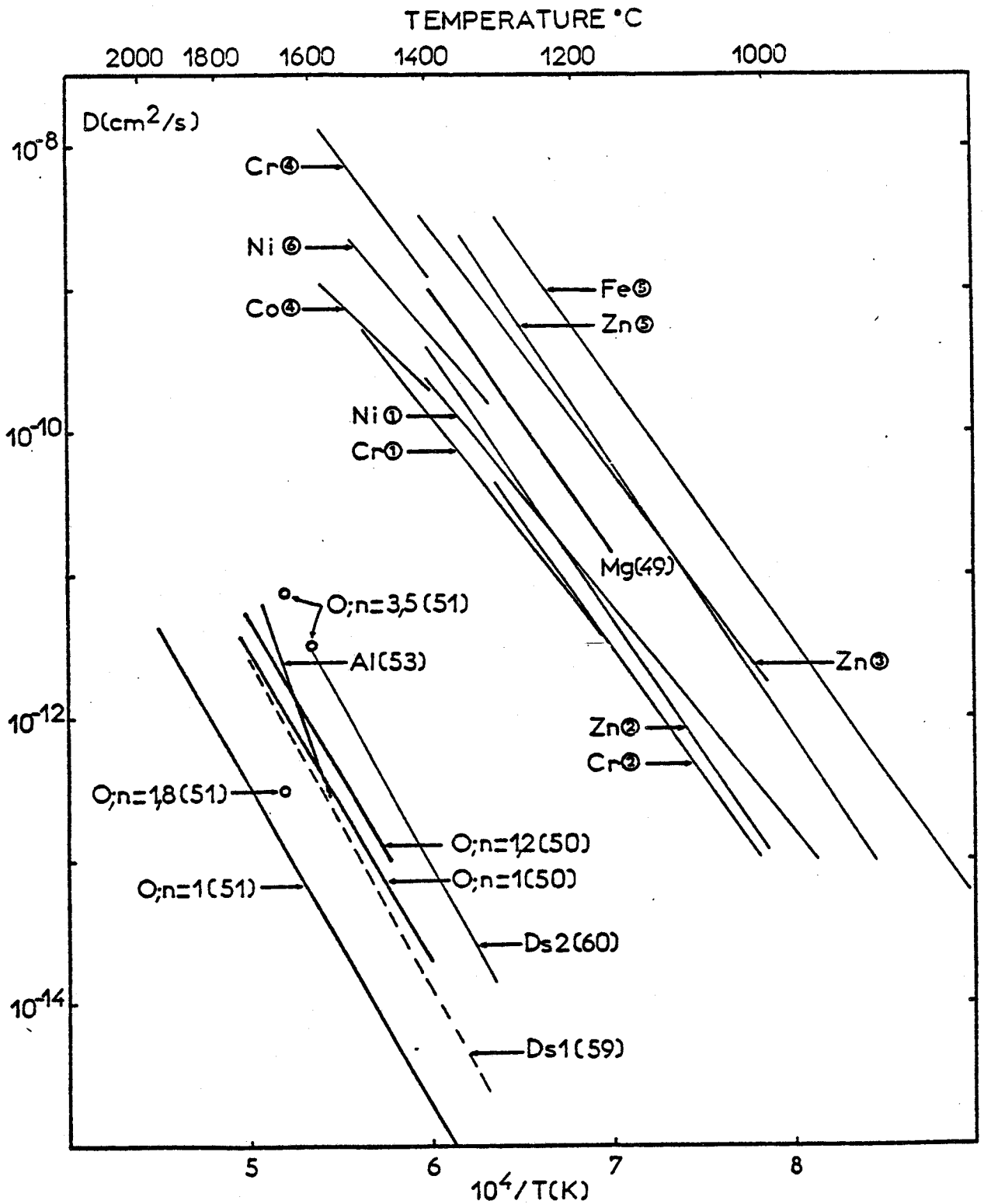


Figure 15 : Diffusion dans les oxydes de type spinelle.

Tableau III

Composé	Espèces Diffusantes	Gamme de temp. °C	D_0 Cm^2/S	Q ev	Réf.
(1) Ni Cr ₂ O ₄	⁶⁵ Ni ²⁺	1150 - 1500	0,85	3,24	54
	⁵¹ Cr ³⁺	950 - 1400	0,74	3,15	54
(2) Zn Cr ₂ O ₄	⁶⁵ Zn ²⁺	1000 - 1400	60	3,72	54
	⁵¹ Cr ³⁺	1000 - 1300	8,9	3,52	54
(3) Zn Al ₂ O ₄	⁶⁵ Zn ²⁺	1000 - 1400	50	3,39	54
(4) Co Cr ₂ O ₄	⁶⁰ Co ²⁺	1400 - 1600	10 ⁻³	2,22	55
	⁵¹ Cr ³⁺	1400 - 1600	2	3,04	55
(5) Zn Fe ₂ O ₄	⁶⁵ Zn ²⁺	900 - 1350	8,8 10 ²	3,74	56
	⁵⁹ Fe ³⁺	750 - 1300	8,5 10 ²	3,56	57
(6) MgO.1,3 Al ₂ O ₃	Ni ²⁺	1300 - 1530		3,04	58

Ces résultats sont reportés sur la Figure 15 en traits fins.

On constate en examinant cette figure que non seulement pour les oxydes où la diffusion des deux cations est connue les coefficients d'autodiffusion de ceux-ci diffèrent au plus d'un ordre de grandeur mais que l'ensemble des coefficients de diffusion des cations se trouve dans une fourchette de deux ordres de grandeur, même s'il s'agit d'hétérodiffusion (cas 6). Il semble donc que, dans la structure spinelle, du point de vue de la diffusion tous les cations sont assez semblables.

Il n'est pas déraisonnable dans ces conditions de penser que la diffusion de l'aluminium dans le spinelle ressemble à celle des autres cations et que son coefficient d'autodiffusion est relativement proche de celui du magnésium et donc très supérieur à celui de l'oxygène.

III.1.6. Cinétique de processus nécessitant de la diffusion.

- Frittage

Bratton a étudié les cinétiques de frittage, de $Mg Al_2 O_4$, des stades initial (59) et intermédiaire (60).

Dans les deux cas, le frittage est contrôlé par la diffusion en volume ; les coefficients de diffusion apparents calculés à partir des vitesses de densification sont égaux à :

$$D_{S1} = 1,86 \times 10 \text{ [exp (- 5,05 ev/kT)] cm}^2/\text{S}$$

pour le stade initial entre 1050°C et 1300°C, et :

$$D_{S2} = 1,57 \cdot 10^2 \text{ [exp (-5,1 ev/kT)] cm}^2/\text{S}$$

pour le stade intermédiaire entre 1300°C et 1600°C.

On a reporté sur la Figure 15 la valeur de D_{S2} et une extrapolation de D_{S1} aux températures où le coefficient d'autodiffusion de l'oxygène a été calculé. Ces deux coefficients D_{S1} et D_{S2} sont proches de celui de l'oxygène donné par Ando avec des énergies d'activation également proches.

Dans la mesure où le frittage impose à la fois la mobilité des anions et celle des cations, on peut penser que les coefficients effectifs de diffusion calculés dans ce cas sont caractéristiques de l'espèce la plus lente.

- Réaction de formation du spinelle

Navias (61) a fait réagir des monocristaux d'alumine et de la magnésie en phase vapeur dans le domaine de température 1500 - 1900°C ; il observe la formation de monocristaux de spinelle $Mg Al_2 O_4$ dont il détermine une énergie d'activation de formation de 4,35 ev.

Hlavac (62) au cours d'expériences similaires entre $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ et MgO en poudre trouve une énergie d'activation de 4,65 ev,

- Précipitation

Enfin nos propres expériences de précipitation sous charge de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dans $\text{MgO} \cdot 3,5 \text{Al}_2\text{O}_3$ (Cf. Annexe 1) nous donnent une énergie d'activation de déformation due à la précipitation de 3 à 3,5 ev dans un mécanisme ne nécessitant pas la diffusion de l'oxygène sur de longues distances.

Il semble donc à la vue de ces divers résultats que l'espèce ionique dont le coefficient d'autodiffusion est le plus lent soit l'oxygène.

III.2. Montée des dislocations dans le spinelle

III.2.1. *Position du problème*

Considérons le spinelle $\text{MgO} \cdot n \text{Al}_2\text{O}_3$. Cette formule peut être réécrite en tenant compte des lacunes de constitution introduites dès que $n \neq 1$: $\text{Mg Al}_{2n} \square \frac{n-1}{4} \text{O}_{3n+1}$ [1].

Pendant la montée des dislocations vont s'établir des flux de matière, pour chacune des quatre espèces transportées, qui doivent satisfaire deux conditions :

- neutralité électrique de la matière transportée
- maintien de la composition locale.

Or, les diffusivités des espèces étant différentes, cela impose l'existence de forces de couplage entre elles :

- Forces dues au champ électrique local (champ électrique de Nernst).
- Forces dues au gradient de composition.

Escaig (63) a traité ce problème dans le cas qui nous intéresse. Il a analysé de manière théorique les différents flux ioniques se produisant au cours de la montée des dislocations et calculé un coefficient de diffusion molaire. Nous en donnons ci-dessous les points essentiels.

Les conditions de couplage des flux énoncées ci-dessus s'écrivent :

$$\frac{J_{Al}}{2n} = J_{Mg} = \frac{4 J \square}{n - 1} = \frac{J_O}{3n + 1} = J_T \quad [2]$$

où les J_i sont les flux de chaque espèce et J_T le flux de molécules définies à l'équation [1].

Le flux J_i de l'espèce i est donné par :

$$J_i = n_i v_i = n_i B_i F_i$$

où $B_i = D_i/kT$ est la mobilité de l'espèce i et F_i la force sur la même espèce.

Cette force F_i peut être séparée en deux parties :

- une force qui va agir sur le défaut associé à l'espèce i pendant le processus de diffusion et qui va dépendre de la contrainte extérieure appliquée : $-\nabla\mu_i^*$ [3a].

- Les forces de couplage qui s'écrivent :

$$F'_i = + q_i E - kT \frac{\nabla n_i}{n_i} \quad [3b]$$

où q_i est la charge de l'espèce i , E le champ électrique de Nernst et n_i le nombre d'ions i par unité de volume.

On a donc :

$$J_i = n_i B_i (q_i E - kT \frac{\nabla n_i}{n_i} - \nabla\mu_i^*)$$

En exprimant les $\nabla n_i/n_i$ pour chaque espèce d'ions i , il obtient les quatre équations suivantes.

$$-\frac{J_T \Omega}{B_{Al}} = \nabla\mu_{Al}^* + kT \frac{\nabla n}{n (3n + 1)} - 3e E \quad [4a] ;$$

$$-\frac{J_T \Omega}{B_{Mg}} = \nabla \mu^* Mg - 3 kT \frac{\nabla n}{3n+1} - 2e E \quad [4b]$$

$$-\frac{J_T \Omega}{B_{\square}} = \nabla \mu^* \square + 4 kT \frac{\nabla n}{(n-1)(3n+1)} \quad [4c]$$

$$-\frac{J_T \Omega}{B_O} = \nabla \mu^* O + 2e E \quad [4d]$$

dont on déduit $-\frac{J_T \Omega}{B_{mol}} = \nabla \mu^* mol$ avec

$$\frac{1}{B_{mol}} = \frac{2n}{B_{Al}} + \frac{1}{B_{Mg}} + \frac{3n+1}{B_O} + \frac{n-1}{B_{\square}} = \frac{kT}{D_{mol}} \quad [5]$$

soit :

$$D_{mol} = \frac{D_{Al} D_{Mg} D_O D_{\square}}{2n D_{Mg} D_O D_{\square} + D_{Al} D_O D_{\square} + (3n+1) D_{Al} D_{Mg} D_{\square} + \frac{n-1}{4} D_{Al} D_{Mg} D_O}$$

et dans la mesure où D_{\square} , D_{Mg} et $D_{Al} \gg D_O$.

$$D_{mol} \sim \frac{D_O}{3n+1} \quad [6].$$

III.2.2. Vitesse de montée des dislocations coin

Nous partons de l'expression de la vitesse de montée d'une dislocation coin sous l'action d'une contrainte de montée σ_m :

$$v_m = \frac{D \sigma_m \Omega}{(\ell+x) kT} \quad (67) ; \quad [7]$$

où D est le coefficient d'autodiffusion, Ω le volume atomique, ℓ une longueur caractéristique du problème de diffusion, x la distance entre crans et T la température absolue.

Nous faisons les hypothèses suivantes :

- Les dislocations sont des sources et des puits de lacunes parfaits ; aussi $x \ll \ell$ (crans saturés en lacunes).

- Les dislocations qui montent sont les dislocations partielles de vecteur de Burgers $b' = \frac{1}{4} [110] = b/2$; nous supposerons de plus qu'elles montent comme des dislocations isolées ignorant la faute et l'autre partielle (l'observation de rubans de faute largement étendus dans le plan de montée de la dislocation coin rend plausible ce point de vue).

- Le problème de diffusion est à symétrie cylindrique autour de la ligne de dislocation ; dans ce cas :

$$\lambda = \frac{b'}{2\pi} \text{Ln} \frac{R}{b'}$$

où R est le rayon du cylindre, centré sur la dislocation, à la surface duquel les lacunes ont la concentration à l'équilibre thermique, typiquement de l'ordre de $0,5 \rho^{-1/2}$.

La vitesse de montée s'écrit maintenant :

$$v_m = \frac{2\pi \sigma_m}{b' \text{Ln} R/b'} \frac{D \Omega}{kT} \quad [8]$$

Nous prenons pour D le coefficient de diffusion molaire ; dans ce cas Ω représente le volume molaire ; dans la mesure où les ions oxygène de volume Ω' sont beaucoup plus volumineux que les ions métalliques et forment un réseau compact dont ceux-ci n'occupent que les interstices sans trop les dilater on a :

$$\Omega \approx (3n + 1) \Omega'$$

selon l'équation [1] du paragraphe III.2.1. et l'on en déduit pour l'expression de la vitesse de montée la valeur :

$$v_m = \frac{2\pi \sigma_m}{b' \text{Ln} R/b'} \frac{D_{\text{mol}} (3n+1) \Omega'}{kT} = \frac{4\pi \sigma_m}{b \text{Ln} b/\rho} \frac{D_O \Omega'}{kT} \quad [9]$$

avec $\Omega' \sim 2.10^{-29} \text{ m}^3$ et $b = 5,8 \cdot 10^{-10} \text{ m}$.

Nous utiliserons les coefficients de diffusion de l'oxygène donnés par Ando (50).

CHAPITRE IV. - ETUDE DE LA DEFORMATION PLASTIQUE A HAUTE

TEMPERATURE DE MgO.1,8 Al₂O₃

Pour les raisons décrites au paragraphe II.3.1.c, l'étude de la plasticité de MgO.1,8 Al₂O₃ par fluage, n'a été faite que pour l'orientation [001] de l'axe de compression. Pour les deux autres orientations de l'axe de compression, [110] et [111], seuls deux ou trois essais ont été effectués qui n'ont pu donner lieu à l'établissement d'une loi de fluage.

Pour l'orientation [001], la comparaison des résultats obtenus en fluage ou à vitesse imposée montre que ceux-ci sont assez semblables (il y a validité d'une loi de comportement $\dot{\epsilon}(\sigma, T)$ aux températures étudiées) et l'on peut raisonnablement supposer qu'il en est de même pour les deux autres orientations.

On présente d'abord les résultats obtenus par fluage puis ceux à vitesse imposée. Pour celle-ci, l'influence de l'orientation de la contrainte étant très marquée, chaque orientation est étudiée assez indépendamment des deux autres.

IV.1. Déformation par fluage

Nos échantillons d'orientation [001] ont été déformés par fluage entre 1300 et 1600°C sous des contraintes variant de 40 à 100 M Pa.

IV.1.1. *Courbes de fluage*

Les courbes de fluage $\epsilon = f(t)$ ont été obtenues à contrainte constante.

La déformation vraie de l'éprouvette, ϵ , est calculée à partir des courbes de fluage donnant l'allongement négatif $d\ell$ de l'éprouvette en fonction du temps par la relation :

$$\epsilon = \int_{\ell_0}^{\ell} d\ell/\ell = \text{Ln } \ell/\ell_0 = \text{Ln } (1 - \epsilon_0) \quad \text{où } \epsilon_0 = \frac{d\ell}{\ell_0}$$

La Figure 16 présente quelques courbes typiques

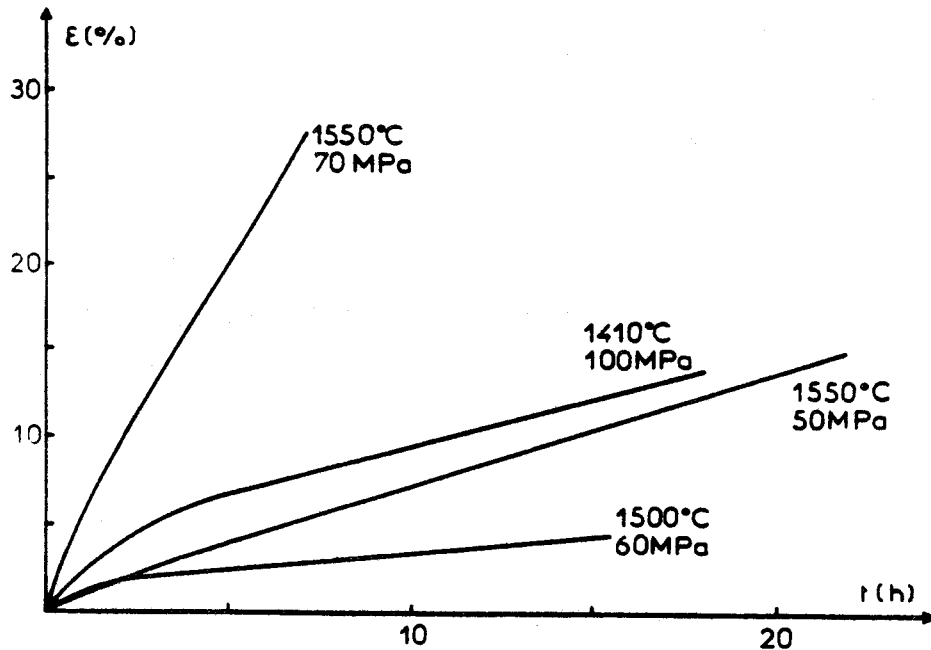


Figure 16 : Courbes de fluage.

dont l'aspect général est semblable à celui obtenu sur bon nombre de matériaux métalliques ou non : après un fluage transitoire s'étendant sur quelques heures, la vitesse devient pratiquement constante ; l'on admet alors qu'un régime quasi-stationnaire est atteint.

Ce sont les variations de la vitesse de fluage durant cette période, en fonction de la température d'une part, de la contrainte d'autre part, qui vont être présentement étudiées.

IV.1.2. Effet de la température sur la vitesse de fluage à l'état stationnaire ; énergie d'activation.

A haute température la déformation plastique est thermiquement activée et la vitesse de déformation suit une loi d'Arrhénius :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp - \frac{Q}{kT}$$

où Q est appelée l'énergie d'activation.

Il existe plusieurs méthodes pour déterminer l'énergie d'activation (65).

La première consiste à mesurer pour une même contrainte et à différentes températures la vitesse de fluage du régime stationnaire $\dot{\epsilon}_s$ et à porter $\log \dot{\epsilon}_s$ en fonction de $1/T$. La pente de la droite qui s'ajuste le mieux sur les points expérimentaux est proportionnelle à Q, l'énergie d'activation.

La figure 17 montre les droites obtenues dans

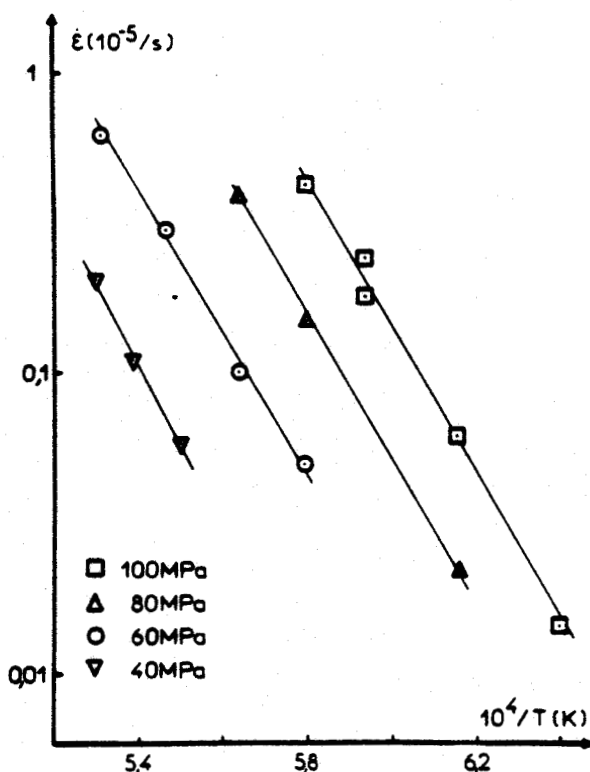


Figure 17 : Influence de la température sur la vitesse de déformation en régime stationnaire.

notre cas, pour quatre valeurs de la contrainte, entre 1300 et 1600°C. Les pentes des droites diffèrent peu l'une de l'autre et l'on trouve ;

$$Q = 5,3 \pm 0,6 \text{ ev}$$

indépendamment de la contrainte.

L'autre méthode consiste à effectuer des sauts de température, d'une vingtaine de degrés en général, au cours du fluage quasi stationnaire et à mesurer les vitesses de fluage correspondant à chaque température. L'énergie d'activation est égale à :

$$Q = k \frac{\Delta \text{Ln } \dot{\epsilon}_s}{\Delta 1/T}$$

Les résultats que nous obtenons sont assez dispersés, ce qui est généralement le cas avec cette méthode.

Nous trouvons des valeurs de l'énergie variant respectivement entre 4,5 et 6 ev pour $1200^\circ\text{C} < T < 1450^\circ\text{C}$ et entre 5 et 6,5 ev pour $T > 1500^\circ\text{C}$.

Si nous précisons ici deux domaines de température que nous appellerons dans toute la suite de ce chapitre domaine basse température et domaine haute température, c'est que la sous structure de dislocations induite par la déformation change clairement suivant que l'on se trouve au dessus ou en dessous d'une température de l'ordre de 1500°C ainsi que nous allons le voir bientôt.

Cette remarque faite, il faut noter que les deux valeurs des énergies d'activation se recoupent sur un assez large domaine et sont compatibles avec la valeur obtenue par la première méthode que nous adopterons comme énergie d'activation.

Il n'a pas été possible dans notre cas de tenir compte d'une possible variation du module de cisaillement

avec la température, celui-ci n'ayant été mesuré qu'à température ambiante (66, 67).

IV.1.3, Effet de la contrainte

La sensibilité de la vitesse de déformation en régime stationnaire, $\dot{\epsilon}_s$, à la contrainte, a été analysée en termes de loi puissance ; $\dot{\epsilon}_s$ est reliée à la contrainte appliquée σ par la relation :

$$\dot{\epsilon}_s = K \sigma^m$$

dans la mesure où l'énergie d'activation Q semble indépendante de la contrainte, ce qui est en général vérifié sur bon nombre de matériaux.

L'exposant m a été ainsi mesuré, soit par sauts de contrainte, soit en portant pour une température donnée $\text{Log } \dot{\epsilon}_s$ en fonction de $\text{Log } \sigma$ (figure 18). Ces deux méthodes

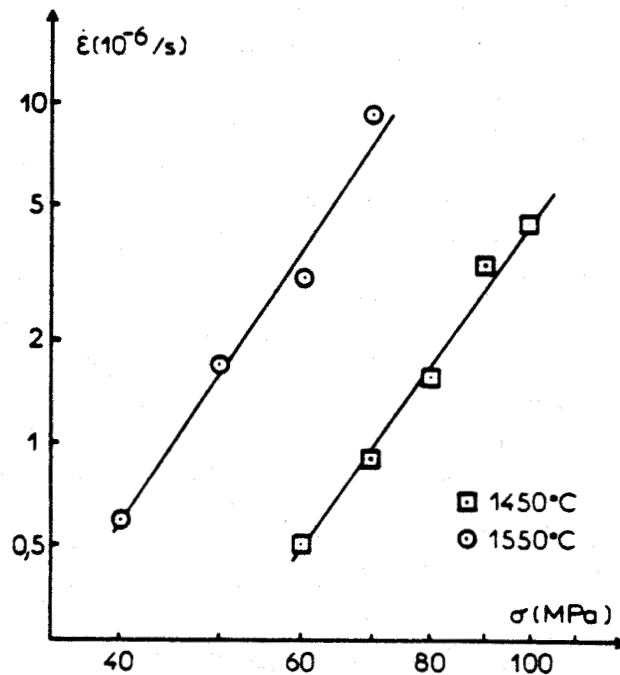


Figure 18 : Influence de la contrainte sur la vitesse de déformation en régime stationnaire.

ont donné des valeurs de l'exposant m assez proches l'une de l'autre et variant entre 3,5 et 4,5 ; nous adoptons pour m la valeur moyenne :

$$m = 4 \pm 0,5.$$

A ce stade de l'analyse, on peut écrire l'équation de fluage dans les domaines de températures (1300 - 1600°C) et de contraintes (40 - 100 M Pa) étudiés :

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^4 \exp \frac{-5,3 \text{ ev}}{k T} \quad \text{avec} \quad \dot{\epsilon}_0 \sim 8. 10^{21} \text{ s}^{-1}$$

La quantité $\frac{\sigma}{\mu}$ a été employée ici par raison de commodité (μ est le module de cisaillement).

Dans cette analyse nous avons supposé que la valeur du terme préexponentiel $\dot{\epsilon}_0$, pouvant dépendre de T , σ mais également de la sous structure, est constant. Nous verrons quand nous étudierons les résultats obtenus à vitesse imposée que la sous structure est un paramètre important dont on doit tenir compte.

IV.1.4. Etude de la sous structure de dislocations

Pour les motifs indiqués au paragraphe IV.1.2. l'étude de la sous structure doit être divisée en deux parties, selon la température :

- la première correspond aux températures inférieures à $T \sim 1500^\circ\text{C}$
- la seconde aux températures supérieures à $T \sim 1500^\circ\text{C}$.

La température de 1500°C correspond essentiellement au seuil inférieur de stabilité de la solution solide pour la composition $n = 1,8$ considérée.

α -sous structure de basse température (68, 69).

i) mode de déformation.

Les échantillons sont recouverts après déformation d'une fine couche polycristalline d'alumine ne permettant pas de mettre en évidence d'éventuelles lignes de glissement. Les plans de glissement ont été identifiés par biréfringence (figure 19) et par topographie de rayons X (figure 21).

On trouve que les dislocations glissent dans les plans $\{110\}$ en accord avec les autres auteurs (6, 7). L'axe $[001]$ étant un axe de symétrie d'ordre 4, le glissement, en tout début de déformation, est effectif dans les quatre familles de plans $\{110\}$ à 45° de l'axe de compression. Mais très vite deux systèmes de glissement $\{110\} < 110 >$ orthogonaux prennent le pas sur les deux autres et l'on obtient en fin d'expérience un échantillon présentant une forme de barillet dans une direction $< 100 >$ les deux autres faces restant planes (figure 20).

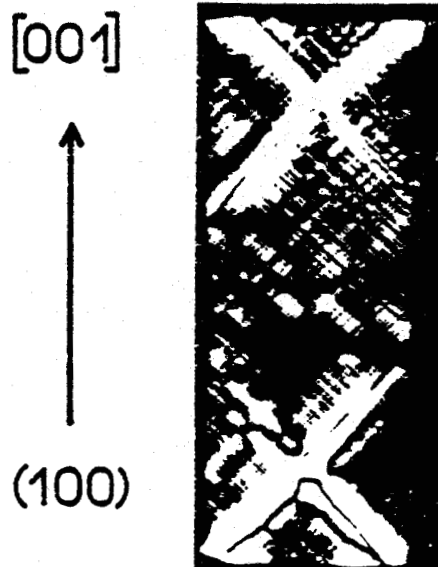


Figure 19 : Observation de la biréfringence sur un échantillon déformé de 1 %.

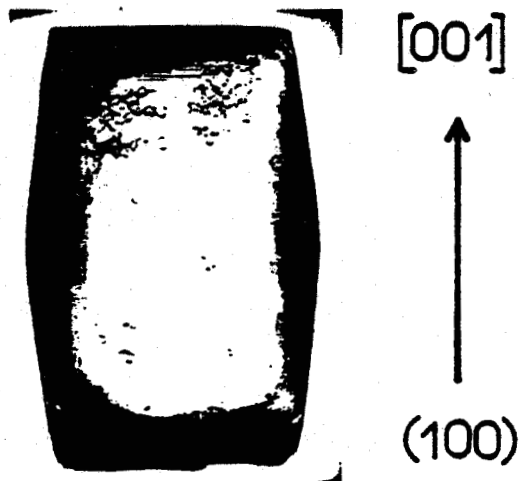


Figure 20 : Profil d'un échantillon déformé de 12 %.

Cette forme en barillet est également observée sur d'autres cristaux ioniques à plans de glissement $\{110\}$ et déformés selon une direction $< 100 >$ tel Na Cl (70), Ag Cl (71), Cu_2O (72) ...

ii) évolution de la sous structure.



Figure 21

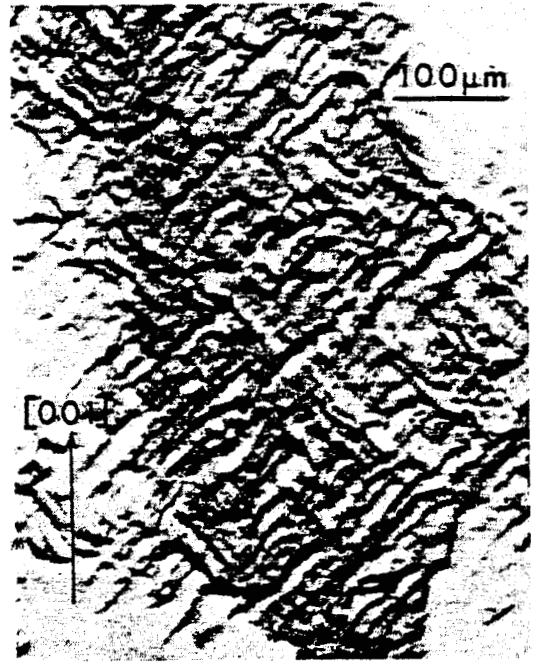


Figure 22



Figure 23

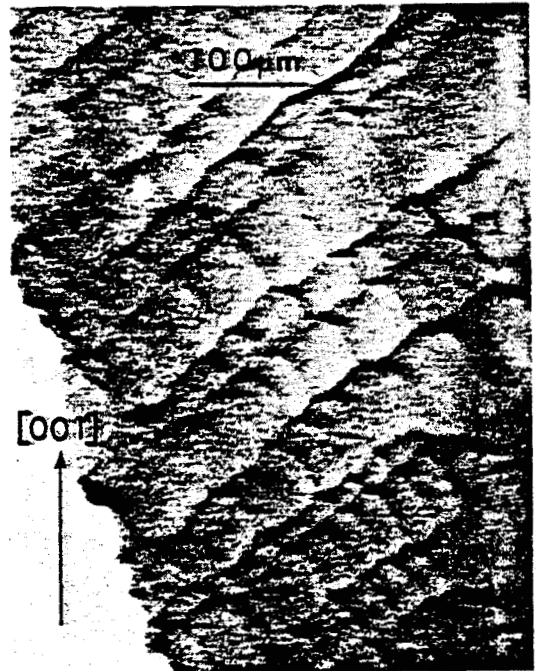


Figure 24



Evolution de la sous structure de dislocation avec le taux de déformation ; face (100) ; $\vec{g} = [4\bar{4}0]$.

La figure 21 présente un échantillon déformé de quelques pour mille. On remarque les traces des plans de glissement $\{110\}$. A ce stade de la déformation, celle-ci est loin d'être homogène et commence en général près des têtes de l'échantillon.

Après un pourcent de déformation, les dislocations sont concentrées en bandes de glissement grossièrement parallèles aux directions $\langle 110 \rangle$; les bandes marquent de grandes difficultés à se traverser (figure 22).

Au fur et à mesure que la déformation augmente, apparaît une structure cellulaire de plans en plus nette ; à 7 % elle n'est pas encore homogène dans tout l'échantillon (figure 23). Il faut attendre une dizaine de pourcent pour que cette structure soit homogène et ne semble plus devoir évoluer beaucoup par la suite (figure 24).

La nature des parois de cellules a été analysée par étude des contrastes des topographies de Berg Barrett obtenues pour différentes valeurs du vecteur de diffraction. Nous avons montré (68) que ces parois peuvent être comparées à des sous joints de flexion constitués d'une seule famille de dislocations coin. Le fait, que les lignes de contraste qui imagent ces parois, marquent des points de rebroussement à leur point de croisement, signifie que de nombreuses dislocations de vecteurs de Burgers de signes opposés viennent s'accumuler de part et d'autre des parois (cf. annexe 2). L'allure générale d'une cellule est représentée sur la figure 25.

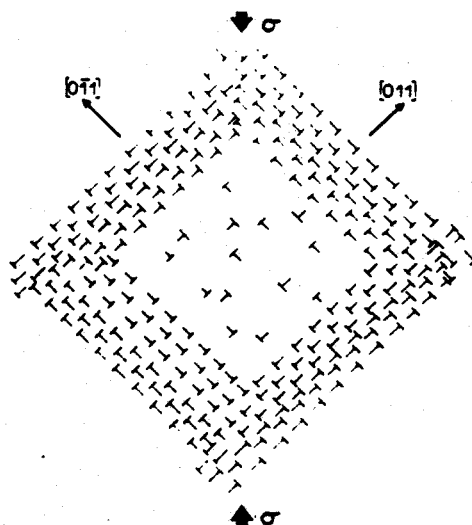


Figure 25

β) sous structure de haute température (73).

Quand les essais sont effectués au dessus de

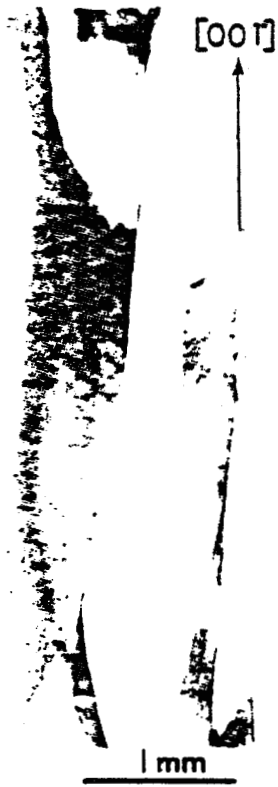


Figure 26 : 2 %
face (001) ; $\vec{g} = [4\bar{4}0]$

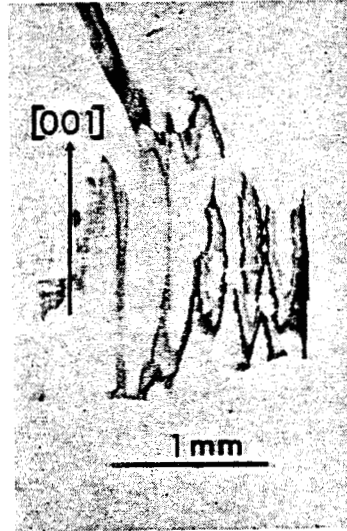


Figure 28 : face (001) ;
 $\vec{g} = [4\bar{4}0]$; $\epsilon = 0,16$

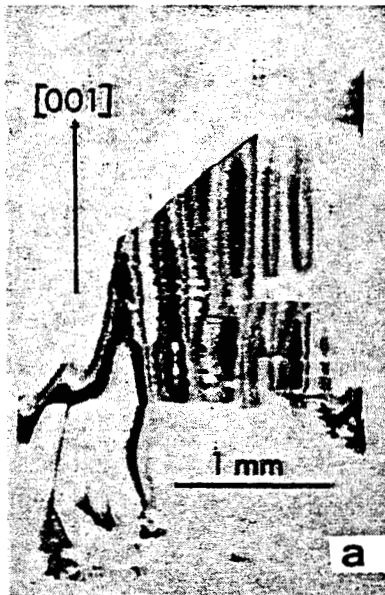


Figure 27 : a : face (010) ; $\vec{g} = [4\bar{4}0]$; $\epsilon = 0,23$; $\sigma = 40$ M Pa
b : face (001) ; $\vec{g} = [404]$; $\epsilon = 0,3$; $\sigma = 70$ M Pa



Evolution de la sous structure avec la déformation à $T = 1550^{\circ}\text{C}$.

1500°C aucune couche-polycristalline ne recouvre les échantillons après déformation. Malheureusement aucune trace de glissement n'apparaît sur les surfaces et la biréfringence ne révèle aucun plan particulièrement chargé en dislocations ; le plan de glissement, si glissement il y a, n'a pu être déterminé.

Aux faibles déformations, les rayons X mettent en évidence une sous structure très homogène (figure 26). Par contre quand la déformation atteint ou dépasse 10 % environ, apparaissent des feuillets dans les plans {110} en zone avec l'axe de compression (figures 27a et b).

Plusieurs remarques peuvent être faites concernant ces feuillets de haute température.

i) la désorientation de ces feuillets est progressive ainsi que le montre la figure 28, où l'on observe la séquence de lignes de contraste verticales suivantes : noir/hors contraste/gris/h.c/gris/h.c/noir ect.

Cette séquence a plusieurs causes : tout d'abord la faible divergence du faisceau de rayons X incident (4'), ensuite la différence d'angle de Bragg (8') pour le vecteur de diffraction utilisé {440} entre les deux radiations $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du chrome, ce qui permet de séparer les images dues à ces deux radiations, enfin la courbure continue de la famille de plans réflecteurs utilisée ici. En effet, il n'y a aucune raison à priori, si ce n'est la courbure continue des plans réflecteurs, pour que deux radiations puissent être réfléchies en même temps, et ce pour des angles de Bragg différents.

ii) la microscopie électronique (17) révèle de nombreuses jonctions attractives, une densité homogène de dislocations, mais aucun sous joint clairement reconnaissable capable de représenter les feuillets que nous observons. Les désorientations proviennent simplement d'une répartition différente des dislocations suivant le signe de leur vecteur de Burgers. Une schématisation plane est représentée sur la

figure 29.

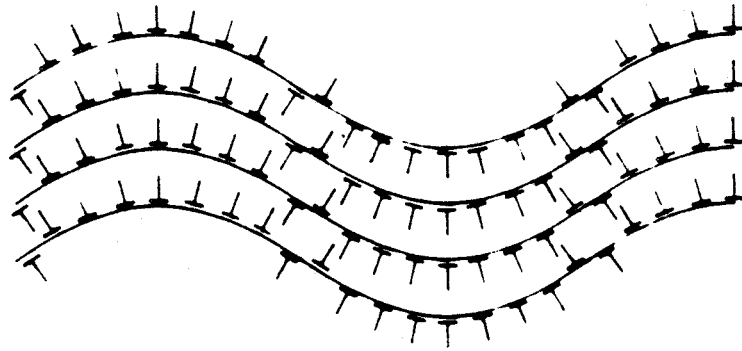


Figure 29 : Courbure continue des plans cristallographiques par arrangement des dislocations suivant leur signe.

iii) l'axe de rotation de la désorientation induite par ces feuillets n'a pu être déterminé de manière précise par analyse des différents contrastes de Berg Barrett. Il n'a pu qu'être localisé de manière grossière par analyse du centre de rotation de l'astérisme sur un diagramme de Laüe. La figure 30 en montre la direction approximative.

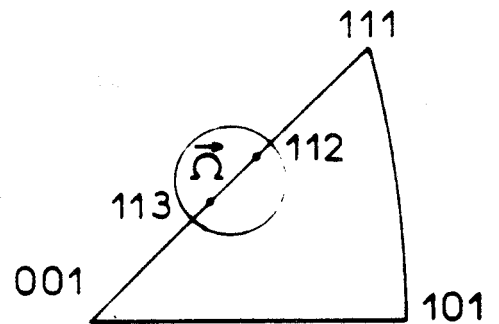


Figure 30 : Localisation de l'axe de rotation des feuillets.

iiii) l'espacement d entre les feuillets décroît avec la contrainte et suit une loi approximative :

$$d \sim 20 \frac{\mu b}{\sigma}$$

IV.1.5. Discussion.

A ce stade de l'étude, plutôt que de vouloir déterminer le modèle microscopique qui décrit le mieux nos résultats expérimentaux, nous nous contentons de formuler les

quelques questions qui sont suggérées par nos observations notamment quant au changement de sous structure vers 1500°C.

Cette température est très proche de la limite de stabilité entre la solution solide et le domaine biphasé, et l'on peut se demander si la sous structure cellulaire de basse température n'est pas stabilisée par une micro-exsolution d'alumine non visible par microscopie électronique.

On peut également envisager la possibilité d'un changement de plan de glissement ou même d'une inhibition complète de celui-ci donnant lieu à un mode de montée, par suite d'une dissociation sessile, par exemple, au-dessus de 1500°C environ.

Il faut cependant noter que ce changement n'est pas ressenti au niveau de l'équation de fluage et qu'un même mécanisme semble gouverner la déformation quelque soit le domaine de température.

Les questions concernant l'activité du glissement au-dessus de 1500°C et la possibilité de plans de glissement autres que les plans {110} font partie des raisons pour lesquelles nous avons entrepris une étude de la déformation de nos échantillons à vitesse imposée.

Outre, une détermination plus aisée des systèmes de glissement, ce type d'essais peut nous apporter des informations complémentaires à celles obtenues en fluage, en particulier en ce qui concerne les paramètres de l'activation thermique (volume d'activation).

IV.2. Déformation à vitesse imposée

Les vitesses de déformation utilisées dans ce type d'essais sont assez faibles, de l'ordre de 10^{-5} s^{-1} , c'est à dire des vitesses comparables à celles obtenues en fluage ; une autre raison du choix de ces vitesses réside dans la fragilité des échantillons dès que la température est inférieure à 1450°C environ.

Sur les courbes que nous présentons, σ représente la contrainte appliquée, c'est à dire le rapport entre la force appliquée sur l'éprouvette et sa section droite (corrigée néanmoins des variations de section induites par la déformation) et $\epsilon = \int_{\ell_0}^{\ell} d\ell/\ell$ comme en fluage.

