

N° d'ordre : 370

50376
1973
31

50376
1973
31

THESE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES
ET DES TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de
DOCTEUR DE SPÉCIALITÉ

en Physique des solides
par

Jacques CRAMPON

*

ETUDE DE L'ACTIVATION THERMIQUE



DU GLISSEMENT DANS LE TELLURE

*

Soutenue le 19 Mars 1973 devant la Commission d'examen

Membres du Jury

M. DOUKHAN

Président

M. ESCAIG

Rapporteur

M. FRIEDEL

Invité

DOYENS HONORAIRES De l'Ancienne Faculté des Sciences

MM. H. LEFEBVRE, PARREAU

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

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

PRESIDENT de l'UNIVERSITE
DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

M. DEFRETIN René

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

PROFESSEURS TITULAIRES

M. BACCHUS Pierre	Astronomie
M. BEAUFILS Jean-Pierre	Chimie Générale
M. BECART Maurice	Physique
M. BIAYS Pierre	Géographie
M. BLOCH Vincent	Psychophysiologie
M. BONNEMAN Pierre	Chimie et Physico-Chimie Industrielle
M. BONTE Antoine	Géologie Appliquée
M. BOUGHON Pierre	Mathématiques
M. BOURIQUET Robert	Biologie Végétale
M. CAPET Marcel-Francis	Institut de Préparation aux Affaires
M. CELET Paul	Géologie
M. CONSTANT Eugène	Physique Industrielle-Electronique
M. CORSIN Pierre	Paléobotanique
M. DECUYPER Marcel	Mathématiques Générales
M. DEFRETIN René	Biologie Marine
M. DELATTRE Charles	Géologie Générale
M. DURCHON Maurice	Zoologie Générale et Appliquée
M. FAURE Robert	Mécanique
M. FOURET René	Physique
M. GABILLARD Robert	Radio-Electricité-Electronique
M. GEHU Jean-Marie	Institut Agricole
M. GLACET Charles	Chimie Organique
M. GONTIER Gérard	Mécanique
M. GUILLAUME Jean	Biologie Végétale
M. HEUBEL Joseph	Chimie Minérale
M. JOLY Robert	Biologie (Amiens)
Me LENOBLE Jacqueline	Physique Expérimentale
M. LOMBARD Jacques	Sociologie

PROFESSEURS TITULAIRES (suite)

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

PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

M. BOUISSET Simon	Physiologie Animale
M. DELHAYE Michel	Chimie
M. FLATRES Pierre	Géographie
M. LEBRUN André	Electronique
M. LINDER Robert	Botanique
M. LUCQUIN Michel	Chimie Physique
M. PARREAU Michel	Mathématiques Appliquées
M. PRUDHOMME Rémy	Droit et Sciences Economiques
M. SCHILTZ René	Physique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean	Physique
M. BILLARD Jean	Physique
M. BODARD Marcel	Botanique
M. BOILLET Pierre	Physique
M. DERCOURT Jean-Michel	Géologie
M. DEVRAINNE Pierre	Chimie Minérale
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GRUSON Laurent	Mathématiques
M. GUILBAULT Pierre	Biologie
M. LACOSTE Louis	Biologie
M. LANDAIS Jean	Chimie
M. LEHMANN Daniel	Mathématiques
Mme LEHMANN Josiane	Mathématiques
M. LOUCHEUX Claude	Chimie
M. MAES Serge	Physique
Mle MARQUET Simone	Mathématiques
M. MONTEL Marc	Physique
M. MONTUELLE Bernard	I.U.T. Lille
M. PANET Marius	I.E.E.A.
M. PROUVOST Jean	Minéralogie

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions)

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

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions) suite

M. BEGUIN Paul	Mécanique des Fluides
M. BKUCHE Rudolphe	Mathématiques
M. BOILLY Bénoni	Biologie
M. BONNEMAIN Jean-Louis	Biologie Végétale
M. BONNOT Ernest	Biologie Végétale
M. BOSCOQ Denis	Mathématiques
M. BRIDOUX Michel	Chimie
M. BRUYELLE Pierre	Géographie et Aménagement Spatial
M. CAPURON Alfred	Biologie Animale
M. CARREZ Christian	I.E.E.A.
M. CORDONNIER Vincent	Informatique
M. CORTOIS Jean	Physique
M. COULON Jean	I.E.E.A.
M. DEBOURSE Jean-Pierre	Sciences Economiques et Sociales
M. DEBRABANT Pierre	Sciences Appliquées
M. DELAUNAY Jean-Claude	Sciences Economiques et Sociales
M. DEPREZ Gilbert	Physique (I.U.T.)
M. DERIEUX Jean-Claude	Biologie (I.U.T.)
M. DOUKHAN Jean-Claude	Physique
M. DRIEUX Baudouin	I.E.E.A.
M. DYMENT Arthur	Mathématiques
M. ESCAIG Bertrand	Physique
Mme EVRARD Micheline	Chimie (I.U.T.)
M. FONTAINE Jacques André	Génie Electrique
M. FONTAINE Jacques Marie	I.U.T. Lille
M. FOURNET Bernard	I.U.T. Lille
M. FROELICH Daniel	Sciences Appliquées
M. GAMBLIN André	Géographie
M. GOBLOT Rémi	Mathématiques
M. GOSSELIN Gabriel	Sociologie
M. GRANELLE Jean-Jacques	Sciences Economiques
M. GUILLAUME Henri	Sciences Economiques et Sociales
M. HERMAN Maurice	Physique
M. JOURNEL Gérard	Sciences Appliquées
Mle KOSMANN Yvette	Mathématiques
M. KREMBEL Jean	Chimie
M. LABLACHE COMBIER Alain	Chimie
M. LAURENT François	Automatique
M. LAVAGNE Pierre	Sciences Economiques et Sociales
Mle LEGRAND Denise	Mathématiques
Mle LEGRAND Solange	Mathématiques
M. LENTACKER Firmin	Géographie et Aménagement Spatial
M. LEROY Jean-Marie	E.N.S.C.L.
M. LEROY Yves	Electronique
M. LHENAFF René	Géographie
M. LOCQUENEUX Robert	Physique
M. LOUAGE Francis	Sciences Appliquées
M. LOUCHET Pierre	C.U.E.E.P.
M. MAHIEU Jean-Marie	Physique (I.U.T.)
Mme MAILLET Monique	Sciences Economiques
M. MAIZIERES Christian	I.E.E.A.
M. MALAUSSENA Jean-Louis	Sciences Economiques et Sociales
M. MERIAUX Emile	Sciences de la Terre
M. MESSELYN Jean	Physique
M. MIGEON Michel	Chimie (Sciences Appliquées)
M. NICOLE Jacques	Chimie (E.N.S.C.L.)
M. PAQUET Jacques	Sciences Appliquées
M. PARSY Fernand	Mathématiques
M. PECQUE Marcel	Chimie
M. PERROT Pierre	Chimie

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions) suite

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

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué à l'Université des Sciences et Techniques de Lille, dans le laboratoire de "Défauts dans les solides" sous la direction de Monsieur le Professeur ESCAIG et Monsieur le Professeur DOUKHAN à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude.

Je remercie Monsieur le Professeur FRIEDEL qui m'a fait l'honneur de bien vouloir être membre du jury.

Mes remerciements vont également à Monsieur CAGNON et Monsieur KUBIN qui ont mis à ma disposition leur matériel et leur grande compétence pour les mesures à 4 K.

Je remercie enfin tous les membres du laboratoire dont l'amitié m'a aidé à mener à bien ce travail et tout particulièrement Monsieur FARVACQUE avec qui il a été possible de travailler en équipe dans le meilleur esprit.

Je ne saurais oublier Mademoiselle KACZMAREK qui s'est chargée de la tâche bien ingrate de la frappe du manuscrit ainsi que l'équipe de la polycopie qui a assuré l'impression de ce mémoire.

INTRODUCTION

I - GENERALITES

- 1 - Structure cristalline du tellure
- 2 - Propriétés plastiques du tellure
- 3 - Processus thermiquement activés
 - 1 - Théorie des processus thermiquement activés
 - 2 - Mesures des volumes d'activation
 - 3 - Mesures de l'énergie d'activation

II - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

- 1 - Préparation des éprouvettes de traction et de compression
 - 1 - Elaboration des éprouvettes
 - 2 - Orientation des éprouvettes
- 2 - Techniques de déformation
 - 1 - Montage de traction
 - 2 - Montage de compression

III - ETUDE DE L'ACTIVATION THERMIQUE DU GLISSEMENT DANS LE TELLURE

- 1 - Conditions expérimentales
- 2 - Cas du glissement "a"
 - 1 - Variation du volume d'activation au cours de la déformation : limite macroélastique
 - 2 - Etat de la sous structure de dislocation à la limite élastique
 - 3 - Energie d'activation
 - 4 - Discussion
- 3 - Cas du glissement "c"
 - 1 - Températures inférieures à 150 K
 - 1 - Variation du volume d'activation en fonction de la déformation: limite élastique
 - 2 - Energie d'activation
 - 3 - Discussion

2 - Températures supérieures à 150 K

1 - Courbes de déformation

2 - Observation de la sous structure

3 - Discussion

CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

FIGURES

INTRODUCTION

L'activation thermique du glissement dans le tellure a été très peu étudiée jusqu'à présent. Une telle étude est cependant indispensable pour préciser la nature du frottement de réseau qui contrôle la limite élastique du tellure.

Cette étude est compliquée par l'apparition à basse température d'un stade microplastique important rendant délicate l'évaluation d'une limite élastique.