Il nous a semblé préférable, dans la mesure où la montée des dislocations peut jouer un grand rôle, de ne pas introduire d'hypothèses sur la nature des déformations, ni à priori de termes de cisaillement. Quand nous emploierons ces termes, les grandeurs seront indicées "cis".

Au cours des essais de déformation, nous avons effectué des sauts de vitesse et des essais de relaxation de contrainte, en vue de la détermination des volumes d'activation. Les méthodes d'analyse de ces essais sont discutées ci-après avec la présentation de leurs résultats.

IV.2.1. Axé de compression [001]

IV.2.1.1. Courbes de déformation

Quelques courbes de déformation obtenues pour une vitesse de déformation de $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ sont présentées figure 31.

Toutes les courbes présentent un crochet plus ou moins prononcé à la limite élastique. La figure 32 représente la variation de celle-ci, prise au pied du crochet, en fonction de la température.

Après la limite élastique, les courbes présentent un stade parabolique à durcissement décroissant, suivi au-dessus de 1500°C d'un stade à taux de consolidation nul et en-dessous d'un stade de consolidation faible, augmentant au fur et à mesure que la température diminue. On observe également sur toutes les courbes de légères ondulations dans la phase plastique. Ce phénomène a également été remarqué par Veyssière (39) sur des ferrites de nickel.

IV.2.1.2. Paramètres d'activation thermique

En général l'analyse des paramètres d'activation thermique est basée sur la loi de déformation :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp - \frac{\Delta G_a}{kT} (\sigma, T) \quad [1]$$

où ΔG_a représente la contribution des fluctuations thermiques au franchissement des barrières d'énergie qui s'opposent à la déformation plastique. On définit un volume d'activation :

$$V_a = - \left(\frac{\partial \Delta G_a}{\partial \sigma} \right)_T \quad [2]$$

ce qui revient à écrire en développant l'énergie au premier ordre en contrainte :

$$\Delta G_a = \Delta G_a(o) - \sigma V_a$$

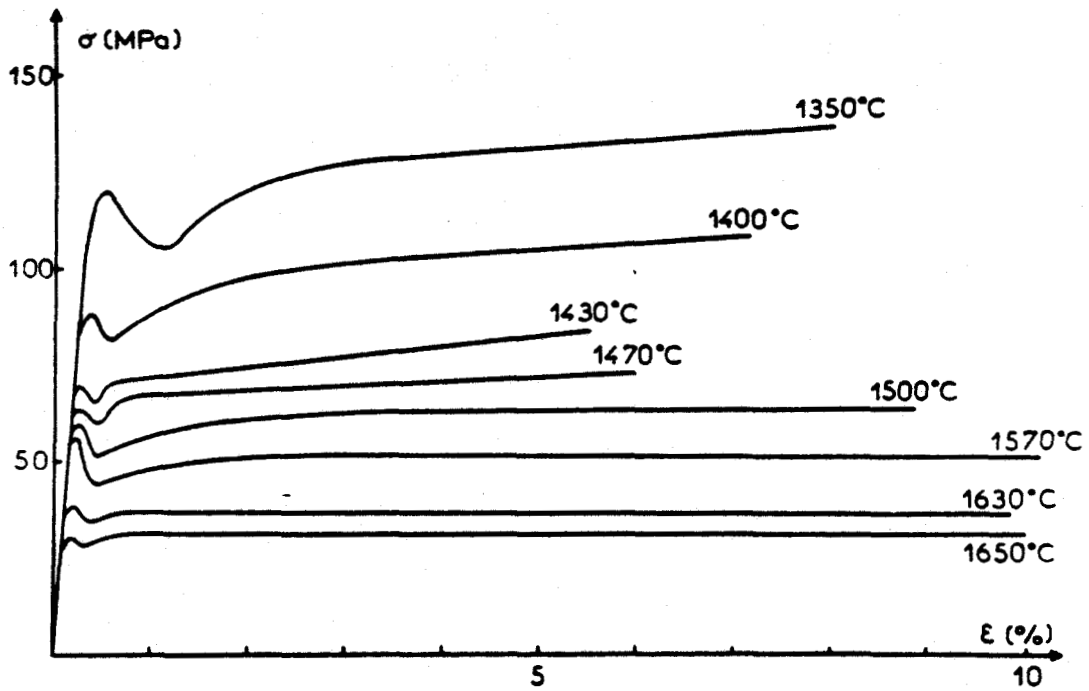


Figure 31 : Courbes contrainte - déformation pour l'orientation [001] $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-5}$ /s.

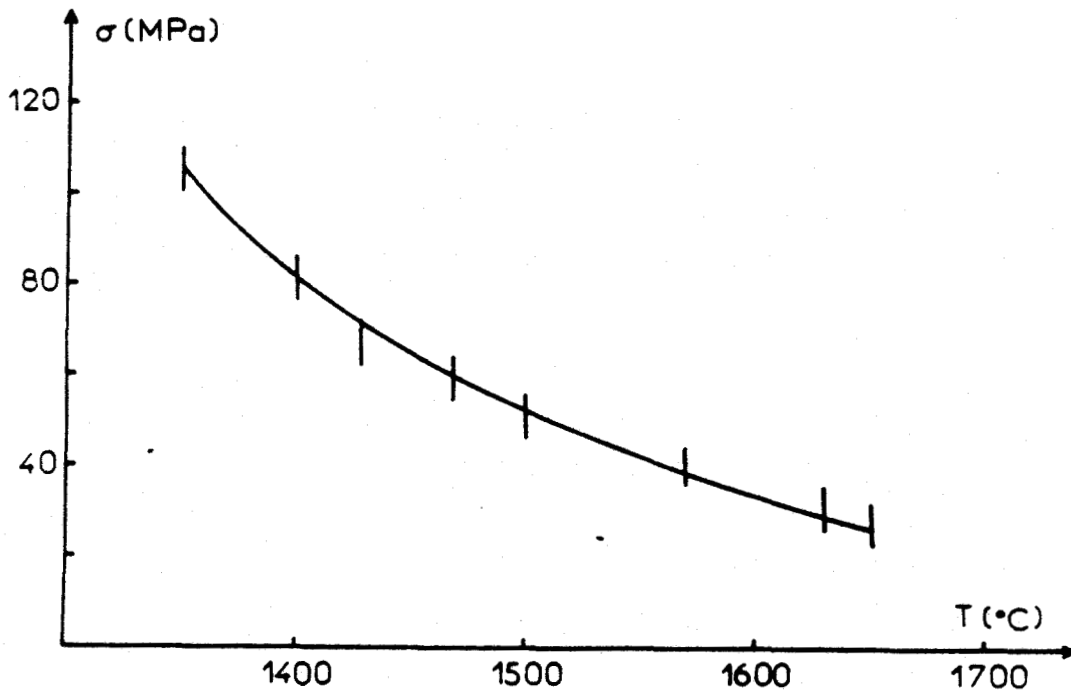


Figure 32 : Variation de la contrainte à la limite élastique en fonction de la température pour les courbes ci-dessus.



Dans un domaine restreint de contraintes, on peut souvent représenter $\dot{\epsilon}_0$ par :

$$\dot{\epsilon}_0 = K \sigma^m \quad [3] \quad (74)$$

En reportant [3] dans [1] la loi de déformation s'écrit :

$$\dot{\epsilon} = K \sigma^m - \frac{\Delta G_a}{kT} \quad [4]$$

D'après les équations [1] et [2] le volume d'activation V_a vaut :

$$V_a = kT \left(\frac{\partial \text{Ln } \dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0}{\partial \sigma} \right)_T$$

Or les grandeurs expérimentales directement accessibles, la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et la contrainte σ ne vont permettre que la mesure d'un volume expérimental :

$$V_{\text{exp}} = kT \left(\frac{\partial \text{Ln } \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \right)_T = \frac{m kT}{\sigma} + V_a \quad \text{d'après [4]}$$

Il y a alors plusieurs possibilités :

- ou bien la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte a lieu essentiellement par l'intermédiaire du terme exponentiel ; alors le terme $\frac{m kT}{\sigma}$ est négligeable et le volume expérimental représente bien le volume d'activation.

- ou bien ΔG_a ne dépend pas de la contrainte ou tout au moins beaucoup plus lentement que le terme $\dot{\epsilon}_0$; la valeur du volume d'activation V_a est alors complètement écranté par $\frac{m kT}{\sigma}$; en particulier on voit que dans ce cas le volume expérimental varie avec σ comme σ^{-1} .

- ou bien on a un mélange des deux et la situation est encore plus complexe.

Dans le cas de la déformation à haute température, la plupart des essais réalisés ont permis d'établir des lois de vitesse de déformation de la forme :

$$\dot{\epsilon} = \epsilon'_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^m \exp - \frac{Q}{kT}$$

où Q est en général proche d'une énergie d'autodiffusion. Une possible variation de Q avec la contrainte pourrait venir d'un terme $\sigma\Omega$ (75) où Ω représenterait le volume d'activation de la diffusion, c'est à dire un volume de l'ordre de b^3 .

Si nous considérons maintenant les valeurs des volumes expérimentaux que nous avons obtenues au cours de nos essais, nous les trouvons comprises entre 7 et 15 b^3 ; il est probable que dans ce cas, le volume expérimental reflète sans doute plus l'existence d'une loi puissance entre la vitesse de déformation et la contrainte que le véritable volume d'activation ; il y a donc lieu d'être très prudent dans l'interprétation de ce type de mesure, où les volumes expérimentaux que l'on observe sont faibles.

a) Mesure des volumes expérimentaux

Les volumes expérimentaux ont été mesurés après la limite élastique, soit par sauts de vitesse, soit par essais de relaxation de contrainte (cf. annexe 3). Nous allons dans un premier temps nous intéresser aux courbes obtenues à une température supérieure ou égale à 1500°C et pour lesquelles il existe un "plateau" à contrainte constante assimilable à des conditions de fluage et où surtout on peut relier la vitesse de déformation à la contrainte de manière unique pour une température donnée.

Si au cours du plateau, on effectue un essai de relaxation de contrainte et qu'on l'analyse suivant la méthode usuelle développée par Guin et Pratt (76), c'est à dire en portant la décroissance en contrainte en fonction de $\log t$, où t est le temps écoulé depuis le début de l'essai de relaxation, puis en linéarisant la courbe obtenue, il est très difficile pour un temps de relaxation d'une minute d'obtenir une droite ; on s'aperçoit en fait que le

volume expérimental varie suivant que l'on considère les premiers ou les derniers points de l'essai de relaxation, le volume augmentant en fin d'essai, c'est à dire pour les contraintes les plus basses. Il semble donc que le volume expérimental varie qualitativement en cours de relaxation comme une fonction inverse de la contrainte. Dans ce cas la méthode de Guiu et Pratt n'est pas adaptée puisque son principe suppose que le volume reste constant durant l'essai de relaxation.

Les essais de relaxation ont alors été interprétés en admettant que la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte provient uniquement du terme préexponentiel c'est à dire que :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^m \exp - \frac{Q}{kT} \quad \text{avec } Q \text{ constant.}$$

Nous avons ensuite porté sur un diagramme (figure 33) $\text{Log } \dot{\epsilon} - \text{Log } \sigma$ pour plusieurs températures, d'une

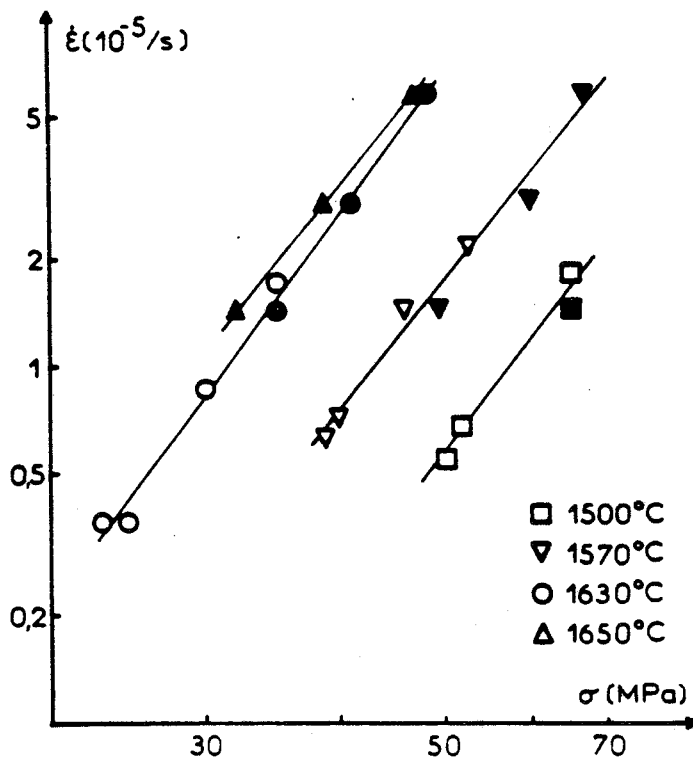


Figure 33 : Relation contrainte - vitesse de déformation, ○ : essais de relaxation, ● courbes $\sigma - \epsilon$.

part les couples de points $(\dot{\epsilon}, \sigma)$ des plateaux pour différentes vitesses de déformation et d'autre part divers couples $(\dot{\epsilon}, \sigma)$ obtenus à partir des essais de relaxation, où la vitesse $\dot{\epsilon}$ correspondante a été déterminée à partir de la courbe de relaxation elle-même, selon la méthode décrite annexe 3.

Pour une température donnée les différents points s'alignent assez bien sur une même droite montrant ainsi que l'hypothèse de départ $(\dot{\epsilon} \propto \sigma^m)$ est raisonnable et que plateaux de déformation à vitesse constante et essais de relaxation de contrainte suivent la même loi de déformation.

Pour les quatre températures auxquelles nous avons réalisé nos essais, nous trouvons une valeur moyenne de l'exposant de contrainte $m = 3,8$. Cette valeur est proche de celle obtenue par essais de fluage (§ IV.1.3.).

La valeur de l'exposant m correspond à des volumes d'activation équivalents à une valeur $V = m kT/\sigma$ entre 10 et 15 b^3 .

La valeur de l'exposant m obtenue par sauts de vitesse est identique à celle trouvée par la méthode précédente.

Pour les essais de déformation effectués au dessous de 1500°C il est difficile de relier la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ à la contrainte σ dans la mesure où la partie plastique des courbes contrainte - déformation présente un taux de consolidation non nul. La méthode exposée précédemment n'est alors applicable qu'à un seul essai de relaxation à la fois, ce qui nuit à la précision sur la valeur de m . Elle a toutefois été appliquée et l'on trouve des valeurs de l'exposant de contrainte, en supposant que là encore pendant une relaxation la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ puisse être reliée à la contrainte σ par $\dot{\epsilon} = K \sigma^m$, comprise entre 6 et 9.

Une seconde méthode a consisté à dépouiller ces mêmes essais de relaxation de contrainte suivant la manière classique (75) mais en ne considérant que les tous premiers points des essais puisque là aussi le volume expérimental varie durant un essai de relaxation. On trouve des valeurs expérimentales du volume de l'ordre de 7 à 12 b^3 qui correspondent aux valeurs élevées de l'exposant de contrainte trouvés par l'autre méthode si on admet la relation :

$$v = \frac{m kT}{\sigma}$$

dans le cas présent.

Ces valeurs de m sont pour l'instant difficilement explicables.

3) Mesure de l'énergie d'activation

L'énergie d'activation de la vitesse de déformation n'a pu être mesurée présentement par la technique des sauts de température à cause de la trop grande inertie thermique du montage.

Pour les courbes contrainte - déformation obtenues au dessus de 1500°C elle a été calculée en portant $\ln \dot{\epsilon} / \sigma^{3,8}$ en fonction de $\frac{1}{T}$, où σ est la contrainte du plateau correspondant à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et à la température absolue T. (figure 34). Ce mode de calcul

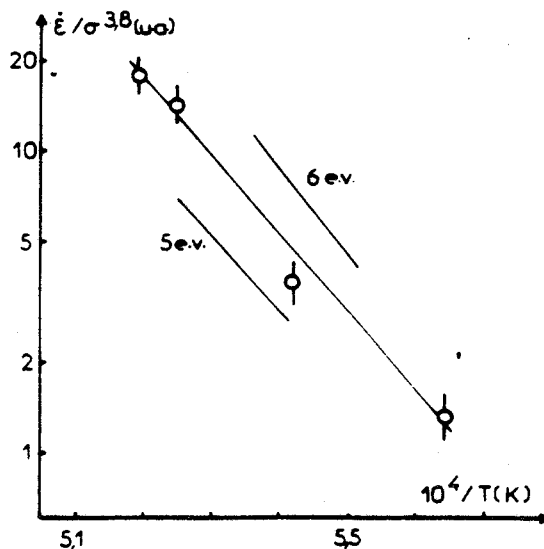


Figure 34 : Détermination de l'énergie d'activation.

est justifié par le fait que dans ce domaine de température la loi de déformation durant les plateaux peut être écrite :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^{3,8} \exp - \frac{Q}{kT}$$

On peut faire passer une droite par les différents points, dont la pente nous permet de calculer une énergie d'activation $Q = 5,5 \pm 0,6$ ev.

en bon accord avec les mesures correspondantes en fluage.

Dans le cas des essais effectués en dessous de 1500°C on a tenté de calculer une énergie d'activation d'après la relation :

$$Q = - T V \exp \left(\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right) \dot{\epsilon}, \text{ struc.}$$

classique en activation thermique; appliquée aux températures supérieures à 1500°C cette relation donnerait des valeurs de l'énergie d'activation similaires à celles que nous avons trouvées précédemment.

C'est dans le cas présent la seule méthode utilisable puisqu'il n'a pas été possible d'établir une loi de déformation dans ce domaine de température.

Nous avons estimé Q pour un essai réalisé à 1350°C où le volume expérimental à 7 % est égal à :

$$V_{\text{exp}} = 1,4 \cdot 10^{-27} \text{ m}^3 ; \quad \frac{\partial \sigma}{\partial T}$$

est égalé à $\frac{\Delta \sigma}{\Delta T}$ en comparant les essais effectués à 1350°C et 1400°C pour un même taux de déformation de 7 % et une même vitesse de déformation ; on ne peut cependant être sûr que les sous structures de déformation que nous comparons ici sont les mêmes. On trouve pour Q la valeur $Q \sim 7,6$ ev très supérieure à celle obtenue en fluage ; elle est d'interprétation difficile et est sans doute surestimée.

IV.2.1.3. Systèmes de glissement

Dans le cas présent quelque soit la température de l'essai, aucune couche polycristalline ne recouvre l'échantillon après déformation. Les traces de glissement sont alors bien visibles, même à basse température. Elles confirment le glissement des dislocations dans les plans $\{110\}$ (figure 35).

Si à basse température les lignes de glissement traversent tout l'échantillon, elles deviennent de plus en plus courtes au fur et à mesure que la température augmente.

Jusque 1500°C la déformation se produit principalement sur deux systèmes $\{110\} < 110 >$ orthogonaux. On obtient alors un échantillon déformé en barillet tout comme en fluage. A 1570°C si le barillet est encore visible on note cependant une légère variation de largeur de l'échantillon dans la direction perpendiculaire.

Toutefois si, comme le montre la figure 36a, les formes de deux échantillons déformés à 1420°C et 1570°C sont semblables, il n'en est pas de même quant à la répartition des dislocations ainsi que l'indique la figure 36b, où les deux mêmes échantillons ont été photographiés en lumière polarisée entre polariseur et analyseur croisés. A 1420°C les dislocations sont concentrées dans deux plans $\{110\}$ orthogonaux, à 45° de l'axe de compression, alors qu'à 1570°C l'échantillon apparaît libre de contraintes, tout comme un échantillon non déformé, indiquant ainsi une répartition à peu près homogène et sans accumulation locale de dislocations de même caractère (même vecteur de Burgers, même signe).

A 1630 et 1650°C enfin, les dimensions des échantillons augmentent de manière à peu près égale dans les deux directions $< 100 >$ perpendiculaires à l'axe de compression indiquant que les quatre systèmes $\{110\} < 110 >$ sollicités par la contrainte ont fonctionné.



(100)

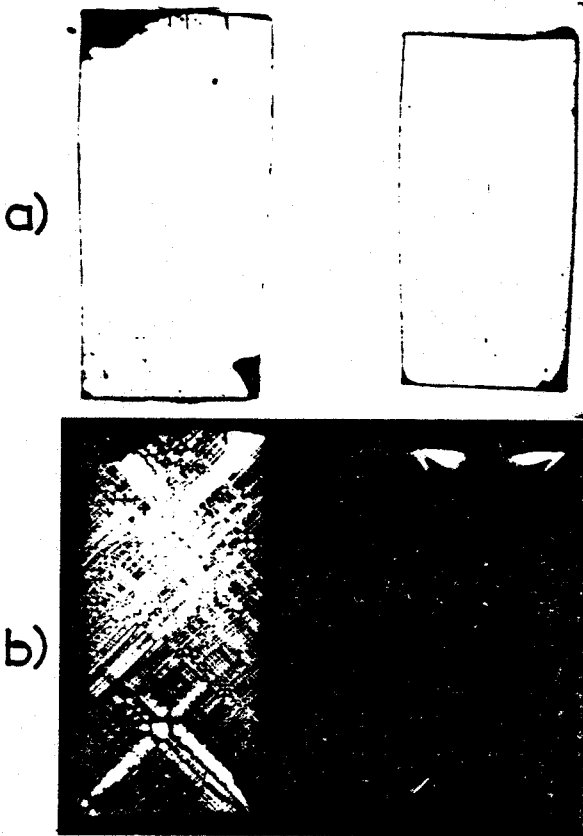
(010)

[001]



Figure 35 : Aspect des lignes de glissement sur un échantillon déformé de 7 % à 1350°C.

T=1420°C; T=1570°C



a)

b)

[001]

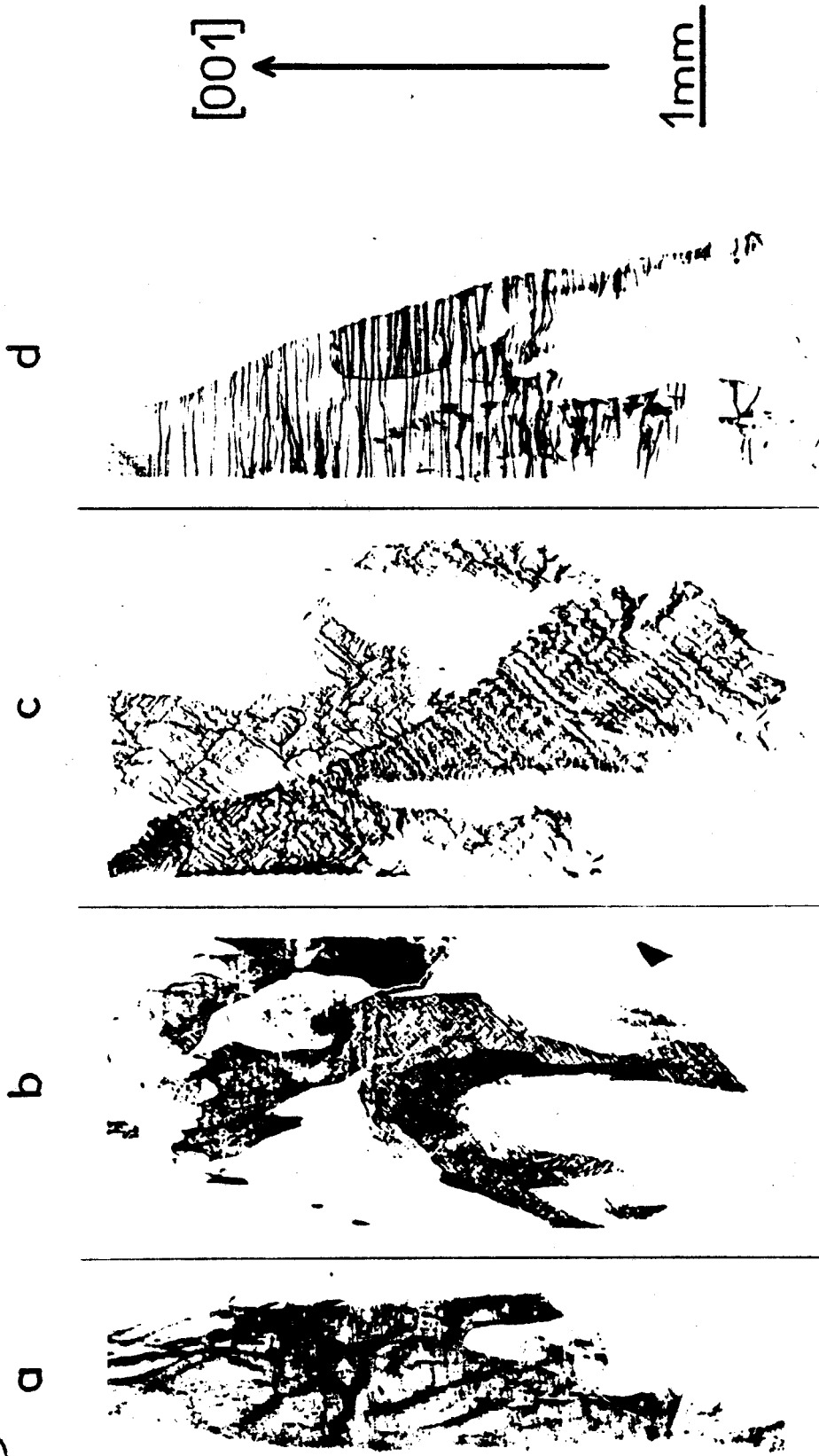
(100)



Figure 36 : a) Profil de deux échantillons déformés par glissement à 1420 et 1570°C.

b) Mêmes échantillons observés entre analyseur et polariseur croisés.





(100) $\epsilon=0,002$
 (100) $\epsilon=0,008$
 (100) $\epsilon=0,07$
 (010) $\epsilon=0,07$

$T=1400^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon}=14 \times 10^{-5}/\text{s}$

Figure 37 : Evolution de la sous structure de dislocation avec le taux de déformation ; $\vec{g} = [4\bar{4}0]$.



Ces résultats sont très comparables à ceux que nous donnent la méthode de Berg Barrett que nous étudions maintenant.

IV.2.1.4. Observation de la sous structure de dislocations par rayons X.

Ici également, il nous a semblé préférable, à cause du changement de sous structure vers 1500°C, de diviser l'étude en deux parties. Nous nous intéressons plus spécialement à deux essais, l'un effectué à 1400°C, l'autre à 1570°C et nous suivons l'évolution de la sous structure de déformation en fonction du taux de déformation.

a) Echantillon déformé à 1400°C

(i) faible déformation (avant le crochet)
(figure 37a).

A faible déformation, on observe généralement un renforcement du contraste d'extinction autour des sous joints de croissance. Ceci indique un accroissement de la densité de dislocations dans ces régions par rapport au reste du cristal. On peut donc admettre que dans les premiers temps, les principales sources de dislocations nécessaires à la déformation sont les sous joints. On remarque également que la densité de sous joints de croissance diminue avec la déformation.

(ii) faible déformation (après le crochet)
(figure 37b).

A ce stade, les bandes de glissement dans les quatre plans {110} les plus contraints ont rempli l'échantillon, et l'on observe déjà, en certains endroits de l'échantillon, une tendance à la polygonisation ; des dislocations sont rassemblées en sous joints dans des plans {110}. La densité de dislocations, mesurée par microscopie électronique est de (17) :

$$\rho \sim 4 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$$

(iii) Déformation de 7 % (figures 37 c et d)

On observe une sous structure cellulaire constituée de parois de dislocations dans deux plans {110} perpendiculaires. L'analyse des différents contrastes de rotation de ces parois, montre qu'elles sont du même type que celles observées en fluage ; on peut les représenter comme des sous joints de pure flexion constitués de la famille de dislocations coin ayant glissé dans le plan {110} perpendiculaire à la paroi considérée. Ceci correspond à une déformation sur deux plans {110} orthogonaux.

La désorientation de ces parois de cellules, mesurée d'après l'amplitude du contraste d'orientation, est de l'ordre de 20 à 30 minutes.

La densité de dislocations est encore de l'ordre de $4 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ (17). Ce sont en majorité des dislocations coin.

β) Echantillon déformé à 1570°C

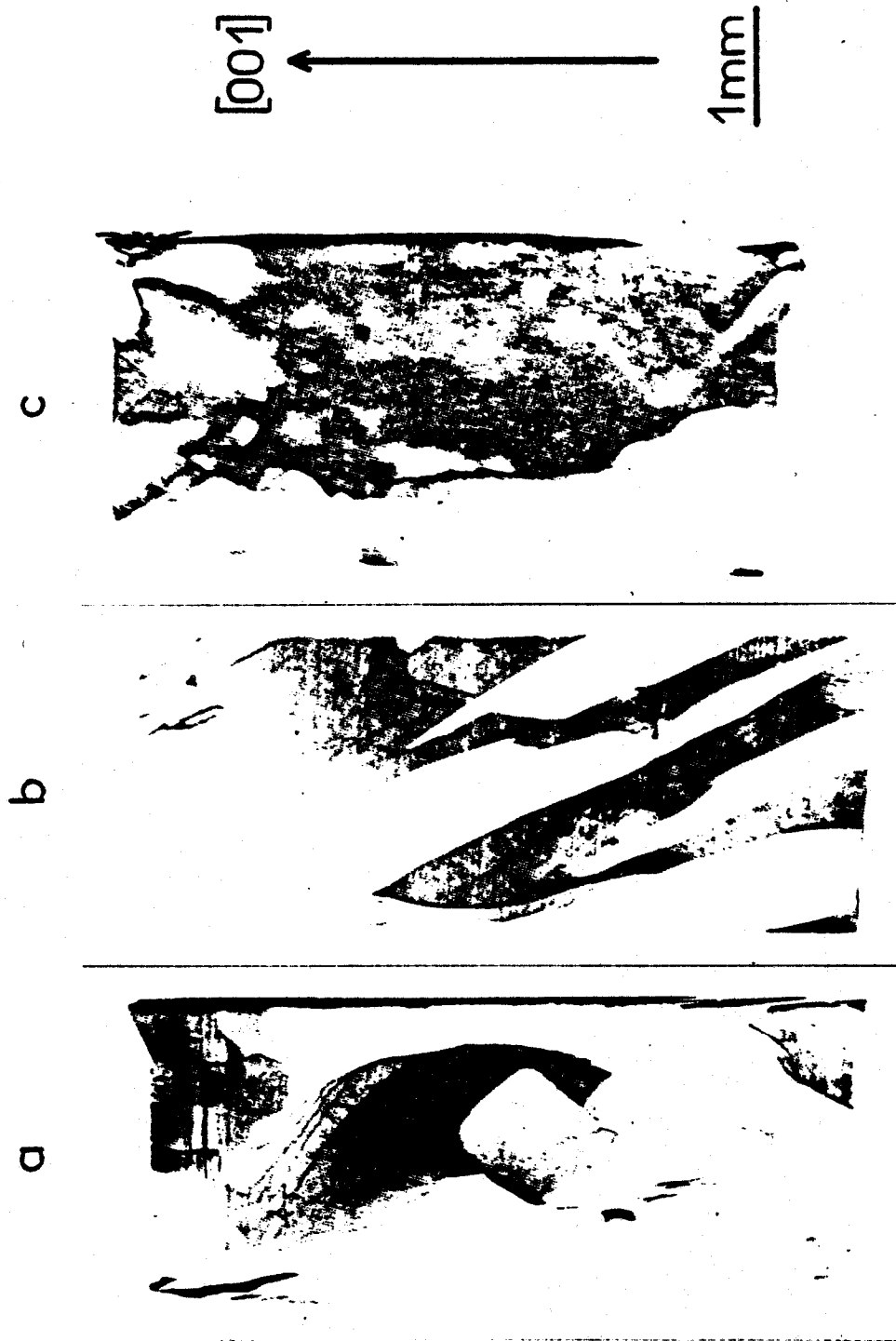
(i) faible déformation (avant le crochet)
(figure 38a).

Seules quelques traces de glissement apparaissent par endroit et l'échantillon, dans sa majeure partie n'a pas l'air déformé.

(ii) faible déformation (après le crochet)
(figure 38b).

On observe de nouveau des traces de glissement réparties de façon homogène dans tout l'échantillon et correspondant à des familles de plans {110}. Contrairement à l'échantillon déformé à 1400°C les contrastes sont faibles. La densité de dislocations mesurée par microscopie électronique est de l'ordre de $3 \times 10^{11} \text{ m}^{-2}$ (17).

(iii) déformation de 10 % (figure 38c)



(100) (100) (100)

$\epsilon=0,002$

$\epsilon=0,006$

$\epsilon=0,10$

$T=1570^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon}=1,4 \times 10^{-5} / \text{s}$



Figure 38 : Evolution de la sous structure de dislocation avec le taux de déformation ; $\vec{g} = [4\bar{4}0]$

Influence de la température sur la sous structure $\vec{g} = [4\bar{4}0]$

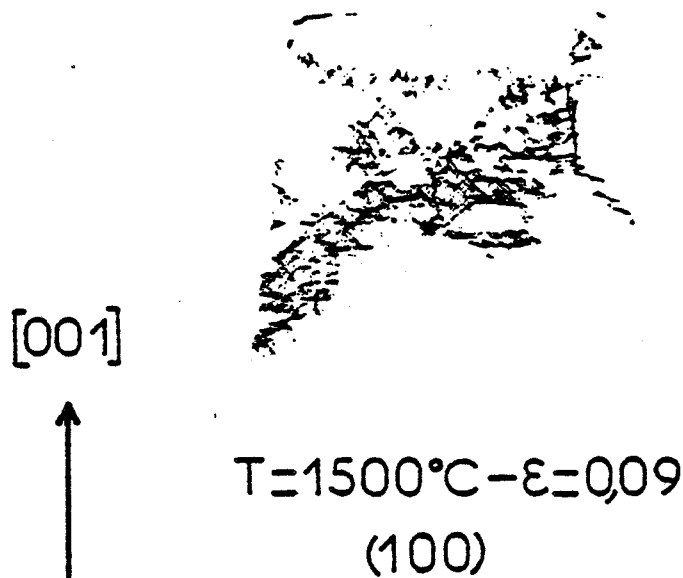


Figure 39

1mm

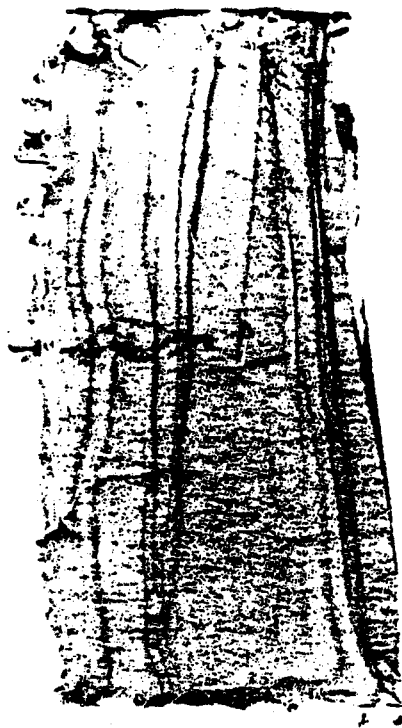


Figure 40



Le contraste d'extinction ne révèle pas d'amas de dislocations de même nature et la répartition de celles-ci dans l'échantillon semble homogène. La microscopie électronique (17) révèle surtout des jonctions semblables à celles observées en fluage dans la même gamme de températures (73) ; la densité de dislocations est de $5 \times 10^{11} \text{ m}^{-2}$.

On constate donc une assez nette différence de sous structure pour une variation de température de 170°C . Il faut cependant ajouter que ce changement de sous structure n'est pas brutal mais progressif ; au fur et à mesure que la température approche 1500°C le contraste des parois de cellules diminue pour s'annuler vers 1500°C (figure 39).

A 1650°C on retrouve, pour une déformation de 10 %, les feuillets dans les plans $\{110\}$ en zone avec l'axe de compression tout comme en fluage (figure 40).

IV.2.1.5. Discussion des résultats et comparaison avec ceux obtenus en fluage.

La première remarque qui s'impose est la grande ressemblance qui existe quelque soit le type d'essai réalisé, fluage ou vitesse imposée :

(i) entre les sous structures de déformation

(ii) entre les énergies d'activation et les exposants de contrainte (limité dans ce cas aux seules courbes contrainte - déformation à taux de durcissement nul).

Ceci n'a rien d'étonnant dans la mesure où les deux types d'essais ont été réalisés dans des conditions proches de contraintes et de vitesses de déformation.

Il existe toutefois un certain nombre de différences.

(i) si les sous structures de déformation sont semblables on remarque cependant que pour des conditions de

déformation identiques (contrainte, température, taux de déformation) d'une part les cellules obtenues à vitesse constante sont plus petites que celles obtenues en fluage, d'autre part la densité de dislocations est plus grande dans les échantillons déformés à vitesse imposée (17).

(ii) Nos échantillons se déforment plus "facilement" à vitesse imposée qu'en fluage, c'est à dire que pour une même température et une même contrainte (appliquée en fluage et nécessaire à poursuivre la déformation à vitesse imposée) la vitesse de déformation imposée est supérieure d'un facteur 6 environ à celle observée pendant le fluage permanent. Il s'en suit que les conditions de fluage qui coïncident avec l'essai à vitesse de déformation constante pour des valeurs de $(\dot{\epsilon}, \sigma, T)$ identiques représentent un état de fluage transitoire.

Si les comparaisons structurales développées au point (i) précédent, tailles des cellules et densités de dislocations sont reprises en prenant cet état transitoire pour terme de comparaison, il n'y a plus de différences entre les deux types de sollicitation.

En d'autres termes, l'état permanent d'écoulement à vitesse imposée est semblable à l'un des états transitoires de fluage. Ceci revient à constater que la contrainte effective $\sigma - \sigma_i$ (σ_i est la contrainte interne) est plus forte à vitesse imposée qu'au cours du fluage permanent, c'est à dire pour une valeur donnée de σ que la contrainte interne σ_i est plus faible. On sait en effet que le fluage permanent, caractérisé par un équilibre restauration - consolidation, correspond à une contrainte interne relativement élevée, $\sigma_i = \sigma$, soit une contrainte effective faible.

Nous analysons maintenant les mécanismes de déformation en fonction de la température. Nous considérons pour cela les deux échantillons, l'un déformé à 1400°C, l'autre à 1570°C, dont nous avons suivi l'évolution de la sous structure de dislocation en fonction de la déformation.

la fin du paragraphe est consacrée à une tentative d'explication de l'évolution de la sous structure,

α. Echantillon déformé à 1400°C

(i) la présence de lignes de glissement très nettes, la forme de l'échantillon après déformation, l'observation de très nombreuses dislocations quasi-coin par microscopie électronique (17) permettent d'affirmer que la majeure partie de la déformation peut être attribuée au glissement des dislocations coin dans deux plans $\{110\}$ orthogonaux, à 45° de l'axe de compression.

(ii) les parois de dislocations observées dans les échantillons sont des obstacles au glissement. On remarque, en effet, quand une ligne de contraste traverse une paroi, un point de rebroussement caractéristique d'une accumulation de dislocations de signes opposés de part et d'autre de la paroi (cf. annexe 3).

Ces deux points sont valables pour les deux types de sollicitation mécanique étudiés. On peut alors schématiser le mécanisme de déformation de la manière suivante :

Les dislocations sont émises à l'intérieur des cellules et après avoir parcouru une distance moyenne L viennent se bloquer contre les parois. La présence de l'autre côté des parois de dislocations de même vecteur de Burgers mais de signe opposé va favoriser l'annihilation de ces dislocations. Cette annihilation nécessite une part de montée.

Une telle annihilation dans le voisinage des parois est rendue vraisemblable par le fait qu'on n'observe pas de forte augmentation de la densité de dislocations au cours de la déformation, et que c'est en ces endroits que l'on trouve le plus de dislocations de même vecteur de Burgers et de signe opposé.

Ce que nous venons d'exposer n'est autre que le modèle de Blum (77), L'équation de fluage obtenue au § IV.1.3. est compatible avec ce modèle : l'exposant de contrainte est

égal à 4 et l'énergie d'activation, 5,3 ev, est de l'ordre de ce qu'on peut attendre pour le transport de matière (voir chapitre III).

Pour tester la validité de ce modèle, nous pouvons calculer en utilisant la relation d'Orowan, la vitesse de déformation qu'on peut prévoir à partir des quelques grandeurs expérimentales connues comme la densité de dislocations, la taille des cellules, la contrainte appliquée et la température.

La relation d'Orowan s'écrit :

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho_m v_m \left(\frac{L}{h} \right) b$$

où ρ_m est la densité de dislocations mobiles, v_m la vitesse de montée des dislocations, L la distance parcourue par la dislocation entre son émission et son annihilation, h la distance qu'elle parcourt en montée et enfin α un facteur géométrique qui va rendre compte de l'orientation du plan de glissement ou du plan de montée suivant le mécanisme de déformation et égal au facteur de Schmid.

Ce mode d'écriture de la relation d'Orowan suppose bien sûr que le temps pendant lequel les dislocations glissent est très petit par rapport au temps pendant lequel elles montent. On va également admettre que la distance parcourue en montée dans le cas présent est petite par rapport à la distance totale L , cette grandeur représente donc ici la distance de glissement des dislocations.

Considérons d'abord un échantillon déformé en fluage à 1410°C sous une contrainte appliquée de 100 M Pa ce qui correspond à une contrainte de montée sur les plans {110}: $\sigma_m = 0,5 \cdot \sigma_{app} = 50$ M Pa, pour cette orientation ; la densité de dislocations est $\rho \sim 10^{12} \text{ m}^{-2}$. La taille des cellules atteint $80 \cdot 10^{-6}$ m environ. L représente la demi taille des cellules soit $L = 40 \cdot 10^{-6}$ m, la distance de montée est de l'ordre de $h = \frac{1}{2\sqrt{\rho}} = 5 \cdot 10^{-7}$ m.