Nous avons évalué les volumes d'activation par la méthode de relaxation de contrainte. En suivant l'évolution de ce volume le long de la courbe de déformation nous avons pu définir une limite élastique ayant un sens physique précis qui correspond à un changement qualitatif dans la sous structure de dislocation.

L'extrapolation à 0 K des mesures effectuées entre la température ambiante et celle de l'hélium liquide nous a permis d'évaluer quantitativement les paramètres d'activation thermique des deux types de glissement connus dans le tellure. Nous avons pu ainsi développer un modèle de double décrochement qui interprète bien le mécanisme de propagation des dislocations.

Le premier chapitre rappelle les résultats antérieurs sur la déformation du tellure ainsi que les bases de la théorie des processus thermiquement activés.

Les techniques expérimentales d'élaboration des éprouvettes et de déformation sont décrites au chapitre II.

Les résultats expérimentaux sont présentés et discutés au chapitre III. Nous examinons successivement le cas du glissement \vec{a} , celui du glissement \vec{c} entre 0 et 150 K qui est assez analogue au premier et le cas du glissement \vec{c} au dessus de 150 K où apparaissent de nouveaux mécanismes de déformation qui masquent de plus en plus le glissement thermiquement activé.

I - GÉNÉRALITÉS

La forte anisotropie du tellure monocristallin détermine ses propriétés plastiques essentielles. En particulier, elle rend compte de façon qualitative de la dépendance thermique de la limite élastique des deux systèmes de glissement possibles dans ce cristal.

Nous rappelons successivement les caractéristiques de cette structure, les résultats connus sur la déformation plastique du tellure, et la théorie des processus thermiquement activés qui est le cadre de notre étude.

I - 1 - STRUCTURE CRISTALLINE DU TELLURE

Le tellure appartient à la colonne VI_b de la classification périodique des éléments, sa couche électronique externe est du type ns^2np^4 . Les éléments du groupe VI_b (O, S, Se, Te, Po) ont tendance à former des liaisons covalentes p qui conduisent à des structures linéaires à 2 premiers voisins (anneaux ou chaînes). Cette tendance décroît pour un numéro atomique d'ordre croissant de sorte que l'on peut décrire le tellure dans l'état cristallin à partir de deux modèles cristallographiques simples.

- a) On part d'un réseau cubique simple que l'on distord légèrement en déplaçant chaque atome de façon à le rapprocher de deux de ses six voisins [1], [2] (figure 1). Chaque atome possède alors deux plus proches voisins avec lesquels il forme une unité de chaîne covalente et quatre seconds voisins appartenant aux chaînes voisines.

- b) On peut également décrire la structure du tellure comme un empilement hexagonal de chaînes hélicoïdales à trois atomes par tour (figure 2). A l'intérieur d'une même chaîne les atomes sont liés par des liaisons covalentes entre premiers voisins. La liaison entre chaînes adjacentes, qui est réalisée par l'intermédiaire d'atomes seconds voisins seulement, est plus faible.

L'énergie de liaison d'un atome dans le réseau cristallin se répartit approximativement ainsi [2] :

ment les liaisons dans les chaînes covalentes, sauf quand elles sont de caractère coin. Les dislocations coin \vec{a} sont ainsi plus stables que les dislocations vis \vec{a} . Ce fait est confirmé par la microscopie électronique qui montre principalement de longues dislocations \vec{a} dans la direction $[0001]$ au début de la déformation ($\gamma \approx 2$ à 3 %).

* Pour le glissement \vec{c} , qui ne suit pas la loi de Schmid, le modèle simplifié de chaînes faiblement liées suggère fortement une dissociation des dislocations vis \vec{c} sur deux ou trois plans prismatiques $\{10\bar{1}0\}$. Cela conduit à une situation analogue à celle des cristaux cubiques centrés. Cette dissociation n'a pu être observée par microscopie électronique ; cependant de longues dislocations vis \vec{c} viennent d'être mises en évidence dans des échantillons déformés à basse température [10].

La stabilité des dislocations coin \vec{a} , comme celle des dislocations vis \vec{c} entraîne une importante friction intrinsèque du réseau cristallin dans la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$.

Nous avons entrepris l'étude de l'activation thermique de ces glissements pour apporter quelques précisions sur la structure de coeur des dislocations qui est responsable de ce frottement de réseau.

I - 3 - PROCESSUS THERMIQUEMENT ACTIVES

Nous rappelons d'abord quelques éléments généraux de la théorie des processus thermiquement activés puis nous décrivons les méthodes de mesure du volume d'activation et de l'énergie d'activation.

I - 3 - 1) Théorie des processus thermiquement activés

De nombreuses analyses thermodynamiques du glissement activé des dislocations ont été proposées ces dernières années [11], [12], [13]. Elles aboutissent finalement à une théorie cohérente du point de vue thermodynamique qui permet de relier les paramètres d'activation aux grandeurs accessibles à l'expérience [14].

I - 3 - 1 a) Obstacles au mouvement d'une dislocation et activation thermique

Au cours de son mouvement sous l'effet d'une contrainte appli-

quée σ , une dislocation franchit différents types de barrières d'énergie libre de Gibbs : les unes de grande longueur d'onde et les autres plus localisées (figure 3). Les premières proviennent des interactions à grande distance et représentent les contraintes internes. Les secondes résultent de l'interaction à courte distance de la ligne de dislocation avec un défaut localisé (défaut ponctuel, impureté, dislocation) ou avec le réseau cristallin lui-même (barrière de Peierls, réactions dissociation - recombinaison).

L'activation thermique a lieu par fluctuations atomiques cohérentes de la ligne de dislocation. Il est clair qu'il ne peut y avoir activation thermique que dans un domaine très localisé, et que le franchissement de barrières d'énergie de grande longueur d'onde n'est pratiquement pas activé thermiquement.

I - 3 - 1 b) Franchissement d'une barrière localisée (figure 4).

Nous utilisons la description du système thermodynamique constitué du cristal entier en terme de contrainte appliquée σ . Cette description est commode dans le cas du tellure car la contrainte interne du cristal n'est qu'une très petite fraction de la contrainte totale.

Soit une barrière d'énergie de hauteur ΔG_0 . Sous l'action de la contrainte appliquée la dislocation ne peut surmonter l'obstacle que si l'activation fournit l'énergie ΔG sur une portion de longueur ℓ de la ligne de dislocation.

Pour un mouvement isotherme et réversible de la dislocation et en supposant les autres dislocations immobiles, cette énergie est donnée par :

$$\Delta G = \Delta G_0 - \sigma b \ell \Delta R \quad (1)$$

où ΔR est la distance qui sépare la dislocation de sa position de col.

I - 3 - 1 c) Grandeurs thermodynamiques d'activation

Les deux principes de la thermodynamique permettent d'écrire :

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

On définit alors l'entropie d'activation :

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

et le volume d'activation V :

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

Puisque σ n'intervient dans ΔG que par la force $\sigma b \ell$ appliquée à la dislocation, V contient toujours en facteur le vecteur de Burgers b. Aussi peut-on définir une surface d'activation A telle que :

$$V = b A \quad (5)$$

L'enthalpie d'activation est liée à G par l'entropie d'activation :

$$\Delta H = \Delta G + T\Delta S = \Delta G - T \left[\frac{\partial (\Delta G)}{\partial T} \right]_{\sigma, s.d.d.} = \left[\frac{\partial (\Delta G/T)}{\partial (1/T)} \right]_{\sigma, s.d.d.} \quad (6)$$

I - 3 - 1 d) Relations avec les grandeurs expérimentales

Sous l'effet d'une contrainte appliquée le glissement des dislocations produit une vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}$ qui suit une loi d'Arrhénius :

$$\dot{\gamma} = \dot{\Gamma} \exp \frac{-\Delta G}{k T} \quad (7)$$

Le terme $\dot{\Gamma}$ est un facteur de fréquence, caractéristique de la sous-structure de dislocation, qui est lié aux paramètres habituels :

$$\dot{\Gamma} = N a b v_d \quad (8)$$

avec N : nombre de sites activables par unité de volume

a : aire balayée par la dislocation au cours du franchissement

* la notation $\left[\right]_{s.d.d.}$ signifie que la sous-structure de dislocation reste identique au cours des mesures.

d'une barrière d'énergie ΔG .

b : vecteur de Burgers de la dislocation

v_ℓ : fréquence d'essai de la portion ℓ de dislocation.

L'expérience fournit deux types de mesures : $\left[\frac{\partial \text{Log } \dot{\gamma}}{\partial \sigma} \right]_T, \text{ s.d.d.}$
 et $\left[\frac{\partial \text{Log } \dot{\gamma}}{\partial T} \right]_\sigma, \text{ s.d.d.}$ dont on peut déduire respectivement V et ΔH .

Deux cas peuvent se produire :

- 1) Si $\dot{\Gamma}$ ne dépend des variables (σ, T) que faiblement vis à vis de l'exponentielle [15] les mesures précédentes donnent les dérivées partielles de la fonction $\left[\frac{\Delta G}{T} \right]$ par rapport à σ ou à T . On mesure directement le volume d'activation V et l'enthalpie d'activation ΔH :

$$V = kT \left[\frac{\partial \text{Log } \dot{\gamma}/\dot{\Gamma}}{\partial \sigma} \right]_T, \text{ s.d.d.} \quad (9)$$

$$\Delta H = kT^2 \left[\frac{\partial \text{Log } \dot{\gamma}/\dot{\Gamma}}{\partial T} \right]_\sigma, \text{ s.d.d.} \quad (10)$$

à condition que la sous-structure de dislocation reste effectivement inchangée au cours des mesures.

Un troisième paramètre, lié à V et ΔH , est accessible à l'expérience ; $\left[\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right]_{\dot{\gamma}, \text{ s.d.d.}}$. Si la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ est uniquement fonction

des variables σ et T , ce qui n'est exact que pour des mesures effectuées à sous-structure identique, on a la relation :

$$TV \left[\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right]_{\dot{\gamma}, \text{ s.d.d.}} + \Delta H = 0 \quad (11)$$

- 2) Si le facteur de fréquence $\dot{\Gamma}$ dépend fortement de σ , par l'intermédiaire de la densité de dislocations mobiles $\rho_m(\sigma)$, on ne mesure plus directement le volume d'activation réel.

L'équation (7) peut s'écrire $\dot{\gamma} = C \rho_m(\sigma) \exp - \frac{\Delta G(\sigma, T)}{kT}$;
 en l'inversant on obtient :

$$\Delta G = kT \text{Log} \frac{C \rho_m(\sigma)}{\dot{\gamma}} \quad (12)$$

Dans ce cas l'expérience donne :

$$kT \left[\frac{\partial \text{Log } \gamma}{\partial \sigma} \right]_{T, \text{ s.d.d.}} = V + kT \left[\frac{\partial \text{Log } \rho_m(\sigma)}{\partial \sigma} \right]_{T, \text{ s.d.d.}} \quad (13)$$

que l'on appelle parfois volume apparent.

Nous montrons plus loin (paragraphe I - 3 - 2) que volume apparent et volume réel se confondent dans notre étude ; donc que \bar{V} varie très peu par rapport à l'exponentielle $e^{-\Delta G/kT}$.

Les équations (9) et (11) indiquent le principe de la méthode de mesure : il faut un saut de vitesse de déformation pour mesurer V , et un saut de température pour mesurer ΔH .

Cependant l'équation (11) montre que si l'on mesure des limites élastiques et des volumes d'activation à sous-structure de dislocation comparable, on peut en déduire l'enthalpie d'activation sans faire de saut de température.

Nous avons simplement mesuré σ et V dans notre étude, au cours d'essais de déformation à vitesse constante, le volume d'activation étant évalué par la méthode de relaxation de contrainte [16].

I - 3 - 2) Mesure des volumes d'activation

L'essai de relaxation consiste à arrêter en cours de déformation la traverse mobile de la machine. La somme de la déformation plastique du cristal et de la déformation élastique de la machine reste donc constante. On observe la décroissance $\sigma(t)$ de la contrainte subie par l'échantillon.

Un tel essai permet d'obtenir une variation continue de la vitesse de déformation imposée au cristal, donc moins brutale que pour un saut de vitesse, et l'éprouvette est très peu déformée plastiquement.

La méthode de relaxation de contrainte, qui perturbe beaucoup moins la sous-structure de dislocation que l'essai différentiel, convient parfaitement à la mesure du volume d'activation dans le domaine microplastique.

Dans l'hypothèse d'un glissement activé thermiquement, les courbes de relaxation admettent une variation logarithmique [17] :

$$\sigma_0 - \sigma = \lambda \log_{10} \left[\frac{t}{C} + 1 \right] \quad (14)$$

$$\text{où } \lambda = 2,3 \frac{kT}{V} \quad (15)$$

et C est une constante liée au module élastique effectif de l'ensemble éprouvette-machine.

La détermination de λ et C se fait graphiquement selon la méthode décrite par GUIU et PRAT [16]. On en déduit le volume d'activation V. La précision sur plusieurs mesures est meilleure que 10 % dans notre cas.

I - 3 - 3 Mesure de l'énergie d'activation

Pour atteindre ΔG , liée plus directement que ΔH au mécanisme qui gouverne la déformation, il faut évaluer ΔS [13], [18].

Dans certains cas cependant l'entropie d'activation ΔS est négligeable. L'énergie d'activation ΔG et sa dérivée V ne dépendant alors que de σ , ΔG peut être déduite des mesures de σ et de V par deux méthodes indépendantes :

- 1) les équations (6) et (11) donnent :

$$\Delta G = - TV \left[\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right]_{\gamma, s.d.d.} \quad (16)$$

- 2) l'intégration de l'équation (4) fournit la seconde évaluation de ΔG :

$$\Delta G = \int_{\sigma_0}^{\sigma} V(\sigma) d\sigma \quad (17)$$

où σ_0 est la contrainte à OK du processus envisagé.

On vérifie la validité de l'hypothèse faite sur ΔS à l'aide de la loi d'Arrhénius (7) qui s'écrit :

$$\Delta G = C kT \quad (18)$$

$$\text{avec } C = \text{cste} = \text{Log} \frac{\Gamma}{\sigma} \quad (19)$$

l'entropie d'activation ΔS est effectivement négligeable quand les deux déterminations conduisent à une variation linéaire de l'énergie avec la température.

C'est le cas de nos résultats et la concordance des deux méthodes confirme que le volume d'activation mesuré est bien le volume d'activation réel du mécanisme étudié.

Enfin, la comparaison de la valeur du coefficient de proportionnalité expérimental C à celle obtenue à l'aide des formules (8) et (9) permet une vérification supplémentaire de la cohérence des mesures.

II - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

La détermination des mécanismes de glissement des dislocations et l'évaluation des paramètres de leur activation thermique sont effectuées au moyen d'essais de déformation plastique. Ces essais fournissent des grandeurs moyennes, pour tout l'échantillon, qu'il faut relier à la force qui agit sur une dislocation.

Les relations que l'on peut établir ne sont simples que si l'état de contrainte et de déformation au sein d'un échantillon monocristallin est homogène. Ceci est généralement réalisé au cours d'essais en contraintes uniaxiales : traction ou compression.

Nous développerons dans la première partie de ce chapitre la technique de préparation des éprouvettes avant d'aborder la description des montages de déformation.

II - 1 - PREPARATION DES EPROUVETTES DE TRACTION ET DE COMPRESSION

Les monocristaux qui ont été utilisés sont fabriqués par la société Wacker-Chemie G.B.M.H. selon la méthode de Czockralski. Ils se présentent sous la forme de barreaux hexagonaux d'axe \vec{c} , de 10 cm de long sur 1 cm² de section environ. La pureté annoncée est de 99,999 % (Soit 10 p.p.m. atomiques d'impuretés diverses).

Ils contiennent une densité de dislocations de croissance de l'ordre de 10⁵ cm⁻². Après une déformation de quelques pourcents, cette densité atteint généralement 10⁸ cm⁻².

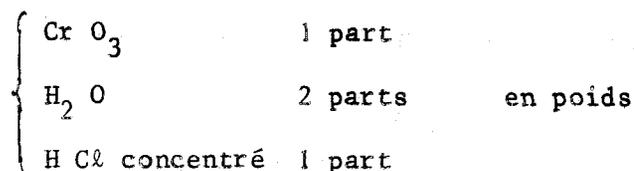
Nous décrivons ci-dessous l'élaboration et l'orientation des éprouvettes monocristallines.

II - 1 - 1) Elaboration des éprouvettes

La faible limite élastique des monocristaux de tellure à la température ambiante demande beaucoup de précautions au cours des manipulations. Les techniques de coupe et de polissage habituelles d'abrasion

ne sont pas applicables car elles augmentent considérablement la densité de dislocations initiale.

Les différents échantillons ont été taillés dans un même barreau monocristallin à l'aide d'une scie et d'une polisseuse chimiques [19]. Elles utilisent toutes les deux le même agent chimique qui se compose de :



Deux types d'éprouvettes ont été réalisés par cette méthode : des éprouvettes de traction et des éprouvettes de compression. Etant donné la dimension et l'orientation du barreau de départ, seules des éprouvettes de traction en vue de l'étude du glissement \vec{c} ont pu être taillées.

La forme des éprouvettes de traction, avec les congés nécessaires pour éviter les concentrations de contrainte parasites au niveau des têtes, est obtenue en donnant à la plaquette frontale de la polisseuse un profil adéquat. L'orthogonalité des faces et des bouts de l'échantillon de compression parallélépipédique est fournie par la polisseuse à l'aide de porte-échantillons en forme d'équerre.

Afin de permettre une bonne détermination des caractéristiques du glissement, soit par observation au microscope optique, soit par topographie X par réflexion, les éprouvettes sont terminées par immersion dans la solution chimique. Ce polissage final ne détruit pas la géométrie des échantillons et leur donne un bon état de surface (miroir). De plus il élimine l'érouissage en surface pouvant résulter des diverses manipulations.

Les dimensions des échantillons sont mesurées au microscope optique. La précision obtenue est de l'ordre de $\frac{2}{100}$ mm. Les dimensions finales des éprouvettes de traction sont de l'ordre de 20 mm pour une section de 2 mm², celles des éprouvettes de compression de 18 mm pour une section de 4 mm².

II - 1 - 2) Orientation des éprouvettes

La méthode de Laue en retour permet de déterminer l'orientation des éprouvettes monocristallines par rapport à l'axe de compression. C'est

une méthode classique de diffraction des rayons X dont la précision est suffisante pour l'étude macroscopique de la déformation plastique [20], [21].

Pour le tellure qui possède un numéro atomique élevé ($Z = 52$), des temps de pose d'environ deux heures sont nécessaires lorsqu'on utilise un tube à anticathode de cuivre fonctionnant dans les conditions suivantes : 15 KV ; 20 mA.