L'expression de la vitesse de montée (voir chapitre III) :

$$v_m = \frac{4\pi \sigma_m}{b \ln 2R/b} \frac{D_0 \Omega'}{kT}$$

donne à 1680° K avec $D_0 = 3.10^{-18} \text{ m}^2/\text{s}$

une valeur $v_m = 4.10^{-10} \text{ m/s} = 4 \text{ \AA/s}$

soit une vitesse de déformation ($\alpha = 0,5$ ici)

$$\dot{\epsilon} = \alpha \frac{4\pi}{\ln 2R/b} \rho_m \left(\frac{L}{h} \right) D_0 (\sigma_m \Omega'/kT) \approx 9 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$$

en assez bon accord avec la valeur observée ($2,2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$), compte tenu des approximations qui ont été faites (en particulier on a supposé que toutes les dislocations étaient mobiles ce qui n'est sûrement pas le cas).

Pour un échantillon déformé à vitesse imposée à 1400°C, une densité de dislocations de 4.10^{12} m^{-2} , une taille des cellules de 40.10^{-6} m et une contrainte appliquée de 100 M Pa donnent une vitesse de déformation de $4,5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$

alors que la vitesse imposée est : $\dot{\epsilon} = 1,4.10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Là aussi l'accord entre vitesses expérimentale et théorique est raisonnable.

On remarque ici que pour des conditions de déformation à peu près identiques, la plus grande densité de dislocations observée dans les échantillons déformés à vitesse constante entraîne une plus grande vitesse de déformation.

β) Echantillon déformé à 1570°C

La forme de l'échantillon après déformation, très semblable à celle obtenue à 1420°C et différente de celle observée en montée pure (14), la présence de lignes de glissement, attestent qu'une partie de la déformation a eu lieu par glissement. Il est toutefois difficile dans le cas présent de proposer un modèle de déformation précis,

faisant intervenir à la fois le glissement et la montée des dislocations, dans la mesure où notre étude de la sous structure n'a pas révélé d'obstacle au glissement des dislocations. L'estimation d'une vitesse de déformation, à partir de l'équation d'Orowan donnée au point α de ce paragraphe, est de ce fait impossible puisque la distance de glissement L est inconnue.

Dans ces conditions, nous allons procéder par une méthode inverse de la précédente ; c'est à dire que dans un premier temps nous allons calculer la vitesse de déformation à laquelle on peut s'attendre en supposant que celle-ci ne provient que de la montée des dislocations, et en déduire le rapport présumé L/h entre distances de glissement et de montée.

Avec nos conditions expérimentales particulières :

$\sigma = 50 \text{ M Pa} \Rightarrow \sigma_m = 25 \text{ M Pa}$; $D_{\text{Ox}} (1843 \text{ K}) = 5,5 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$
et $\rho \sim 5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-2}$,

on obtient une vitesse de montée :

$$v_m = 32 \cdot 10^{-10} \text{ m/s} = 32 \text{ \AA/s}$$

qui correspond à une vitesse de déformation par montée pure

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho v_m b \approx 5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1} \quad (\alpha = 0,5)$$

soit le trentième de la vitesse appliquée ; c'est à dire que le rapport L/h vaut 30. Il est peu différent de celui dont on s'est servi précédemment au point α $\left(\frac{L}{h} \sim 80 \right)$.

Le résultat aurait été identique si l'on avait considéré un échantillon déformé par fluage.

Ceci signifie qu'un événement de montée, en permettant à une dislocation de glisser sur une longueur L , produit pratiquement la même déformation à basse qu'à haute température et rend assez bien compte de ce qu'on observe ; les formes de deux échantillons déformés l'un à 1420°C l'autre à 1570°C sont très semblables (figure 36), mais la montée des dislocations, sans produire une part importante de la déformation, est cependant suffisamment active (la vitesse

de montée à 1570°C vaut huit fois celle à 1400°C, pour une contrainte de moitié, dans nos expériences) pour permettre aux dislocations de surmonter les obstacles assez rapidement. Elles acquièrent ainsi un comportement d'autant plus individuel que la température est élevée, c'est à dire une déformation d'autant plus homogène là aussi en accord avec le fait que les lignes de glissement s'observent beaucoup mieux à basse température dans la mesure où beaucoup de dislocations passent dans la même lamelle; cet effet a bien sûr une influence sur la sous structure que nous étudions maintenant.

γ) Influence de la température sur la sous structure de dislocations.

En premier lieu, l'éventualité d'un changement de plans de glissement avec la température de {110} vers {111} peut être éliminé (voir § IV.2.1.3.).

En second lieu le passage du domaine biphasé à la solution solide vers 1520°C ne semble pas représenter un facteur prépondérant dans le changement de sous structure. On observe une évolution semblable pour la composition $MgO_{0.1}Al_2O_3$ alors que dans ce cas les essais sont effectués à une température bien supérieure (500°C) au seuil de stabilité de la solution solide.

Il semble que ce changement ne soit dû :

(i) qu'à une plus grande facilité à franchir les obstacles, ce qui défavorise une polygonisation de glissement, au fur et à mesure que la température s'élève,

(ii) au nombre de plans de glissement qui passe de 2 à 4 quand la température augmente.

Discutons d'abord des modes d'interaction possibles entre les systèmes {110} < 110 >.

1) Systèmes de glissement à 120°.

Si on considère des dislocations appartenant aux systèmes (011) $[01\bar{1}]$ et $(10\bar{1})$ $[101]$, elles peuvent réagir selon :

$$\frac{1}{2} [101] + \frac{1}{2} [01\bar{1}] \rightarrow \frac{1}{2} [110]$$

Ce type de réaction va permettre la formation de dislocations coin d'orientation $[\bar{1}11]$ qui dans notre cas peuvent être dissociées de la même manière que des barrières de Lomer, (ce type de dissociation a été observé dans des spinelles $MgO.1,1 Al_2 O_3$ à l'intersection de systèmes $\{111\} < 110 >$ (17)) et former ainsi de longues barrières sessiles si la mobilité par glissement des deux partenaires le permet. Sans montée active, c'est à dire à basse température, cette réaction stoppe les sources dans les systèmes à 120° et ne laisse actifs que les systèmes à 90° .

2) Systèmes de glissement $\{110\}$ perpendiculaires

Pour des dislocations appartenant aux systèmes (011) $[01\bar{1}]$ et $(01\bar{1})$ $[011]$:

$$\frac{1}{2} [01\bar{1}] + \frac{1}{2} [011]$$

ne donne pas une dislocation $[010]$; il n'y a pas formation de barrières comme précédemment.

Les conséquences sur la sous structure sont :

- A basse température, les deux systèmes orthogonaux fonctionnent avec des dislocations de caractère coin privilégié (17) ; les lignes de dislocations parallèles entre elles sur de longues distances vont interagir fortement élastiquement ; il en résulte une grande aptitude à polygoniser.

Il suffit que quelques dislocations se bloquent sur un obstacle quelconque pour former un germe initial de sous joint, qui s'il est immobilisé suffisamment longtemps, dans le cas où la montée n'est pas très active pour détruire ce germe, peut capter d'autres dislocations coin qui glissent au voisinage et nucléer ainsi un sous joint. on obtient une polygonisation de glissement.

Au fur et à mesure que la température augmente, la montée devient de plus en plus active et gêne la formation des germes qui vont exister trop brièvement pour capter suffisamment de dislocations et former des sous joints ; la polygonisation de glissement disparaît alors peu à peu.

Ceci est cohérent avec nos observations de la sous structure par topographies de Berg Barrett : à 1400°C l'interpénétration des bandes de glissement semble difficile et la polygonisation se forme très vite tandis qu'à 1570°C où la montée est beaucoup plus active aucune polygonisation n'est observée (§ IV.2.1.4.).

- A haute température quand la montée est suffisamment active pour que les quatre systèmes puissent fonctionner (§ IV.2.1.3.) il y a formation de barrières sessiles à l'intersection des systèmes à 120°.

L'accumulation de dislocations de part et d'autre de ces barrières favorise la formation par montée d'autres barrières approximativement dans les plans de symétrie des deux systèmes considérés, c'est à dire dans les plans de type {110} en zone avec l'axe de compression. Il y a formation de sous joints, dans ces plans {110}, sans doute très grossiers puisque la microscopie électronique ne les met pas en évidence. L'axe de rotation de ces sous joints est une direction $\langle 111 \rangle$.

Cela n'empêche pas un glissement partiel, sur les systèmes à 90°, jusqu'aux obstacles qui entraînent de la montée, d'où les lignes de glissement assez courtes observées à 1630°C.

Là encore, nos observations (§ IV.2.1.4.) concordent assez bien avec ce modèle ; on observe les feuillettes dans les plans {110} en zone avec l'axe de compression et l'axe de rotation estimé n'est pas trop loin d'une direction $\langle 111 \rangle$.

IV.2.2. Axe de compression [111]

Quand on applique la contrainte parallèlement à un axe ternaire, on remarque que les facteurs de Schmid des systèmes de glissement $\{110\} \langle 110 \rangle$ sont tous nuls. Il peut sembler, dans ces conditions, que l'on soit dans un cas favorable pour mettre en évidence du glissement dans des plans autres que les plans $\{110\}$. L'expérience nous a montré le contraire.

IV.2.2.1. Courbes de déformation

La figure 41 montre les courbes contrainte - déformation obtenues pour différentes températures entre 1420 et 1630°C et pour une vitesse de déformation de $4,6 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Cette faible vitesse de déformation a été rendue nécessaire par la grande fragilité des échantillons dans cette orientation.

Excepté pour l'essai effectué à 1630°C, toutes les courbes présentent un crochet de compression de plus en plus important au fur et à mesure que la température diminue. Ce crochet est significatif d'une faible densité initiale de dislocations mobiles et de la difficulté à les multiplier.

Le crochet est suivi par un stade de déformation à taux de consolidation nul, dans la limite des vitesses utilisées pour cette orientation ($4,6 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ - $2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) quelque soit la température.

C'est là, la première différence qui existe entre cette orientation et l'orientation [001] (cf. figure 31).

IV.2.2.2. Paramètres d'activation

Dans la mesure où toutes les courbes présentent un stade à contrainte constante, nous avons étudié l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte de ce stade,

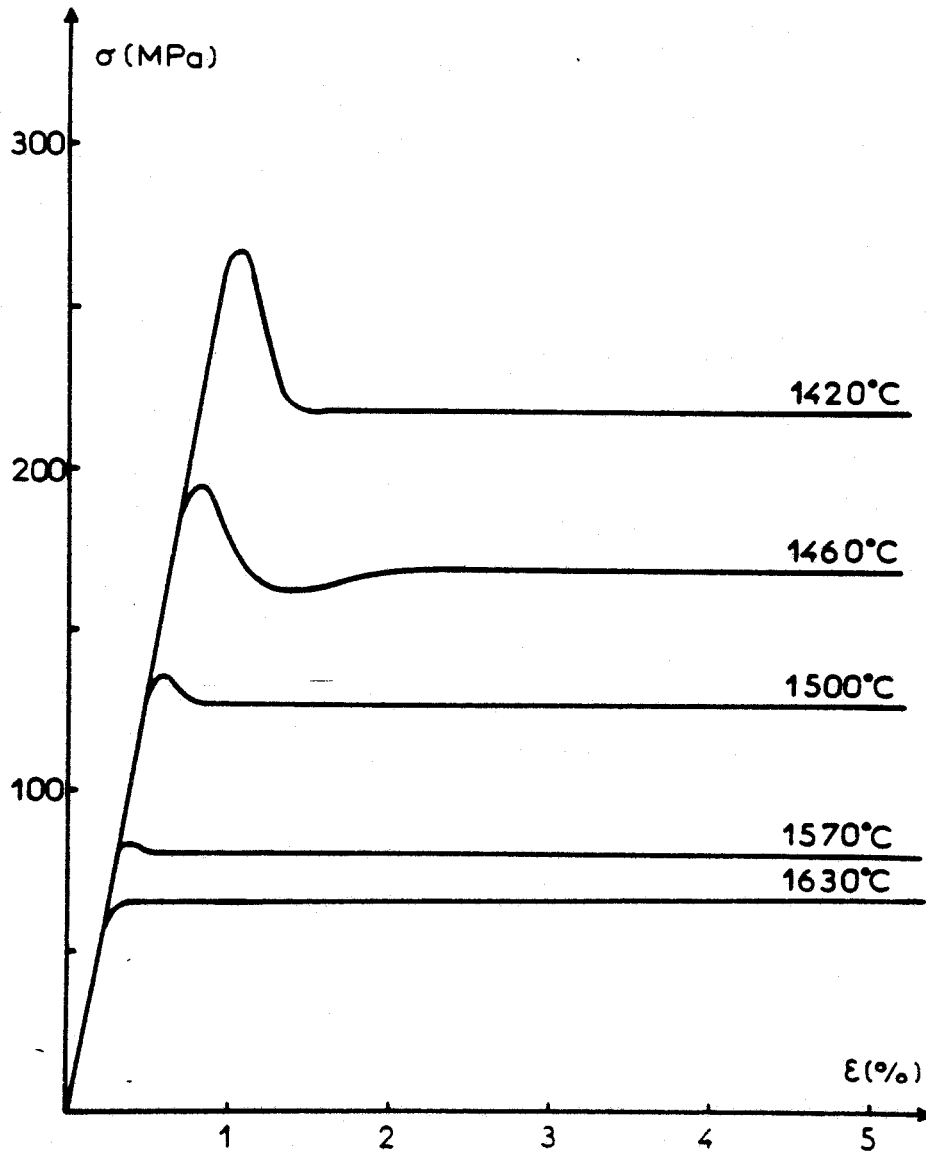


Figure 41 : Courbes contrainte - déformation pour l'orientation [111] $\dot{\epsilon} = 4,6 \cdot 10^{-6}$ /s.



appelé plateau, dans un premier temps par variation brusque de la vitesse imposée (saut de vitesse).

De 1420°C à 1630°C la sensibilité de la contrainte du plateau à la vitesse de déformation est constante ; elle peut se mettre sous la forme :

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^{\frac{1}{m}} \quad \text{avec} \quad m = 3,7 \pm 0,1.$$

Cette même valeur de l'exposant de contrainte m a également été obtenue par essais de relaxation de contrainte. La figure 42 montre l'alignement des points obtenus pour trois essais de relaxation effectués à partir de trois contraintes de départ différentes. L'ensemble de ces points se trouve sur une droite sur laquelle on a également placé les points correspondants aux contraintes de départ. Là aussi essai de relaxation et essai conventionnel suivent la même loi de déformation.

L'énergie d'activation apparente a été évaluée en portant $\ln \dot{\epsilon}/\sigma^{3,7}$ en fonction de $1/T$ (figure 43) ($\dot{\epsilon}$, σ et T ont la même signification qu'au § IV.2.1.2.8). On obtient une valeur de l'énergie d'activation :

$$Q = 5,8 \pm 0,5 \text{ ev.}$$

Ces résultats (Exposant de contrainte, énergie d'activation) sont très proches des valeurs obtenues dans le cas de l'orientation [001] pour les essais effectués au dessus de 1500°C.

IV.2.2.3. Systèmes de glissement

Le titre de ce paragraphe est peut être inapproprié dans la mesure où pour cette orientation [111], nous n'avons pas observé de traces de glissement sur les surfaces de nos échantillons déformés, quelque soit la température, sauf près des têtes, où l'on observe du glissement {110} pour les essais effectués jusqu'à 1570°C et des traces correspondant à du

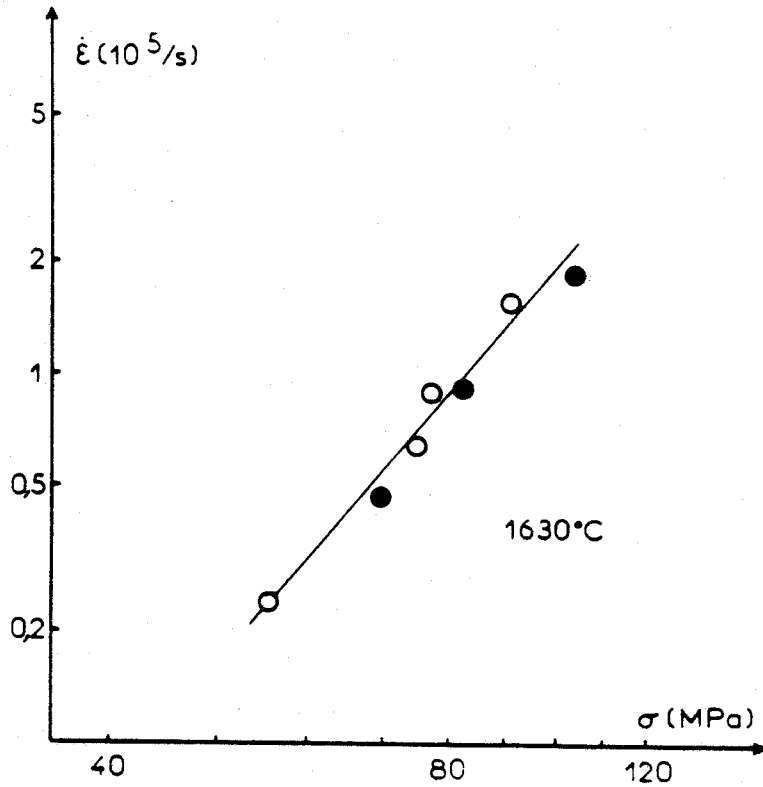


Figure 42 : Relation contrainte - vitesse de déformation : \circ essais de relaxation \bullet courbes $\sigma - \epsilon$.

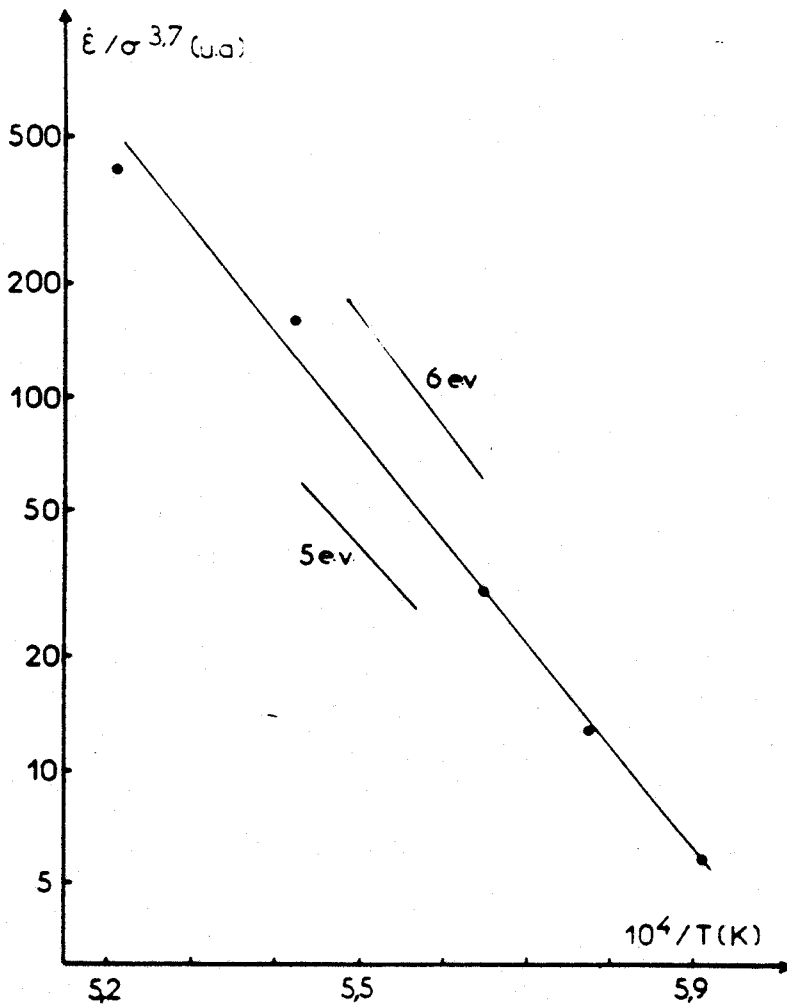


Figure 43 : Détermination de l'énergie d'activation.



glissement $\{111\}$ pour les essais effectués à 1630°C . De plus la forme des échantillons après essais reste assez semblable à la forme de départ et n'apporte aucun renseignement supplémentaire dans le cas présent.

Cependant, si un glissement microplastique au moins, ne fait aucun doute durant le crochet (voir paragraphe suivant) son plan ne peut être déterminé sans ambiguïté. Dans la mesure où le glissement dans les plans $\{111\}$ est apparent pour un axe de compression $[110]$, il est fort probable qu'il existe aussi pour cette orientation ; il serait sans doute nécessaire de confirmer son existence par un examen à l'échelle microscopique. On peut aussi s'interroger pour savoir si c'est un phénomène transitoire correspondant aux contraintes élevées du crochet et disparaissant par la suite ou si il y a glissement pendant tout l'essai.

La suite de cette étude nous fait plutôt croire à la première hypothèse, c'est à dire à l'absence quasi totale de glissement au delà du tout début de la déformation.

IV.2.2.4. Sous structures de déformation

La figure 44a présente la sous structure obtenue à 1420°C avant le sommet du crochet ; là aussi la déformation part nettement des sous joints de croissance, le mode de déformation ne pouvant être toutefois précisé.

Au sommet du crochet à 1420°C (figure 44b), la déformation est loin d'être homogène. On observe une structure constituée de bandes de glissement, ou de sous joints de polygonisation, qui ne se trouvent dans aucun plan cristallographique simple. Ce sont ces topographies à sous structure assez directionnelle qui nous font penser que le glissement est présent au tout début de la déformation.

Quand on augmente le taux de déformation, la sous structure directionnelle disparaît peu à peu pour faire

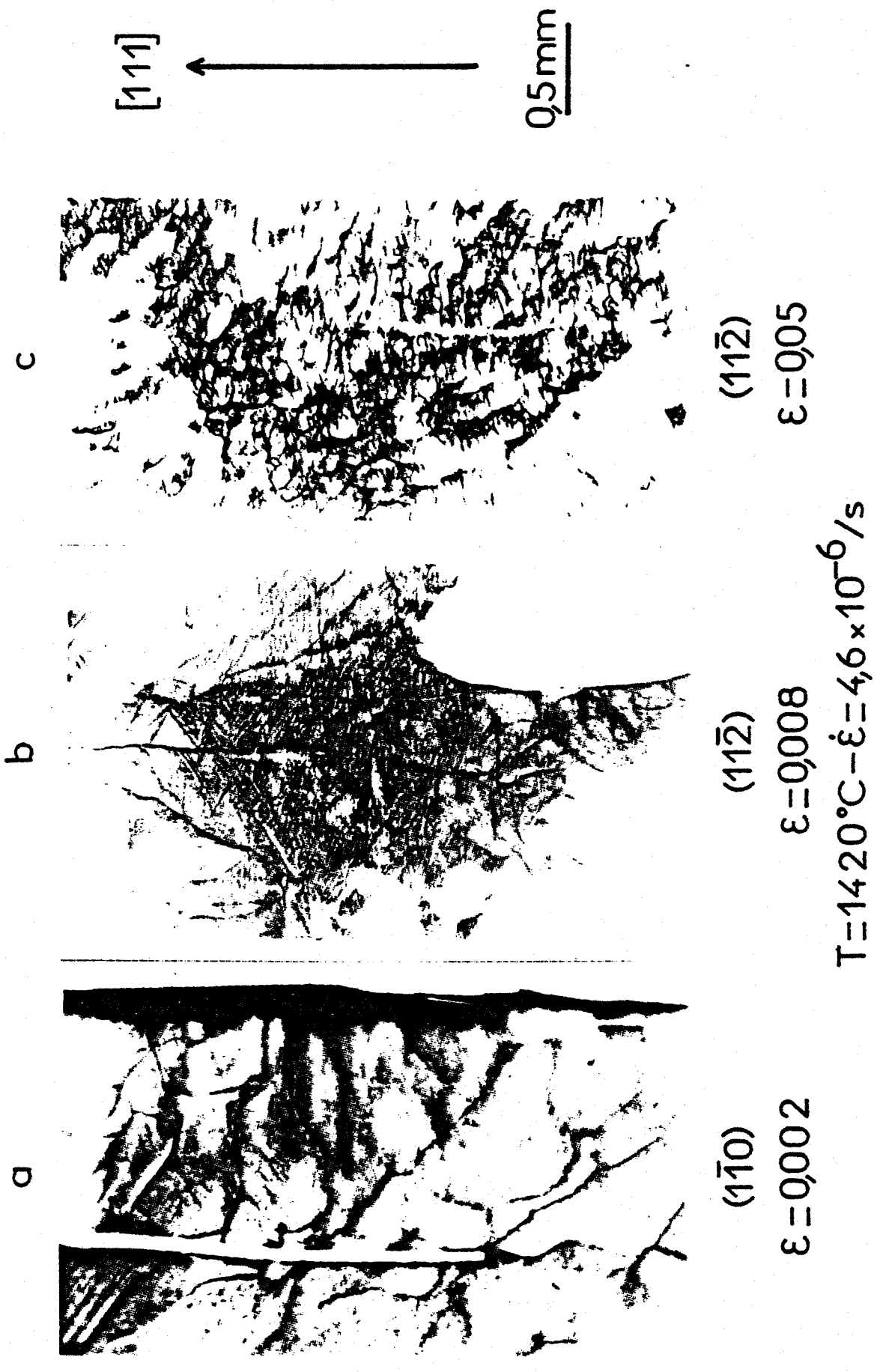
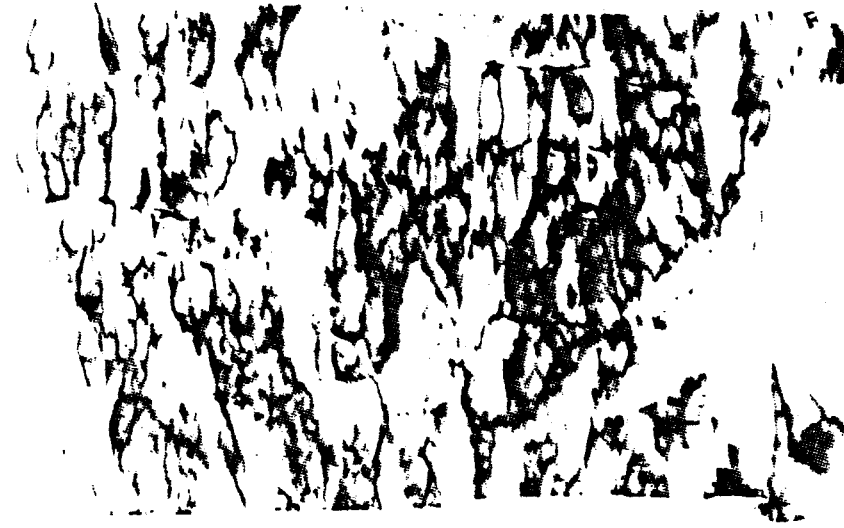


Figure 44 : Evolution de la sous structure de dislocation avec le taux de déformation ; face (110) $\vec{g} = [080]$; face (112) $\vec{g} = [404]$.





$\epsilon=0,05$

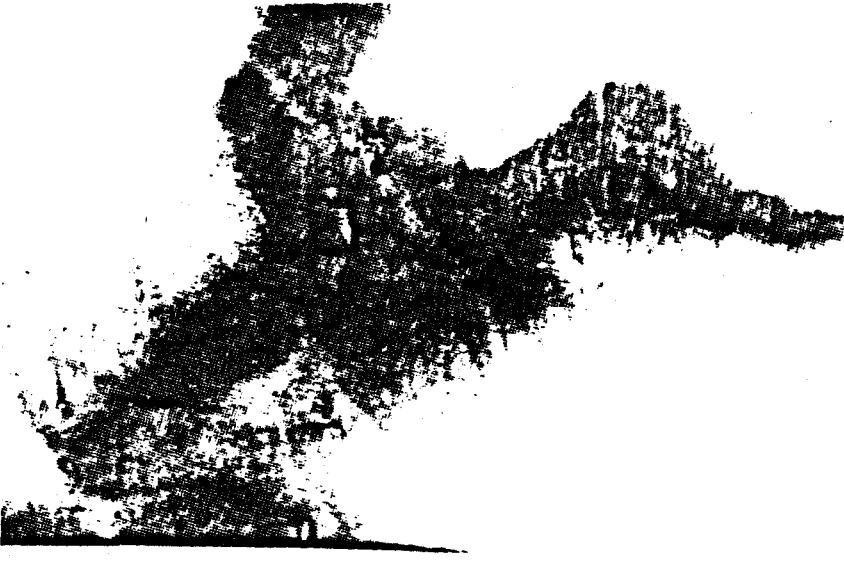
$T=1460^{\circ}\text{C}$



$\epsilon=0,05$

$T=1500^{\circ}\text{C}$

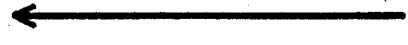
$(11\bar{2}) - \dot{\epsilon} = 4,6 \times 10^6 / \text{s}$



$\epsilon=0,07$

$T=1630^{\circ}\text{C}$

$[111]$



0,5 mm ⁹⁰

Figure 45 :

Figure 46 :

Evolution de la sous structure de dislocation avec la température ; $\vec{g} = [40\bar{4}]$

place à une sous structure composée d'amas de dislocations arrangées en sous joints grossiers d'orientation quelconque tels ceux observés à 5 % de déformation (figure 44c). On note cependant, dans une partie de l'échantillon, la disparition des sous joints.

A 1460°C (figure 45) des amas de dislocations pouvant représenter des sous joints ne sont plus observables que par endroits ; toute structure cellulaire a pratiquement disparu et le tout semble assez homogène.

De 1500 à 1630°C enfin (figure 46) le paysage général est très semblable, les désorientations dans les échantillons diminuant peu à peu.

IV.2.2.5. Discussion.

La déformation de nos échantillons selon un axe ternaire a fait apparaître un certain nombre de différences par rapport aux résultats obtenus pour l'axe [001], dont les plus marquants sont :

(i) courbes contrainte déformation sans durcissement quelque soit la température et la vitesse de déformation (dans les limites de nos essais) ; sensibilité contrainte - vitesse de déformation constante,

(ii) absence de toute trace macroscopique de glissement,

(iii) absence de sous structure caractéristique d'un glissement à basse température (1420°C) et disparition rapide d'une sous structure de polygonisation.

L'ensemble de ces constatations suggère un mécanisme de déformation où la majeure partie de celle-ci proviendrait de la montée des dislocations. Nous avons vérifié que cette hypothèse est tout à fait compatible avec les vitesses de déformation imposées en calculant à partir de la relation d'Orowan les vitesses que l'on peut espérer avec nos conditions expérimentales.

Considérons l'échantillon déformé à 1420°C à une vitesse de $\dot{\epsilon} = 4,6,10^{-6} \text{ s}^{-1}$,

La contrainte enregistrée vaut $\sigma = 220 \text{ M Pa}$ ce qui correspond à une contrainte sur les plans de montée $\{110\}$ $\sigma_m = 145 \text{ Pa}$ (le facteur de Schmid de montée sur ces plans est 0,67),

$$\text{à } 1420^\circ\text{C} ; D_0 \approx 4 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$$

La densité de dislocations n'a pas été mesurée : dans le cas des échantillons déformés selon $[001]$ où la multiplication des dislocations doit se faire par glissement dans les plans $\{110\}$, les observations au microscope électronique (17) vérifient la relation empirique :

$$\rho \sim 4 \left[\frac{\sigma(110)}{\mu b} \right]^2$$

Pour cette orientation $[111]$ de l'axe de compression on a admis une multiplication dans les plans $\{111\}$ de même nature

soit :

$$\rho \sim 4 \left[\frac{\sigma(111)}{\mu b} \right]^2 = 4 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$$

On obtient à partir de l'équation de la vitesse de montée donnée au chapitre III :

$$v_m = 1,7 \cdot 10^{-9} \text{ m/s} = 17 \text{ \AA/s}$$

soit une vitesse de déformation :

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho v_m \frac{L}{h} b = 2,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$$

en prenant $\frac{L}{h} = 1$ dans le cas de la montée pure et compte tenu que $\alpha = 0,67$.

On voit ainsi que nos conditions expérimentales permettent une déformation quasi totale par montée des dislocations, même si la valeur de l'exposant de contrainte, égale à 3,7 est légèrement supérieure à celle généralement admise dans ce cas.

Si une déformation par montée pure peut être envisagée, il reste à connaître les raisons qui font que le glissement dans des plans autres que $\{110\}$ est si difficile.

On peut imaginer que se produise, comme c'est le cas pour la composition $\text{MgO}.1,1 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$, une dissociation sessile des dislocations qui bloque tout glissement (14). Toutefois cette hypothèse n'est guère tenable pour la composition $\text{MgO}.1,8 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$. Doukhan (17) a montré que le ruban de faute est gauche et irrégulier dans ce cas, et n'évoque pas un blocage rigoureuse des dislocations ; du reste on ne voit pas très bien pourquoi le glissement serait bloqué sur ce plan $\{111\}$ par exemple et pas dans $\{110\}$.

Dans le cas du glissement sur les plans $\{111\}$, on peut invoquer le cisaillement synchrone (4, 5) qui oblige les cations à se déplacer dans une direction différente de celle des anions.

Une dernière possibilité enfin qui nous semble la plus raisonnable : la contrainte de cisaillement résolue dans les plans $\{111\}$ n'atteint pas la valeur critique du glissement plastique dans ces plans puisqu'elle suffit à accommoder la faible vitesse imposée, par la seule montée des dislocations.

Pour déclencher le glissement $\{111\}$ il faudrait soit augmenter la vitesse d'écoulement, soit faire l'essai d'une orientation de facteur de Schmid plus élevé. Cette dernière possibilité a été tentée en orientant l'axe de compression dans la direction $[110]$; ce dont nous allons maintenant rendre compte.

Un dernier point intéressant, cependant, est l'observation, dans un échantillon déformé à 1460°C , dans cette orientation $[111]$, de très larges zones vierges de tout sous joint identifiable. Même si cette observation

n'ajoute pas d'élément important aux remarques du paragraphe IV.2.1.5. (γ), elle suggère que la limite de solubilité du diagramme de phase n'a pas l'importance que l'on pourrait lui accorder. Si à basse température, dans le cas de l'orientation [001] les sous joints de la sous structure se formaient au départ par ancrage sur des microprécipités, on comprend mal pourquoi il n'en serait pas de même ici, alors qu'au contraire ceux formés en tout début disparaissent rapidement dans la suite de l'essai.

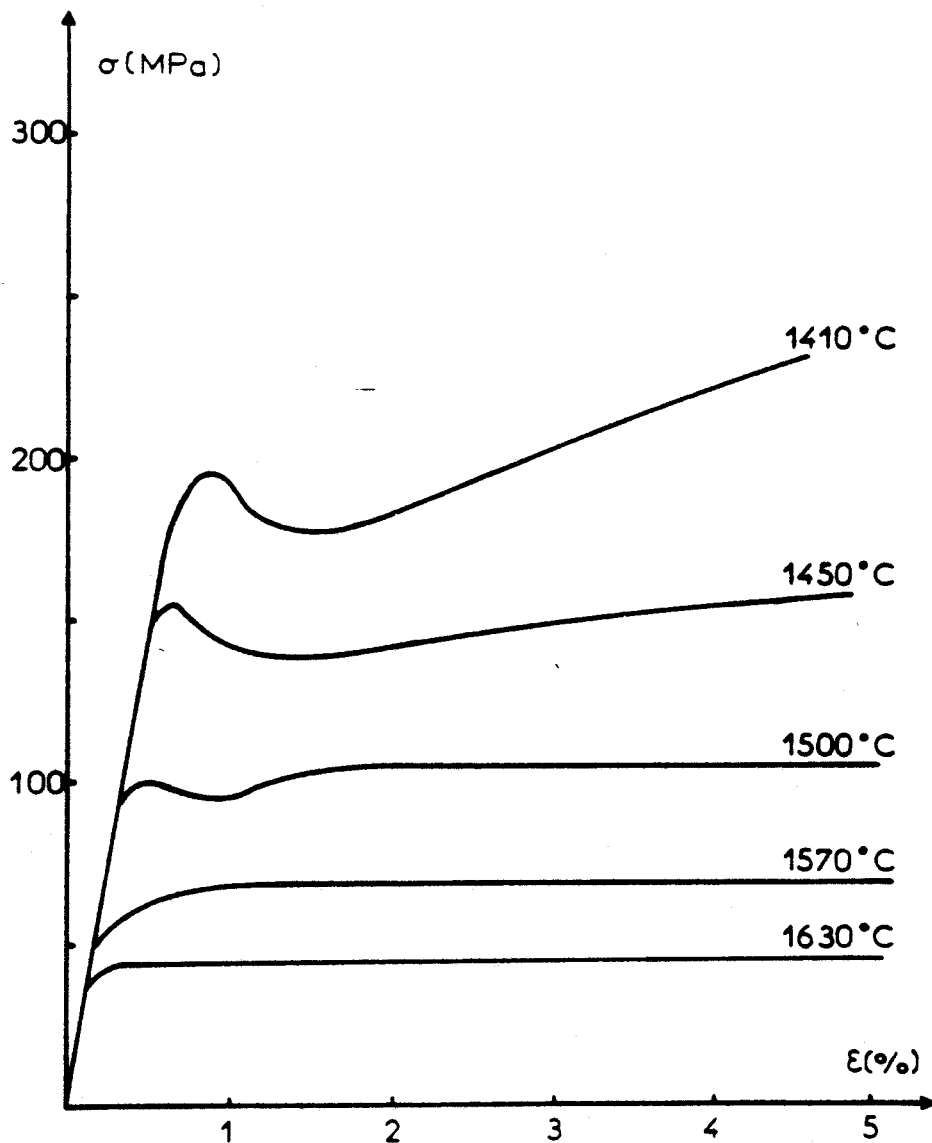


Figure 47 : Courbes contrainte - déformation pour l'orientation [110] $\dot{\epsilon} = 6.10^{-6}/s$.

IV.2.3. Axe de compression [110]

Pour cette composition $MgO.1,8 Al_2 O_3$ chacun des axes de compression étudiés a sa particularité quant au mode de déformation, Celui-ci nous a permis de mettre en évidence du glissement dévié.

IV.2.3.1. Courbes de déformation

Les courbes contrainte - déformation obtenues pour une vitesse de déformation de $6.10^{-6} s^{-1}$ sont représentées sur la figure 47.

Aux basses températures, les courbes présentent un crochet peu prononcé et un léger durcissement ; au dessus de $1500^{\circ}C$ le crochet disparaît ainsi que le durcissement. Dans leur ensemble ces courbes ressemblent beaucoup à celles obtenues pour l'orientation [001] de l'axe de compression, exeptées les contraintes appliquées qui sont multipliées par un facteur approximativement 2, correspondant au rapport des facteurs de Schmid sur les systèmes $\{110\} < 110 >$ pour chacune des orientations ($S = 0,5$ pour [001] et $S = 0,25$ pour [110]).

IV.2.3.2. Paramètres d'activation

Ici aussi, comme pour l'orientation [001], nous n'avons essayé d'établir une équation d'état que pour les essais effectués aux températures supérieures ou égale à $1500^{\circ}C$ et correspondant aux courbes à taux de consolidation nul ; l'analyse a été faite en admettant une loi de déformation du type :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^m \exp - \frac{Q}{kT}$$

dans la mesure où elle semble justifiée pour les deux autres orientations.

L'exposant de contrainte m a été déterminé par la même méthode que celle utilisée au paragraphe IV.2.1.2. ;

On obtient pour les trois températures auxquelles les essais ont été réalisés les droites de la figure 48 dont la pente moyenne correspond à la valeur ;

$$m = 3,3 \pm 0,1.$$

Cette valeur est légèrement inférieure à celles obtenues pour les deux autres orientations.

L'énergie d'activation apparente a été déterminée de la même manière que précédemment en portant $\ln \dot{\epsilon}/\sigma^{3,3}$ en fonction de $1/T$ (figure 49). On obtient pour Q la valeur :

$$Q = 6 \pm 1 \text{ ev.}$$

Ces résultats s'apparentent beaucoup à ceux obtenus pour les deux autres orientations. Par contre, l'analyse des lignes de glissement et de la sous structure de dislocations après déformation apporte un certain nombre d'éléments nouveaux.

IV.2.3.3. Systèmes de glissement

Pour cette orientation $[110]$ de l'axe de compression, on observe des traces très nettes de glissement, généralement des bandes de glissement, sur les faces de nos échantillons et ce même à la température de 1630°C .

La première constatation que l'on peut faire concernant ces bandes est que leur plan ne correspond à aucun plan cristallographique simple, mais à des plans $\{h h 1\}$ où h est voisin de 4. Ceci n'a rien d'original puisque Lewis (7) a déjà observé des traces semblables sur les surfaces d'échantillons monocristallines de $\text{MgO} \cdot 2 \text{Al}_2 \text{O}_3$ déformés selon la même orientation et suggéré un glissement microscopique sur les deux familles de plans $\{110\}$ et $\{111\}$. Nous confirmons cette hypothèse et apportons des précisions :

(i) Pour la première fois nous avons observé du glissement dévié des plans $\{110\}$ vers les plans $\{111\}$ et vice versa.

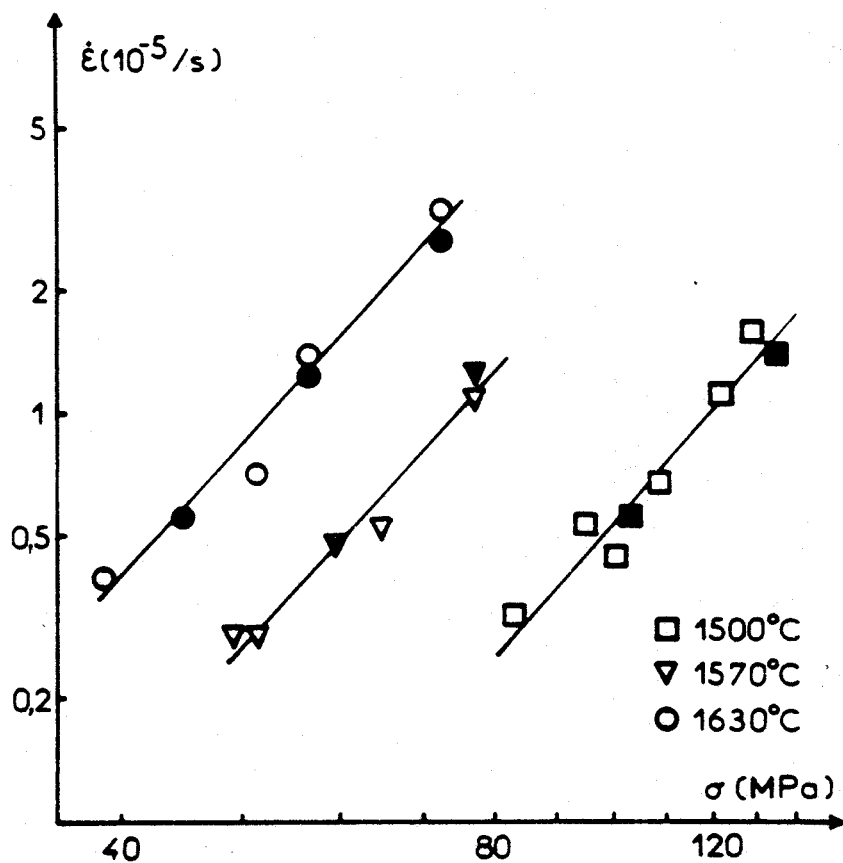


Figure 48 : Relation contrainte - vitesse de déformation ; \circ essais de relaxation ; \bullet courbes $\sigma - \epsilon$.