Pour faciliter le pointé des taches et augmenter la précision des mesures un collimateur de diamètre $\phi = 0,3$ mm est nécessaire.

Dans ces conditions, la précision est de l'ordre du demi-degré pour les faces cristallographiques simples (0001) ; (10 $\bar{1}$ 0) ; (11 $\bar{2}$ 0) , et de l'ordre du degré pour les faces quelconques.

II - 2 - TECHNIQUES DE DEFORMATION

L'essai de déformation plastique le plus courant est l'essai de traction, mais les problèmes liés à la fragilité des éprouvettes le rendent très difficile à mettre en oeuvre dans le cas du tellure.

Nous avons donc réalisé toute notre étude en compression. Des essais préliminaires en traction pour le glissement \vec{c} à température ambiante nous ont permis de vérifier la validité des résultats obtenus tant que la déformation ne dépasse pas quelques pourcents.

Nous décrivons d'abord le montage de traction, puis le montage de compression.

II - 2 - 1) Montage de traction

Le tellure monocristallin est très fragile au choc, il clive facilement sur les plans prismatiques {10 $\bar{1}$ 0}. La principale difficulté expérimentale de la traction, due à cette fragilité réside dans la fixation des éprouvettes sur la machine.

L'amarrage doit éviter les moments de flexion parasites qui entraînent la rupture de l'éprouvette au niveau des têtes quand celles-ci sont fixes.

Le système d'ancrage qui a été utilisé est constitué de deux joints de Cardan (figure 5) permettant théoriquement de maintenir alignés la direction de la force appliquée et l'axe de l'éprouvette, sans que les lamelles de glissement n'aient à se courber pour compenser la rotation du réseau cristallin. Les têtes pivotent simplement dans des directions opposées. L'adaptation de l'éprouvette sur le système d'ancrage se fait à l'aide de deux "noix" dans lesquelles les têtes sont collées.

Le montage s'adapte sur une machine Instron T T D M - L. Il est fixé à l'extrémité inférieure d'un tube cylindrique solidaire de la traverse mobile et à une tige axiale reliée à la cellule de mesure.

Dans ce cas, la déformation est homogène dans toute la partie utile de l'éprouvette, et l'on peut obtenir normalement des mesures qui gardent un sens physique pour des allongements importants.

Avec ce montage, des déformations plastiques supérieures à 5 % ont été obtenues à la température ambiante. A basse température par contre, les frottements mécaniques au niveau des articulations cessant d'être négligeables d'une part, et l'aptitude du tellure au clivage augmentant d'autre part, la déformation n'a jamais dépassé la limite élastique. Dans tous les cas, les ruptures fragiles ont eu lieu assez loin des têtes.

II - 2 - 2) Montage de Compression

Dans l'essai de compression habituel les extrémités de l'échantillon sont fixes et les hétérogénéités de déformation (glissement secondaire, flexion parasite) deviennent rapidement importantes lorsque la déformation augmente. Pour en minimiser les effets, il faut utiliser des éprouvettes dont la longueur est très grande devant la section, mais les risques de rupture ou de pliage limitent le rapport $\left[\frac{l^2}{S} \right]$.

En comparant les courbes de consolidation pour des échantillons de même orientation déformés les uns en traction, les autres en compression (figure 6) nous avons finalement adopté une forme d'éprouvette de compression telle que $\left[\frac{l^2}{S} \right]$ soit de l'ordre de 20 à 30.

Le montage de compression est inversé afin de pouvoir immerger l'éprouvette et les plateaux dans un cryostat pour les mesures à basse tem-

pérature (figure 7). En permettant à l'un des plateaux de compression de se déplacer un peu parallèlement par rapport à l'autre, les risques de rupture de l'éprouvette ont été limités au maximum.

Pour le domaine plastique étudié (passage de la limite élastique) la déformation est bien homogène dans tout l'échantillon. L'essai a un sens physique, mais l'étude du durcissement ne peut être qu'approximative.

Le cryostat utilisé est du type B R T - 11 Air liquide avec comme liquide cryogénique de l'Isopentane permettant d'atteindre 120 K. Les mesures à 4,2 K ont été effectuées au moyen du cryostat mis au point par Kubin à Orsay.

Les températures autres que celles déterminées par les points fixes étaient réglées à mieux que $\pm 1^\circ$.

**III - ETUDE DE L'ACTIVATION THERMIQUE
DU GLISSEMENT DANS LE TELLURE**

Nous avons mesuré la variation thermique de la limite élastique, ainsi que les paramètres d'activation thermique du glissement dans le tellure : volume d'activation et énergie d'activation.

Nous donnons ci-dessous les résultats relatifs aux deux systèmes possibles :

- glissement \vec{a}
- glissement \vec{c}

Les conditions expérimentales de notre étude sont résumées dans la première partie du chapitre.

III - 1 - CONDITIONS EXPERIMENTALES

Les mesures ont été effectuées entre la température ambiante et celle de l'hélium liquide.

Les orientations des éprouvettes que nous avons étudiées sont repérées sur le triangle $(0001, 11\bar{2}0, 10\bar{1}0)$ de la projection stéréographique standard du plan (0001) , représenté figure 8. Ce triangle est séparé en deux zones.

La zone a correspond au glissement \vec{a} . Seule l'orientation I favorisant un glissement simple a été étudiée puisque dans cette zone la loi de Schmid et Boas est vérifiée.

La zone c correspond au glissement \vec{c} . L'effet de l'orientation, bien que très important dans ce cas, n'a pu être étudié en détail. En effet, pour certaines températures, et dans une région du triangle assez mal définie (partie hachurée de la figure), le durcissement du glissement \vec{c} est très important de sorte que le glissement \vec{a} peut devenir actif, ce qui conduit à des résultats inexploitable. Nous avons essentiellement étudié l'orientation II pour laquelle deux systèmes de glissement sont également sollicités $((1010) [0001]$ et $(1100) [0001])$; un glissement double

est donc en principe possible. En fait nous avons toujours observé un glissement simple.

Toutes les éprouvettes ont été déformées à une vitesse constante de $2,5 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$.

Les limites élastiques sont mesurées suivant la convention donnée au paragraphe III - 2 - 1), et en contraintes projetées sur le plan de glissement actif.

Les facteurs de Schmid correspondant aux diverses orientations sont respectivement :

- 0,5 pour l'orientation I
- 0,16 pour l'orientation II
- 0,38 pour l'orientation III

III - 2 - CAS DU GLISSEMENT "a"

La déformation plastique obtenue est bien homogène de 4 K à 300 K. Sur ce type de glissement nous avons pu vérifier complètement la cohérence des mesures ainsi que notre méthode d'évaluation de la limite élastique lorsque la déformation présente un stade microplastique important.

Les résultats développés ci-dessous indiquent que le glissement est activé thermiquement jusqu'à 160 K environ. L'énergie d'activation maximale mesurée est $U_0 = 0,50 \text{ eV}$. Elle est cohérente avec un mécanisme de propagation des dislocations coin \vec{a} par nucléation et diffusion d'un double décrochement le long de la ligne.

La détermination de la limite élastique par l'intermédiaire du volume d'activation fournit les courbes $\sigma(T)$ et $V(\sigma)$ à sous structure de dislocation comparable. On en déduit l'énergie d'activation.

III - 2 - 1) Variation du volume d'activation au cours de la déformation : limite macroélastique

A basse température une relaxation de contrainte apparaît nettement avant la limite élastique conventionnelle, c'est à dire dès le domaine microplastique. Un changement très net d'allure de la relaxation est observé lorsqu'on traverse le domaine de la limite macroélastique ; relaxation très faible avant, augmentant rapidement au voisinage de cette limite, puis se stabilisant.

La figure 9 montre le réseau de courbes de relaxation obtenu pour le même échantillon déformé à la température de l'azote liquide. Les courbes de relaxation A, B, C, H correspondent respectivement aux points A, B, C H de la courbe de déformation représentée figure 10. Elles suivent la loi logarithmique (14) aussi bien dans le domaine microplastique que dans le domaine macroplastique. On en déduit la variation du volume d'activation en fonction de la déformation (figure 10 a).

Le mouvement de dislocations avant la limite élastique a été également observée par relaxation dans les cristaux cubiques centrés [16], [22], [23]. Il est raisonnable d'attribuer de même, ce type de mouvement, aux parties vis des boucles de dislocations $\vec{\tau}$ qui apparaissent au cours de la microdéformation et qui sont plus mobiles que les parties coin.

L'existence d'un domaine microplastique complique l'évaluation d'une limite élastique précise. Les courbes à basse température présentent un stade initial d'allure parabolique qui recouvre le domaine microplastique et le début du domaine macroplastique. On n'y trouve aucune rupture de pente de durcissement.

La définition de la limite élastique ayant un sens physique est, à notre avis, celle qui consiste à mesurer la contrainte pour laquelle le volume d'activation, après une transition rapide, atteint sa valeur du domaine macroplastique. Nous pensons que c'est à cette contrainte que les dislocations coin $\vec{\tau}$ deviennent mobiles et permettent la multiplication nécessaire à la macrodéformation.

La figure 10 en montre un exemple typique à 77 K. Le volume d'activation déduit des essais de relaxation effectués en A, B, H, est représenté par l'aire activée $A(\gamma) = \frac{V(\gamma)}{a}$. La limite élastique est obtenue au point D pour un volume d'activation de $32 a^2 c$. Sa valeur est de 700 g/mm^2 .

Cette mesure est reproductible d'un essai à l'autre avec une précision meilleure que 10 % et la méthode s'applique bien à d'autres cristaux, tels que le fer, présentant un stade parabolique à basse température. Lorsque, à plus haute température, le stade parabolique disparaît, notre méthode est toujours applicable et conduit à des valeurs identiques à celles habituellement mesurées (σ par $\gamma = 0,2 \%$ par exemple).

La figure 11 représente le réseau de courbes $\sigma(\gamma)$ pour diverses températures testées. La limite élastique ainsi évaluée y est indiquée par

un point renforcé.

III - 2 - 2) Etat de la sous-structure de dislocation à la limite élastique

L'étude de l'évolution de la sous-structure de dislocation au cours de la déformation par la méthode de Berg - Barrett [24] confirme que la limite élastique définie précédemment correspond toujours au même moment de cette évolution.

Les topographies X en réflexion prises sur des échantillons d'orientation I déformés à 77 K (figure 12) représentent la progression d'une polygonisation grossière de plus en plus nette lorsque la déformation augmente.

Sur l'échantillon le plus déformé (n° 1), on observe un ensemble de lignes de contraste dans la direction \vec{c} qui sont caractéristiques de la présence de sous-joints de flexion plus ou moins grossiers, constitués de dislocations coin \vec{a} .

A déformation plus faible, correspondant à la transition du volume d'activation (échantillon n° 2), ce même type de sous-joints apparaît. Par contre, la sous structure de l'échantillon n° 3, le moins déformé, ne diffère guère de celle d'un échantillon non déformé.

L'évolution du volume d'activation est tout à fait parallèle à celle de cette polygonisation ; ce fait illustre très clairement que le passage au domaine de macrodéformation s'accompagne d'un palier caractéristique dans l'évolution du volume d'activation.

III - 2 - 3) Energie d'activation

L'énergie d'activation ΔG est déduite des mesures précédentes par les deux méthodes indiquées au chapitre I.

(1) A partir de l'équation (16)

La dérivée $\left[\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right]_{\gamma, \text{ s.d.d.}}$ a été évaluée, en dehors du palier athermique, en mesurant la pente de la courbe $\sigma(T)$ qui représente la va-

riation de la limite élastique en fonction de la température (figure 13).

Notre définition de la limite élastique assure que les différents points expérimentaux (σ, T) de la courbe $\sigma(T)$ correspondent tous à l'état où la polygonisation de glissement apparaît dans le cristal. La courbe se rapporte donc bien à des états de la sous structure de dislocation comparables.

La limite élastique est multipliée par 100 quand on passe de la température ambiante à celle de l'hélium liquide. Ceci confirme la très forte activation thermique du mécanisme qui contrôle la macrodéformation à basse température.

En extrapolant à 0 K la courbe $\sigma(T)$ on obtient pour la contrainte de Peierls σ_0 la valeur 3500 g/mm^2 , ce qui correspond à $\frac{\sigma_0}{\mu_a}$ de l'ordre de 3×10^{-3} (où μ_a est le module de cisaillement dans la direction a [25]).

La limite élastique devient athermique vers 160 K, pour une valeur de l'ordre de 40 g/mm^2 .

(2) A partir de l'équation (17)

L'énergie d'activation a été évaluée au moyen de la courbe A (σ) de la figure 14 qui représente la variation de l'aire activée A avec la contrainte au passage dans le domaine macroplastique. Cette courbe est déduite des courbes A (γ) et $\sigma(\gamma)$ obtenues pour chaque température étudiée. Comme la courbe $\sigma(T)$, elle se rapporte à des états de la sous structure de dislocation comparables.

Ces deux déterminations concordent bien. La figure 15 représente les valeurs de l'énergie d'activation ΔG en fonction de la température. On obtient une dépendance linéaire de ΔG avec la température jusqu'à 160 K, où ΔG atteint sa valeur maximum $U_0 = 0,50 \text{ eV}$ et se stabilise.

Ces résultats confirment que pour nos mesures l'entropie d'activation ΔS est bien négligeable et que la mesure du volume d'activation donne effectivement le volume réel.

Le coefficient de proportionnalité de la relation (19), déduit de la figure 15 vaut : $C \approx 36$.

III - 2 - 4) Discussion

La variation de σ , la valeur du volume d'activation et celle de l'énergie d'activation sont caractéristiques d'une forte interaction de certaines dislocations, ici des dislocations coin \vec{a} , avec le réseau cristallin lui-même plutôt qu'avec les impuretés interstitielles (absence de crochet de traction, faible taux d'impuretés : 10 p.p.m.).

Les données expérimentales qui précèdent, permettent d'évaluer deux grandeurs caractéristiques de ce frottement de réseau : le gain d'énergie obtenu pour le caractère coin des dislocations \vec{a} d'une part, et l'énergie d'activation maximum qu'il faut leur fournir pour les rendre à nouveau mobiles d'autre part.

Au cours de la microdéformation, tout arc de dislocation de vecteur de Burgers \vec{a} prend des parties coin en se courbant dans son plan de glissement $\{10\bar{1}0\}$ sous l'effet de la contrainte appliquée. Une fois coin ces segments moins énergétiques que le reste de l'arc, se stabilisent le long des directions $[000\bar{1}]$. Peu à peu toutes les boucles de dislocation \vec{a} se développent de préférence le long des directions $[0001]$ et perdent leur mobilité. La multiplication des dislocations ne peut se produire que si ces longues dislocations coin \vec{a} recouvrent leur mobilité à la limite élastique.

L'activation thermique du processus permettant aux dislocations coin \vec{a} , devenues sessiles au cours de la microdéformation, de redevenir mobiles à la limite élastique, contrôle la macrodéformation.

- A 0 K, la dislocation coin \vec{a} doit se déplacer en bloc d'une position stable à la suivante. Le travail dû à la contrainte de Peierls σ_0 fournit :

$$\sigma_0 a \cdot a = \alpha R \quad \text{avec} \quad \alpha \gg 2 \quad (20)$$

où R représente la différence d'énergie de cœur par unité de longueur de la dislocation coin \vec{a} , quand elle passe d'une position stable à la position de col voisine. Il est raisonnable d'utiliser ce paramètre pour représenter approximativement l'amplitude de variation d'énergie de cœur d'une dislocation avec son caractère.

- A température non nulle, l'activation thermique permet la mobilité des dislocations coin \vec{a} par un processus de nucléation et de diffu-

sion d'un double décrochement le long de la ligne. L'énergie d'un tel décrochement est en général mal connue, par suite de la difficulté d'estimer l'interaction réelle entre les deux décrochements. Il est vraisemblable que sous forte contrainte, l'aire d'activation étant très faible, ces deux décrochements sont mal séparés et forment en réalité une seule "bosse" continue le long de la ligne ; dans ce cas leur énergie ne peut être évaluée sans un modèle détaillé du coeur de la dislocation. Par contre, à faible contrainte la valeur de l'aire activée indique que les décrochements sont alors bien séparés l'un de l'autre, et chacun d'eux peut être considéré comme isolé.

L'énergie de formation de deux décrochements isolés et complètement formés $2 U_k$ est simple à évaluer dans l'approximation de la tension de ligne ; elle est donnée par la relation [26], [27] :

$$2 U_k = 2a \sqrt{2 R \tau_i} \quad (21)$$

où τ_i est la tension de ligne pour un caractère quelconque.

La valeur expérimentale obtenue pour la contrainte de Peierls est $\sigma_0 = 30 \mu_a 10^{-4}$; à l'aide des équations (20) et (21) en prenant $\alpha = 2$ et en faisant $\tau_i = \frac{\mu_a a^2}{2}$ on trouve :

- d'une part : $a R = 10^{-2}$ eV, ce qui correspond au gain d'énergie de coeur par longueur a de dislocation \vec{a} lorsqu'elle suit une direction coin.

- d'autre part : $2 U_k = 0,51$ eV. La valeur de l'énergie d'activation maximum obtenue expérimentalement $U_0 = 0,50$ eV, est donc conforme à celle de l'énergie de formation de deux décrochements bien séparés.

Le calcul de l'angle d'inclinaison de ces décrochements par rapport à la direction rectiligne moyenne de la dislocation fournit la valeur de 5° , ce qui correspond à des décrochements faiblement inclinés et à une longueur de décrochement minimum ℓ de $25 a$. Ce résultat est cohérent avec la valeur expérimentale du volume d'activation du mécanisme et justifie l'approximation de la tension de ligne faite précédemment.

Enfin, on peut confirmer la validité des mesures en évaluant la constante C à partir de la formule. En prenant $\rho = 10^8 \text{ cm}^{-2}$, $\ell = 30 a$, $v_D = 2 \cdot 10^{12} \text{ sec}^{-1}$, $\dot{\gamma} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$, on trouve que $C = \log \frac{\Gamma}{\dot{\gamma}}$ vaut approximativement 33 ce qui est en bon accord avec la valeur expérimentale 36.

III - 3 - CAS DU GLISSEMENT \vec{c}

L'activation thermique du glissement \vec{c} n'a été étudiée de façon extensive que pour l'orientation II du triangle standard. Les mécanismes de déformation plastique sont nettement différents de part et d'autre d'une température voisine de 150 K.

En dessous de 150 K, la déformation est bien homogène et les résultats obtenus sont analogues à ceux du glissement \vec{a} : forte activation thermique, apparition d'un stade microplastique, faibles volumes d'activation caractéristiques d'un frottement de réseau important.

Au dessus de 150 K, la déformation n'est plus homogène. Un déplacement discontinu de murs de dislocations se superpose au glissement des dislocations individuelles dont l'activation thermique n'est plus observable.