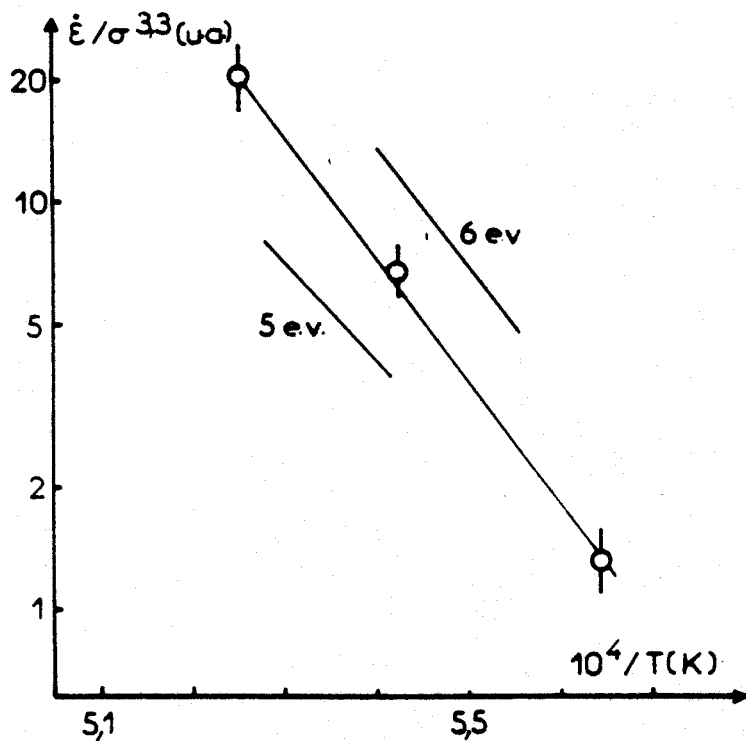
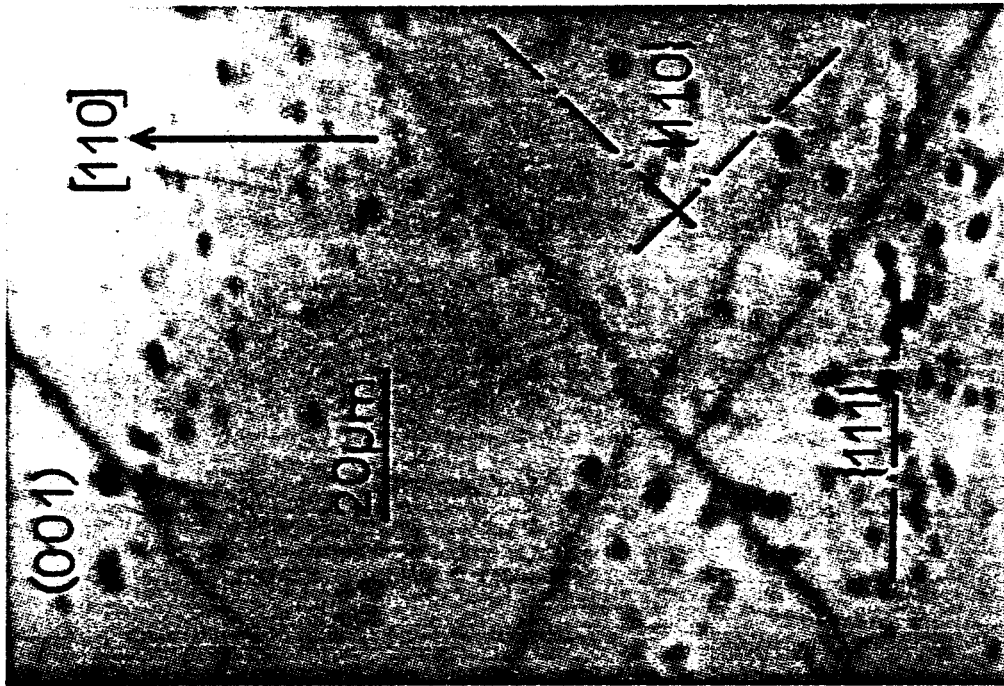


Figure 49 : Détermination de l'énergie d'activation.



$T=1410^{\circ}\text{C}-\dot{\epsilon}=0,002-\dot{\epsilon}=6 \times 10^{-6} / \text{s}$



a: (001) b: (110)
0,5mm

Figure 51 : Berg Barrett : a) $\vec{g} = [\bar{4}04]$; b) $\vec{g} = [800]$.

Figure 50 : Microscopie optique.

Mise en évidence de glissement dévié sur un échantillon d'orientation [110] déformé de 0,2 %.

BUS
LILLE

(ii) la trace macroscopique des plans de glissement varie avec la température ; leurs normales se déplacent dans un plan $\{110\}$ depuis une direction $\langle 110 \rangle$ vers une direction $\langle 111 \rangle$ quand la température augmente,

α) Mise en évidence de glissement dévié

La figure 50 montre les lignes de glissement sur la face (001) d'un échantillon déformé de 2 % à 1410°C. Ces lignes sont sinueuses et composées de segments à 45° de l'axe de compression et perpendiculaires à cet axe. Sur les figures 51a et b on peut voir les mêmes traces de glissement, obtenues cette fois par topographies de Berg Barrett, sur les faces (001) et $(1\bar{1}0)$. On n'arrive malheureusement pas par cette méthode à mettre en évidence la structure fine de ces traces et l'on n'obtient qu'une direction moyenne qui pour la face (001) confirme celle obtenue par microscopie optique.

L'analyse des traces de glissement est faite en supposant que les plans de glissement peuvent être de trois types $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$; ces plans de glissement ont effectivement été observés sur des cristaux équimolaires (14, 16).

Si la trace perpendiculaire à l'axe de compression sur la face (001) ne peut appartenir qu'à des plans $\{111\}$, il n'en est pas de même de celles à 45° de cet axe, qui peuvent représenter l'intersection de la face (001) avec des plans $\{100\}$ ou $\{110\}$. De plus ces deux types de plan possèdent une direction commune $\langle 110 \rangle$ avec les plans $\{111\}$ et on vérifie qu'un vecteur de Burgers parallèle à cette direction, est bien activable en glissement dans notre cas,



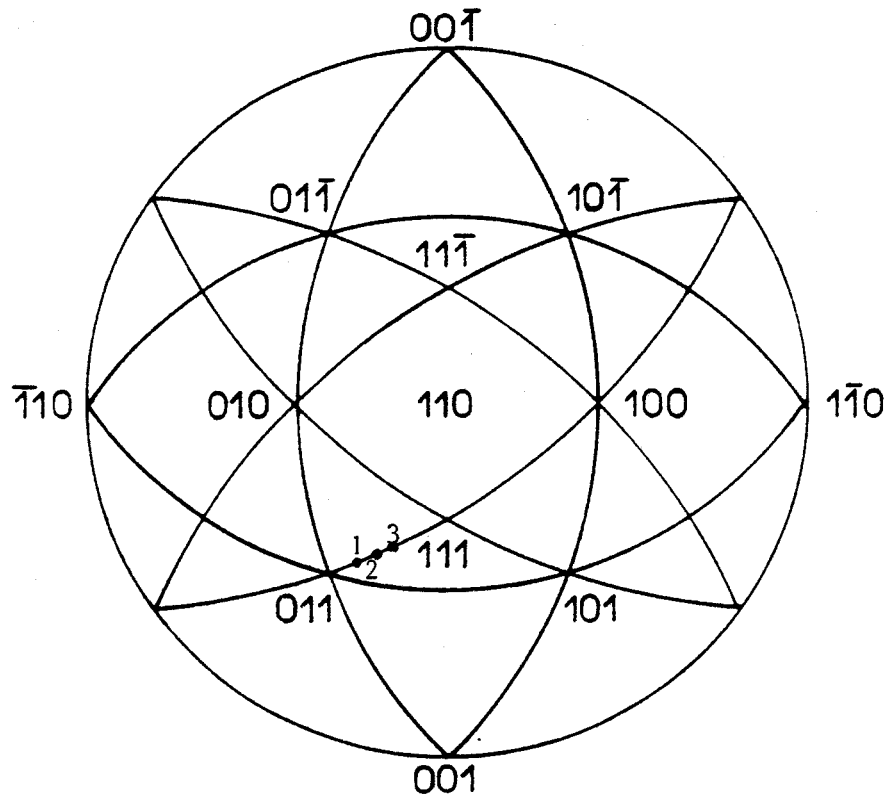


Figure 52 : Projection stéréographique sur le plan (110) montrant la variation du plan macroscopique de glissement avec la température ;
1 : T = 1450°C - 2 : T = 1500°C - 3 : T = 1570°C.

(figure 52). L'indétermination est levée quand on observe la face (110) de l'échantillon. En effet si l'on suppose un glissement dévié de {100} → {111} et vice versa, la trace macroscopique sur la face (110) doit faire avec l'axe de compression un angle compris entre 55° et 90°, correspondant respectivement aux angles que font sur la face (110) les traces des plans {111} et {100} avec l'axe de compression [110] ; or, on observe une direction moyenne à 40° de l'axe de compression. Celle-ci est compatible seulement avec un glissement dévié de {110} → {111}.

On trouve d'ailleurs comme plans "macroscopiques" de glissement, d'après les topographies de Berg Barrett, des plans {551} qui se trouvent bien situés entre des plans {110} et {111} sur la projection stéréographique de la figure 52.

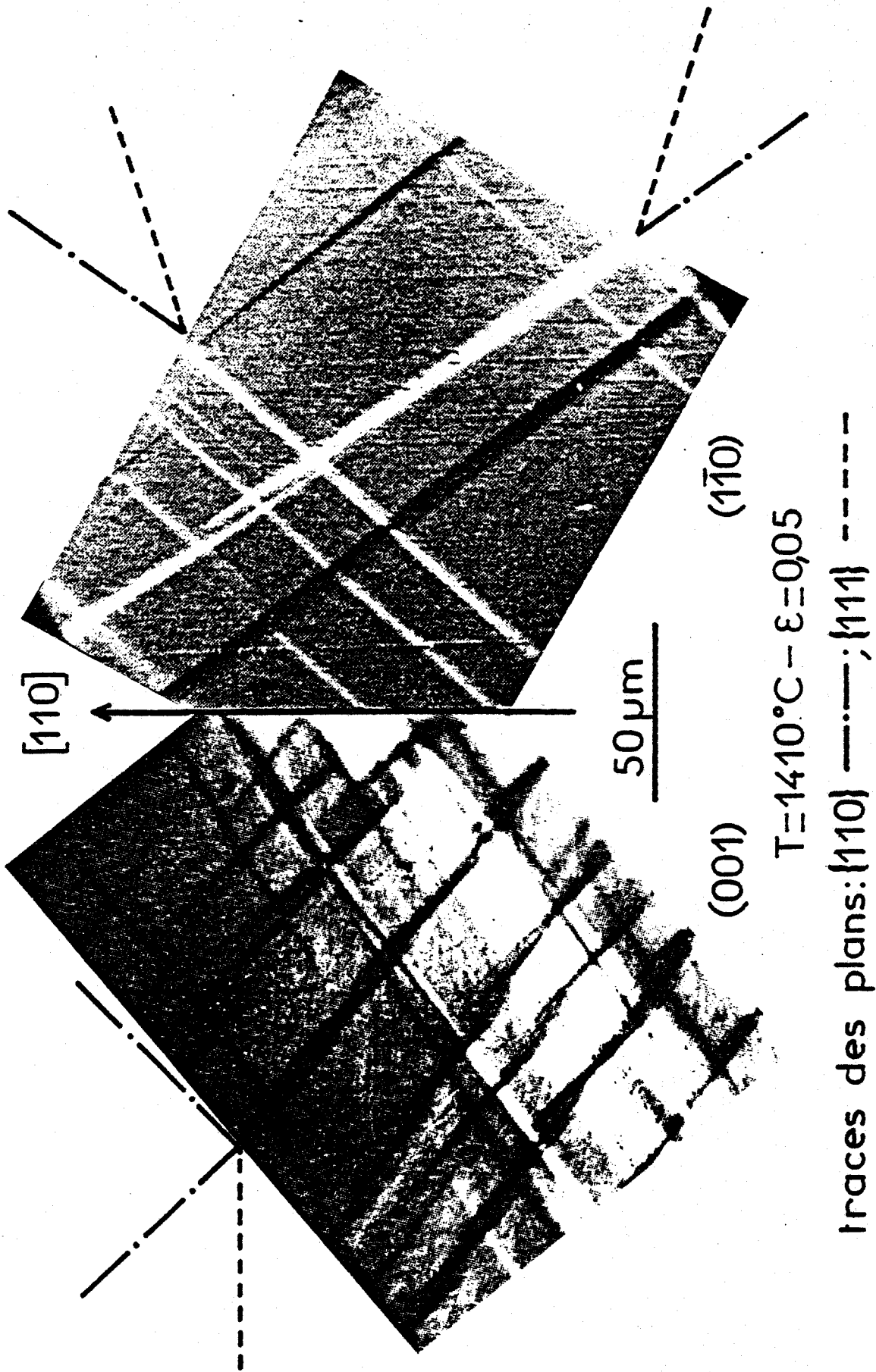


Figure 53 : Aspect des lignes de glissement sur un échantillon déformé de 5 % à 1410°C.



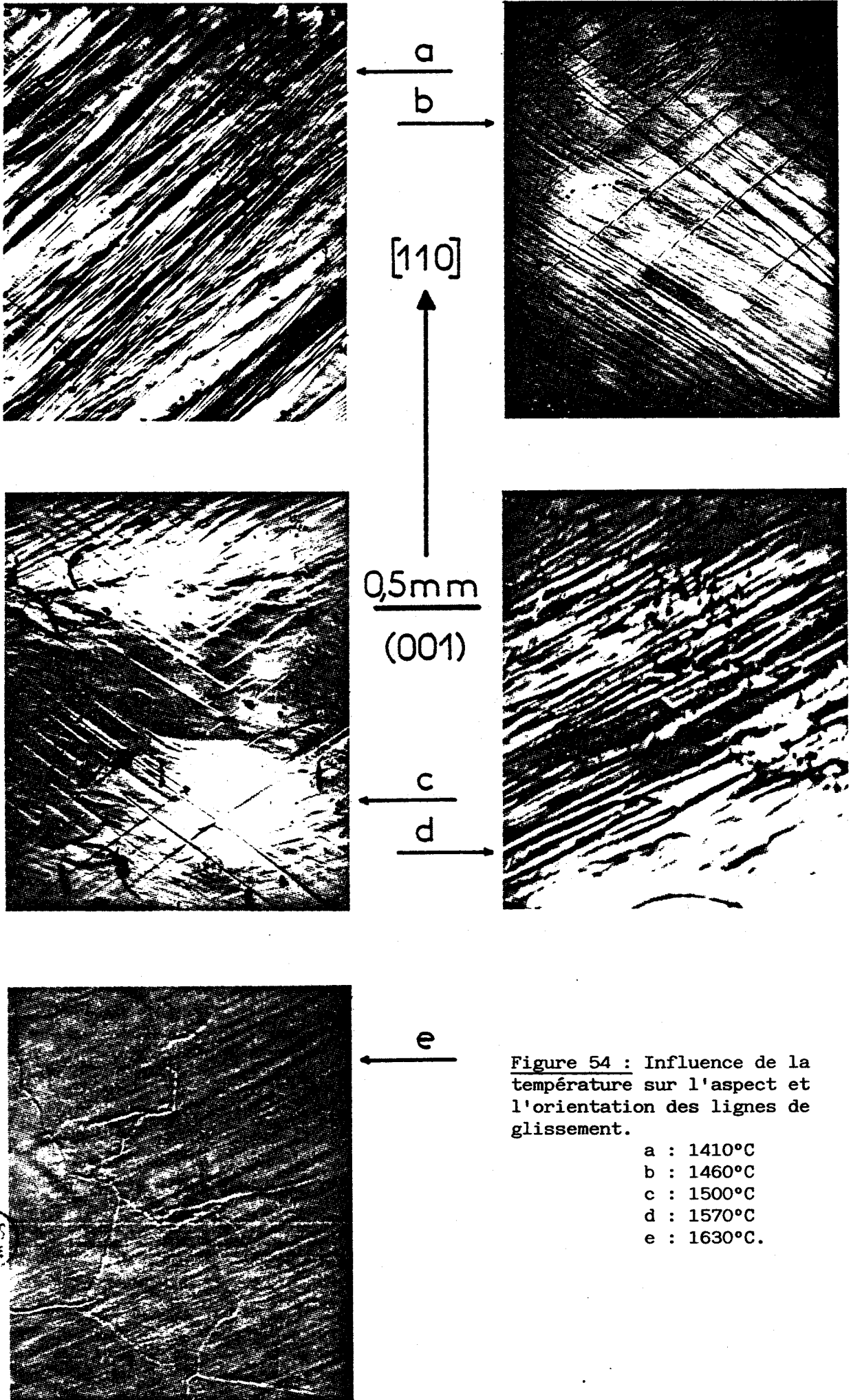


Figure 54 : Influence de la température sur l'aspect et l'orientation des lignes de glissement.

- a : 1410°C
- b : 1460°C
- c : 1500°C
- d : 1570°C
- e : 1630°C.

BHS
ELLE

β) Aspect des lignes de glissement en fonction de la température.

A basse température, dès que la déformation augmente, les bandes de glissement sont composées d'une juxtaposition de lignes de glissement correspondant aux plans $\{110\}$ sans toutefois pouvoir mettre en évidence de manière très nette les traces correspondant aux plans $\{111\}$ (figure 53). On est ainsi amené à supposer que les dislocations sont émises par quelques sources situées dans les plans $\{110\}$, ce qui a pour effet de faire passer beaucoup de dislocations dans la même lamelle et de produire ainsi des marches de glissement importantes pour les plans $\{110\}$. Le passage d'une de ces marches à la marche voisine se fait en empruntant une multitude de plans $\{111\}$. En d'autres termes, on a affaire à un glissement grossier dans les plans $\{110\}$ et à un glissement fin dans les plans $\{111\}$ ce qui correspond assez bien au "relief", visible sur les figures 53, entre deux marches voisines.

Au fur et à mesure que la température augmente il devient de plus en plus difficile d'observer des traces différentes pour les deux plans ; même une analyse fine ne révèle qu'une direction moyenne. Ceci signifie une fréquence de déviation de plus en plus grande. La figure 54 représente la face (001) d'échantillons déformés à diverses températures entre 1410 et 1630°C. On y remarque que l'angle entre la trace du plan de glissement et l'axe de compression augmente avec la température indiquant la contribution croissante du glissement $\{111\}$ avec celle-ci. On a porté sur la figure 52 les normales aux plans de glissement en fonction de la température.

γ) Nombre de systèmes de glissement activés

Quand on applique une contrainte selon une direction $[110]$ quatre vecteurs de Burgers peuvent participer à la déformation : $[011]$, $[101]$, $[10\bar{1}]$ et $[0\bar{1}1]$.

On constate à basse température ($T < 1500^{\circ}\text{C}$), tout comme pour l'orientation $[001]$, que seuls deux vecteurs perpendiculaires participent à celle-ci. On obtient un échantillon dont les têtes se sont déplacées en sens inverse, parallèlement à la direction $[\bar{1}10]$; il arrive également, si les têtes n'ont pas eu la possibilité de se translater, que la déformation, dans une partie de l'échantillon, résulte du glissement des dislocations de vecteurs de Burgers $[011]$ et $[0\bar{1}1]$ et dans l'autre partie, du glissement des dislocations de vecteurs de Burgers $[101]$ et $[10\bar{1}]$; l'échantillon a alors la forme présentée figure 55.

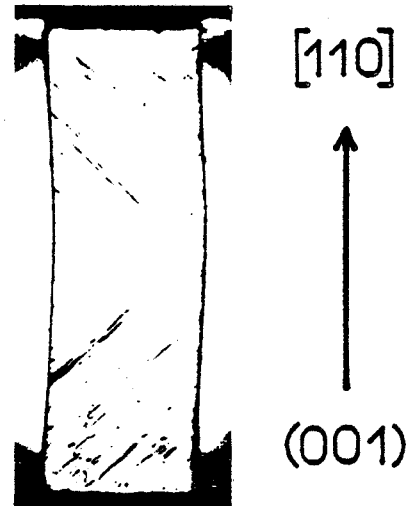


Figure 55 : Profil d'un échantillon déformé à 1410°C .

Celle-ci illustre bien l'impénétrabilité des systèmes de glissement à 120° à basse température.

A haute température les traces de glissement indiquent une participation à peu près égale des quatre vecteurs de Burgers possibles.

IV.2.3.4. Sous structure de dislocations.

Comme pour l'orientation $[001]$ nous allons nous intéresser à deux échantillons, l'un déformé à 1410°C , l'autre à 1570°C .

a) Echantillon déformé à 1410°C .

La sous structure de faible déformation vient d'être présentée au paragraphe précédent (figures 51a et b) et nous n'y reviendrons pas.

Evolution de la sous structure avec le taux de déformation.

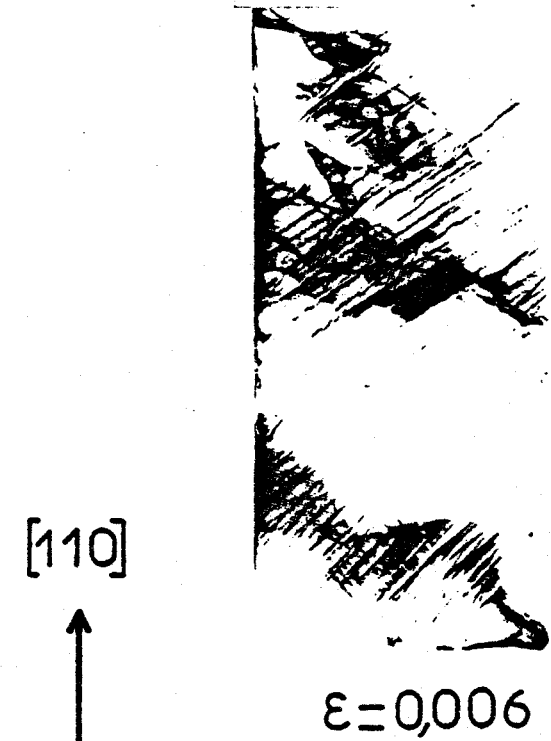


Figure 56

(001)-T=1410 °C

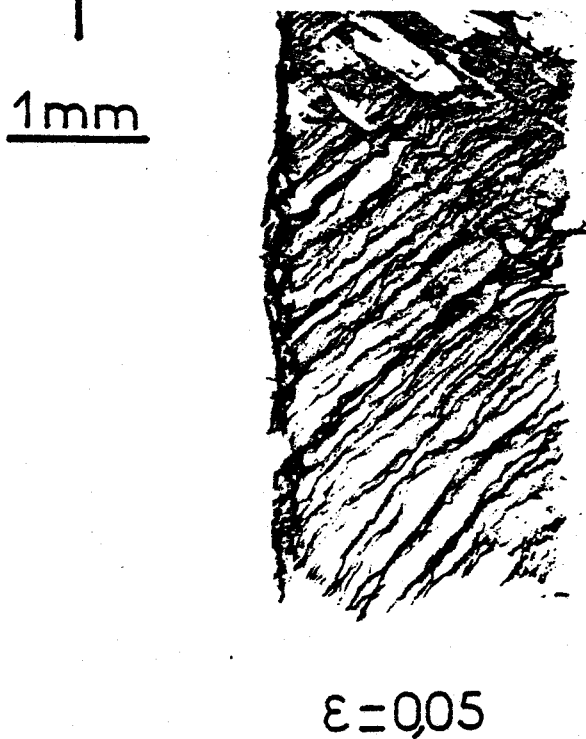
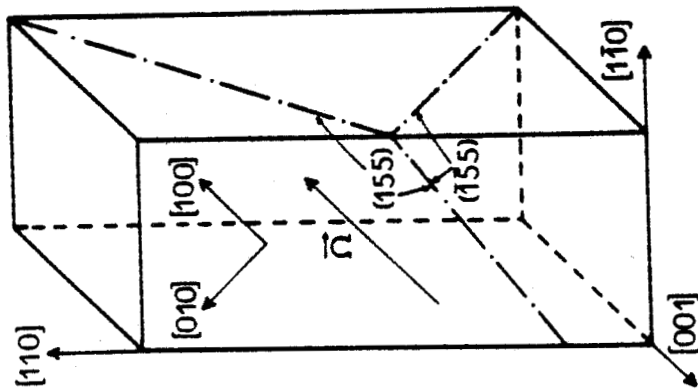


Figure 57





$$\begin{array}{l}
 \vec{g} = [404] \quad (001) \quad (1\bar{1}0) \\
 \vec{g} = [044] \quad \vec{g} = [0\bar{8}0] \\
 T = 1450^\circ\text{C} - \epsilon = 0,05 - \dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-6} / \text{s}
 \end{array}$$

Figure 59 : Détermination de l'axe de rotation des parois.

Figure 58 : Conventions d'orientation pour la détermination de l'axe de rotation des parois.

Dès que la déformation augmente légèrement ($\epsilon \sim 6\%$) les bandes de glissement remplissent entièrement l'échantillon (figure 56) mais on note déjà en certains endroits une tendance à la polygonisation.

A 5 % de déformation la polygonisation de glissement est présente partout. Le plan macroscopique des murs de dislocations est le même que celui des bandes de glissement (figure 57) montrant ainsi des conditions de polygonisation facile.

Nous avons déterminé, par analyse des contrastes des topographies de Berg Barrett obtenues pour différents plans réflecteurs, l'axe de rotation $\vec{\Omega}$ de la désorientation induite par ces murs. Nous présentons ici l'analyse faite sur un échantillon déformé à 1450°C pour lequel les contrastes sont plus nets que ceux observés à 1410°C.

La figure 58 indique les conventions d'orientation que nous allons utiliser. L'axe de compression est l'axe [110] et nous étudions les faces (001) et (1 $\bar{1}$ 0). Les plans des murs visibles sur les topographies sont (155) et ($\bar{1}\bar{5}5$); soit :

$$\vec{\Omega} = a [100] + b [010] + c [001]$$

* face (001) (figure 59a et b).

- $\vec{g} = [\bar{4}04]$; axe de déplacement : [101], axe d'orientation [010]. Les murs sont presque perpendiculaires à l'axe d'orientation et aucun contraste d'orientation n'est visible $\Rightarrow \vec{\Omega}$ n'a pas de composante sur [010] : $b = 0$.

- $\vec{g} = [044]$; axe de déplacement : [01 $\bar{1}$], axe d'orientation : [100]. Les murs, orientés parallèlement à l'axe d'orientation entraînent un fort contraste d'orientation $\Rightarrow \vec{\Omega}$ à une composante sur [100].

* face (1 $\bar{1}$ 0) (figure 59c).

- $\vec{g} = [0\bar{8}0]$; axe de déplacement [100], axe d'orientation [001]; quand deux parois se traversent on observe un

contraste de déplacement $\Rightarrow \Omega$ a une composante sur [100] en accord avec l'étude de la face précédente. Par contre peu ou pas de contraste d'orientation de part et d'autre des murs $\Rightarrow \vec{\Omega}$ n'a pas de composante sur [001] :
 $c = 0$.

$\vec{\Omega}$ est donc parallèle à [100].

D'autre part l'analyse des traces de glissement sur cet échantillon nous montre que seules les dislocations de vecteurs de Burgers [011] et [01 $\bar{1}$] ont participé à la déformation.

On a alors comparé, à l'aide de la formule de Frank (78, 79), avec les sous joints de polygonisation possibles à partir de ces deux vecteurs de Burgers induisant une désorientation parallèle à [100] ; l'ensemble est résumé dans le tableau IV.

Tableau IV

Sous joints sans contrainte à longue distance

Ω est l'axe de rotation du sous joint, v sa normale.

* sous joints constitués d'une famille de dislocations.

$$a : \vec{b}_1 = [011]$$

$$v = [011]$$

Ω : arbitraire dans le plan du joint

si le sous joint résulte de glissement pur alors

$$\Omega = [2\bar{1}1] \text{ pour le plan de glissement } (1\bar{1}1)$$

$$\Omega = [100] \text{ pour le plan de glissement } (0\bar{1}1)$$

$$b : \vec{b}_2 = [01\bar{1}]$$

$$v = [01\bar{1}]$$

Ω : arbitraire dans le plan du joint

si le sous joint résulte de glissement pur alors

$$\Omega = [\bar{2}11] \text{ pour le plan de glissement } (111)$$

$$\Omega = [100] \text{ pour le plan de glissement } (011)$$

* sous joints constitués des deux familles de dislocations :

$$\vec{b}_1 = [011] \quad ; \quad \vec{b}_2 = [01\bar{1}]$$

c) les dislocations sont toutes parallèles

$$v = [0 \ h \ k]$$

Ω : arbitraire dans le plan du joint.

d) les dislocations ne sont pas parallèles

$$\Omega = [100]$$

v : quelconque.

Les cas a, b et c représentent des sous joints de flexion et le cas d un sous joint mixte.

Si l'on s'en tient aux plans macroscopiques des joints que nous observons, $(\bar{1}55)$ et $(\bar{1}\bar{5}5)$, seul le cas de convient. Mais il est probable qu'à l'échelle microscopique les parois sont constituées par une suite de sous joints de flexion composés d'une famille de dislocations (cas a et b), semblables à ceux observés pour l'orientation $[001]$, réunis par des portions de sous joints mixtes fabriqués avec deux familles de dislocations (cas d) de même axe de rotation $[100]$; la figure 60 présente un schéma possible de ces joints.

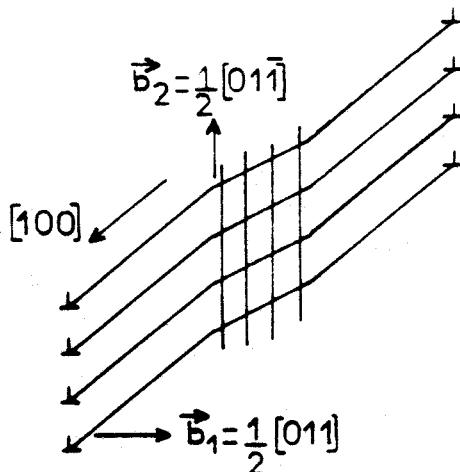


Figure 60 : Schéma possible des sous joints observés dans les échantillons déformés $[110]$.

β) échantillon déformé à 1570°C

La figure 61 reproduit les topographies obtenues sur les faces (001) et ($1\bar{1}0$) d'un échantillon déformé de 7 %. L'ensemble est assez homogène. On note cependant sur ces faces de très faibles contrastes à l'emplacement des traces de glissement.

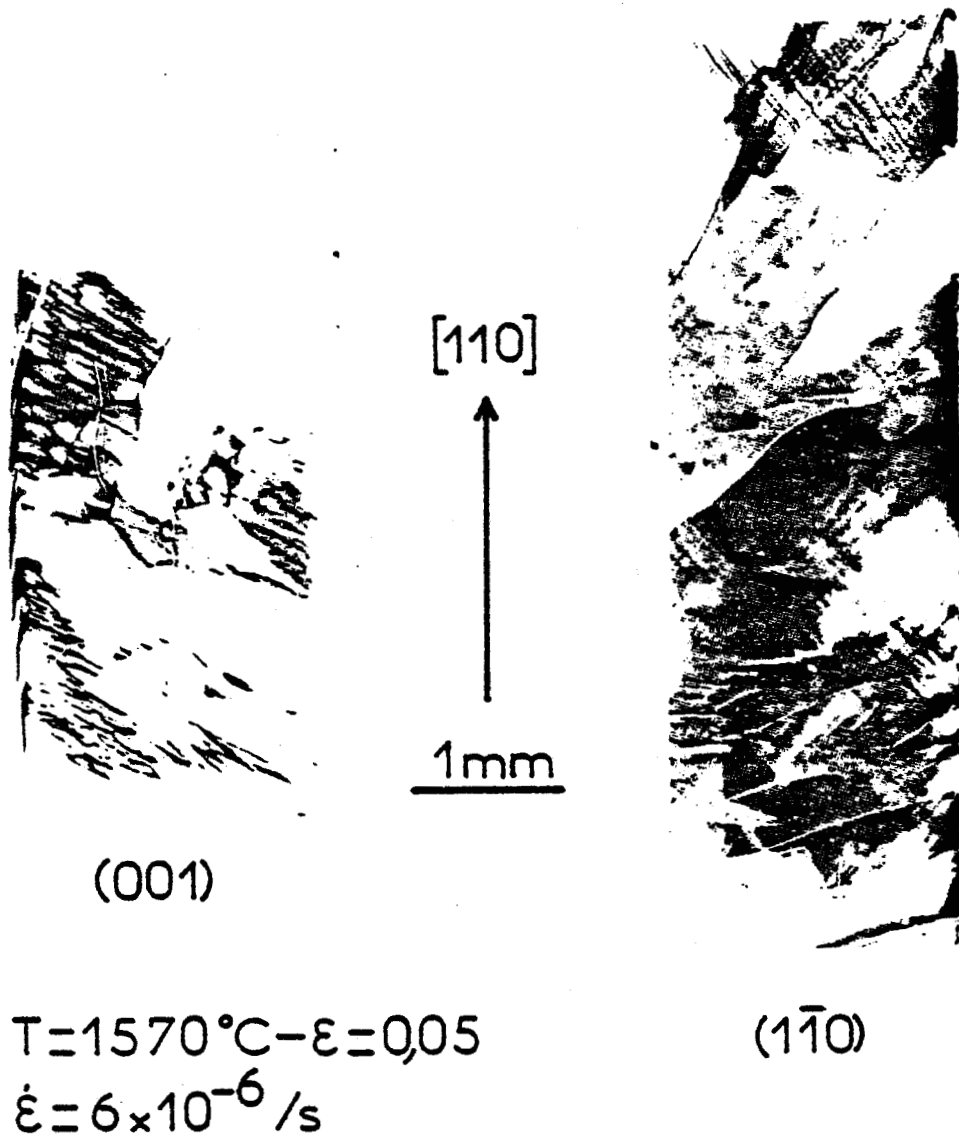


Figure 61 : Sous structure de dislocation obtenue à 1570°C face (001), $\vec{g} = [\bar{4}04]$; face ($1\bar{1}0$), $\vec{g} = [080]$.

Si la différence de sous structure entre deux échantillons déformés l'un en solution solide, l'autre dans le domaine biphasé se retrouve dans le cas présent, elle est toutefois moins marquée que dans le cas de l'orientation [001]

IV.2.3.5. Discussion

Le fait principal qui a été établi, pour cette orientation [110] de l'axe de compression, est l'existence d'un glissement dévié des plans {110} vers les plans {111} et vice versa et ce dès le début de la déformation.

Dans un premier temps, nous avons vérifié que les contraintes appliquées suffisent à faire glisser les dislocations aussi bien sur les plans {110} que sur {111}. La résistance au cisaillement sur ces plans est obtenue en projetant sur le système {110} < 110 > la limite élastique observée pour l'orientation [001], et sur le système {111} < 110 > la contrainte maximale atteinte lorsque la sollicitation est parallèle à [111] (ce dernier résultat ne donne évidemment qu'une limite inférieure de la résistance des plans {111} puisqu'on n'a pas mis en évidence de glissement macroscopique dans l'essai correspondant). La figure 62 com-

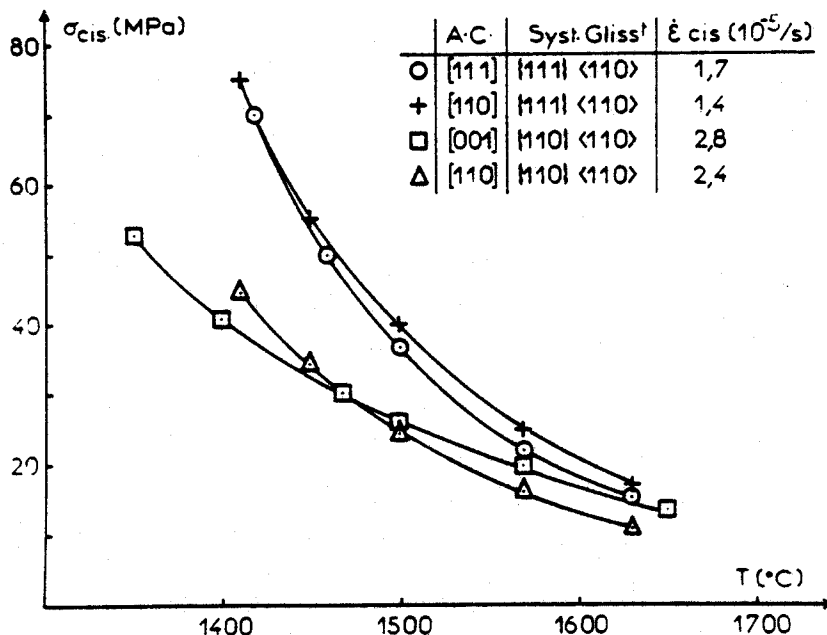


Figure 62 : Résistance au cisaillement, à la limite élastique, sur les systèmes {110} < 110 > et {111} < 110 > en fonction de l'orientation et de la température.

pare à ces valeurs, la contrainte appliquée à la limite élastique dans l'orientation [110], lorsqu'on la projette

sur le système de glissement correspondant, soit $\{110\}$ $\langle 110 \rangle$, soit $\{111\}$ $\langle 110 \rangle$,

Compte tenu de la précision de ces différentes mesures, l'ensemble des courbes indique clairement que dans le cas présent les contraintes suffisent effectivement à faire glisser les dislocations sur l'un ou l'autre des plans considérés.

Cette observation, ainsi qu'un certain nombre d'autres que nous allons détailler maintenant, nous font penser que les déviations observées semblent plus correspondre à un glissement aléatoire sur chacun des deux types de plans $\{110\}$ et $\{111\}$, qu'à des simples évitements d'obstacles au cours du glissement sur un seul de ces plans, comme cela se passe par exemple dans les métaux cubiques à faces centrées au début du stade III.

(i) les déviations sont observées en tout début de déformation à un stade où de nombreux obstacles au glissement sont improbables. La présence de précipités pourrait aussi être envisagée, mais nous ne pensons pas que ce soit le cas.

En effet la direction moyenne des lignes de glissement, à ce stade de la déformation, est la même que celle observée sur un échantillon déformé, à la même température, de plusieurs pourcent. Ceci suggère que les raisons de la déviation sont les mêmes quelque soit l'état de déformation. Or le glissement dévié existe aussi pour des échantillons déformés en solution solide (§ IV.2.3.3.β) bien au dessus de leur limite de stabilité, c'est à dire à une température à laquelle il est peu vraisemblable de trouver de tels précipités dans nos échantillons.

(ii) la direction moyenne des lignes de glissement est rectiligne.

(iii) cette direction moyenne est la même dans tout l'échantillon.

S'il est vrai que les déviations apparaissent lorsque, localement le plan sur lequel glisse la dislocation est moins favorisé que le plan de déviation, admettre que cette situation se produit devant un obstacle oblige à admettre dans notre cas, que la répartition de ces obstacles est régulière dans tout l'échantillon, ce qui semble peu réaliste.

Par contre, dans nos monocristaux de spinelle les dislocations peuvent se dissocier dans différents plans ; si pour la composition $n = 1,1$ les plans de dissociation sont bien définis en fonction du caractère de la ligne de dislocation, il n'en est pas de même pour la composition $n = 1,8$ (17).

Pour cette composition, les observations faites sur des dislocations ayant glissé sur $\{110\}$ montrent que le plan de dissociation et le plan de glissement sont distincts, et que les rubans de faute sont gauches. C'est une situation très différente de celle qui s'observe dans les métaux, les covalents, ou d'autres cristaux ioniques où la dissociation conditionne le plan de glissement et où les déviations nécessitent la recombinaison des partielles. Toutefois les observations présentes se rapportent essentiellement aux dislocations coin ; la structure de coeur des vis, probablement dissociée, n'a pas pu être déterminée.

On peut concevoir, par exemple, que le ruban de faute d'une dislocation vis fluctue d'une configuration favorisant le glissement $\{110\}$, et correspondant à une énergie de coeur de la dislocation $E(110)$, à une autre configuration favorisant, elle, le glissement $\{111\}$ et correspondant à une énergie dif-

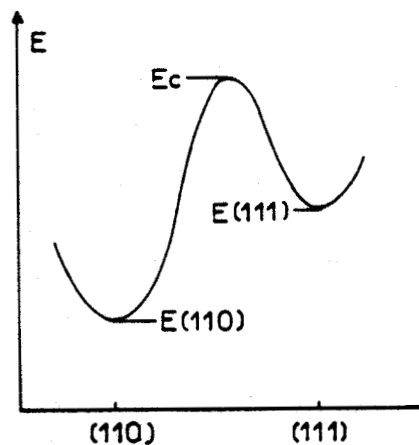


Figure 63 : Energie de coeur en fonction du plan de glissement.

férente $E_{(111)}$. Ces deux configurations sont séparées par un col d'énergie E_c (figure 63) qui représente les "contractions" nécessaires au changement de configuration, probablement beaucoup moins localisées que celles qui sont connues dans les métaux ou les cristaux covalents (17). Le temps moyen passé dans chaque configuration dépend évidemment des barrières d'énergies correspondantes et est proportionnel à :

$$\exp \frac{E_{col} - E_{plan}}{kT} .$$

On a donc :

$$t_{(111)} \propto \exp \frac{E_c - E_{(111)}}{kT}$$

et

$$t_{(110)} \propto \exp \frac{E_c - E_{(110)}}{kT}$$

En moyenne, à une température donnée, le rapport des temps passés sur chaque plan est constant : la direction moyenne des lignes est donc rectiligne. D'autre part quand la température augmente, le temps passé sur chaque plan diminue, c'est à dire la fréquence de déviation augmente comme cela est observé. Ce modèle permet aussi de rendre compte du caractère $\{111\}$ croissant du glissement quand la température augmente :

$$t_{(110)}/t_{(111)} \propto \exp \frac{E_{(111)} - E_{(110)}}{kT}$$

qui diminue effectivement quand T augmente si $E_{111} > E_{110}$.