Nous présentons d'abord les résultats concernant le domaine de température 0 - 150 K que nous discutons de façon analogue au cas du glissement \vec{a} . Nous décrivons ensuite de façon qualitative les mécanismes de déformation à température supérieure à 150 K.

III - 3 - 1) Températures inférieures à 150 K

Les courbes de déformation présentent, comme pour le glissement \vec{a} , un stade initial d'allure parabolique qui peut s'étendre assez loin dans le domaine macroplastique. Nous avons donc utilisé la même méthode d'évaluation de la limite élastique.

L'extrapolation à 0 K de cette limite élastique fournit la valeur $2,5 \text{ kg/mm}^2$ qui correspond à une stabilisation de l'ordre de 0,012 eV par longueur c de dislocation vis \vec{c} .

III - 3 - 1) Variation du volume d'activation en fonction de la déformation : limite élastique

Le changement d'allure dans la relaxation est encore très net quand on franchit le domaine de la limite élastique. Par exemple à 77 K le volume d'activation chute de 400 a c^2 à 25 a c^2 sur moins de 0,1 % de déformation.

Les courbes de relaxation, bien logarithmiques, ont l'allure caractéristique d'un phénomène activé thermiquement.

On peut attribuer la relaxation observée dans le domaine microplastique au mouvement des parties coin des boucles de dislocation \vec{c} qui sont nucléées au cours de la microdéformation. Ces parties coin ne pouvant se dissocier de façon sessile ont une plus grande mobilité que les parties vis.

La détermination de la limite élastique a pu être effectuée jusqu'à 170 K. Au dessus de cette température les volumes d'activation ne sont plus mesurables.

La figure 16 représente le réseau de courbes $\sigma(\gamma)$ pour des températures < 170 K.

L'étude de l'évolution de la sous structure [24] montre, comme pour le glissement \vec{a} , que la limite élastique correspond à l'apparition de murs de flexion, constitués de dislocations coin \vec{c} , et situés dans les plans de base (figure 17).

La figure 18 représente la variation de la limite élastique avec la température dans le cas de l'orientation II. Cette limite élastique extrapolée à 0 K atteint $2,5 \text{ kg/mm}^2$. Ceci correspond à $\frac{\sigma_0}{\mu_c}$ de l'ordre de 10^{-3} (μ_c module de cisaillement dans la direction c [25]).

La limite élastique à 0 K rapportée au module de cisaillement est trois fois plus faible pour le glissement \vec{c} que pour le glissement \vec{a} . De même la variation de σ avec T est nettement moins rapide. Ceci indique que dans le modèle d'interaction dislocations - réseau cristallin proposé pour le glissement \vec{c} les dissociations sont sans doute extrêmement faibles.

Remarque :

L'effet de cette dissociation est pourtant visible quand on compare les courbes contrainte - déformation à 77 K obtenues pour les orientations II et III (figure 19).

Pour l'orientation III le facteur de Schmid du plan actif est double de celui des deux autres plans prismatiques. La contrainte résolue

dans ce plan conduit à une limite élastique double de celle obtenue par l'orientation II dans laquelle le plan actif de glissement et le plan de recombinaison ont le même facteur de Schmid. La contrainte résolue dans le plan de recombinaison semble donc gouverner la plasticité à 77 K. L'impossibilité d'obtenir pour l'orientation III des mesures exploitables n'a pas permis de préciser, en comparant les volumes d'activation, cet effet d'orientation.

III - 3 - 1 2) Energie d'activation

De la courbe $\sigma(T)$, nous avons déduit à l'aide de l'équation 16 l'énergie d'activation pour l'orientation II.

L'énergie d'activation a été également mesurée en intégrant le volume d'activation au moyen de la courbe A (σ), (figure 20), obtenue à sous structure de dislocations comparable (équation 17).

Les deux déterminations concordent bien jusqu'à 170 K. Elles sont représentées sur la figure 21 qui montre une dépendance linéaire de ΔG en fonction de T.

Le coefficient de proportionnalité de la relation 19 peut être déduit de ce graphique. On trouve $C \sim 30$ ce qui est en bon accord avec la valeur 33 calculée au paragraphe III - 2 - 4.

Comme pour le glissement \vec{a} , ces résultats confirment que le volume d'activation mesuré est le volume réel et que l'entropie d'activation est négligeable.

III - 3 - 1 3) Discussion

La variation de σ dans l'intervalle de température 0 - 170 K, les valeurs du volume et de l'énergie d'activation correspondantes sont caractéristiques d'une forte interaction dislocations - réseau cristallin analogue à celle du glissement \vec{a} .

Au début de la déformation les boucles de dislocations développent de longs segments stables (ici des \vec{c} vis) et seules les parties mobiles (des \vec{c} coin) produisent une faible déformation. La macrodéformation commence lorsque les dislocations vis \vec{c} retrouvent leur mobilité. A 0 K les dislocations vis doivent se déplacer en bloc. A température non nulle l'ac-

tivation thermique peut aider ce mouvement par nucléation de doubles décrochements.

Nos résultats expérimentaux permettent d'évaluer l'énergie de stabilisation des dislocations vis et l'énergie de formation d'un double décrochement bien formé.

- Le travail de la contrainte appliquée à 0 K fournit :

$$\sigma_0 c a = \alpha R \quad \text{avec} \quad \alpha \geq 2 \quad (22)$$

où R représente, comme pour le glissement \vec{a} , la différence d'énergie de coeur par unité de longueur de la dislocation vis \vec{c} , entre sa position de col et sa position stable. La valeur de la contrainte à 0 K, telle que : $\frac{\sigma_0}{\mu_c} = 10^{-3}$, donne ici $C R = 1,2 \cdot 10^{-2}$ eV en prenant $\alpha = 2$.

- A température non nulle et sous faible contrainte les deux décrochements sont bien individualisés. Leur énergie de formation se calcule dans l'approximation de la tension de ligne par la formule (21). En prenant $\tau_i = \frac{\mu_c c^2}{2}$, on obtient :

$$2 U_k \approx 1 \text{ eV}$$

Ceci représente l'énergie d'activation maximum du mécanisme qui contrôle la déformation plastique dans l'intervalle (0 - 170 K). La figure 21 montre que si on extrapolait la droite $\Delta G = c k T$ jusqu'à la valeur $\Delta G = 1$ eV, la température athermique serait supérieure à la température ambiante (de l'ordre de 350 K).

III - 3 - 2) Températures supérieures à 150 K

Au dessus de 150 K les courbes de déformation présentent des discontinuités. Les topographies X et la microscopie électronique indiquent que les dislocations ont tendance à se grouper en parois de deux types :

- Des murs de flexion comme ceux observés à basse température

- Des murs de torsion constitués de dislocations \vec{a} et \vec{c} .

Ces derniers murs apparaissent lorsque la multiplication des dislocations \vec{a} devient aisée. Toutes les dislocations \vec{c} étant alors engagées dans des parois, la déformation a lieu par mouvement de murs se déplaçant en bloc. Ceci provoque les discontinuités observées.

III - 3 - 2 1) Courbes de déformation

Les courbes contrainte - déformation présentent des discontinuités dont la fréquence croît avec la température. Leur amplitude est de l'ordre de $\frac{1}{100}$ de la contrainte d'écoulement. Chaque chute de contrainte est compensée par une remontée en charge élastique supérieure, ce qui donne un durcissement moyen important (figure 22).

D'autre part, les courbes de relaxation ne sont plus logarithmiques. Ceci signifie que la plasticité n'est plus gouvernée par un processus activé thermiquement. L'évaluation d'une limite élastique par la méthode définie précédemment devient impossible. La figure 23 représente le réseau de courbes contrainte - déformation obtenu dans l'intervalle $[150 - 300 \text{ K}]$. On y remarque que la courbe correspondant à la température $T = 230 \text{ K}$ se situe en dessous des courbes obtenues pour $T = 170 \text{ K}$ et $T = 260 \text{ K}$. Ceci indique que la limite élastique, quelle qu'en soit la définition, ne varie plus de façon monotone avec la température.

L'observation sur les faces des éprouvettes d'un seul système de glissement écarte toute possibilité d'instabilité de déformation liée à un glissement double.

III - 3 - 2 2) Observation de la sous structure

Les topographies X ont été réalisées sur des échantillons déformés de 2 à 3 %. Elles font apparaître un type de contraste nouveau qui s'ajoute à ceux déjà observés à basse température.

Outre les traces des plans de glissement et les murs de flexion, on observe des bandes parallèles au plan de glissement que traversent les murs de flexion (figure 24). Ceux-ci y apparaissent sur un fond plus clair qu'à l'extérieur des bandes, ce qui renforce leur visibilité et implique une désorientation des tranches de cristal contenues dans ces bandes.

La microscopie électronique révèle d'autre part l'existence de feuillets parallèles au plan de glissement contenant en plus des dislocations \vec{c} de grandes densités de dislocations à mixtes (figure 25).

Ces observations complémentaires suggèrent que les régions désorientées sont limitées par des murs de torsion de signe opposé constitués par deux familles de dislocations \vec{a} et \vec{c} ayant des composantes vis.

III - 3 - 2 3) Discussion

L'apparition de murs de torsion coïncide avec la température à laquelle le glissement \vec{a} devient athermique. L'action conjuguée de la contrainte appliquée et des contraintes internes développées par les dislocations \vec{c} peut donc activer des sources de dislocations \vec{a} .