Si ce mécanisme explique correctement l'allure assez rectiligne des lignes macroscopiques de glissement, il est évident qu'un certain nombre de problèmes reste encore à résoudre, concernant essentiellement l'étude théorique et expérimentale de la structure de coeur des dislocations, ainsi que la confirmation du modèle précédent qui feront l'objet d'une étude ultérieure.

Quant aux mécanismes qui contrôlent la déformation, la grande analogie qui existe entre les diverses

observations : courbes, sous structures et équation de déformation, faites sur des échantillons d'orientation [001] ou [110] suggère fortement que les mécanismes sont identiques pour les deux orientations ; c'est à dire que production de dislocations et déformation sont gouvernées par l'annihilation dans les parois que l'on observe à basse température, et à plus haute température, par l'annihilation en tout point de l'échantillon.

Examinons par exemple le cas d'un échantillon déformé à 1410°C parallèlement à [110] ; les conditions expérimentales sont les suivantes :

$$\sigma \sim 240 \text{ M Pa} \Rightarrow \sigma_m = 60 \text{ M Pa} , \quad D_0 (1680 \text{ K}) \approx 3.10^{-18} \text{ m}^2/\text{s}$$

la taille des cellules vaut environ $40 \cdot 10^{-6} \text{ m}$; la densité de dislocations ρ peut être estimée à 4.10^{12} m^{-2} ; cela correspond à la densité observée, pour des conditions voisines de température, contraintes de cisaillement et de montée, et taux de déformation, dans un échantillon déformé selon [001].

On déduit de l'équation [9] du chapitre III une valeur de la vitesse de montée :

$$v_m = \frac{4\pi \sigma_m}{-b \ln b\sqrt{\rho}} \frac{D_0 \Omega'}{k T} \approx 4,5.10^{-10} \text{ m/s} = 4,5 \text{ \AA/s}$$

soit une vitesse de déformation :

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho \left(\frac{L}{h} \right) v_m b \approx 2.10^{-5} \text{ s}^{-1}$$

en prenant $L = 20 \text{ }\mu\text{m}$; $h = \frac{1}{2\sqrt{\rho}} = 0,25 \cdot 10^{-6} \text{ m}$ et $\alpha = 0,25$ compatible avec la vitesse imposée $\dot{\epsilon} = 6.10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Il en serait de même pour un échantillon déformé à haute température.

IV.3. Discussion du chapitre et conclusion

L'étude de la plasticité de $MgO.1,8 Al_2 O_3$ nous a permis de mettre en évidence un certain nombre de faits :

(i) le plus important nous semble être l'observation de glissement dévié des plans $\{110\}$ vers les plans $\{111\}$ et vice versa, et pour la première fois, la mise en évidence sans ambiguïté de glissement $\{111\}$ pour cette composition, même si celui-ci n'a pu être isolé pour l'instant du glissement $\{110\}$.

A la limite élastique, le rapport des contraintes de cisaillement sur les plans $\{111\}$ et $\{110\}$, $\frac{\tau_e(111)}{\tau_e(110)}$ est au minimum de 1,6, cette valeur correspondant à un rapport $\frac{\dot{\gamma}(111)}{\dot{\gamma}(110)} \approx 0,6$.

(ii) on a montré pour les orientations $[001]$ et $[110]$ que la déformation à basse température ($T < 1500^\circ C$) résulte du glissement des dislocations à l'intérieur de cellules formées dès le début de la déformation, les parois de ces cellules s'avérant être de sérieux obstacles au glissement des dislocations ; l'annihilation par montée dans les parois permet la poursuite de la déformation. A haute température le glissement est encore actif mais la montée des dislocations, très active, détruit les germes de polygonisation.

(iii) pour un axe de compression $[111]$ la majeure partie de la déformation peut être décrite, quelque soit la température, par la seule montée des dislocations.

La montée des dislocations et le calcul de leur vitesse de montée jouent un rôle important dans les quelques modèles proposés. Or les valeurs expérimentales de l'énergie d'activation sont plus fortes que la valeur de l'énergie d'autodiffusion de l'oxygène que l'on peut admettre, l'oxygène étant supposée être l'espèce la plus lente qui contrôle la montée des dislocations. Dans la discussion qui suit nous dégageons un certain nombre de motifs pouvant expliquer cette divergence.

* La première cause de divergence réside dans la variation du module élastique avec la température, dont nous n'avons pu tenir compte faute de mesures expérimentales. Il est très vraisemblable que dans le domaine de température étudié, ce module décroît avec la température ainsi qu'il est observé dans d'autres oxydes (43, 80) pour des gammes de températures (T/T_f) équivalentes. Cette correction, toutefois, n'est sans doute pas suffisante pour ramener nos valeurs d'énergie d'activation à un niveau comparable à celui de l'énergie d'autodiffusion de l'oxygène, mais rien ne peut évidemment être affirmé avec fermeté.

* Une seconde cause possible est l'hypothèse faite lors du calcul de la vitesse de montée, que les dislocations sont des puits de lacunes parfaits qui absorbent celles-ci dès qu'elles arrivent sur la dislocation ; or rien ne prouve que nous avons le droit de la faire. En particulier dans le cas des cristaux ioniques, l'absorption ou l'émission par une dislocation de défauts chargés modifie localement la nature électrique du coeur et le passage d'une configuration à une autre par absorption de défauts peut correspondre à une dépense d'énergie qui contribue à l'énergie d'activation de la montée par un terme de cran.

Dans le cas de Na Cl par exemple, Poirier (70) a calculé que l'absorption d'une lacune de chlore par un cran neutre d'une dislocation coin d'orientation $< 100 >$ nécessite une énergie de 0,4 ev. Il ne serait donc pas étonnant d'obtenir dans notre cas des termes de cran de l'ordre de 0,6 à 1 ev. Ces énergies de cran, s'il en est ainsi, sont du même ordre de grandeur que celles avancées par Gaboriaud (43) pour l'oxyde d'Yttrium (0,5 à 0,8 ev).

Cette énergie dépendant d'une configuration locale peut varier suivant les types de dislocations et de plans de glissement considérés dans la mesure où les périodicités le long des lignes de dislocations varient avec l'orientation de l'axe de compression. En particulier la montée des crans d'une dislocation coin est géométriquement plus

compliquée pour un glissement {111} que pour un glissement {110} et nécessite probablement une perturbation périodique de la configuration de cran le long de la ligne (63).

Si l'énergie de cran intervient il faut en tenir compte dans le calcul de la vitesse de montée. Pour cela partons de l'expression de la vitesse de montée donnée au chapitre III :

$$v_m = \frac{D}{\ell + x} \frac{\sigma_m \Omega}{kT} \quad (64)$$

où x représente la distance entre crans et ℓ une longueur dépendant du problème de diffusion considérée, de l'ordre de quelques b dans notre cas.

La formation d'un cran nécessitant une énergie Q_c , x peut être estimé à : $x \sim \frac{b}{2} \exp \frac{Q_c}{kT}$ dans notre problème. En prenant des valeurs $Q \sim 0,6$ ev et $T = 1870^\circ K$ ($\sim 1600^\circ C$), on obtient $x \sim 20 b$.

Dans ces conditions la vitesse de montée serait environ vingt fois plus petite que celle que l'on a calculée précédemment et il en serait de même pour la vitesse de déformation.

Ceci n'est pas catastrophique, bien que l'accord entre nos modèles et l'expérience devienne moins bon surtout à basse température. Cependant les calculs faits à partir de la relation d'Orowan ne peuvent prétendre qu'à donner un ordre de grandeur en raison des nombreuses approximations qui y sont faites :

- densités de dislocations mesurées dans les zones relativement minces des lamelles observées (17) qui ne représentent peut être pas les zones plus épaisses.

- le volume Ω' représentatif de l'espèce qui diffuse,

- la valeur même du coefficient d'autodiffusion

- la géométrie du problème de diffusion.

Le facteur obtenu dans les vitesses de montée ne saurait donc être retenu sérieusement contre nos modèles.

A ce stade de la discussion il est intéressant de rappeler que quelques auteurs avant nous (81, 82) ont effectué la même démarche. A partir de leurs conditions expérimentales de déformation (ρ , σ , T , D) et de la relation d'Orowan, ils ont calculé dans le cas d'échantillons (Mg, Be, Be - Cu déformé selon l'axe \vec{c}) où le seul mode de déformation possible est la montée des dislocations (le glissement ne pouvant être invoqué pour expliquer des différences de vitesse) la vitesse de déformation qu'on peut espérer en supposant les dislocations comme des puits de lacunes parfaits. Bien qu'ils obtiennent dans ce cas un bon accord entre vitesse de déformation expérimentale et théorique, les énergies d'activation observées sont supérieures à l'énergie d'autodiffusion de l'espace la plus lente ; par contre s'ils introduisent une possible énergie de cran dans le calcul de la vitesse de montée, l'accord devient mauvais, le rapport $V_{\text{exp}}/V_{\text{th}}$ pouvant même dépasser 10^3 (82).

* Une troisième cause de divergence pourrait provenir du terme de sous structure dont la seule observation ne suffit pas à la déterminer complètement, en particulier du point de vue des dislocations mobiles.

* Enfin la quatrième cause, toute aussi valable que les précédentes est le manque d'information en matière de diffusion qui ne permet sans doute pas la comparaison précise de nos résultats avec le comportement du coefficient de diffusion effectif pour le transport de matière. Ce dernier est une combinaison pondérée des diffusivités des différentes espèces qui diffusent, diffusivités que nous connaissons mal. A commencer par le coefficient d'autodiffusion de l'aluminium. Si la valeur donnée par Whitney est correcte (53), et que l'on considère que c'est l'aluminium qui est prépondérant dans le coefficient effectif de diffusion, cela ne modifie pas notablement la valeur des vitesses de montée que nous avons estimées, et donne un meilleur accord entre énergie d'activation et énergie d'autodiffusion. Mais ce point ne peut être considéré comme suffisamment établi par les mesures.

Il est même possible d'envisager que les espèces diffusantes au lieu d'être les ions élémentaires, O^{2-} , Al^{3+} , Mg^{2+} soient des molécules neutres comme MgO ou Al_2O_3 . Des mécanismes de montée par transport de paires neutres de lacunes ont été présentés par Poirier (83) dans le cas du chlorure de sodium et Hurm (41) dans le cas de magnésie dopée par de l'aluminium.

Tout ceci montre la nécessité de développer les mesures de diffusion et la connaissance des défauts qui y sont attachés si on veut progresser dans la compréhension des mécanismes de déformation à haute température.

CHAPITRE V. - DEFORMATION PLASTIQUE A HAUTE TEMPERATURE

DE MgO.1,1 Al₂O₃.

Ainsi qu'il a été rappelé dans l'introduction, les cristaux équimolaires sont plus difficiles à déformer et beaucoup plus fragiles que les cristaux de composition $n = 1,8$. D'autre part si les monocristaux de MgO.1,8 Al₂O₃ élaborés par la méthode de Verneuil sont de grande taille et sans gros défauts, les "boules" de MgO.1,1 Al₂O₃ obtenues par cette même technique présentent de nombreuses fissures en général parallèles aux plans {100}. Ces défauts réduisent les possibilités d'orientation des échantillons si l'on désire réduire les pertes de matière à un minimum.

Pour ces raisons, nous n'avons principalement déformé, jusqu'à présent, que des échantillons d'orientations [001] et [110], à des températures supérieures à 1500°C pour les premiers et à 1600°C pour les seconds.

La différence essentielle entre ces deux orientations de l'axe de compression, telle qu'elle ressort de nos essais, se situe dans les modes de multiplication des dislocations.

Nous présentons en premier les essais réalisés sur les échantillons d'orientation [001] qui a été la plus étudiée, puis d'orientation [110]. Pour chaque orientation des essais de fluage et de déformation à vitesse constante ont été effectués.

V.1. Axe de compression [001]

V.1.1. *Etude par fluage*

Les essais de fluage ont été réalisés dans les gammes de températures 1570 - 1730°C et de contraintes 90 - 180 M Pa.

V.1.1.1. Courbes de fluage

Quelques courbes de fluage sont présentées sur la figure 64. Plusieurs observations peuvent être faites concernant ces courbes :

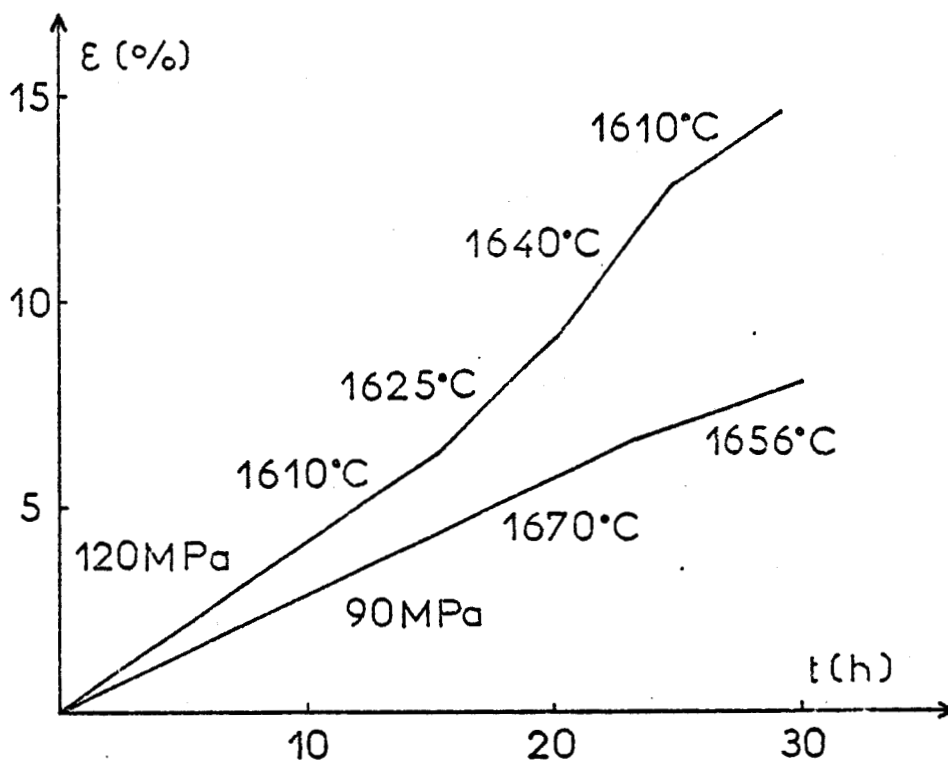


Figure 64 : Courbes de fluage pour l'orientation [001].

(i) elles ne présentent aucun fluage transitoire correspondant à une décroissante initiale de la vitesse de fluage.

(ii) Ces courbes sont linéaires. Obtenues à charge nominale constante, elles correspondent en fait à contrainte constante à des déformations légèrement accélérées et ce que nous observons n'est en fait qu'un fluage quasi-stationnaire.

(iii) La reproductibilité des essais est faible. Les vitesses ne sont reproduites, dans des conditions identiques d'essais, qu'à un facteur deux en général.

V.1.1.2, Loi de fluage.

Les influences de la température et de la contrainte sur la vitesse de déformation ont été étudiées par la méthode des sauts de température et de contrainte plutôt qu'en comparant les vitesses de déformation obtenues au cours d'essais conventionnels en raison des points (ii) et (iii) du paragraphe précédent.

Les sauts de températures de $\pm 15^\circ\text{C}$, en général, effectués au cours du stade quasi permanent ont permis d'obtenir une énergie d'activation apparente $Q = 5,7 \pm 0,7$ ev ne semblant pas dépendre de la contrainte dans le domaine étudié (90 + 180 M Pa).

Un exposant de contrainte $m = 3,7 \pm 0,5$ a été obtenu par sauts de contrainte $\Delta\sigma = \pm 10$ M Pa.

On peut écrire la loi de fluage :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^{3,7} \exp - \frac{5,7 \text{ ev}}{kT} \quad \text{avec} \quad \dot{\epsilon}_0 \sim 10^{19} \text{ s}^{-1}$$

Cette loi ressemble beaucoup à celle qui a été établie pour des échantillons de même orientation [001] mais de composition $\text{MgO},1,8 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$ (paragraphe IV,1.3.). Les vitesses de fluage que l'on observe ici sont faibles, environ 50 fois plus petites que dans le cas $n = 1,8$ pour des conditions d'essais (T, σ) identiques, en raison seulement de la valeur beaucoup plus faible du terme préexponentiel $\dot{\epsilon}_0$ (10^2 à 10^3).

V.1.1.3, Mode de déformation

Après déformation les échantillons présentent une forme inhabituelle consistant en un barillet concave dans les deux directions $\langle 100 \rangle$ perpendiculaires à l'axe de compression, c'est à dire que la section droite des éprouvettes s'est plus élargie près des têtes qu'au centre. La figure 65 représente la forme obtenue après fluage à 1670°C sous 90 M Pa .

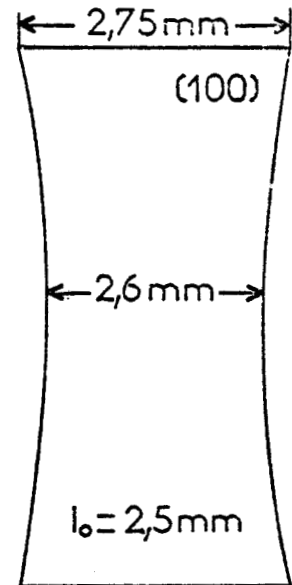


Figure 65 : Echantillon déformé à 1670°C présentant une forme en barillet concave.

On a vérifié, en mesurant à la microsonde le rapport Al/Mg en différents points des échantillons, que la composition est partout la même ; ainsi l'augmentation de section près des têtes ne provient pas d'une éventuelle diffusion de l'alumine des pastilles de saphir terminant les tiges poussoirs (paragraphe II.3.1.) dans nos échantillons. Leur forme concave est entièrement imputable au mode de déformation.

L'examen en contraste Nomorski des surfaces n'a pas permis de mettre en évidence de traces de glissement, même près des têtes.

Ce fait n'est pas en lui même d'interprétation immédiate. Par exemple une situation analogue existe pour des échantillons de composition $n = 1,8$, de même orientation, flués à 1550°C où aucune trace de glissement n'est observée bien que la forme extérieure en barillet convexe soit un indice certain du glissement plastique.

L'investigation de la sous structure apporte d'autres informations nécessaires à la compréhension du mode de déformation.

V.1.1.4, Sous structures de fluage

Si l'on veut pouvoir mettre en évidence un éventuel glissement en fluage, quelque soit le mécanisme envisageable, il faut se placer à des déformations très faibles. L'étude de la sous structure a donc été divisée en deux parties, correspondant d'une part aux faibles taux de déformation (2 à 3 %) et aux quelques minutes qui suivent l'application de la charge et d'autre part à des temps de fluage plus longs, de l'ordre de 20 heures et plus, et à des taux de déformation pouvant atteindre 20 %.

a) Sous structures de faible déformation.

Après 0,3 % de déformation, on observe par rayons X des sous structures très similaires sur les deux faces latérales des échantillons ; la figure 66 montre l'une d'elle. Des lignes perpendiculaires à l'axe de compression sont révélées par contraste d'extinction. Il est clair que ces lignes ne peuvent correspondre à un glissement de type $\{111\}$.

A ce stade la microscopie électronique (17) révèle de nombreuses dislocations coin parallèles aux directions $[100]$ et $[010]$, leurs plans de glissement sont les quatre plans $\{110\}$, également contraints, à 45° de l'axe de compression. De plus, ces dislocations sont dissociées dans le plan $\{110\}$ perpendiculaire à leur plan de glissement.

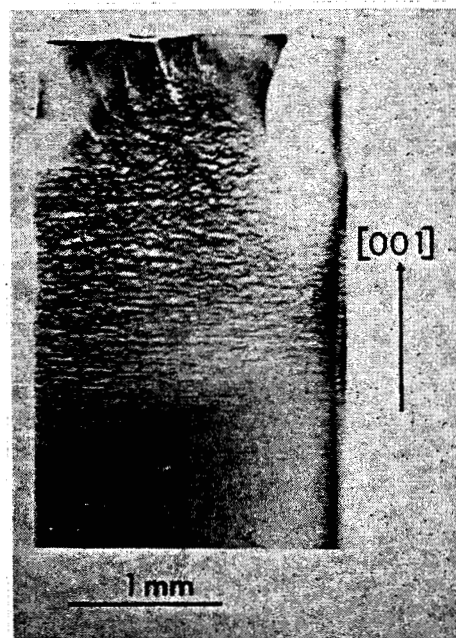


Figure 66 : face (010) d'un échantillon déformé de 0,3 % à 1570°C , $\sigma = 110 \text{ M Pa}$, $\vec{g} = [660]$.

Ceci suggère que la topographie présentée figure 66 représente les familles de dislocations parallèles à la direction $[100]$. Sur cette topographie représentative d'une épaisseur de quelques microns, les très courts segments de dislocations parallèles à la direction $[010]$ sont vues de bout et ne sont pas discernables des dislocations $[100]$ (011) qui elles au contraire sont parallèles à la face topographiée.

Par contre la face (100) montre la situation complémentaire, avec les dislocations coin d'orientation $[010]$ parallèles à cette face.

La densité de dislocations à ce stade de la déformation est de l'ordre de 10^{11} m^{-2} (14).

β) Sous structures de forte déformation.

Des topographies de Berg Barrett obtenues sur des échantillons déformés de 5 à 13 % (figure 67) sont

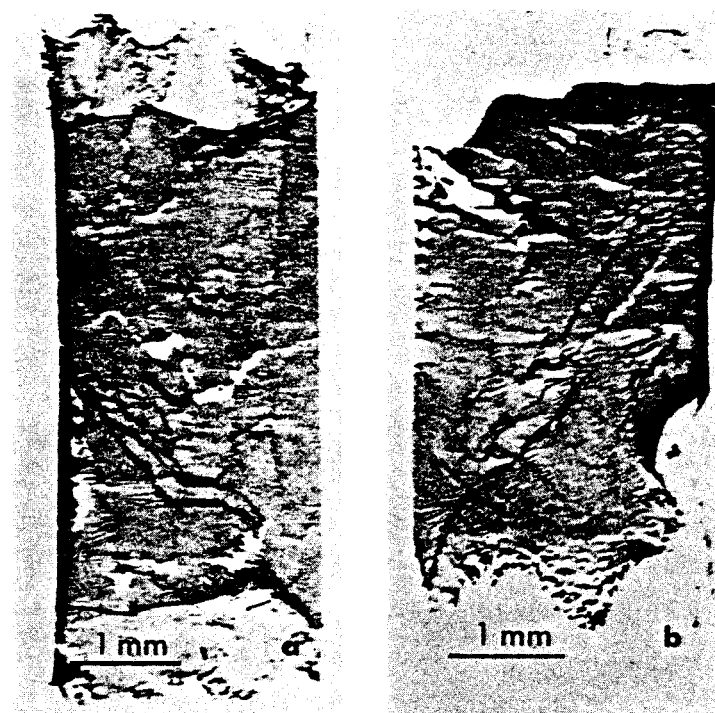


Figure 67 : Evolution de la sous structure de dislocation avec la déformation :

$\sigma = 120 \text{ M Pa}$, $T = 1610^\circ\text{C}$,
face (100) , $\vec{g} = [4\bar{4}0]$

a) $\epsilon = 5 \%$

b) $\epsilon = 13 \%$.

très semblables. Elles se caractérisent par l'absence de sous structure cellulaire à l'échelle de l'échantillon. Seuls quelques sous joints sont visibles, traversés par endroits par quelques lignes de contraste perpendiculaires à l'axe de compression. On n'observe pas non plus de feuillet de dislocations dans les plans {110} en zone avec l'axe de compression.

A l'échelle macroscopique, cette sous structure est donc très différente de celles obtenues, aussi bien à basse qu'à haute température, dans le cas des échantillons $MgO.1,8 Al_2 O_3$ de même orientation. Ceci suggère des modes de déformation différents pour les deux compositions.

A l'échelle de la dislocation on observe surtout des jonctions attractives (14) mais, même après 17 % de déformation, quelques longues dislocations coin sont encore présentes dans l'échantillon (15). Par analyse stéréographique (15) on trouve que ces dislocations coin ne sont plus dans leur plan de glissement mais dans leur plan de dissociation qui est dans le cas présent leur plan de montée. Enfin la densité de dislocations reste faible, de l'ordre de $10^{11} m^{-2}$ pour un échantillon déformé de 8 % sous 90 M Pa à 1640°C (14).

V.1.1.5. Interprétation des résultats

Indépendamment des résultats qui seront obtenus en déformation à vitesse constante, il est déjà possible de tirer un certain nombre d'enseignements de ces essais de fluage qui se comprennent assez bien si l'on envisage une déformation par montée des dislocations.

(i) les vitesses de fluage pour des conditions d'essais identiques, sont beaucoup plus faibles que celles observées pour la composition $n = 1,8$; cette différence ne peut être imputée à la diffusivité de l'oxygène qui semble peu sensible à la composition (50, 51).

(ii) On observe des dislocations coin se déplaçant dans leur plan de montée.

(iii) la forme extérieure des échantillons après déformation est compatible avec l'évaporation, par montée des dislocations coin, des demi-plans supplémentaires de type $\{110\}$ à 45° de l'axe de compression.

En effet, l'application d'une contrainte de compression stimule seulement l'évaporation des plans $\{110\}$ contraints, c'est à dire l'absorption de lacunes par les dislocations de type 1 (figure 68a) dislocations de vecteurs de Burgers $\vec{b} = \frac{a_0}{2} \langle 110 \rangle$ appartenant aux quatre systèmes $\{110\} \langle 110 \rangle$ à 45° de $[001]$. Ces lacunes ne peuvent provenir que de la condensation simultanée de plans non sollicités par la contrainte, c'est à dire de la montée des dislocations de type 2 dont la ligne appartient aux plans $\{110\}$ en zone avec l'axe de compression (figure 68a). Grilhé (84) a décrit

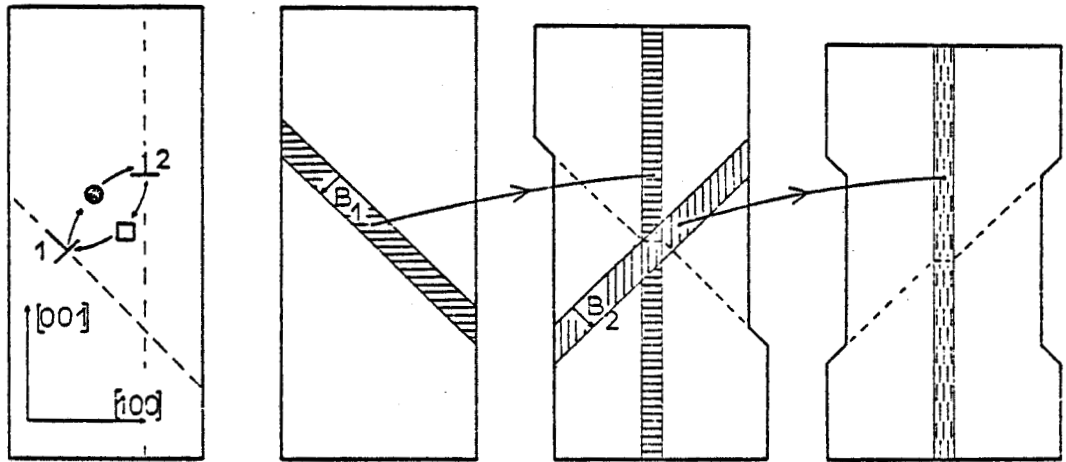


Figure 68 : Mécanisme de formation du barillet concave par échange de matière entre dislocations de type 1 et de type 2. (a)

- b) 1) On évapore par montée de dislocations 1 dans les plans (101) une épaisseur B_1 de plans (101) .
- 2) On déplace la partie supérieure de l'échantillon de B_1 par rapport à la partie inférieure et l'on répartit la matière enlevée en b_1 de manière uniforme.
On évapore par montée de dislocations dans les plans $(\bar{1}01)$ une épaisseur B_2 de plans $(\bar{1}01)$.
- 3) On déplace la partie supérieure de B_2 par rapport à la partie inférieure et l'on répartit la matière enlevée de b_2 de manière uniforme.

indépendamment le même changement de forme par un mécanisme analogue, la montée des dislocations de type 1 amincissant le centre de l'échantillon, tandis que celle des dislocations de type 2 élargit les têtes.

(iiii) Dans un mécanisme par montée de dislocations la formation d'une sous structure cellulaire est beaucoup plus difficile en général (difficultés de former des germes de sous joints).

(iiiiii) les vitesses de fluage obtenues peuvent être produites par la seule montée des dislocations.

Considérons un échantillon déformé à 1920°K sous une contrainte $\sigma = 90$ M Pa. Le facteur de Schmid de montée vaut ici 0,5 : soit $\sigma_m = 45$ M Pa

$$\rho \sim 10^{11} \text{ m}^{-2} \quad D_0 (1920 \text{ K}) = 10^{-16} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$$

On obtient de l'équation [9] du chapitre III une valeur de la vitesse de montée : $v_m = 75 \cdot 10^{-10} \text{ m/s} = 75 \text{ \AA/s}$ soit une vitesse de déformation :

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho v_m b \sim 2,2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1} \quad \text{avec} \quad \alpha = 0,5$$

pour une vitesse observée de $\sim 7 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$.

Nous pouvons donc schématiser le mode de déformation de la manière suivante :

- aussitôt après application de la contrainte les dislocations se propagent par glissement dans les quatre plans $\{110\}$ les plus sollicités par la contrainte.

- dès qu'une portion de dislocation atteint la position coin, elle se dissocie par montée.

- tout glissement ultérieur lui devient très difficile et après quelques millièmes de déformation il ne reste plus dans le cristal que ces dislocations coin.

- la montée devient alors un mode de déplacement plus facile que le glissement et la déformation se poursuit par montée.

V.1.2. Déformation à vitesse constante

La déformation à vitesse constante a été étudiée dans les domaines de température 1530 - 1630°C et de vitesse $0,56 - 2,8 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

V.1.2.1. Courbes contrainte - déformation

On a reproduit sur la figure 69 deux courbes

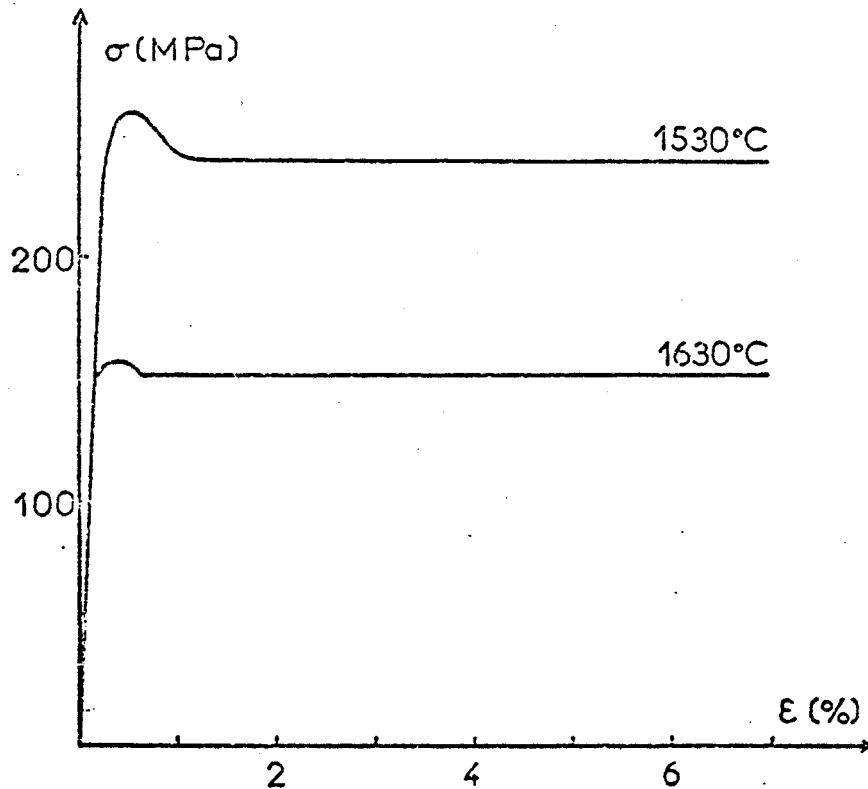


Figure 69 : Courbes contrainte - déformation pour l'orientation [001] ; $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

obtenues pour une vitesse de déformation de $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Ces courbes ressemblent beaucoup par leur allure à celles obtenues, dans la même gamme de température et pour la même orientation, pour la composition $n = 1,8$; la montée élastique est suivie d'un plateau à contrainte constante analogue à du fluage.

On remarque ici encore, que la déformation plastique est plus facile à vitesse imposée qu'en fluage d'un facteur trois environ, (figure 87) ; on pourrait dans le cas présent invoquer la dispersion expérimentale particulière des essais de fluage, que nous avons remarquée précédemment. Il semble pourtant que ce facteur trois soit représentatif d'une légère différence de mode de déformation.

L'analyse des paramètres d'activation qui suit, est basée sur l'hypothèse que la vitesse de déformation pendant le plateau à contrainte constante, suit une loi semblable à celles obtenues jusqu'à présent :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^m \exp \frac{-Q}{kT}$$

V.1.2.2. Paramètres d'activation.

A température donnée, la relation contrainte - vitesse de déformation a été étudiée par sauts de vitesse et essais de relaxation de contrainte, de la même manière que pour les échantillons MgO.1,8 Al₂O₃. On a porté sur la figure 70 (Log $\dot{\epsilon}$ - Log σ) les valeurs des vitesses de

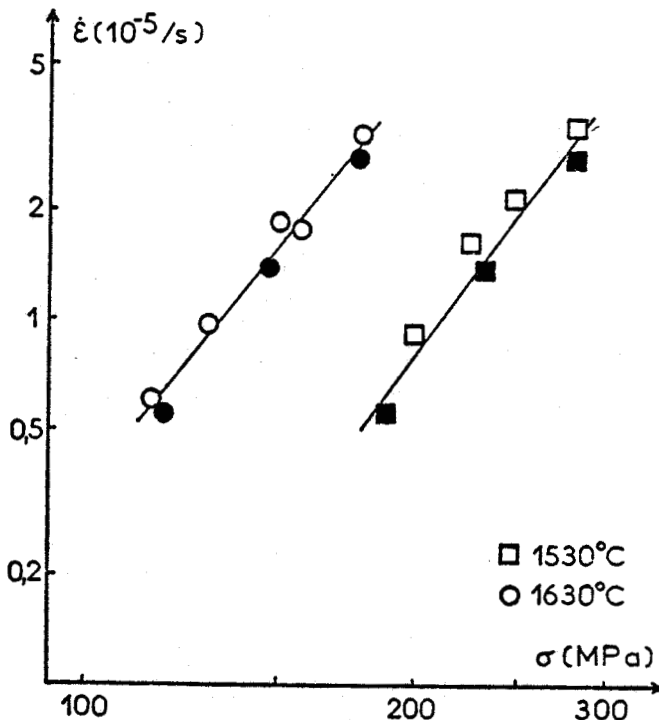


Figure 70 : Relation contrainte - vitesse de déformation, \circ : essais de relaxation, \bullet courbes $\sigma - \epsilon$.

déformation en fonction de la contrainte pour les températures 1530 et 1630°C. Les points s'alignant assez bien sur deux droites de pente $m = 4,1$ à 1530°C et $3,9$ à 1630°C.

On peut donc formellement écrire que la vitesse de déformation est liée à la contrainte par la loi :

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^4 \quad \text{entre 1530 et 1630°C et entre 120 et 280 M Pa.}$$

L'énergie d'activation apparente a été calculée en portant $\text{Log } \dot{\epsilon}/\sigma^4$ en fonction de $1/T$. On obtient pour celle ci une valeur moyenne de 5,4 ev peu différente de celle trouvée en fluage.

La différence de vitesses observée ici entre fluage et essais de déformation à vitesse imposée pour une même contrainte et température ne provient donc encore que du terme préexponentiel $\dot{\epsilon}_0$.

V.1.2.3. Mode de déformation

Si l'examen des surfaces des échantillons déformés à 1630°C ne permet pas de mettre en évidence d'éventuelles traces de glissement, il n'en est pas de même à 1530°C où celle-ci, assez nettes déterminent sans ambiguïté des plans de glissement de type $\{110\}$ (figure 71). Ces traces sont observées sur les quatre faces des échantillons indiquant ainsi que les quatre systèmes $\{110\} \langle 110 \rangle$ les plus contraints ont fonctionné. Les échantillons ne présentent toutefois pas la forme d'un barillet dans un sens ou dans l'autre. A 1550°C on observe encore des traces de glissement toujours de type $\{110\}$ mais avec un contraste plus faible (figure 72).

V.1.2.4. Sous structure de déformation

Seules sont présentées des sous structures correspondant à des déformations élevées,

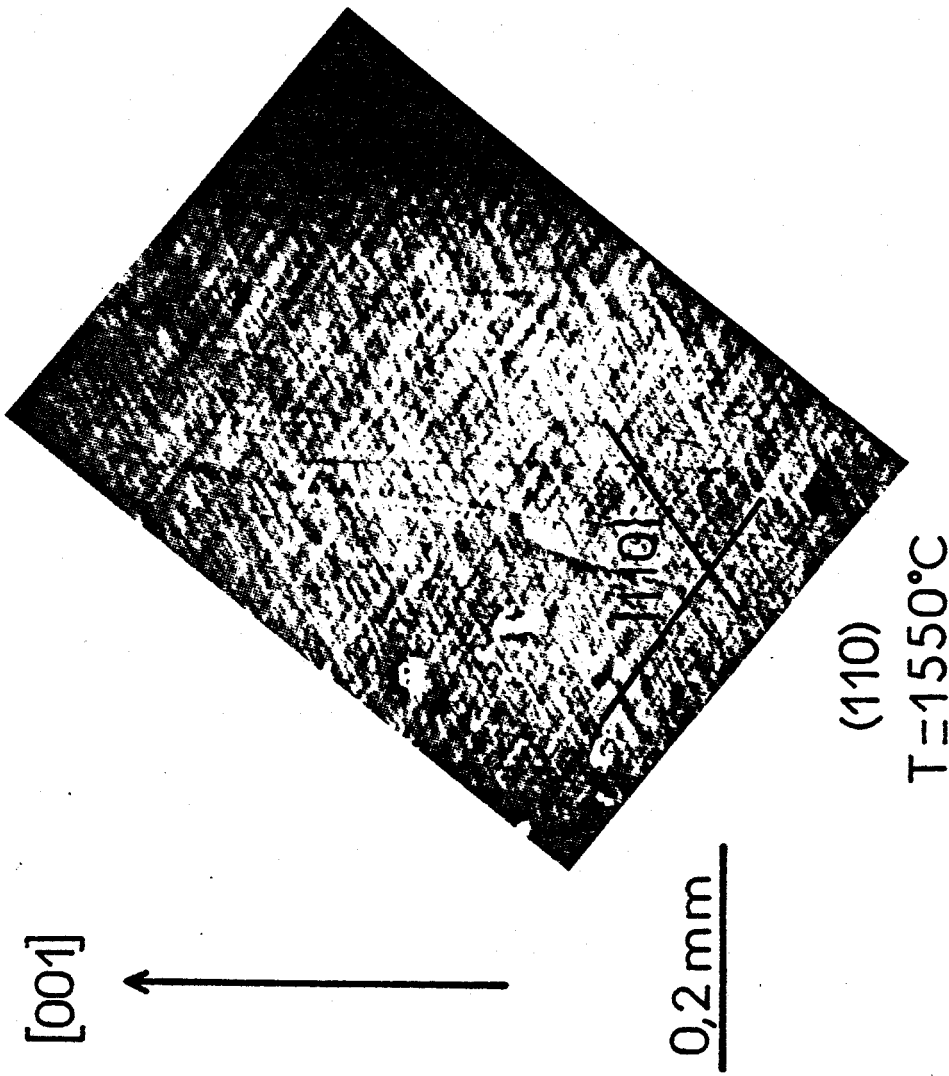


Figure 72

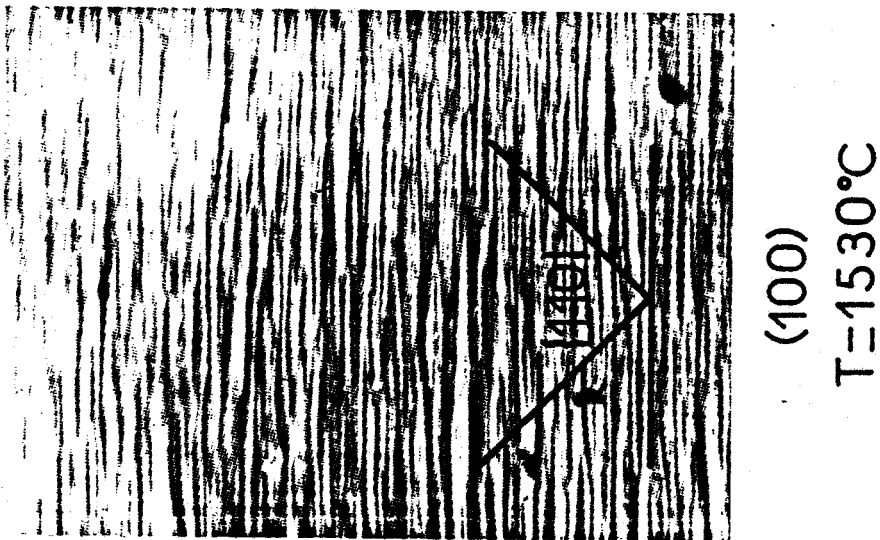


Figure 71

Aspect des lignes de glissement en fonction de la température $\epsilon = 0,07$.



La figure 73 présente deux topographies de la face (100) d'un échantillon déformé de 7 % à 1630°C, pour deux familles de plans réflecteurs différents. Le contraste d'extinction révèle deux types de lignes : des lignes perpendiculaires à l'axe de compression et des lignes à 45° de celui-ci. L'association de ces deux types de lignes avec celles observées sur la face perpendiculaire déterminent des plans {110}.

Ces topographies sont légèrement différentes de celles qui ont été obtenues dans des conditions de déformation similaires mais en fluage (figure 67).

Il est difficile de dire, actuellement si les traces observées représentent des émergences de plans de glissement ou des sous joints. On peut toutefois noter sur la figure 73b un léger contraste d'orientation autour des lignes parallèles à la direction [010] et il est probable que les dislocations soient rassemblées en murs de flexion très grossiers mais sur ce point il y a lieu d'être très prudent. La seule conclusion à peu près certaine que l'on puisse tirer de ces topographies est l'existence d'un glissement à 7 %.

La figure 74 présente deux topographies obtenues pour les mêmes conditions de réflexion que les précédentes mais pour un échantillon déformé à 1530°C, de 7 % également. Le contraste d'extinction est ici plus net que précédemment et révèle le même type de lignes. Sur la figure 74b, le contraste d'orientation, assez prononcé, autour des lignes parallèles à [010] permet d'affirmer que les lignes de contraste observées sont représentatives de sous joints. Il faut toutefois noter que bien qu'il y ait glissement la sous structure de notre échantillon n'est pas aussi "claire" que celle observée sur un échantillon de composition $n = 1,8$ déformé selon [001] vers 1400°C de plusieurs pourcent (figures 37c, d). Elle ressemble plus à celle d'un échantillon dont la déformation dans les mêmes conditions ($n = 1,8$; A.C. [001]; $T = 1400^\circ\text{C}$) aurait été arrêtée juste après le crochet de compression.

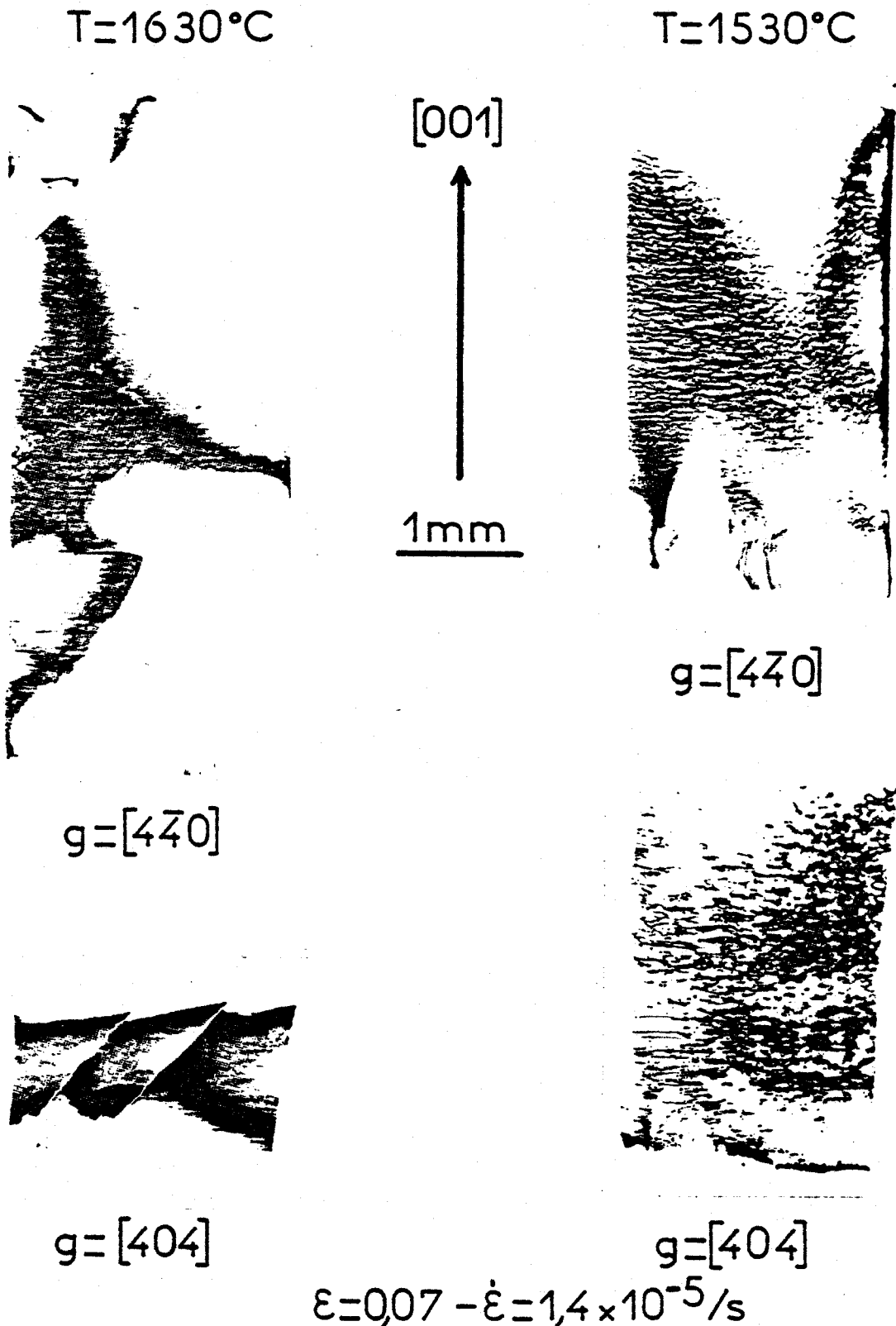


Figure 73

Figure 74



Influence de la température sur la sous structure; face (100).

Le nombre de systèmes de glissement $\{110\} \langle 110 \rangle$ mis en jeu dans les deux cas, égal à quatre, doit en être la raison essentielle.

V.1.3. Discussion des résultats obtenus pour l'orientation [001]

La déformation à vitesse constante a mis en évidence un glissement actif jusqu'à des déformations assez importantes (forme des échantillons après essai, sous structures). Ce glissement toutefois ne semble pas être un processus de déformation beaucoup plus rapide que la montée des dislocations.

Le glissement peut être de deux types :

- ce peut être tout d'abord celui des dislocations vis. Les dislocations coin se développent en effet par glissement des parties vis de boucles ; dans la mesure où la création de dislocations doit être quasi permanente il en est de même de ce glissement. On pourrait penser à priori que le glissement des parties vis ne doit pas beaucoup contribuer à la déformation de nos échantillons ; c'est là un point qui mérite d'être considéré avec attention et sur lequel nous reviendrons.

- le second type de glissement possible est celui des dislocations coin. Il y a plusieurs façons de l'envisager.

(i) on recombine les deux partielles avant glissement ; ce procédé fait intervenir la diffusion des trois types d'ions dans la mesure où la dissociation a lieu par montée. Il est clair en outre que les constriction nécessaires du ruban de faute ont une énergie absolument prohibitive, étant donné la largeur importante des rubans observés (100 Å).

(ii) on fait glisser les partielles sans les recombinaison. Celles-ci laissent derrière elles une faute d'énergie γ_g (figure 75). La contrainte nécessaire au glissement dans ce cas est de l'ordre de :

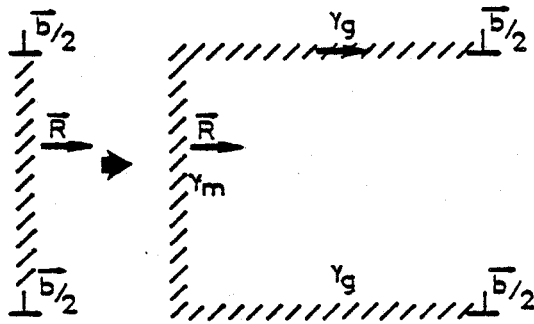


Figure 75 : Glissement des dislocations partielles et création de fautes de glissement pur.

$$\sigma \sim \frac{2 \gamma_g}{b} > \frac{2 \gamma_m}{b} \sim 700 \text{ M Pa pour } \gamma_m = 200 \text{ m J/m}^2$$

c'est à dire des contraintes très supérieures à celles qui sont utilisées ou nécessaires à la déformation dans nos conditions. Il n'est pas impossible que très localement la contrainte effective, sur une dislocation atteigne cette valeur, mais ce type de faute par glissement n'a jamais été observé dans nos échantillons. En conclusion ce mécanisme est peu probable.

iii) La troisième façon d'envisager le glissement des dislocations coin est analogue à la précédente, en ce sens que les partielles glissent séparément l'une de l'autre, mais en entraînant cette fois la faute de montée avec elles. Le déplacement de cette faute nécessite un réarrangement des cations sur la faute (17). Il dépend :

- du volume à réarranger
- de l'ordre à respecter
- de la diffusivité des cations.

Le déplacement de cette faute de montée, contrôlée par la diffusion cationique doit être lent ; c'est celle-ci qui va régir la vitesse de glissement des partielles.

Cette dernière façon d'envisager le glissement est la plus plausible, et semble le mieux pouvoir expliquer

la ductilité croissante de nos spinelles avec le rapport de composition n . Ce point sera discuté au chapitre suivant.

Le glissement des dislocations coin dissociées semble être peu probable pour la composition $n = 1,1$ au vu des observations faites au microscope électronique ; celles ci ne révèlent en effet la plupart du temps qu'un paysage où les dislocations sont hors de leur plan de glissement, même pour des conditions d'essais où la vitesse imposée est de l'ordre de 10^{-4} s^{-1} (13), c'est à dire environ 10 fois les nôtres. Un tel glissement doit donc être très difficile dans le cas présent et de toutes façons il n'est pas besoin de l'introduire pour expliquer la légère différence de comportement entre fluage et compression à vitesse constante.

Une simple variation de densité de dislocations, semblable à celle observée entre les deux types d'essai pour la composition $n = 1,8$ suffit à en rendre compte.

Nous avons admis pour expliquer les vitesses observées en fluage que la déformation provient de la montée pure des dislocations coin. La relation d'Orowan utilisée pour calculer la vitesse de déformation correspondante :

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho v_m \frac{L}{h} b \quad \text{a été réduite, en supposant } L = h, \text{ à}$$
$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho v_m b$$

(L est la distance parcourue par la dislocation et h celle qu'elle parcourt en montée).

Or la création d'une longueur L de dislocation coin nécessite le glissement sur cette même longueur de la partie vis d'une boucle. La déformation produite est identique à celle qui s'obtient en faisant glisser la longueur L de coin sur une distance égale à la longueur l de la partie vis ; dans ce cas la distance totale à utiliser pour évaluer $\dot{\epsilon}$ est :

$$L = l + h.$$

Que peut on attendre comme ordre de grandeur pour ces deux distances ?

Dans le cas de l'orientation [001] les parties vis sont sorties des échantillons et il est difficile de mesurer leur longueur ; par contre dans le cas de l'orientation [110], celles qui sont observées ont une longueur de quelques microns (17).

Il est d'autre part raisonnable de penser que la distance h parcourue en montée par une dislocation coin avant son annihilation vaut quelques $(\rho)^{-\frac{1}{2}}$ où ρ est la densité de dislocations ; pour $\rho = 10^{11} \text{ m}^{-2}$ $\rho^{-\frac{1}{2}} \sim 3 \text{ } \mu\text{m}$.

On voit donc que la déformation due au glissement des vis pendant la création des dislocations coin est loin d'être négligeable.

Il faut donc s'attendre dans ces conditions à ce que la partie de la déformation due au glissement augmente quand la densité de dislocations augmente, puisque h va diminuer.

C'est bien ce qu'on observe dans les essais à vitesse constante où les lignes de glissement deviennent de plus en plus nettes quand la température diminue.

Ceci explique aussi la différence observée pour une même température entre fluage et essais à vitesse constante. La densité de dislocations étant probablement supérieure (par extension des observations disponibles pour la composition $n = 1,8$), le glissement est plus actif dans ce dernier type d'essai ; ainsi les échantillons ne se mettent plus en barillet dans la mesure où le glissement des vis et la montée des coins tendent à donner des concavités inverses qui se compensent.

Si les sous structures obtenues au dessus de 1600°C s'expliquent bien par un premier stade de glissement de dislocations vis suivi par la montée des dislocations coin qu'elles ont engendrées, celles obtenues à 1530°C sont plus complexes et nécessitent encore des études ultérieures : en effet les topographies donnent l'impression d'une construction de sous joints par glissement de dislocations coin, ce

qui semble bizarre si aucun glissement de celles ci n'est possible : l'observation par microscopie électronique peut apporter des informations et est à faire,

En résumé nous proposons pour expliquer nos observations sur la compression $\langle 100 \rangle$ du spinelle $MgO.1,1 Al_2 O_3$ un modèle où la déformation résulte à la fois du glissement de dislocations vis dans les plans $\{110\}$ et de la montée des dislocations coin engendrées par le glissement des vis. Dans la mesure où la montée des dislocations coin est très lente par rapport au glissement des vis, la vitesse de déformation est proportionnelle à la vitesse de déformation induite par la montée des dislocations coin, dont elle diffère d'un facteur de l'ordre de trois ; ce que nous observons.

Nous concluons cette partie en faisant remarquer que le fait, pour cette orientation $[001]$, de trouver uniquement du glissement $\{110\}$ montre que le glissement sur les plans $\{111\}$ n'est ni unique, ni prépondérant pour cette composition contrairement à ce qui était supposé jusqu'à présent (6, 13).

Cette observation n'est pas en contradiction avec le reste de la littérature dans la mesure où toutes les orientations utilisées (6, 7, 13, 85) pour la composition équimolaire favorisaient le glissement sur les plans $\{111\}$; de ce fait celui-ci était le seul observable ; il a dès lors été considéré comme le seul glissement possible à partir de données trop limitées.

Les observations présentes impliquent déjà que le frottement de réseau sur les plans $\{111\}$ ne saurait être inférieur à celui des plans $\{110\}$ de plus de 20 %, en fonction des valeurs pertinentes du facteur de Schmid qui sont ici respectivement 0,41 et 0,50. En fait le frottement sur $\{111\}$ est supérieur à celui sur $\{110\}$, ou le glissement plus facile sur les plans $\{110\}$, comme l'étude de l'orientation $[110]$ le montre ci après.

V.2. Axe de compression [110]

Les échantillons orientés selon [110] se caractérisent par une très grande résistance à la déformation. Lewis (7) avait déjà noté ce point pour des cristaux équimolaires, ainsi que leur grande fragilité même à des températures supérieures à 1600°C.

Les résultats que nous obtenons mettent en évidence :

- un glissement des dislocations dans les plans {111}
- une grande difficulté à produire les dislocations mobiles aussi bien en fluage qu'à vitesse de déformation constante.

V.2.1. Etude par fluage

L'étude a été faite entre 1600 et 1660°C dans la gamme de contraintes 120 - 180 M Pa.

V.2.1.1. Courbes de fluage

Les courbes de fluage que nous obtenons sont caractérisées, sauf en tout début d'essai où l'on observe une diminution de vitesse juste après l'application de la contrainte, par une vitesse de fluage augmentant continuellement avec la déformation dans la limite de nos essais ($\sim 15 \%$) (figure 76).

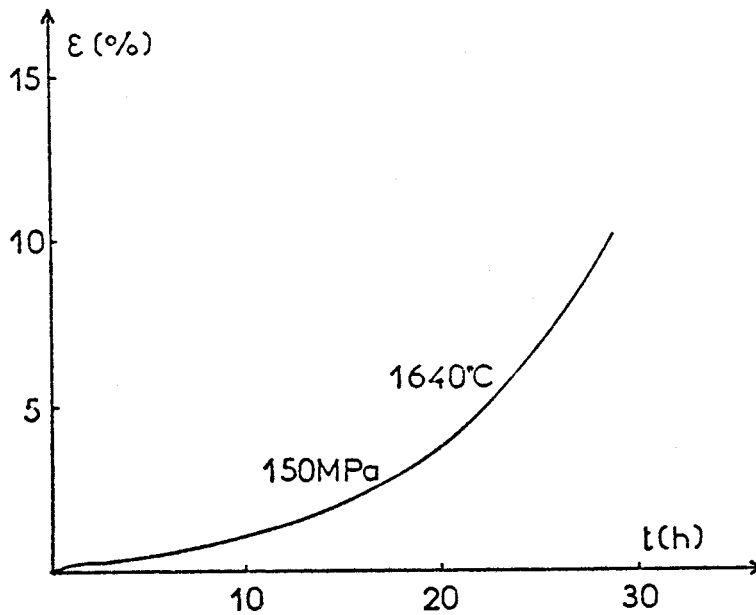


Figure 76 : Courbe de fluage typique de l'orientation [110], montrant une augmentation de la vitesse de fluage avec la déformation.

Cette allure de courbes de fluage est observée dans nombre d'autres matériaux aussi bien métalliques [Mg (81), Be (82)] que ioniques [LiF (86), Co O (87)], covalents [Ge, Si, InSb (88)] ou moléculaires [H₂O (89)]. Elle est caractéristique d'une densité de dislocations mobiles augmentant avec la déformation.

Dans de telles conditions, il est difficile de parler d'un stade permanent de fluage et les sensibilités de la vitesse de déformation à la contrainte et à la température ont été nécessairement étudiées par les techniques usuelles de sauts de température et de contrainte.

On trouve que la vitesse de déformation peut être reliée à la contrainte par une loi puissance :

$\epsilon \propto \sigma^m$ où m varie entre 2,6 et 3,6 dans les domaines de contrainte et de température étudiés mais ne semblant dépendre ni de l'une ni de l'autre.

Il en est de même de l'énergie d'activation apparente Q dont les valeurs obtenues sont comprises entre 5,7 et 6,6 ev.

Ces deux valeurs, de l'exposant de contrainte et de l'énergie d'activation, sont proches de celles obtenues pour l'orientation [001] ; elles suggèrent des mécanismes de déformation similaires, contrôlés par la montée des dislocations,

V.2.1.2. Mode de déformation

La forme d'un échantillon déformé dans cette orientation [110] est présentée figure 77. La face (110)

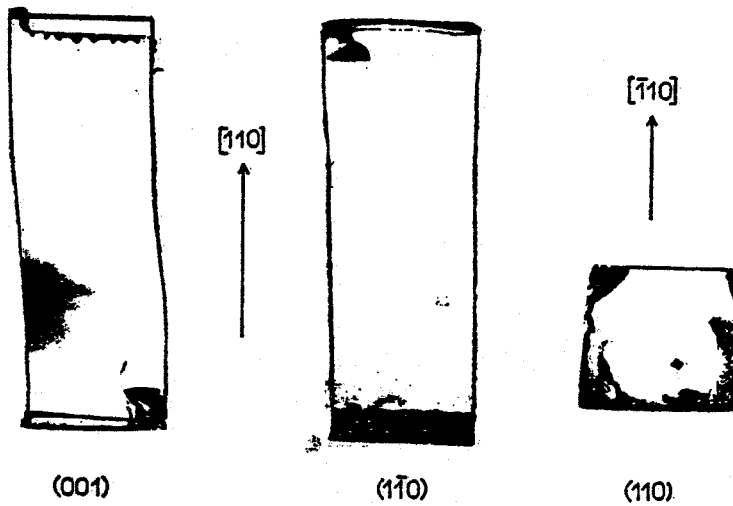


Figure 77 : Profil d'un échantillon déformé à 1630°C selon [110].

possède un plan de symétrie vertical alors que l'observation de la face (001) révèle un déplacement latéral relatif des têtes de l'échantillon, donnant ainsi une légère forme en S aux arêtes. Alors que quatre vecteurs de Burgers, se déduisant l'un de l'autre par symétrie par rapport aux plans (001) et (110) sont également sollicités par la contrainte (figure 78), une telle

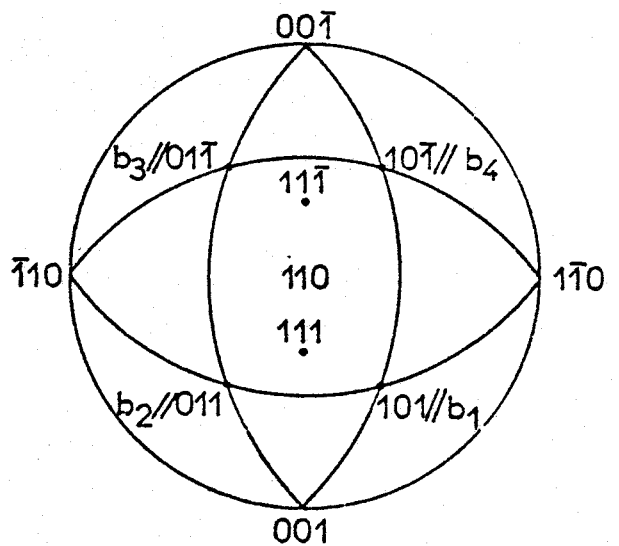


Figure 78 : Projection stéréographique sur le plan (110).

dissymétrie dans la forme des éprouvettes suggère que deux des vecteurs, b_1^{\rightarrow} et b_4^{\rightarrow} ou b_2^{\rightarrow} et b_3^{\rightarrow} , ont beaucoup plus contribué à la déformation que les deux autres.

De plus, les têtes des éprouvettes, de forme carrée à l'origine, sont devenues trapézoïdales (figure 77).

Aucune trace de glissement n'est visible sur les surfaces des éprouvettes après déformation.

V.2.1.3. Sous structures de déformation

(i) faible déformation

Tout comme pour l'orientation [001] la mise en évidence de glissement ne peut être espérée qu'en tout début d'essai.

Les topographies de Berg Barrett (figure 79)

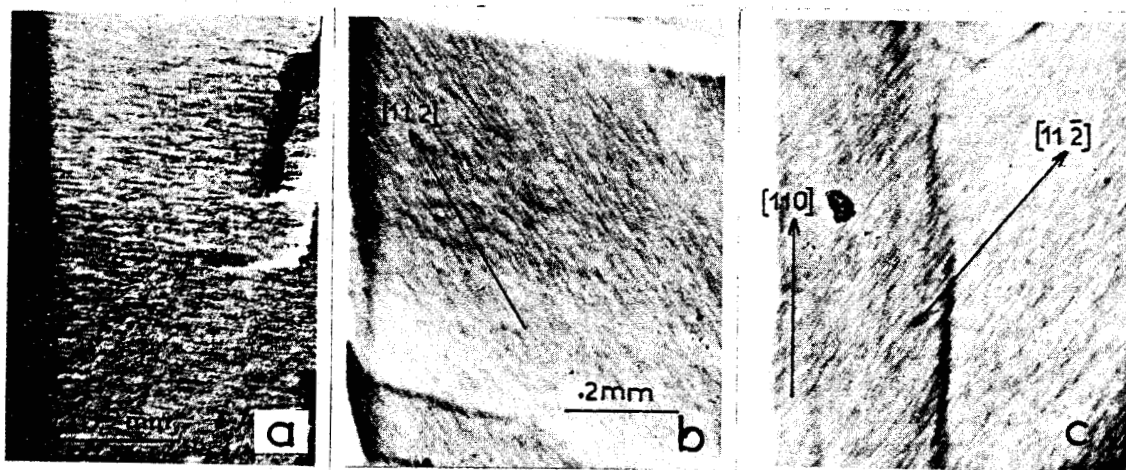


Figure 79 : Topographies de Berg Barrett sur un échantillon d'orientation [110], déformé de quelques ‰, montrant les traces des plans (111) et (11 $\bar{1}$) sur les faces (001) (a) et (1 $\bar{1}$ 0) (b et c).

obtenues sur un échantillon déformé de quelques pour mille à 1630°C mettent en évidence un glissement dans les deux plans {111} sollicités par la contrainte. Sur la face (001) on observe des traces perpendiculaires à l'axe de compression (figure 80a) et sur la face (1 $\bar{1}$ 0) des traces faisant avec

l'axe de compression un angle, après correction, de l'ordre de 55° et révélant des plans (111) ou ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) suivant la famille de plans réflecteurs utilisée (figure 79 b et c), On peut noter sur les topographies correspondantes que les angles entre l'axe de compression et les directions $[11\bar{2}]$ et $[112]$ n'est pas de 55° mais de 45° . Cette différence a pour origine les géométries des réflexions utilisées qui allongent l'échantillon parallèlement à la direction $[110]$ et diminuent de ce fait les angles entre cette direction et toute autre direction de la face ($\bar{1}\bar{1}0$).

La microscopie électronique (9) confirme le glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$ et révèle des boucles polygonales, dans les plans $\{111\}$, constituées de parties :

- coin : dissociées dans le plan $\{110\}$ perpendiculaire au plan de glissement et contenant la direction de la ligne,
- à 60° du vecteur de Burgers et dissociées dans le plan $\{100\}$ ou $\{113\}$ (17) contenant la ligne de dislocation,
- et vis dont le plan de dissociation n'a pu être déterminé.

La densité de dislocations est de l'ordre de 10^{11} m^{-2} .

Pour cette orientation aucune manifestation de glissement dans les plans $\{110\}$ n'est observée ; remarquons que le glissement $\{111\}$ est effectivement favorisé, le rapport entre les facteurs de Schmid des plans $\{111\}$ (0,41) et $\{110\}$ (0,25) étant 1,64.

(ii) forte déformation.

à forte déformation les topographies de rayons X (figure 80) révèlent une sous structure homogène sans contraste particulier,

à échelle microscopique (15) "la sous structure de dislocations peut être interprétée comme la superposition de quelques petites boucles polygonales formées par glissement et de longues dislocations coin ou à caractère 60° ". Là également l'analyse stéréographique faite sur les parties coin et à 60° des boucles montre qu'elles sont légèrement hors de leur plan de glissement et se trouvent dans leur plan de dissociation respectif. La densité de dislocations est égale à 2.10^{12} m^{-2} .

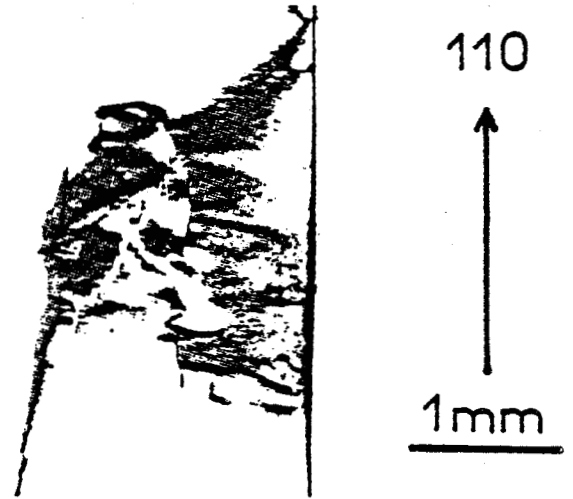


Figure 80 : Sous structure de dislocation après 10 % de déformation :
 $\sigma = 150 \text{ M Pa}$, $T = 1640^\circ\text{C}$;
face (001), $\vec{g} = [\bar{4}04]$.

V.2.1.4. Interprétation des résultats de fluage.

Comme pour l'orientation [001] les résultats expérimentaux qui viennent d'être présentés sont compatibles avec une déformation par montée de dislocations.

(i) les vitesses de fluage croissantes sont corrélées avec l'augmentation de la densité de dislocations, toutes mobiles par la montée;

(ii) la seule montée des dislocations donne des vitesses de déformation proches de celles qui sont observées :

Pour un échantillon déformé à 1910 K sous une contrainte de 150 M Pa on a $\sigma_m = 37,5 \text{ M Pa}$ (le facteur de Schmid de montée vaut 0,25).

$$D_O (1910K) \approx 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\dot{\epsilon} = 0,25 \% \quad \rho \sim 10^{11} \text{ m}^{-2} \quad (\S \text{ V.2.1.3,i})$$

la vitesse de montée déduite de l'équation [9] du chapitre III est :

$$v_m = 60 \cdot 10^{-10} \text{ m/s} = 60 \text{ \AA/s}$$

soit une vitesse de déformation par montée pure

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho v_m b \sim 10^{-7} \text{ s}^{-1} \quad (\alpha = 0,25)$$

Expérimentalement on observe une vitesse de fluage de $2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Après 10 % de déformation on a $\rho \sim 2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ (§ V.2.1.3.ii), la vitesse de montée est la même que précédemment ce qui donne : $\dot{\epsilon} \approx 2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ pour une vitesse expérimentale de $3 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Les ordres de grandeur des vitesses expérimentales et théoriques sont en accord.

(iii) la forme des échantillons après déformation (figure 77) peut être retrouvée si on la considère comme résultant de la montée des dislocations coin de vecteurs de Burgers $b_1^+ = \frac{1}{2} [101]$ et $b_4^+ = \frac{1}{2} [10\bar{1}]$, perpendiculaires entre eux (figure 79), dans les plans (101) et (10 $\bar{1}$).

Sur la figure 81 on a "déformé" par montée de dislocations coin dans les deux plans (101) et (10 $\bar{1}$) un échantillon d'axe [100] qui prend ainsi une forme en barillet concave dans la direction [001], les faces (010) restant planes. La forme de l'éprouvette d'axe [110] déformé selon le même mécanisme s'en déduit par intersection de l'échantillon d'axe [100] avec deux plans (1 $\bar{1}$ 0) pour les faces et deux plans (110)

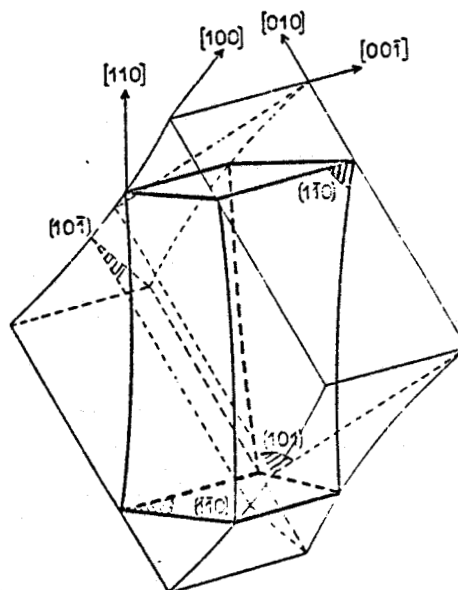


Figure 81 : Construction géométrique du profil d'une éprouvette déformé selon [110].

pour les têtes. On retrouve bien dans ces conditions la forme de l'échantillon de la figure 78, en particulier les têtes trapézoïdales et les faces $(1\bar{1}0)$.

Ce schéma très simple montre, dans la mesure où les formes des éprouvettes d'axes $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$, après déformation, se déduisent l'une de l'autre, la similarité des modes de déformation respectifs. Ces derniers sont incompatibles, en particulier, avec un glissement puisque les plan de glissement différent d'une orientation à l'autre.

Si les quelques arguments qui viennent d'être développés permettent d'attribuer la déformation à la montée des dislocations ils n'expliquent pas la multiplication au cours du temps.

Quels sont les renseignements que l'on peut tirer de nos expériences quant au mode de multiplication.

On a porté sur la figure 82 pour un échantillon

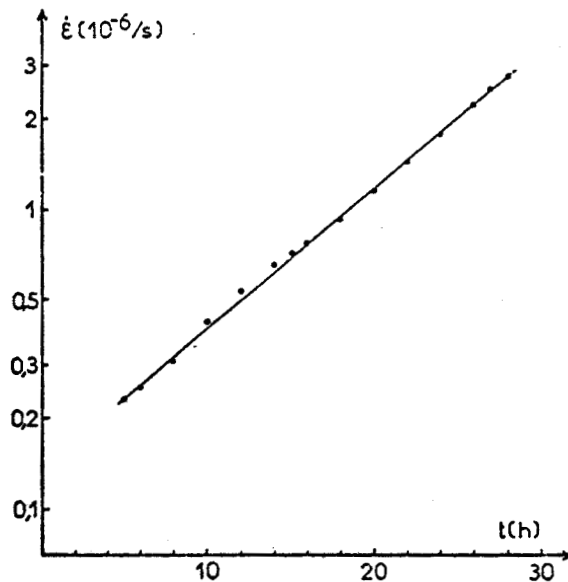


Figure 82 : Variation de la vitesse de fluage en fonction du temps pour un échantillon $[110]$ déformé à 1640°C .

déformé à 1910 K , la vitesse de déformation en échelle logarithmique en fonction du temps ; les différents points s'alignent sur une droite, permettant d'écrire une relation entre

la vitesse de déformation et le temps de la forme ;

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 e^{at} .$$

Vitesse de déformation et densité de dislocations étant liées par la relation :

$$\dot{\epsilon} = \alpha \rho v_m b$$

si on admet que la vitesse de montée reste constante au cours d'un même essai dans la mesure où la densité de dislocations varie peu, alors la densité de dislocations ρ varie elle aussi exponentiellement avec le temps.

Ce mode de multiplication des dislocations, analogue à celui observé lors du fluage sigmoïdal du silicium ou du germanium par exemple (88), signifie que la longueur de dislocations créée pendant un temps dt est proportionnel à la densité de dislocations présentes dans le cristal.

Dans notre cas deux modes de multiplication peuvent être envisagés :

- on développe par glissement dans les plans $\{111\}$ les boucles polygonales qu'on y observe (9), ce qui allonge les parties coin des boucles dans la mesure où celles ci ne glissent pas.

- On fait se mouvoir les segments coin et à caractère 60° dans leur plan de dissociation respectif (montée et glissement). Ceci allonge effectivement les boucles puisque de part et d'autre des segments vis le déplacement se fait en sens opposé.

Toutefois ces modes de multiplication conduisent en général à une densité qui augmente linéairement avec le temps (81). Il faut donc supposer que le nombre de sources augmente avec le temps.

Cette hypothèse est très raisonnable. En effet quatre vecteurs de Burgers (figure 79) sont sollicités par la contrainte ; ceci va favoriser la formation de jonctions attractives. On peut penser, que les arcs de dislocations ancrés à leurs extrémités sur ces jonctions vont se comporter comme des sources de Bardeen-Herring si la quasi totalité de la déformation se fait par montée. L'aire balayée par une dislocation va augmenter avec la déformation et également la probabilité de croiser une autre dislocation se déplaçant dans un plan sécant, de former une nouvelle jonction si les vecteurs de Burgers s'y prêtent et de créer ainsi une nouvelle source.

Ce mécanisme est bien sûr contrebalancé par l'annihilation de dislocations de signe opposé, mais on peut admettre que la densité de dislocation croît tant que la taille du réseau de dislocations n'est pas celle qui équilibre la contrainte appliquée.

Il faut s'attendre dans ces conditions à ce que la vitesse de fluage cesse de croître après un certain taux de déformation.

Il est nécessaire pour vérifier la présence éventuelle de ces sources de montée, d'observer à l'échelle du microscope électronique des lames {110} correspondant aux plans de montée des dislocations.

V.2.2. Déformation à vitesse constante

Si la déformation à vitesse constante a été peu étudiée pour cette orientation en raison des fortes contraintes nécessaires à la produire (450 M Pa à 1630°C) les quelques essais effectués confirment cependant les résultats obtenus en fluage quant à la difficulté de produire les dislocations mobiles et au mode de déformation.

On a reporté sur la figure 83 la courbe contrainte - déformation obtenue à 1630°C pour une vitesse de défor-

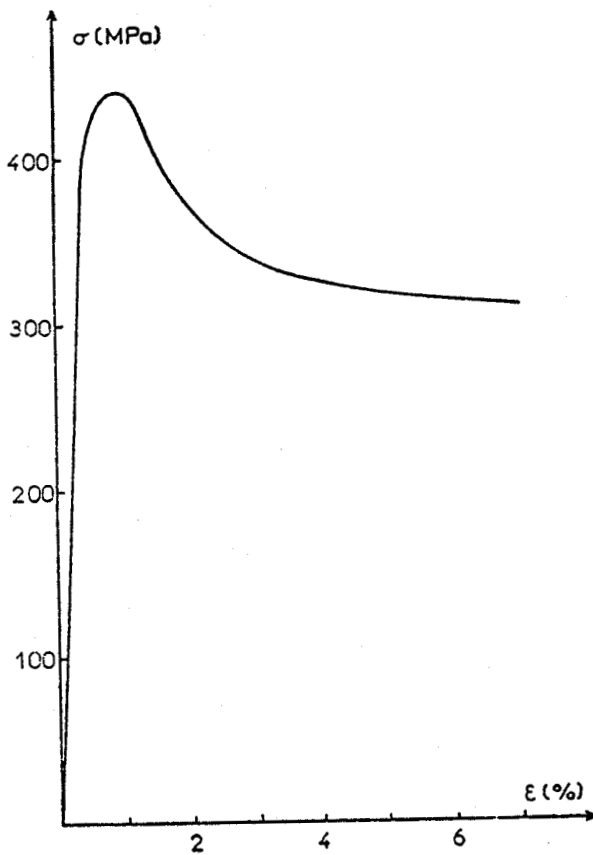


Figure 83 : Courbe contrainte déformation pour $T = 1630^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

mation de $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; celle-ci présente un crochet suivi d'une décroissance continue de la contrainte avec la déformation, vers une valeur asymptotique de l'ordre de 300 M Pa.

Contrairement à ce qui est généralement observé, le crochet est large et la vitesse de décroissance de la contrainte faible. Comme il est probable que la contrainte maximum corresponde qualitativement à un maximum de densité de dislocations, ainsi que l'a observé Donlon sur des cristaux équimolaires (85), ceci signifie une mobilité relativement faibles des dislocations.

Aussi, bien que ni la relation entre la vitesse de déformation et la contrainte d'un part, ni l'énergie d'activation apparente d'autre part, n'aient été évaluées et qu'ainsi le mécanisme d'activation ne puisse être précisé avec certitude, il est néanmoins vraisemblable que la défor-

mation à vitesse constante provient, comme en fluage, de la montée des dislocations. Plusieurs observations confirment cette hypothèse :

- Tout d'abord la forme des échantillons après déformation à vitesse constante est rigoureusement identique à celle obtenue en fluage et ne peut représenter une déformation par glissement.

Ensuite la sous structure de déformation (figure 84), observée par rayons X, est assez homogène et sans ligne de contraste bien marquée. Elle laisse toutefois supposer qu'une sous structure de polygonisation ait pu se mettre en place lors du crochet, au moment où la densité de dislocation dans l'échantillon est très importante ; ce point demande à être vérifié et approfondi.

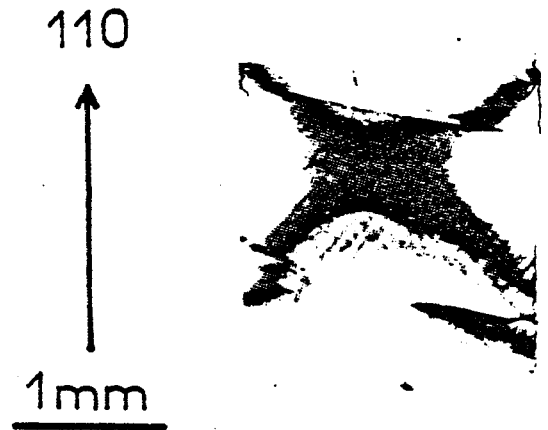


Figure 84 : Sous structure de dislocation à 7 % de déformation $T = 1630^{\circ}\text{C}$, face $(1\bar{1}0)$, $\vec{g} = 800$.

Enfin si l'on calcule la densité de dislocations nécessaire pour assurer une déformation par montée pure en tenant compte de nos conditions expérimentales :

$$T = 1903 \text{ K} ; \sigma = 300 \text{ M Pa} \text{ soit } \sigma_m = 75 \text{ M Pa} ;$$

$$\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1} \text{ et } v_m \sim 120 \text{ \AA s}^{-1} \text{ (cf. § 2.1.4.)}$$

on trouve : $\rho \sim 8 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ compatible avec la densité de $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ observée en fluage pour une contrainte moitié.

Tout ceci est cohérent avec une déformation par montée.

V.3. Discussion du chapitre et conclusion

L'étude de la déformation plastique d'échantillons monocristallins de spinelle $MgO, 1,1 Al_2 O_3$ a montré que quelque soit l'orientation de la contrainte choisie dans ce travail, [001] ou [110], la majeure partie de la déformation provient de la montée des dislocations. Elle a également mis en évidence un certain nombre de différences entre les deux orientations, en particulier dans les modes de multiplication des dislocations.

Le premier point est probablement la conséquence de la dissociation des dislocations, hors des plans de glissement dans les deux cas, qui leur rend tout glissement difficile. Par la suite, la similarité des paramètres d'activation (exposant de contrainte, énergie d'activation) et des formes des échantillons déformés (pouvant se déduire l'un de l'autre par simple construction géométrique) montre clairement la similitude des mécanismes de déformation, incompatibles avec le glissement dans le cas présent.

Mais les acquis les plus intéressants résident peut être dans les différences observées, différences ayant pour origine des phases préliminaires de glissement microplastique différentes.

Cette différence de plan de glissement dans la première phase de la déformation ($\{111\}$ pour un axe $\langle 110 \rangle$ et $\{110\}$ pour un axe $\langle 100 \rangle$) conditionne des modes de multiplication très différents.

La déformation par glissement est facile à produire pour l'orientation [001] : les parties vis des boucles semblent se mouvoir très facilement - celles ci n'ont jamais été observées dans les échantillons de microscopie électronique - ; ainsi la multiplication des dislocations coin, sessiles, dont la montée conditionne ensuite la déformation des échantillons, est très rapide. En conséquence on n'observe ni crochet sur les courbes contrainte - déformation, ni fluage accéléré.

La situation est par contre très différente quand les boucles se développent sur les plans {111}. Plusieurs facteurs viennent contrarier leur glissement.

Tout d'abord la partie vis des boucles est toujours visible dans les lames étudiées (17). Cette observation prouve que pour des contraintes de cisaillement équivalentes, les vis sont moins mobiles sur les plans {111} que sur les plans {110}, ou encore que le frottement de réseau sur les plans {111} est supérieur à celui des plans {110}. Le rapport entre ces deux valeurs n'est pas facile à déterminer. Nous l'avons estimé en comparant les limites élastiques macroscopiques résolues, mesurées sur les courbes contrainte - déformation, pour deux échantillons d'orientation [001] et [110] déformés à 1630°C à même vitesse (cf. figures 69 et 83) ; on obtient une valeur du rapport : $\frac{\tau_{(111)}}{\tau_{(110)}}$ de l'ordre de 1,6. Nous n'avons pas tenu compte ici de la légère différence de vitesses de cisaillement dans les différents plans ($\dot{\gamma}_{(111)}/\dot{\gamma}_{(110)} \sim 1,2$).