Ce glissement \vec{a} très localisé apporte sans doute une contribution négligeable à la déformation totale. Il permet cependant de stabiliser les empilements de dislocations \vec{c} vis en formant des sous joints de torsion grossiers sans contrainte à grande distance.

On peut donc décrire très schématiquement l'évolution de la sous structure de dislocations avec la température par un regroupement de plus en plus marqué des dislocations en parois soit de flexion (dislocations \vec{c} coin) soit de torsion (dislocations \vec{c} et \vec{a} vis).

A haute température cette polygonisation est très prononcée et la déformation plastique est, pour une part importante, due à des mouvements d'ensemble des murs les plus mobiles (vraisemblablement les murs de dislocations \vec{c} coin). Ce mécanisme de déformation n'est pas activé thermiquement et il se traduit par les discontinuités observées sur les courbes contrainte - déformation.

D'autre part, la stabilisation croissante des dislocations \vec{c} vis engagés dans les murs de torsion peut expliquer l'augmentation de la contrainte d'écoulement au voisinage de la température ambiante.

CONCLUSION

L'étude de l'activation thermique du glissement dans le tellure confirme l'importance du frottement de réseau sur les dislocations parallèles aux chaînes. Ce frottement produit une augmentation de la limite élastique très importante à basse température. Ainsi, pour le glissement \vec{a} , la limite élastique est multipliée par un facteur 100 lorsque l'on passe de $T = 150$ K à la température de l'hélium liquide.

Les glissements contrôlés par des forces de Peierls s'accompagnent de stades microplastiques qui peuvent être importants. Nous avons cependant défini une limite élastique précise en suivant l'évolution des volumes d'activation le long des courbes de déformation. La signification physique de cette définition est soutenue par les faits suivants :

- L'observation de la sous-structure de dislocations par topographies X fait apparaître un changement d'allure qualitatif au franchissement de cette limite élastique.
- L'ensemble des résultats qui en sont déduits est très cohérent et concorde bien avec un modèle de propagation par double décrochement rencontré dans d'autres cristaux où le frottement de réseau contrôle la déformation.

Dans le cas du glissement " \vec{a} ", la sous-structure se stabilise rapidement en parois de flexion constituées uniquement de dislocations coin \vec{a} . La déformation est contrôlée entre 0 K et la température ambiante par un mécanisme de nucléation et de diffusion d'un double décrochement, dont l'énergie d'activation maximum vaut 0,5 eV.

Des résultats analogues sont obtenus pour le glissement \vec{c} tant que la température de l'essai ne dépasse pas 150 K. L'instabilité de déformation observée lors des essais effectués à plus haute température est liée à la polygonisation de plus en plus complète de toutes les dislocations \vec{c} qui interagissent alors avec les dislocations \vec{a} .

Pour obtenir un glissement de dislocations \vec{c} par un essai uniaxial, il est donc nécessaire d'effectuer la déformation à basse température (< 150 K).

La tendance à la polygonisation facile observée lors de ces essais rendrait intéressante une étude de la déformation du tellure par fluage.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. VON. HIPPEL
Journal of Chem. Phys. 16, 372, (1948)
- [2] P. GROSSE
"Die Festkörpereigenschaften von Tellur". Springer Tracts
in Modern Physics, 48, pages 26 et 15, (1969)
- [3] P.R. OKAMOTO and G. THOMAS
Phys. Stat. Sol. 25, 81, (1968)
- [4] R. FOURET, G. LUSSIEZ, M. MORE
C.R. Acad. Scien. Paris, 265, 553, (1967)
- [5] P. UNGER, P. CHERIN
dans "The physics of Se and Te" édité par W.C. Cooper P.P. (1969)
- [6] R.J. STOKES, T.L. JOHNSTON and C.H. LI
Acta Met. 9, 415, (1961)
- [7] J. CRAMPON
D.E.A. Lille (1970)
- [8] J. DI. PERSIO, J.C. DOUKHAN, G. SAADA
Phys. Stat. Sol. 42, 281, (1970)
- [9] J.C. DOUKHAN and B. ESCAIG
Phys. Stat. Sol. (a), 7, 441, (1971)
- [10] Résultats de microscopie non publiés.
- [11] Z.S. BAZINSKI
Acta Met. 5, 684, (1957)
- [12] H. CONRAD, H. WIEDERSICH
Acta Met. 8, 128, (1960)
- [13] G. SCHOECK
Phys. Stat. Sol. 8, 499, (1965)

- [14] *J.P. HIRTH and W.D. NIX*
Phys. Stat. Sol. 35, 177, (1969).
- [15] *A.G. EVANS and R.D. RAWLINGS*
Phys. Stat. Sol. 34, 9, (1969).
- [16] *F. GUIU, P.L. PRATT*
Phys. Stat. Sol. 6, 111, (1964).
- [17] *P. FELTHAM*
J. Inst. Metals. 89, 210, (1961).
- [18] *M. CAGNON*
Phil. Mag. 24, 1465, (1971).
- [19] *J. DI. PERSIO, J.C. DOUKHAN, G. SAADA*
Mat. Scien. Eng. 4, 123, (1969).
- [20] *A. GUINIER*
"Théorie et technique de la Radiocristallographie".
(Dunod, Paris, 1956).
- [21] *C.S. BARRETT*
"Structure des métaux". (Dunod, Paris, 1957).
- [22] *G.A. SARGENT*
Acta. Met. 19, 663, (1965).
- [23] *P. GROH and R. CONTE*
Acta. Met. 19, 895, (1971).
- [24] *J.L. FARVACQUE, J. CRAMPON, J.C. DOUKHAN and B. ESCAIG*
Phys. Stat. Sol. (a) 14, 623, (1972).
- [25] Du fait de l'anisotropie du Tellure nous prenons :

$$\mu_a = C_{66} = 1300 \text{ kg/mm}^2 \text{ à } 293 \text{ K}$$

$$\mu_c = C_{44} = 2920 \text{ kg/mm}^2 \text{ à } 293 \text{ K}$$
obtenus à partir des constantes élastiques mesurées par :
J.L. MALGRANGE, G. QUENTIN and J.M. THUILLIER
Phys. Stat. Sol. 4, 139, (1964).
- [26] *M.S. DUESBERY, P.B. HIRSCH*
Conf. on Dislocation Dynamics, Mac Graw Hill, p. 57, (1968).
- [27] *B. ESCAIG*
Thèse de Doctorat d'Etat (Faculté des Sciences d'Orsay - FRANCE)
1968.

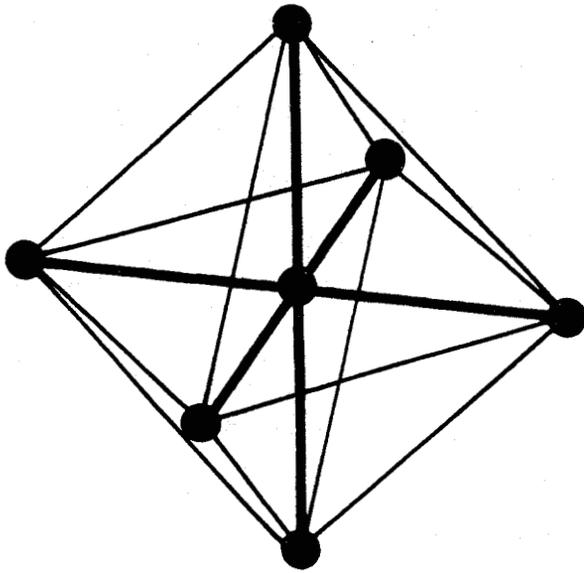


figure 1a
Octaèdre d'un cubique simple.

figure 1b
Tellure

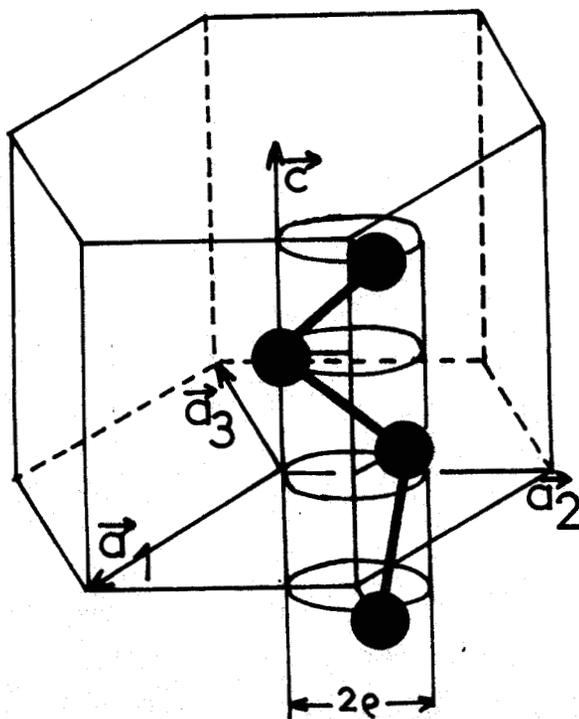
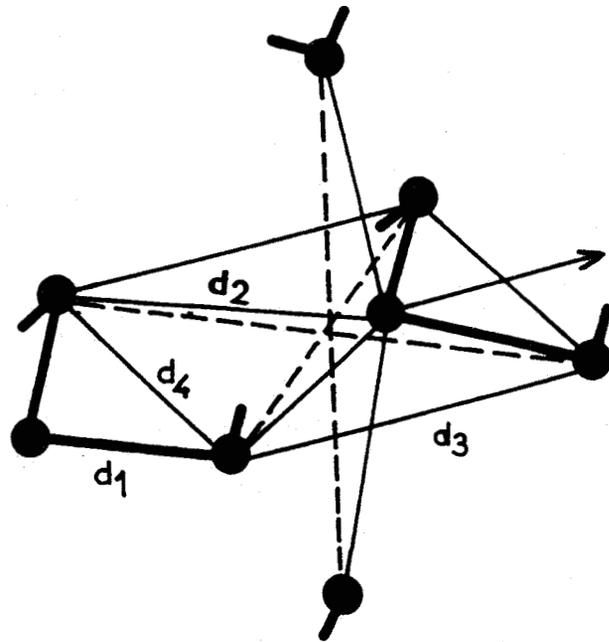


figure 2
Maille hexagonale du Tellure.
On a fait apparaître une chaîne hélicoïdale.