Le second facteur qui freine la multiplication, provient de la présence des dislocations à caractère 60°, dissociées hors de leur plan de glissement, et qui doivent considérablement ralentir la production, par glissement des boucles dans les plans {111}, des dislocations susceptibles ultérieurement de monter. Un procédé de multiplication par sources de Bardeen-Herring, ou par simple montée des boucles sessiles dans leurs plans de dissociation reste évidemment envisageable pour cette orientation.

La divergence existant entre nos valeurs d'énergie d'activation et celle de l'énergie d'autodiffusion de l'oxygène pose le même problème que celui qui a déjà été abordé pour la composition $n = 1,8$; il est donc inutile d'y revenir.

CHAPITRE VI. - DISCUSSION GENERALE

L'étude de la déformation plastique de monocristaux de spinelle $MgO, 1,1 Al_2 O_3$ et $MgO, 1,8 Al_2 O_3$ a confirmé la très grande différence de ductilité entre ces deux composés de structures très voisines.

Dans le but de mieux cerner l'influence de la composition et de mettre en évidence les particularités du glissement des dislocations dans nos spinelles, nous allons dans un premier temps comparer nos résultats à ceux obtenus par d'autres auteurs sur des monocristaux de spinelle de compositions différentes ($n = 3$ (1) et $n = 1$ (85)). Dans un second temps, nous comparons nos résultats de fluage à ceux des matériaux métalliques. Nous terminons cette discussion par l'influence de la limite de solubilité.

VI.1. Comparaison avec des spinelles d'autres compositions

VI.1.1. *Composition $n = 3$*

Nous nous intéressons tout d'abord aux résultats obtenus par Mac Brayer (1), qui a étudié, au cours d'essais de déformation à vitesse imposée dans la gamme : $1,67 \cdot 10^{-5} - 1,67 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ entre 1550 et 1850°C, la plasticité d'échantillons $MgO, 3 Al_2 O_3$.

Il a calculé des énergies d'activation apparentes et des exposants de contrainte à partir d'un modèle mathématique assez discutabile où il relie les valeurs τ_c des limites élastiques des courbes $\sigma - \epsilon$ à la température T et à la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ par :

$$\tau_c = a \dot{\gamma}^{b+\frac{c}{T}} e^{\frac{d}{T}}$$

Il obtient ainsi des énergies d'activation variant avec la température et la contrainte entre 3,2 et 8,3 ev,

Pour pouvoir effectuer une comparaison avec nos résultats, nous avons repris les courbes de Mac Brayer pour les orientations [001] et [110] et analysé les plateaux à contrainte constante de ces courbes de la même manière que précédemment.

Sur la figure 85 nous avons porté, pour chacune

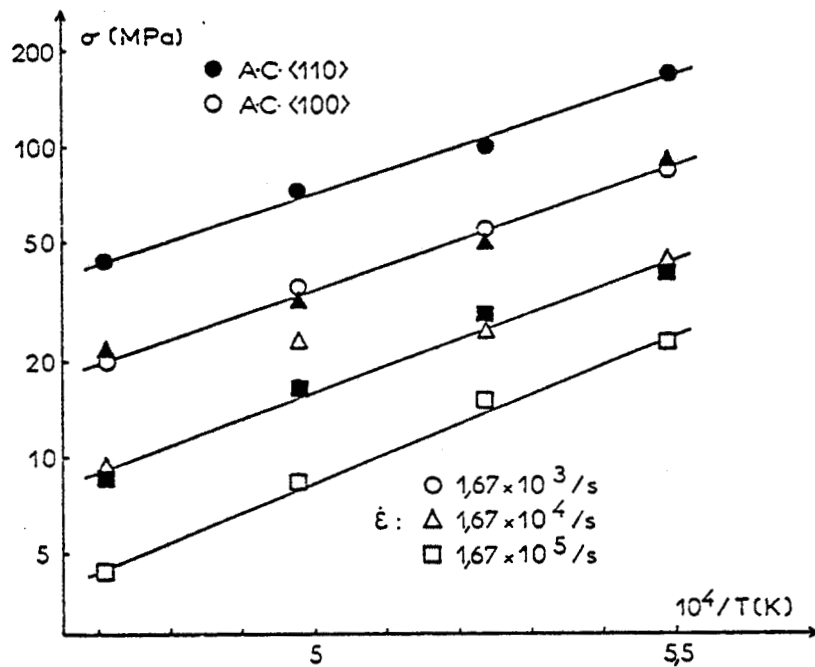


Figure 85 : Variation de la contrainte du plateau des courbes $\sigma - \epsilon$ en fonction de $1/T$ (d'après (1)).

des orientations considérées, la valeur de la contrainte du plateau en fonction de l'inverse de la température pour les trois vitesses de déformation utilisées par Mac Brayer.

A partir de ces courbes on obtient la valeur de l'exposant de contrainte m :

A.C. [001] : $m = 3,4 \pm 0,4$

A.C. [110] : $m = 3,2 \pm 0,4$

On en a déduit des énergies d'activation apparentes, calculées en portant $\text{Ln } \dot{\epsilon} / \sigma^m$ en fonction de $1/T$ (figure 86) :

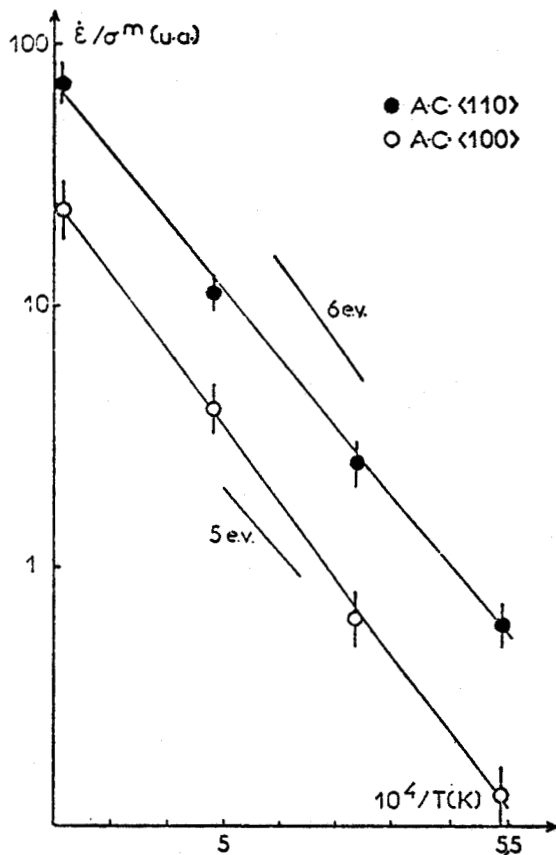


Figure 86 : Détermination de l'énergie d'activation apparente.

A.C. [001] : $Q = 5,7 \pm 0,8$ ev

A.C. [110] : $Q = 5,3 \pm 0,6$ ev

très comparables à ce que nous avons obtenu précédemment pour les compositions $n = 1,1$ et $n = 1,8$.

Nous avons rassemblé sur la figure 87 dans le

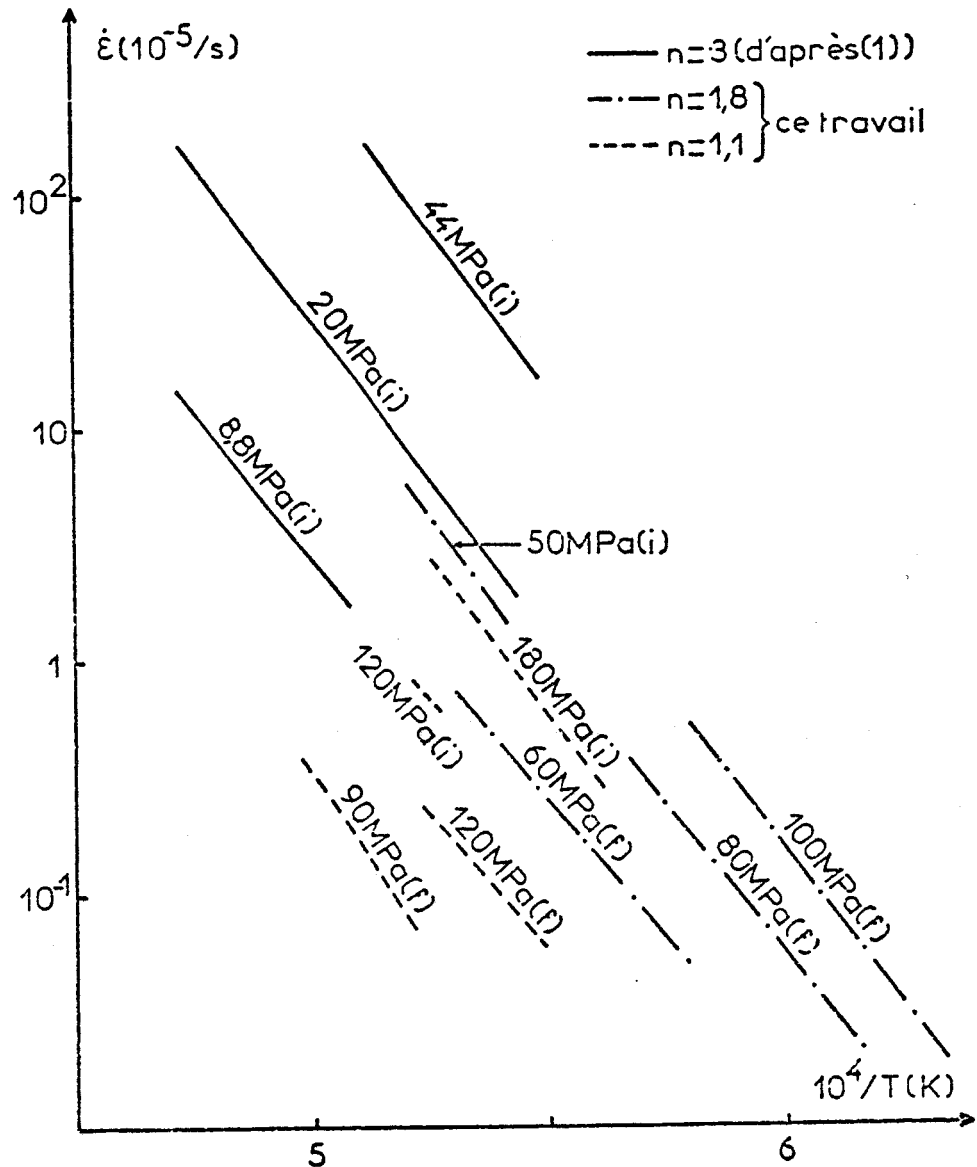


Figure 87 : Variation de la vitesse de déformation en régime permanent ($\dot{\epsilon} = cste$ (f) ; $\dot{\sigma} = 0$ (i)) en fonction de $1/T$ pour les compositions $n = 1,1 ; 1,8 ; 3$.

cas d'échantillons déformés en fluage (f) ou à vitesse constante (i) selon la direction [001], les droites représentatives de la vitesse de déformation en régime permanent [$\dot{\epsilon} = cste$ en fluage et $\dot{\sigma} = 0$ à vitesse imposée] en fonction de l'inverse de la température pour différentes contraintes et compositions.

Cette figure illustre bien l'influence de la composition sur les propriétés mécaniques ; elle montre que celle-ci ne vient pas des énergies d'activation mais seulement des termes préexponentiels.

En écrivant l'équation de déformation en régime permanent :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^m \exp - \frac{Q}{kT}$$

on trouve pour les termes préexponentiels des valeurs moyennes de :

$$\begin{aligned} n = 3 \quad \dot{\epsilon}_0 ; 3 &\sim 10^{23} \text{ s}^{-1} \\ n = 1,8 \quad \dot{\epsilon}_0 ; 1,8 &\sim 10^{21} \text{ s}^{-1} \quad \text{soit} \quad \dot{\epsilon}_0 ; n \sim 10^{(17+2n)} \text{ s}^{-1} \\ n = 1,1 \quad \dot{\epsilon}_0 ; 1,1 &\sim 10^{19} \text{ s}^{-1} \end{aligned}$$

c'est à dire des rapports :

$$\frac{\dot{\epsilon}_0 ; 3}{\dot{\epsilon}_0 ; 1,1} \sim 10^4 \quad \text{et} \quad \frac{\dot{\epsilon}_0 ; 1,8}{\dot{\epsilon}_0 ; 1,1} \sim 10^2$$

De tels rapports ne peuvent s'expliquer par la seule variation des coefficients d'autodiffusion de l'oxygène en fonction de la composition dont l'amplitude maximum donnée par Reddy (51) vaut :

$$\frac{D_0 ; 3,5}{D_0 ; 1} \sim 10^2 \quad \text{et} \quad \frac{D_0 ; 1,8}{D_0 ; 1} \sim 17$$

ce qui donnerait des rapports entre termes préexponentiels tenant compte de cette variation de D_0 :

$$\frac{\dot{\epsilon}_0 ; 3}{\dot{\epsilon}_0 ; 1,1} \sim 10^2 \quad \text{et} \quad \frac{\dot{\epsilon}_0 ; 1,8}{\dot{\epsilon}_0 ; 1,1} \sim 14$$

L'origine de l'influence de la composition doit être recherchée ailleurs.

VI.1.2. Composition $n = 1$

La comparaison entre des cristaux équimolaires et des cristaux de composition $n = 1,1$ est très instructive car elle permet de se faire une idée sur la sensibilité des propriétés mécaniques au voisinage de $n = 1$ et de savoir si la composition $n = 1$ constitue un cas particulier (13, 85) ou tout simplement une limite finie.

Nous avons dans ce but comparé les essais que nous avons effectués sur nos échantillons de composition $n = 1,1$ d'orientation $[110]$ à ceux que Donlon (85) a réalisés sur des cristaux équimolaires d'orientation $\langle \bar{1}12 \rangle$ et $\langle \bar{1}23 \rangle$, pour lesquels les facteurs de Schmid sur les différents plans $\{111\}$ et $\{110\}$, aussi bien en glissement qu'en montée sont très proches des nôtres.

On a porté sur la figure 88 le logarithme de la

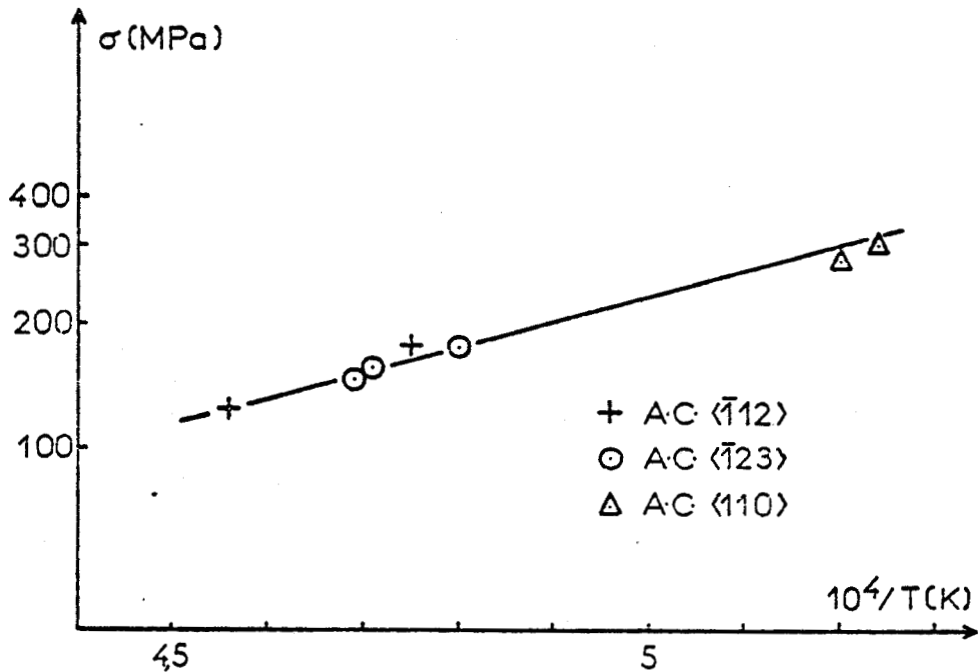


Figure 88 : Contrainte des plateaux des courbes $\sigma - \epsilon$ en fonction de $1/T$ + et O d'après Donlon (85) Δ ce travail.

contrainte du plateau des courbes $\sigma - \epsilon$ quand celui ci existe, ou de la contrainte asymptotique quand les courbes $\sigma - \epsilon$

présentent un crochet, en fonction de $1/T$ pour une vitesse de déformation de $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Les essais de Donlon ayant été effectués à une vitesse appliquée de $1,2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, la contrainte correspondant à une vitesse de déformation de $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ a été extrapolée à partir de la relation empirique $\dot{\epsilon}_{\text{appl}} \propto \sigma_{\text{plat}}^{3,8}$ obtenue par Donlon, au cours de ses essais, par la technique des sauts de vitesse.

Nos points et ceux de Donlon se trouvent sur une même droite et semblent suivre la même loi de déformation.

Ceci montre, dans la mesure où les essais de Donlon peuvent s'expliquer par de la montée pure (85) que le spinelle $\text{MgO} \cdot 1,1 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$ est très proche du point de vue des propriétés mécaniques du spinelle équimolaire et celui ci ne constitue qu'une limite ; dans ce cas la discussion du chapitre V quant au plan de glissement $\{110\}$ et aux différents frottements de réseau sur les plans $\{111\}$ ou $\{110\}$ s'étend aussi bien au spinelle équimolaire.

VI.2. Comparaison avec les matériaux métalliques

Pour comparer le comportement de nos céramiques à celui de matériaux métalliques, nous avons utilisé la méthode de Mukherjée et Coll. (90) ; c'est à dire que nous avons porté la quantité sans dimension $\dot{\epsilon} kT/D\mu b$ en fonction de σ/μ pour des échantillons de compositions $n = 1,1$ et $n = 1,8$, déformés en fluage selon une direction [001].

$\dot{\epsilon}$ représente la vitesse de fluage en régime permanent. Nous avons pris pour D la valeur du coefficient d'autodiffusion de l'oxygène mesuré par Ando et Oishi (50) sans tenir compte de son éventuelle variation avec la composition n , et pour σ la contrainte de cisaillement dans les plans {110} c'est à dire la moitié de la contrainte appliquée dans le cas présent.

Les résultats sont rassemblés sur la figure 89

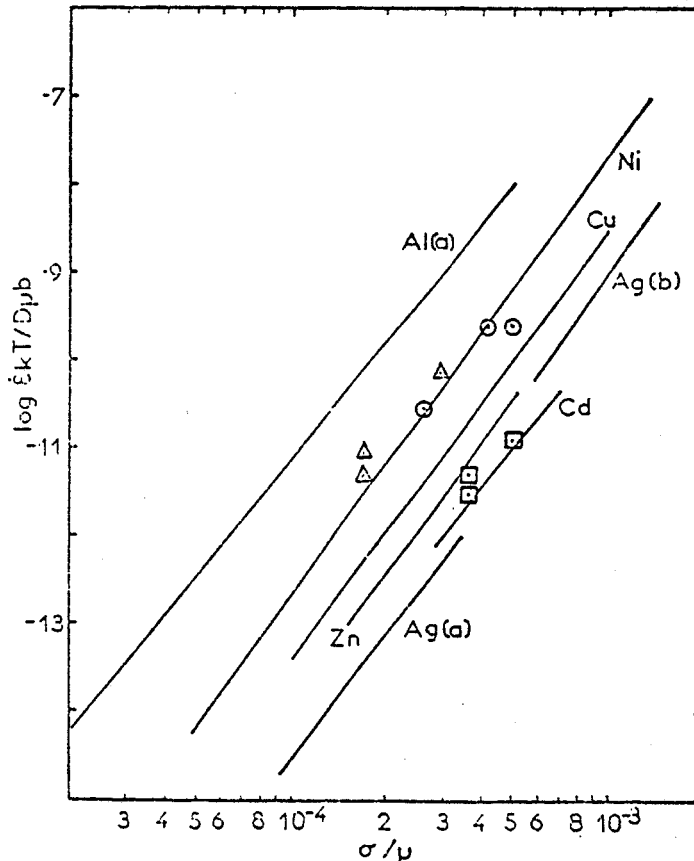


Figure 89 : Vitesses de fluage normalisées en fonction de σ/μ . les droites représentent les données du fluage haute température de quelques métaux polycristallins (cf. réf. (90)).

- $n = 1,1$;
- △ $n = 1,8 - T > 1520^\circ\text{C}$
- $n = 1,8 - T < 1520^\circ\text{C}$

Sur celle-ci on a également porté les droites représentatives du fluage haute température de quelques métaux polycristallins, telles qu'elles ont été obtenues par Mukherjée(90).

L'utilisation de coordonnées normalisées, qui absorbent les diffusivités atomiques ou ioniques particulières, fait apparaître un comportement en fluage de nos monocristaux de spinelle très comparable à celui des métaux. Mais c'est peut être là le seul point de comparaison car la suite fait apparaître une certaine opposition entre nos spinelles et les métaux usuels.

Nos points expérimentaux de la figure 90 peuvent se mettre sur deux droites, une pour chaque composition, dont les pentes sont compatibles avec les exposants de contrainte que nous avons déterminés au cours de cette étude.

Dans ces conditions on peut réécrire les lois de fluage que nous avons obtenues précédemment :

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^m D_0 \frac{\mu b}{kT}$$

où A est une grandeur sans dimension qui ne dépend que de la composition.

Si l'on examine l'ensemble des métaux rassemblés sur la figure 90, on remarque que pour ceux-ci le paramètre A est une fonction croissante de l'énergie de faute d'empilement ou décroissante de la largeur de dissociation. Les métaux pour lesquels A est petit - Ag, Zn, Cd - et dont les droites représentatives de leur comportement en fluage haute température sont proches de la droite $n = 1,1$, ont des énergies de fautes d'empilement γ relativement faible de l'ordre de $\gamma \sim \frac{\mu b}{400}$; dans ces métaux le glissement dévié, et par là le glissement tout court, est difficile par exemple comme dans le zinc ou le cadmium à cause d'une dissociation sessile, tout comme pour $n = 1,1$. A l'opposé des métaux comme Ni ou Al sont peu dissociés, avec une énergie de faute d'empilement

$\gamma \sim \frac{\mu b}{100}$ (Ni) ou $\frac{\mu b}{50}$ (Al) et ont un comportement comparable à celui de la composition $n = 1,8$.

Si l'on essaie dans le cas des spinelles de relier le paramètre A à une énergie de faute d'empilement, on constate que A est maintenant une fonction décroissante de l'énergie de faute d'empilement : les dislocations sont beaucoup plus dissociées dans $n = 1,8$ (200 Å (17)) que dans $n = 1,1$ (100 Å (17)), et encore plus dans la composition $n = 3,5$.

A ce niveau, le spinelle et les métaux usuels ont un comportement opposé. Cette constatation, si elle est loin d'expliquer à elle seule l'influence de la composition permet cependant de mieux mettre en lumière les particularités du glissement des dislocations dans le spinelle.

Le glissement des dislocations dans le spinelle, de plus en plus facile au fur et à mesure que le rapport de composition n augmente, nécessite, à cause de la nature sessile de la faute, un réarrangement du sous réseau cationique par échange de cations entre les divers sites de celui-ci.

Or ce réarrangement, qui peut s'apparenter à un processus diffusionnel va être facilité par la présence des lacunes de constitution de plus en plus nombreuses quand le rapport de composition n croît, (cf. Chapitre I) lacunes qui peuvent accroître la mobilité des cations.

A ce propos Yamaguchi et Coll (58) ont observé dans le cas de l'hétérodiffusion du nickel dans des spinelles $MgO.n Al_2 O_3$ de différentes compositions ($1 \leq n \leq 1,5$) que non seulement le coefficient de diffusion du nickel augmente avec le rapport de composition mais qu'en plus l'énergie de diffusion est différente selon que n vaut 1 ou est supérieur à 1 (ils mesurent respectivement $Q = 106$ kcal/mole et 70 kcal/mole).

Il est difficile, à priori, de savoir si ces résultats sont valables dans le cas de l'autodiffusion du magnésium ou de l'aluminium dans nos spinelles ; dans l'affirmative ils expliqueraient une mobilité accrue de la faute lorsque la largeur de dissociation croît. Cette hypothèse n'est pas contraire aux résultats de diffusion que nous avons présentés au chapitre III dans la mesure où, à notre connaissance, la diffusivité des cations n'a pas été étudiée en fonction de la composition ; ceci illustre une fois encore la nécessité des mesures de diffusion dans les spinelles.

VI.3. Influence de la limite de solubilité

Le problème est de savoir s'il a pu exister, dans nos échantillons à un moment quelconque des précipités d'alumine, avec toutes les conséquences prévisibles sur la plasticité, précipités qui n'ont pu être mis en évidence par la suite.

Cette précipitation peut avoir deux causes :

* Les essais de déformation sont effectués dans la partie biphasée du diagramme de phase ; l'exsolution d'alumine constitue alors un état plus stable que le spinelle non équimolaire dont elle provient.

* Les essais sont réalisés dans la solution solide. Dans ce cas la précipitation peut prendre naissance sur les dislocations qui montent.

Escaig (63) a montré dans le cas où les coefficients d'autodiffusion du magnésium et de l'aluminium seraient très différents l'un de l'autre, en admettant que ce soit l'aluminium le plus lent, que le coeur d'une dislocation qui monte, en évaporant le demi plan supplémentaire, s'enrichit en alumine, la composition de ce coeur devenant $n + \Delta n$:

avec
$$\Delta n = - \frac{3n + 1}{3} \alpha \frac{\sigma \Omega'}{kT} \quad \text{et} \quad \alpha \left[1 + \frac{3n + 1}{2n} \frac{DA\lambda}{D_0} \right]^{-1}$$

Cette différence de composition peut être à l'origine d'une précipitation, même en solution solide, si les conditions (n, T) sont telles que l'accroissement Δn fasse traverser la limite de solubilité.

Il est bien entendu que cet effet existe aussi dans la partie biphasée du diagramme et qu'il va entraîner un développement des précipités préférentiellement sur les dislocations.

Disons tout de suite que nous ne pensons pas qu'une quelconque précipitation ait pu se produire durant nos essais. Celle-ci pourrait visiblement être une explication élégante des crochets de compression et de la formation d'une sous structure cellulaire à basse température par exemple.

Toutefois le temps moyen de formation des parois, de l'ordre de 10 à 60 mn suivant le type d'essai, est toujours petit par rapport à la durée totale de l'essai. On voit mal dans ces conditions, comment une précipitation existant en début d'essai ne serait pas observée après 24 heures de fluage par exemple, dans la mesure où en stabilisant le spinelle non équimolaire, elle devrait croître en volume et non se redissoudre dans la matrice.

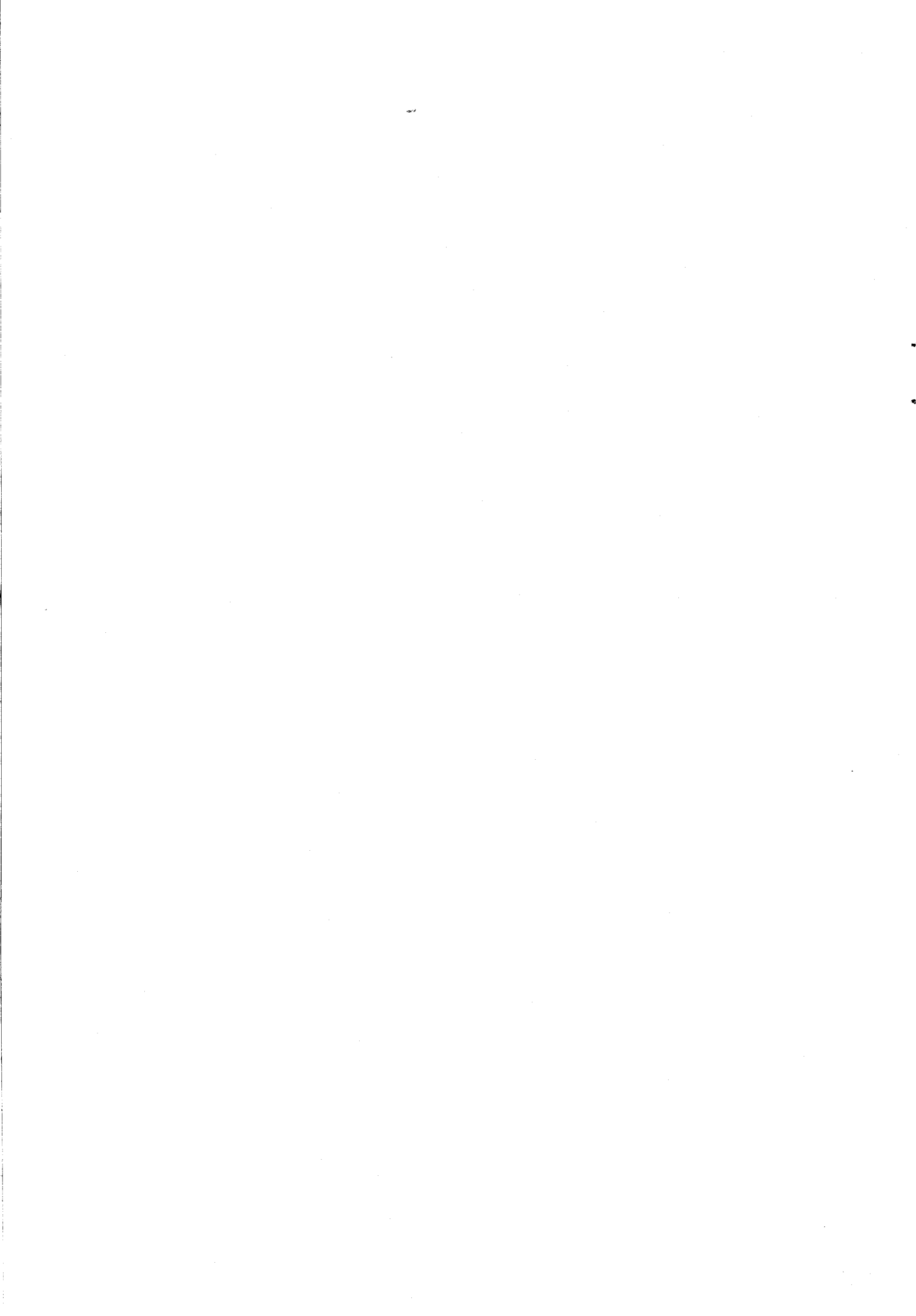
Toute formation de microprécipités devrait servir de germe à la précipitation macroscopique. Ceci est confirmée par nos résultats de précipitation de l'alumine dans $MgO.3,5 Al_2 O_3$ (cf. Annexe 1) ; celle ci est très rapide à partir du moment où les germes se sont formés. On devrait d'autre part, remarquer un ancrage des dislocations sur ces précipités or, celui ci n'a jamais été observé en microscopie électronique.

Pour mieux comprendre pourquoi on n'observe pas de précipités, considérons qualitativement la cinétique de précipitation. Celle ci est induite par des forces d'origine thermodynamique d'autant plus grandes que l'on est loin de la limite de solubilité. Par contre elle nécessite des mouvements d'ions qui vont être facilités par la température de manière analogue à la diffusion.

En tenant compte de ces deux exigences, à basse température la précipitation ne se fait pas parce que la diffusion n'est pas assez active et à haute température elle est absente parce que les forces thermodynamiques sont trop faibles ; il est clair qu'une certaine énergie de col doit être franchie pour passer du spinelle en solution solide aux phases spinelle + alumine. Ceci explique l'allure généralement observée des cinétiques de précipitation, en fonction de la température, qui est une courbe en cloche. Ceci est assez bien vérifié ici puisque Donlon (91) n'observe pas de précipités d'alumine dans des monocristaux de $MgO.3,5 Al_2 O_3$ recuits 2h à 1300°C ou 4h à 1500°C alors que ceux-ci sont visibles après 1 heure de recuit à 1225°C pour la même composition (32).

Dans le cas du spinelle $MgO.1,8 Al_2 O_3$, les températures d'essai sont sans doute trop élevées pour que la précipitation ait le temps de se produire à l'intérieur de nos échantillons pendant la durée de l'essai.

Nous terminons ce chapitre en notant une conséquence inattendue de l'effet Δn . Ce dernier devrait faciliter en compression le glissement des dislocations, puisque celles-ci vont se mouvoir dans un environnement où le rapport de composition n est plus grand, et en traction avoir l'effet inverse. C'est peut être un moyen de contrôler si l'effet Δn est bien une réalité et par la même cerner un peu mieux les valeurs relatives des coefficients d'autodiffusion.



C O N C L U S I O N

L'étude à l'échelle macroscopique de la déformation plastique de spinelle $\text{MgO} \cdot 1,1 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$ et $\text{MgO} \cdot 1,8 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$ a mis en évidence un certain nombre de points qui permettent de mieux comprendre la plasticité de ces oxydes.

Le premier est l'observation de glissement des dislocations sur les plans $\{110\}$ et $\{111\}$ sans que l'un ou l'autre de ces plans ait une prépondérance très marquée suivant la composition ainsi que des études antérieures, effectuées dans des conditions d'orientation limitées, l'avait laissé supposer.

L'étude des paramètres d'activation thermique a montré que les mécanismes gouvernant la déformation, pour ces deux compositions, ont des énergies d'activation semblables, de l'ordre de 5 à 6 ev, et des volumes d'activation petits, mais non accessibles par les méthodes usuelles de détermination ; ils sont compatibles avec la diffusion et la montée des dislocations, et ne peuvent expliquer la variation de la ductilité avec le rapport de composition.

Pour la composition $n = 1,1$, la déformation se divise en deux parties, une partie microplastique au cours de laquelle les dislocations se multiplient par glissement des parties vis de boucles, facile dans le cas du glissement sur $\{110\}$, plus difficile quand elles doivent glisser sur $\{111\}$, suivie d'un stade où la montée des dislocations produit elle même la déformation.

Ces deux modes de multiplication différents influent sur l'allure des courbes de fluage, linéaires dans le premier cas, continûment accélérées dans le second, et de déformation à vitesse imposée.

Dans le cas de la composition $MgO.1,8 Al_2 O_3$, chacune des orientations étudiées possède sa particularité :

Si on applique la contrainte parallèlement à la direction [001] la déformation résulte du glissement des dislocations sur les plans [110], 2 à basse température, 4 au dessus de 1550°C. Cette variation du nombre de plans de glissement ainsi que la plus grande mobilité des dislocations à haute température, due à une plus grande facilité à éviter les obstacles par montée, entraîne une évolution de la sous structure de déformation, cellulaire à basse température et se désagrègeant peu à peu quand la température augmente ; celle-ci est constituée de feuillets dans les plans {110} en zone avec l'axe de compression à haute température.

Au cours des essais de déformation selon [110], on a mis en évidence du glissement dévié des plans {110} vers les plans {111} et vice versa ; ces déviations semblent correspondre à un glissement aléatoire sur chacun des deux plans. La forme des courbes de déformation ainsi que la sous structure ressemblent beaucoup aux résultats obtenus pour l'axe de compression [001].

Pour l'orientation [111], où l'on pouvait espérer mettre en évidence les systèmes de glissement {111} < 110 >, l'absence de lignes de glissement et de sous structures directionnelles même à basse température, ainsi que les niveaux de contrainte nécessaires à produire la déformation permettent d'envisager une déformation résultant de la montée des dislocations créées au cours du stade microplastique. L'explication la plus satisfaisante consiste à supposer que la seule montée des dislocations suffit à suivre les faibles vitesses de déformation imposées, avant que la limite élastique macroscopique ne soit atteinte, en raison des contraintes de montée dans les plans {110} très supérieures aux contraintes de cisaillement sur les plans {111} dans le cas présent.

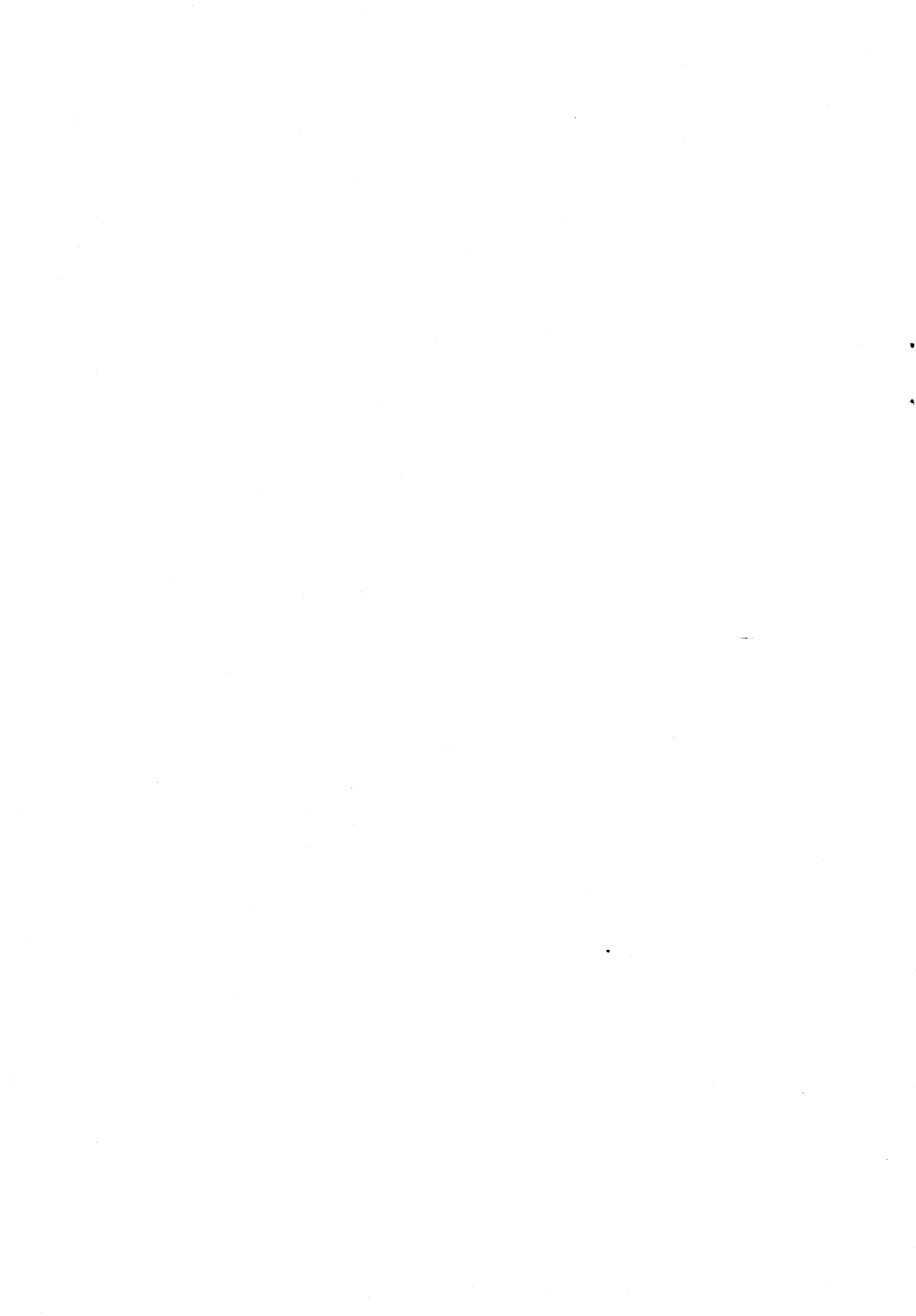
Il ressort, dans les limites de nos essais, que la température limite de solubilité de l'alumine dans la phase spinelle n'a pas l'importance qu'on pourrait lui accorder.

Il apparait que l'augmentation de ductilité avec n résulte de la plus grande mobilité des dislocations, dissociées hors de leur plan de glissement ; on suggère que le réarrangement cationique nécessaire à la propagation de la faute est facilité par une plus grande diffusivité cationique au fur et à mesure que n augmente.

L'ensemble des résultats obtenus permet d'envisager une poursuite de ce travail dans plusieurs directions :

- pour la composition $n = 1,8$ le point le plus intéressant est l'étude du glissement dévié des dislocations à l'échelle microscopique qui devrait permettre de préciser la configuration des rubans de faute en fonction du plan de glissement et leur influence sur les déviations.

- pour la composition $n = 1,1$ le problème de la multiplication des dislocations dans le cas des échantillons déformés selon $[110]$ reste à comprendre et nous pensons, pour cette orientation, poursuivre nos essais de déformation. Dans le cas de l'axe de compression $[001]$, il serait instructif de déformer à plus basse température pour préciser avec certitude la nature du glissement observé.



Annexe 1 : Etude de la précipitation de l'alumine α
dans $\text{MgO}.3,5 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$ pendant des expériences
de fluage.

AI.1. - INTRODUCTION

Si la précipitation de l'alumine α n'a pas été mise en évidence à l'intérieur de nos échantillons, au cours des expériences de fluage de $\text{MgO}.1,8 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$ dans la partie biphasée du diagramme de phase, elle a été nettement observée dans nos échantillons $\text{MgO}.3,5 \text{ Al}_2 \text{ O}_3$ déformés par fluage vers 1200°C . Elle se présente sous forme de plaquettes, parallèles aux plans $\{111\}$ du spinelle, traversant tout l'échantillon. On remarque également que l'orientation de la contrainte influe sur la structure de précipitation.

Nous avons donc étudié, au cours d'expériences de fluage, la relation entre l'orientation de l'axe de compression et les plans $\{111\}$ du spinelle sur lesquels les précipités se développent ; nous comparons nos résultats à ceux obtenus par Veyssière et Coll (33) qui, dans des conditions similaires aux nôtres, ont étudié la structure de précipitation de l'hématite dans des monocristaux de ferrite de nickel.

Notre conclusion est différente de celle proposée par ces auteurs, selon laquelle les précipités se développeraient par glissement sur les systèmes $\{111\} \langle 112 \rangle$ ayant le facteur de Schmid le plus élevé. Ces systèmes favorisent la transformation C.F.C. (Spinelle) \rightarrow H.C. ($\alpha. \text{Al}_2 \text{ O}_3$) par un cisaillement de $a_0/12 \langle 112 \rangle$ tous les deux plans anioniques $\{111\}$ dans la phase spinelle.

AI.2. - TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Les expériences de fluage ont lieu dans l'air, avec l'appareillage décrit référence (68).

La procédure expérimentale est la suivante :

- pendant le temps nécessaire à la montée en température, environ une heure, on applique sur les échantillons une contrainte de l'ordre de 20 M Pa. Dès que la température de l'essai est atteinte on augmente la charge sur l'échantillon jusqu'à ce que la contrainte désirée soit atteinte ; ceci nécessite cinq minutes. On enregistre alors la variation de longueur de l'échantillon en fonction du temps ; l'utilisation d'une tige de rappel pour la mesure de la variation de longueur de l'éprouvette présente l'avantage de pouvoir commencer à déformer dès que la température de l'essai est atteinte, sans devoir attendre un parfait équilibre thermique au niveau des tiges poussoirs, ce qui demanderait environ une heure de plus.

Trois orientations de l'axe de compression sont utilisées dans cette étude : [001], [110] et [111].

AI.3. - RÉSULTATS

AI.3.1. - Courbes de fluage

Les échantillons ont été déformés à 1220°C et 1250°C sous des contraintes de 120 et 160 M Pa.

La figure AI.1. montre quelques courbes de fluage obtenues à 1220°C. Ces courbes de forme sigmoïdale peuvent être divisées en deux parties. La première partie comprend outre l'inflexion initiale résultant de la décroissance de vitesse de fluage après l'application de la contrainte, une région où la vitesse de fluage augmente avec la déformation jusqu'à une valeur maximum $\dot{\epsilon}_M$. Dans la seconde partie la vitesse de fluage décroît constamment jusqu'à des valeurs qui peuvent être aussi faibles que quelques 10^{-8} s^{-1} , indiquant ainsi la difficulté à déformer ces échantillons après précipitation.

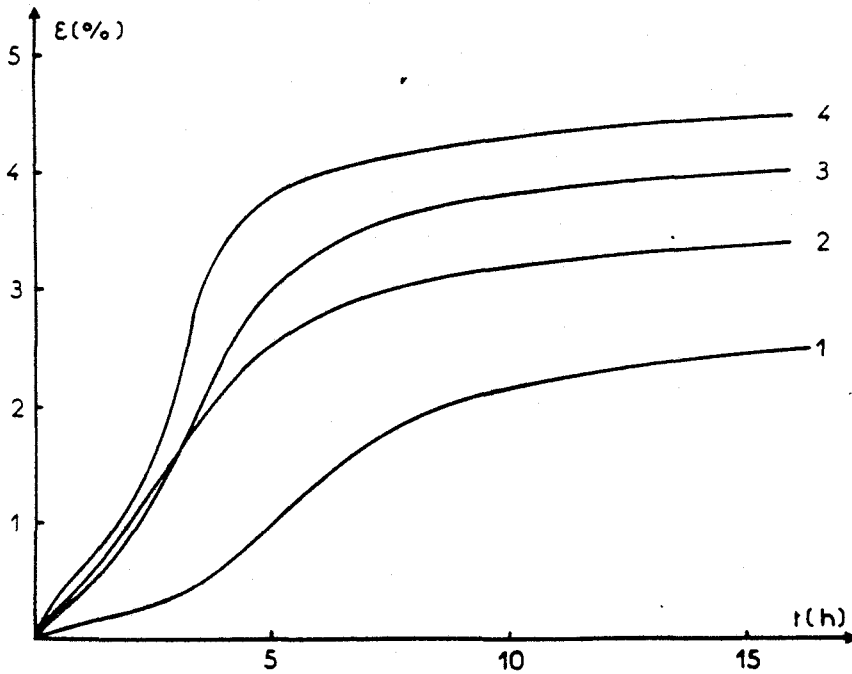


Figure A1.1. : Courbes de fluage obtenues à 1220°C.

- éch. 1 : A.C [001] . 120 M Pa
- éch. 2 : A.C [001] . 160 M Pa
- éch. 3 : A.C [110] . 160 M Pa
- éch. 4 : A.C [111] . 160 M Pa

On a reporté sur la figure A1.2. la courbe de la vitesse de fluage en fonction du temps pour l'échantillon 1. La durée de la première partie et la vitesse de fluage maximum $\dot{\epsilon}_M$ atteinte à la fin de celle-ci dépendent de la température et de la contrainte.

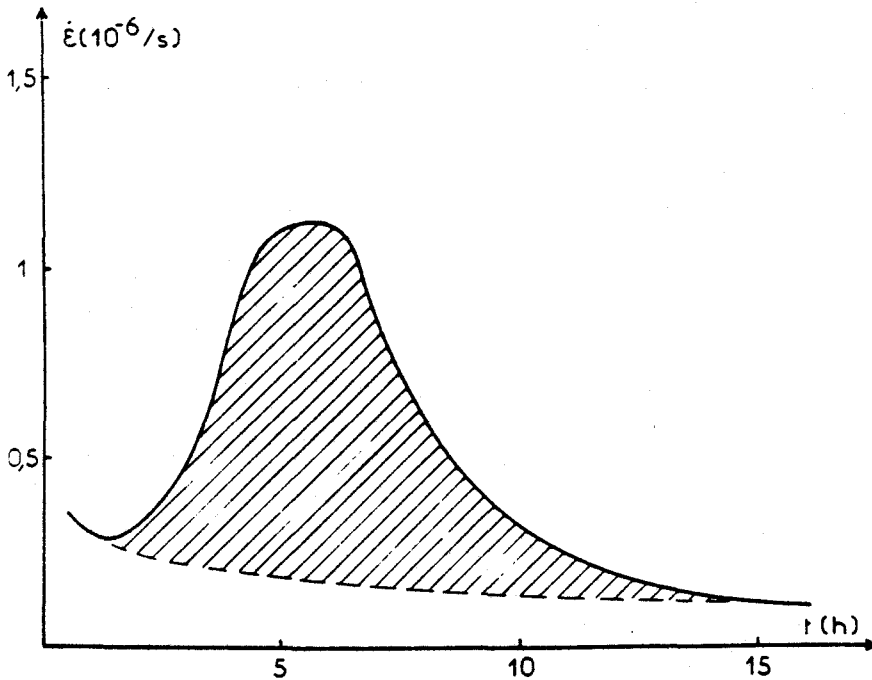


Figure A1.2. : Courbe vitesse de fluage en fonction du temps pour l'échantillon 1 de la figure A1.1.



AI.3.2. - Structures de précipitation

Près du point d'inflexion initial on peut voir par microscopie optique des précipités d'alumine nucléés dans des plans {111} (figure AI.3.). A la fin de l'essai, la précipitation apparaît sous formes de lamelles grossières, d'une vingtaine de microns d'épaisseur, dans les plans {111}, (figures AI.4.a, b, c). La microscopie électronique (17) confirme ce résultat.

Les plans {111}, dans lesquels la précipitation de l'alumine α est observée, dépendent de l'orientation de l'axe de compression :

- pour l'axe [001], on trouve des précipités dans les quatre plans {111} (figure AI.4.a)
- dans le cas de l'axe [110], seuls les deux plans {111} obliques par rapport à l'axe de compression contiennent des précipités, en accord avec les observations faites dans le ferrite de nickel (figure AI.4.b).
- par contre, quand l'axe de compression est parallèle à la direction [111], à l'exclusion de la zone superficielle, on ne trouve des précipités que dans le plan {111} perpendiculaire à l'axe de compression (figure AI.4.c).

Ce plan est un plan de contrainte de cisaillement nulle.

Ceci est donc en contradiction avec les conclusions de Veyssière rappelées dans l'introduction.

Pour cette orientation [111] on a vérifié que le fait d'appliquer la contrainte de fluage dès la montée en température ne modifiait pas la sous structure de précipitation obtenue.

Ces sous structures de précipitation sont, dans ces conditions, caractéristiques de l'orientation de la contrainte.

AI.3.3. - Mesure du rapport de composition après précipitation

Le rapport de composition n de la phase spinelle à la fin du processus de précipitation a été déterminé par mesure du paramètre de la maille au moyen d'un diagramme de Debye - Scherrer (cf. figure 7).

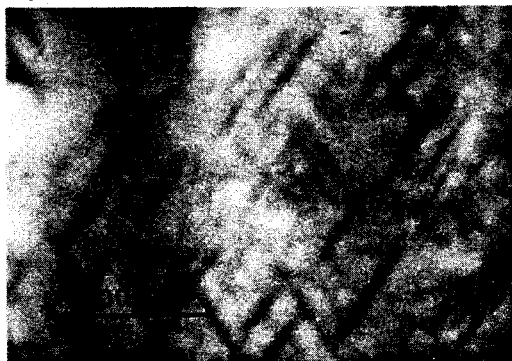


Figure A1.3. : Structure de précipitation au point d'inflexion initial
 $T = 1220^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 160 \text{ M Pa}$
 face $(1\bar{1}0)$. A.C. $[110]$ vertical.

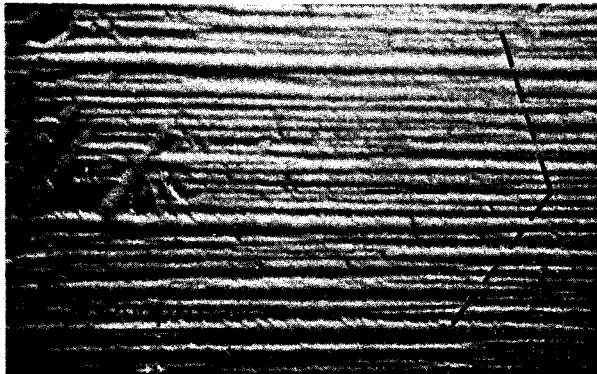
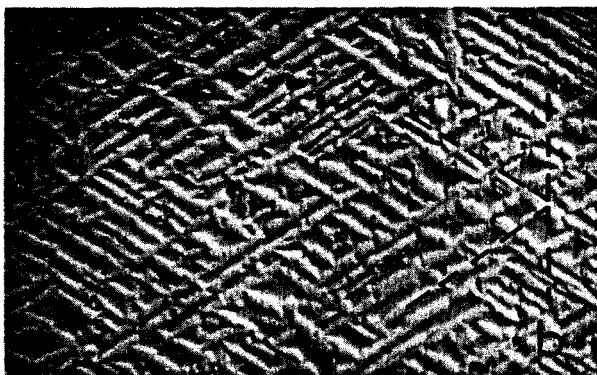


Figure A1.4. : Structure de précipitation après quinze heures de fluage à 1220°C .

$\sigma = 160 \text{ M Pa}$; face $(1\bar{1}0)$
 Axe de compression vertical

- a : A.C. $[001]$ éch. 2
- b : A.C. $[110]$ éch. 3
- c : A.C. $[111]$ éch. 4

On a indiqué les traces des plans $\{111\}$.

Pour un échantillon déformé pendant 16 heures à 1220°C, on obtient une valeur de n égal à 1,3 qui est approximativement la composition de la phase spinelle en équilibre à cette température. Il semble donc que l'on puisse considérer le processus de précipitation comme terminé après une quinzaine d'heures.

Outre, les raies de la phase spinelle, le diagramme de Debye - Scherrer révèle également la présence de l'alumine α ; par contre aucune raie relative à l'alumine γ n'est visible.

AI.4. - Interprétation des résultats

L'accélération de la vitesse de fluage observée ici, est interprétée comme étant due à la précipitation de l'alumine α de la matrice. Cet effet a également été observé par Veyssière dans les ferrites de nickel, mais les essais arrêtés près du point d'inflexion, correspondant à la valeur maximum de la vitesse $\dot{\epsilon}_M$, ne lui ont pas permis de mettre en évidence la décroissance ultérieure de vitesse de fluage.

On a tenté d'estimer à partir de la figure AI.2. la part de la déformation induite, dans les échantillons flués, par la précipitation. On observe en effet dans ce diagramme une certaine corrélation entre le pic et la durée de la précipitation puisque les précipités dans les plans {111} apparaissent à son début tandis que la détermination de n par rayons X montre que la précipitation est achevée à son autre extrémité. En admettant que la précipitation complète dans les plans {111} intervient durant ce pic, un ordre de grandeur raisonnable de la déformation de précipitation peut être estimé en mesurant l'aire hachurée comprise entre le pic et la ligne pointillée joignant le début de la courbe $\dot{\epsilon}(t)$ à sa fin, cette courbe pointillée extrapolant une courbe de fluage à vitesse décroissante.

Pour les trois axes de compression expérimentés [001], [110] et [111] on obtient ainsi des valeurs estimées de cette "extradéformation" ϵ_{ext} respectivement égales à 2 % ; 2,8 % et 3,3 % ; ces valeurs semblent peu dépendre de la contrainte appliquée.

Une telle analyse suppose que la déformation totale est la somme de deux déformations, l'une reliée à la précipitation et l'autre due à un mécanisme concurrent, par dislocations individuelles, totalement

indépendant de la précipitation. Ce second mode est tout à fait compatible avec les données expérimentales connues sur la déformation plastique du spinelle.

Il suffit pour cela de se référer à la figure 87 sur laquelle on a porté les droites représentatives de la vitesse de déformation en régime permanent en fonction de l'inverse de la température. Si on prolonge, par exemple, la droite obtenue à partir des essais de Mar Brayer ($n = 3$) pour une contrainte de 44 M Pa, on trouve une vitesse de déformation à 1220°C de 10^{-7} s^{-1} . Dans la mesure où l'essai auquel correspond la courbe de la figure AI.2. a été effectué à une contrainte presque trois fois supérieure, les vitesses de déformation requises pour notre mode concurrent peuvent être largement atteintes. La décomposition de la vitesse de fluage utilisée dans notre analyse ne paraît donc pas déraisonnable.

Nous pouvons maintenant évaluer les valeurs de la déformation due à la précipitation selon le mécanisme envisagée.

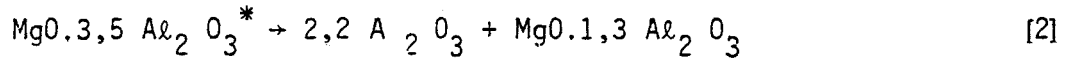
La transformation du réseau oxygène primitivement C.F.C. en réseau hexagonal compact peut se faire par cisaillement, tous les deux plans anioniques de types $\{111\}$, d'un vecteur $\frac{a_0}{12} \langle 112 \rangle$. En raison de la symétrie de rotation d'ordre 3 qui existe dans les plans $\{111\}$, il y a trois possibilités $\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3$ pour le vecteur de cisaillement, la somme de ces trois vecteurs étant nulle.

Dans son hypothèse, Veyssière suppose qu'un seul de ces trois vecteurs va contribuer à la transformation : le plus favorisé par la contrainte appliquée. S'il en est ainsi, la composante de la déformation parallèlement à l'axe de compression, après complète précipitation est :

$$\epsilon_{\text{cis}} = k \cdot S \cdot \frac{a_0}{12} \langle 112 \rangle / 2 \left(\frac{a_0}{2\sqrt{3}} \right) = k \cdot S \frac{\sqrt{2}}{4} \quad [1]$$

où k est le rapport volumique de phase alumine dans l'échantillon après précipitation, S le facteur de Schmid du système $\{111\} \langle 112 \rangle$ qui a produit la transformation C.F.C. \rightarrow H.C. et $a_0/2\sqrt{3}$ la distance séparant deux plans anioniques $\{111\}$ consécutifs.

Le rapport k est facile à calculer quand on connaît les compositions de début et de fin d'essai de la phase spinelle :



On voit que dans nos expériences, 57 % des ions oxygène sont en phase alumine après achèvement de la précipitation, soit $k = 0,57$. En remplaçant k et S par leurs valeurs respectives (0,57 et $S = 0,47$ pour [001] et [110]) on obtient pour ϵ_{cis} la valeur de 9 % dans le cas des axes de compression [001] et [110] ce qui est beaucoup plus grand que la déformation totale de nos échantillons après complète précipitation (2,5 % dans le cas de l'échantillon 1).

Par contre le simple fait de précipiter l'alumine α de la matrice réduit le volume de l'échantillon. L'alumine est plus compact que le spinelle ; ceci entraîne une réduction de volume d'environ 4,2 % si l'on compare les volumes occupés par le même nombre d'ions oxygène dans les deux membres de l'équation [2]. Cette réduction correspond aux variations des paramètres de réseau entre spinelle et alumine, variation particulièrement marquée le long de l'axe \vec{c} où :

$$\Delta e / \text{esp} = (e_{\text{cor}} - \text{esp}) / \text{esp} = - 0,06 \quad (e_{\text{cor}} \text{ étant l'espacement de deux plans anioniques (0001) consécutifs de l'alumine et } \text{esp} = a_0 / 2\sqrt{3}).$$

Cette contraction entraîne un raccourcissement de l'échantillon. Pour le calculer, nous ne prenons en compte ici que la contraction le long de l'axe \vec{c} , $\Delta e / \text{esp}$ et nous négligeons la légère différence de paramètres entre les diverses phases spinelle. Si on suppose que la précipitation se produit dans les plans {111} dont la normale avec l'axe de compression fait l'angle α , la déformation qui en résulte le long de l'axe de compression s'écrit :

* On a vérifié, en mesurant le paramètre de la maille, que la composition des échantillons, à la fin du temps nécessaire à la mise en température, n'a pas varié et donc que $n = 3,5$ au début de l'essai de fluage.

$$\epsilon = k \frac{\Delta e}{\epsilon_{sp}} \cos^2 \alpha \quad [3]$$

ce qui donne pour les trois axes de compression étudiés [100], [110] et [111] des valeurs respectivement égales à 1,1 % ; 2,3 % et 3,4 %.

Excepté pour la première, on trouve à peu près les mêmes valeurs que la contribution ϵ_{ext} de la précipitation à la déformation, à partir des courbes $\dot{\epsilon}(t)$. On note également que pour les axes de compression [110] et [111] les plans de précipitation observés sont ceux qui raccourcissent au maximum les échantillons en accord avec le comportement ci-dessus.

Des valeurs de l'énergie d'activation variant de 3 à 3,5 ev ont été obtenues à partir de sauts de températures de $\pm 30^\circ\text{C}$ effectués durant la précipitation, et près du maximum de vitesse de fluage $\dot{\epsilon}_M$. Ce point a été choisi pour deux raisons ; d'une part c'est en cet endroit que la mesure de la vitesse est la plus aisée à faire sur les courbes de fluage, d'autre part c'est en ce point, d'après notre analyse de la figure AI.2. que le rapport de vitesse entre les deux modes de déformation est le plus élevé, en faveur de la contribution due à la précipitation, espérant ainsi atteindre une valeur plus "réaliste" de l'énergie d'activation.

Les valeurs trouvées sont plus petites que celles obtenues pour l'énergie de fluage (5,3 ev) du spinelle $\text{MgO} \cdot n \text{Al}_2\text{O}_3$ ($n = 1,8$ (68) ; $n = 1,1$ (14)) ou pour l'énergie d'autodiffusion de l'oxygène (4,6 ev) (50, 51). Cette différence pourrait être attribuée au fait que dans le processus présent, le transport de l'oxygène ne s'avère pas nécessaire ; seule l'interdiffusion des ions Al^{3+} et Mg^{2+} suffit ; il en résulte des sites tétraédriques inoccupés dans la phase alumine et finalement une réduction de volume.

Nous concluons en remarquant que l'ensemble des observations relatives à la déformation après complète précipitation, au plan de précipitation, et à l'énergie d'activation conduit de façon assez cohérente à représenter le processus de précipitation dans nos spinelles plus comme un réarrangement cristallographique sur les plans

{111} de contrainte de compression maximum (avec contraction de volume) qu'à un processus par cisaillement de type martensitique. On peut envisager pour expliquer la transformation C.F.C. → H.C. du réseau oxygène que le cisaillement se fait de manière aléatoire suivant les trois vecteurs b_1^+ , b_2^+ , b_3^+ considérés précédemment ; la contrainte ne suffit pas pour favoriser un des trois vecteurs, par rapport aux deux autres contrairement à l'hypothèse de Veyssière.

Annexe 2 : Origine des contrastes des topographies de Berg Barrett.

Le contraste des topographies de Berg Barrett est directement relié à la largeur du domaine de réflexion $\Delta\theta$ autour de l'angle de Bragg θ . Dans le cas d'un cristal parfait, la topographie montre simplement un fond continu gris ; toute perturbation de ce fond continu est appelé contraste.

Il y a lieu de distinguer deux types de contraste :

- Le contraste d'extinction.

Une concentration locale de dislocations produit des distorsions dans le réseau ; "l'extinction primaire" est alors réduite dans cette région qui réfléchit localement plus de rayons X. Ceci donne sur le film un contraste noir sur fond continu gris. Ce contraste permet de révéler des sous joints et même des dislocations individuelles si leur densité n'est pas trop élevée ($\rho < 10^8 \text{ m}^{-2}$) (figure A.2.1.).

- Le contraste de rotation

Dans le cas d'une rotation locale Ω du réseau cristallin, l'axe de rotation peut se décomposer suivant trois directions orthogonales ox , oy et oz (figure A2.2.) selon :

$$\vec{\Omega} = \alpha \vec{x} + \beta \vec{y} + \gamma \vec{z}$$

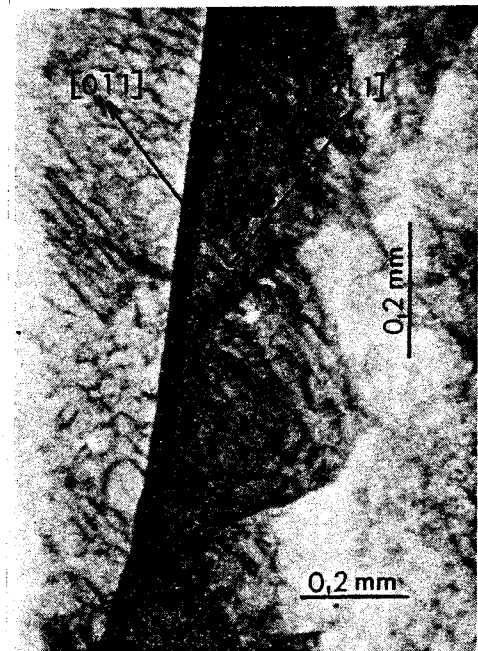


Figure A2.1. : Topographie d'un cristal de $\text{Mg}_{0.1,8} \text{Al}_2 \text{O}_3$ mettant en évidence des dislocations individuelles. face (100) ; $\vec{g} = [800]$.

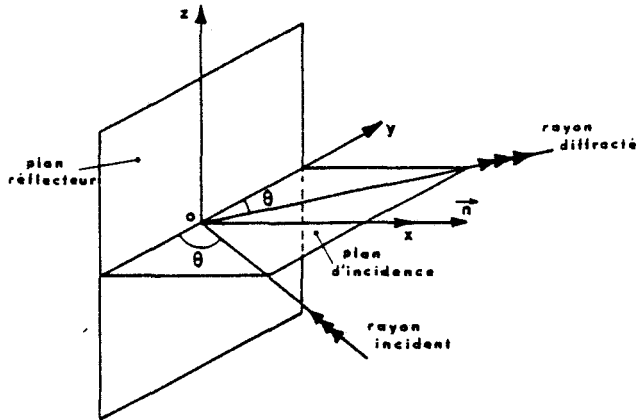


Figure A2.2. : Trièdre de référence utilisé pour l'étude du contraste de rotation.

ox est normal au plan réflecteur

oy est parallèle à l'intersection du plan réflecteur et du plan d'incidence

oz est normal au plan d'incidence.

Une rotation autour de l'axe ox ne transforme pas le plan réflecteur ; par conséquent, le rayon réfléchi reste inchangé. Cette rotation n'est donc à l'origine d'aucun contraste.

Au contraire une rotation γ autour de l'axe oz modifie l'angle d'incidence de la même valeur. Dès que γ devient supérieur à la largeur $\Delta\theta$ du domaine de réflexion, la zone correspondante du cristal ne diffracte plus les rayons X. Ceci donne lieu à un contraste noir - blanc appelé contraste d'orientation (figure A2.3a).

Si l'on effectue maintenant une rotation β autour de l'axe oy, l'angle d'incidence varie d'environ $\beta^2/2$. La largeur du domaine de réflexion étant de l'ordre de quelques minutes, cela signifie que le faisceau incident est encore réfléchi tant que β ne dépasse pas quelques degrés. Par contre, le faisceau réfléchi est dévié d'un angle $2\beta \sin \theta$ et sur le film, le point correspondant est "déplacé", normalement au plan d'incidence, de $2\beta d \sin \theta$ si d est la distance de la face à topographier au film ; c'est le contraste de déplacement (figure A.2.3b).

Ces deux contrastes permettent dans un mur de dislocations donné de séparer :

- les dislocations en excès qui donnent une désorientation entre deux grains voisins et que l'on peut connaître en analysant le contraste d'orientation,
- des dislocations qui de part et d'autre du mur équilibrent leurs signes et ne participent pas à sa désorientation ; elles donnent à ce mur un léger caractère de pliage qui va pouvoir être observé si une ligne de contraste étrangère traverse ce mur (voir figure 24 par exemple).

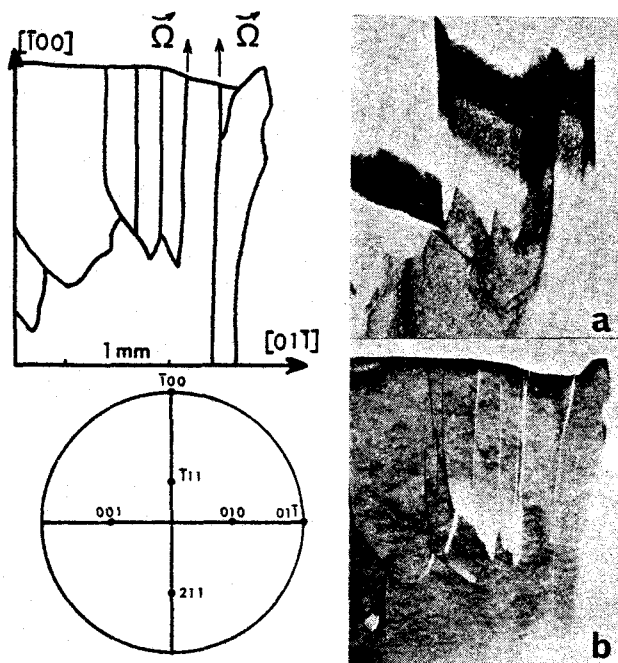


Figure A2.3. : Topographie d'un cristal de $Mg_{0.1,1} Al_2 O_3$ présentant des sous joints de désorientation $\vec{\Omega} = a [100] + b [011]$.

a) $\vec{g} = [080]$; axe d'orientation $oz = [\bar{1}00]$; axe de déplacement $oy = [001]$. $\vec{\Omega}$ a une composante sur l'axe d'orientation $[\bar{1}00]$; on observe une zone en réflexion (partie noire) entourée de deux zones hors réflexion (parties blanches).

b) $\vec{g} = [\bar{4}44]$; axe d'orientation $oz = [01\bar{1}]$; axe de déplacement $oy = [211]$; la composante de $\vec{\Omega}$ sur l'axe d'orientation est nulle. De part et d'autre des sous joints le cristal est en réflexion. Cependant $\vec{\Omega}$ a une composante sur l'axe de déplacement $[211]$. Les sous-grains ne sont pas jointifs.

Annexe 3 : Essai de relaxation de contrainte.

Dans un essai de déformation à vitesse imposée, le déplacement Δz de la traverse mobile provoque l'apparition d'une force F qui produit :

- un allongement élastique de l'appareillage :

$$\Delta z_e = F/K \quad (K : \text{raideur de l'appareillage assimilable à un ressort}).$$

- un allongement élastique de l'échantillon $\Delta l_e = \frac{F}{E} \frac{l}{S}$ (S et l : section et longueur de l'échantillon, E son module d'Young).

- un allongement plastique de l'échantillon Δl_p ,

$$\begin{aligned} \text{soit} \quad \Delta z &= \Delta z_e + \Delta l_e + \Delta l_p \\ &= \frac{F}{K} + \frac{F}{S} \frac{l}{E} + l \epsilon_p \end{aligned} \quad [1]$$

Si au cours de l'essai de déformation, on arrête le déplacement de la traverse ($\Delta z = \text{cste}$), l'énergie élastique emmagasinée dans l'appareillage se libère dans l'échantillon et celui-ci se déforme alors sous contrainte décroissante ; c'est le phénomène de relaxation. La décroissance de la force en fonction du temps est enregistrée.

En dérivant par rapport au temps l'équation [1], on obtient :

$$\frac{d(\Delta z)}{dt} = 0 = \frac{1}{K} \frac{dF}{dt} + \frac{1}{E} \frac{l_d}{S_d} \frac{dF}{dt} + l_d \frac{d\epsilon_p}{dt}$$

c'est à dire
$$\left(\frac{1}{K} + \frac{1}{E} \frac{l_d}{S_d} \right) \frac{dF}{dt} = - l_d \frac{d\epsilon_p}{dt}$$

ou encore
$$\left(\frac{S_d}{K} + \frac{l_d}{E} \right) \frac{d\sigma}{dt} = - l_d \dot{\epsilon}_p$$

soit
$$\frac{d\sigma}{dt} = - M \dot{\epsilon}_p \quad [2] \quad \text{avec} \quad \frac{1}{M} = \frac{S_d}{l_d} \frac{1}{K} + \frac{1}{E} \quad [3]$$

où S_d et l_d sont les section et longueur de l'échantillon au départ de l'essai de relaxation.

La connaissance de M permet, en chaque point de la relaxation, en mesurant la vitesse de décroissance de la force enregistrée, le calcul de la vitesse de déformation plastique $\dot{\epsilon}_p$ correspondante,

M peut être calculé si on connaît la valeur de K (43 nm/N dans notre cas), ou à partir des pentes élastiques de charge de l'ensemble échantillon + machine ; dans cette partie de la courbe on peut en effet écrire :

$$\begin{aligned} F &= k \Delta z = k (\Delta z_e + \Delta l_e) \\ &= k \left(\frac{F}{K} + \frac{l_0}{S} \frac{F}{E} \right) \Rightarrow \frac{1}{k} = \frac{1}{K} + \frac{l_0}{S_0} \frac{1}{E} \\ \frac{1}{k} &= \frac{l_0}{S_0} \left(\frac{1}{E} + \frac{S_0}{l_0 K} \right) = \frac{l_0}{S_0} \left(\frac{1}{E} + \frac{S_d}{l_d K} \right) = \frac{l_0}{S_0} \frac{1}{M} \end{aligned}$$

soit $M = k \frac{l_0}{S_0}$.

Les approximations $l_0 \sim l_d$ et $S_0 \sim S_d$ n'entraînent pas une variation importante de M dans la mesure où les déformations restent faibles ; de toute façon l'utilisation d'échelles logarithmiques, par la suite, absorbe ce genre d'approximation.

R E F E R E N C E S

- 1 - R.D. Mac BRAYER, Doctoral Dissertation 1965.
North Carolina State University at Raleigh (U.S.A.).
- 2 - W.W. KRIEGEL, H. PALMOUR III, D.M. CHOI,
"Préparation and Mechanical Properties of Spinel".
"Special Ceramics 1964" (Academic Press. Londres 1965).
- 3 - H. PALMOUR III, Proc. Br. Ceram. Soc., 6, (1966), 209.
- 4 - J. HORNSTRA, J. Phys. Chem. Solids, 15, (1960), 311.
- 5 - J. HORNSTRA, "Reactivity of Solids".
J.H. de Boer Editor, Elsevier (1961) p. 563.
- 6 - K.C. RADFORD, C.W.A. NEWAY, Proc. Br. Ceram. Soc.,
9, (1967), 131.
- 7 - M.H. LEWIS, Phil. Mag, 17, (1968), 481.
- 8 - M.H. LEWIS, Phil. Mag, 14, (1966), 1003.
- 9 - N. DOUKHAN, R. DUCLOS, B. ESCAIG, J. Physique, 40, (1979),
381.
- 10 - P. VEYSSIERE, J. RABIER, H. GAREM, Phil. Mag.
A 39, (1979), 815.
- 11 - P. VEYSSIERE, J. RABIER, J. GRILHE, Phys. Stat. Sol. (a)
31, (1975), 605.
- 12 - P. VEYSSIERE, J. RABIER, H. GAREM, J. GRILHE,
Phil. Mag. 33, (1976), 143.
- 13 - T.E. MITCHELL, L. HWANG, A.H. HEUER, J. Mater. Sci.
11, (1976) 264.
- 14 - R. DUCLOS, N. DOUKHAN, B. ESCAIG, J. Mater. Sci.
13, (1978), 1740.

- 15 - N. DOUKHAN, R. DUCLOS, B. ESCAIG, Third Europhysics Topical Conference "Lattice defects in Ionic Crystal" Canterbury 1979, à paraître dans J. Physique Coll.
- 16 - P. VEYSSIERE, S.H. KIRBY, J. RABIER, Third Europhysics Topical Conference "Lattice defects in Ionic Crystal" Canterbury 1979, à paraître dans J. Physique Coll.
- 17 - N. DOUKHAN, Thèse d'état. Université de Lille I. 1980.
- 18 - S. IIDA, J. Phys. Soc. Japan 12, (1957), 222.
- 19 - E.J.W. VERWEY, E.L. HEILMANN, J. Chem. Phys., 15, (1947), 174.
- 20 - Handbook of Chemistry and Physics, (1966) F.124 C.R.C. Cleveland.
- 21 - W.H. BRAGG - Phil. Mag. 30, (1915), 305.
- 22 - G.E. BACON - Acta Cryst. 5 (1952), 684.
- 23 - E. BRUN, S. HAFNER, P. HARTMAN, F. LAVES, Naturwiss. 12, (1960), 227.
- 24 - E. STOLL, P. FISCHER, W. HALG, G. MAIER J. Phys. 25, (1964), 447.
- 25 - U. SCHMOCKER, H.R. BOESCH, F. WALDNER, Phys. Let. 40, (1972), 237.
- 26 - D.M. ROY, R. ROY, E.F. OSBORN, Am. J. Sci., 251, (1953), 337.
- 27 - M.A. VERNEUIL, Ann. Chim. Phys. 8° serie t.III (sept. 1904) 20.
- 28 - C.C. WANG, J. Appl. Phys. 40, (1969), 3433.

- 29 - H. SAAFELD, H. JAGODZINSKI, Z. Kristallogr., 109, (1957), 87.
- 30 - M.H. LEWIS, Phil. Mag., 20, (1969), 985.
- 31 - G.K. BANSAL, A.H. HEUER, Phil. Mag. 29, (1974), 709.
- 32 - R. DUCLOS, J. Physique Lettres 40, (1979), L-109.
- 33 - P. VEYSSIERE, J. RABIER, H. GAREM, J. GRILHE, Phil. Mag. A, 40, (1979), 553.
- 34 - H. JAGODZINSKI, H. SAAFELD, Z. Kristallogr., 110, (1958), 197.
- 35 - H. JAGODZINSKI, K. HAEFNER, Z. Kristallogr., 125, (1965), 188.
- 36 - G. PATRAT, M. BRUNEL, F. de BERGEVIN, Acta Cryst. A 30, (1974), 47.
- 37 - G.H. LIPSON, A. KAHAN, J.A. ADAMSKI, E. FARREL, M.J. REDMAN, J. KAWAMURA, J. Cryst. Growth, 3,4, (1968), 250.
- 38 - N. DOUKHAN, B. ESCAIG, J. Physique Lettres. 35, (1974), L-181.
- 39 - P. VEYSSIERE, Thèse d'état, Université de Poitiers, 1977, p. 109.
- 40 - R.T. PASCOE, K.C. RADFORD, R.D. RAWLING, C.W.A. NEWEY, J. Sci. Inst. 44, (1967), 366.
- 41 - M. HURM, Thèse d'état. Université de Lille 1. 1973.
- 42 - J.L. CADOZ, J. CASTAING, C. DOLIN, H. GERVAIS, B. PELISSIER, Rev. phys. Appl. 10, (1975), 247.
- 43 - R.J. GABORIAUD. Thèse d'état. Université de Poitiers. 1978.

- 44 - M.G. BLANCHIN, P. FAISANT, Rev. Phys. Appl. 14, (1979), 619.
- 45 - A. MOISES, Chim. Actual, 78, (1974), 1541.
- 46 - J.B. NEWKIRK, Trans. AIME, 215, (1979), 483.
- 47 - M. WILKENS, Can. J. Phys., 45, (1967), 567.
- 48 - G. COULON, J. LECOQ, B. ESCAIG, J. Physique, 35, (1974), 557.
- 49 - R. LINDNER, A. AKERSTROM, Z. Phys. Chem. N.F. 18, (1958), 303.
- 50 - K. ANDO, Y. OISHI, J. Chem. Phys, 61, (1974), 625.
- 51 - K.P.R. REDDY, Ph. D. Thesis. C.W.R.U. Cleveland (Ohio) 1978.
- 52 - A.E. PALADINO, W.D. KINGERY, J. Chem. Phys., 37, (1962), 957.
- 53 - W.P. WHITNEY, V.S. STUBICAN, Am. Cer. Soc. Bull. 49, (1970), 388.
- 54 - R. LINDNER, A. AKERSTROM, Z. Phys. Chem. N.F. 6, (1956), 162.
- 55 - R. SUN, J. Chem. Phys., 28, (1958), 290.
- 56 - R. LINDNER, D. CAMPBELL, A. AKERSTROM, Acta Chem. Scand 6, (1952), 457.
- 57 - R. LINDNER, Ark. Kemi., 4, (1952), 38.
- 58 - G. YAMAGUCHI, N. NAKANO, M. TOSAKI, Bull. Chem. Soc. Japan, 42, (1969), 2801.

- 59 - R.J. BRATTON, J. Amer. Ceram. Soc., 52, (1969), 417.
- 60 - R.J. BRATTON, J. Amer. Ceram. Soc., 54, (1971), 141.
- 61 - L. NAVIAS, J. Amer. Ceram. Soc., 44, (1961), 434.
- 62 - J. HLAVAC, "Reactivity of Solids".
J.H. de BOER Editor, Elsevier, (1961), p. 129.
- 63 - B. ESCAIG, Rev. physique Appl., 14, (1979), 469.
- 64 - G. EDELIN, Phil. Mag., 23, (1971), 186.
- 65 - J.P. POIRIER, "Plasticité à haute température des solides cristallins" Eyrolles Paris 1976.
- 66 - M.F. LEWIS, J. Acoust. Soc. Amer., 40, (1966).
- 67 - E. SCHREIBER, J. Appl. Phys., 38, (1967), 2508.
- 68 - R. DUCLOS, Thèse de 3^o cycle, Université de Lille 1, 1974.
- 69 - N. DOUKHAN, R. DUCLOS, B. ESCAIG, J. Physique Colloq. 34, (1973), C9-379.
- 70 - J.P. POIRIER, Thèse d'état, Université de Paris Sud, 1971.
- 71 - V. PONTIKIS, J.P. POIRIER, Scripta Met., 8, (1974), 1427.
- 72 - T. BRETHERAU, C. DOLIN, J. Mater. Sci., 13, (1978), 587.
- 73 - N. DOUKHAN, R. DUCLOS, B. ESCAIG, J. Physique Colloq. 37, (1976), C7-566.
- 74 - B. ESCAIG, Ann. phys. 3, (1978), 213.
- 75 - J. FRIEDEL, "Dislocations", Pergamon Press, 1964.

- 76 - F. GUIU, P.L. PRATT, Phys. Stat. Sol., 6, (1964), 111.
- 77 - W. BLUM, Phys. Stat. sol. (b), 45, (1971), 561.
- 78 - S. AMELINCKX, W. DEKEYSER, Sol. Stat. Phys. n° 8, p. 325
"the structure and properties of grains boundaries".
- 79 - J.P. HIRTH, J. LOTHE, Theory of Dislocations. Mc. Graw
Hill. 1968.
- 80 - J. CADOZ, Thèse d'état, Université Paris Sud, 1978.
- 81 - G. EDELIN, R. LE HAZIF, J.M. DUPOUY, Mem. Sci. Rev.
Met. LXVIII, (1971), 43.
- 82 - R. LE HAZIF, G. EDELIN, J.M. DUPOUY, Trans. AIME, (1972).
- 83 - J.P. POIRIER, Phil. Mag., 26, (1972), 701.
- 84 - J. GRILHE, Workshop on the interaction of Point Defects
and Dislocations in Oxides; Bellevue, 1978.
- 85 - W.T. DONLON, M.S. Thesis 1977, C.W.R.U. Cleveland
(Ohio), U.S.A.
- 86 - W.A. COGHLAN, R.A. MENEZES, W.D. NIX, Phil. Mag.,
23, (1971), 1515.
- 87 - A.H. CLAUER, M.S. SELTZER, B.A. WILCOX, J. Mater. Sci.,
6, (1971), 1379.
- 88 - H. ALEXANDER, P. HAASEN, Sol. St. Phys., 22, (1968), 27.
- 89 - S.J. JONES, J.W. GLEN, Phil. Mag., 19, (1969), 13.
- 90 - A.K. MUKHERJEE, J.E. BIRD, J.E. DORN, Trans. A.S.M.
62, (1969), 155.
- 91 - W.T. DONLON, T.E. MITCHELL, A.H. HEUER, Phil. Mag. A,
40, (1979), 351.
- 92 - H.L. KRONBERG, Acta Met., 5, (1957), 507.

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué à l'Université des Sciences et Techniques de Lille dans le Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (L.A. C.N.R.S. 234) sous la direction de Monsieur le Professeur ESCAIG à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude pour m'avoir permis de mener à bien ce travail de thèse.

Je remercie Messieurs les Professeurs J. GRILHE, J. PAQUET, J. PHILIBERT, J.P. POIRIER et Monsieur B. JOUFFREY qui me font l'honneur de bien vouloir juger ce travail.

Je voudrais également remercier les différents membres du Laboratoire qui m'ont apporté leur aide à un moment ou à un autre ; je pense particulièrement à J. CRAMPON qui a su être présent dans les moments difficiles.

Je m'en voudrais d'oublier N. DOUKHAN avec laquelle j'ai ~~collaboré~~ au cours de cette étude et qui s'est chargée de la partie microscopique électronique dont elle a su tirer un maximum de renseignements.

Madame PAEPEGAEV s'est chargée de la dactylographie de cette thèse, je l'en remercie sincèrement ainsi que l'équipe de la polycopie qui en a assuré l'impression.