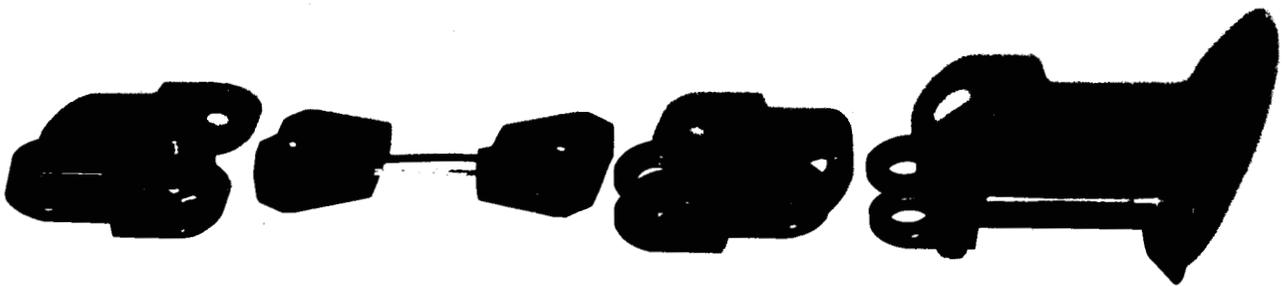
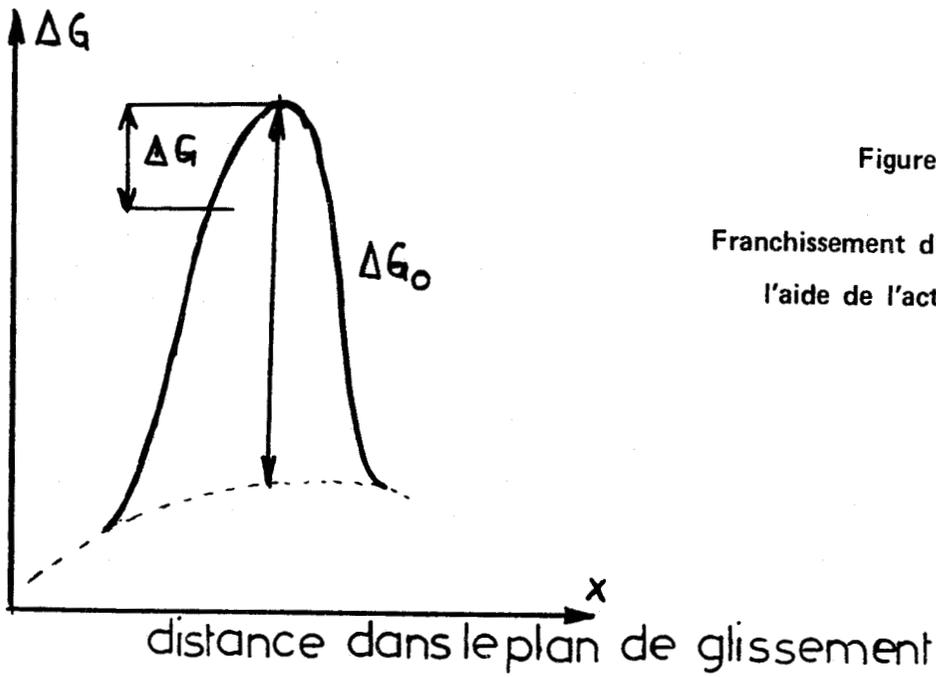
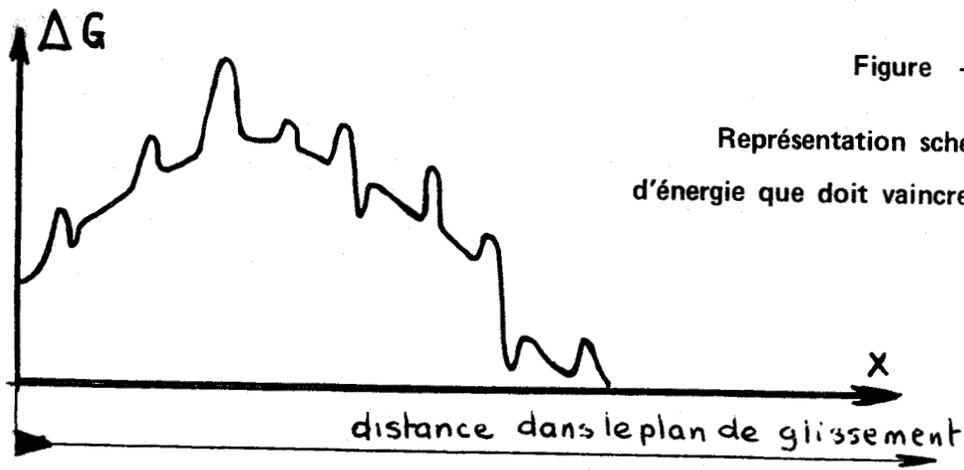


Figure - 5 - Amarrage des éprouvettes de traction.

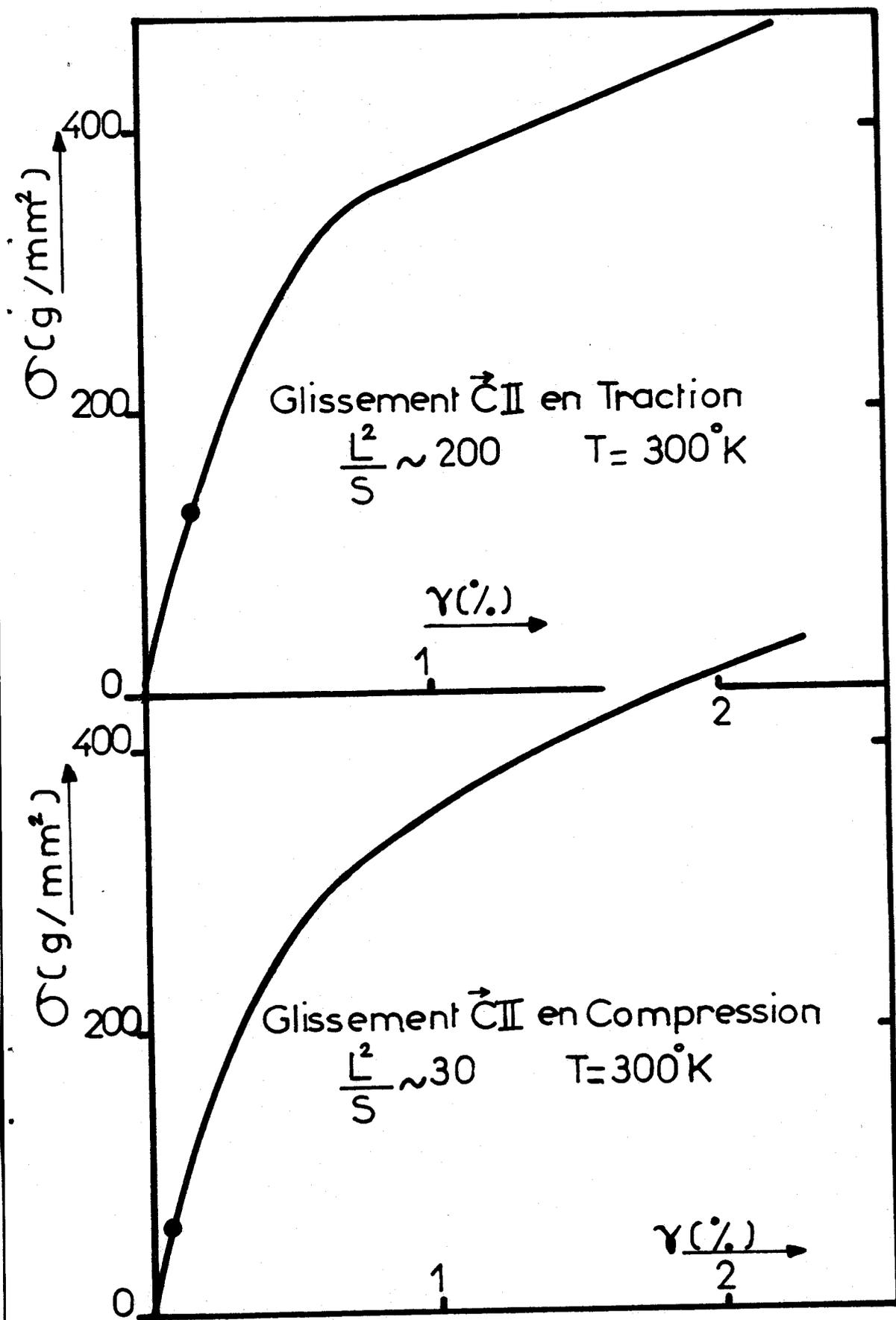


Fig 6

Courbes de déformation : Comparaison Traction - Compression.
 Glissement " \vec{c} " (Orientation II).



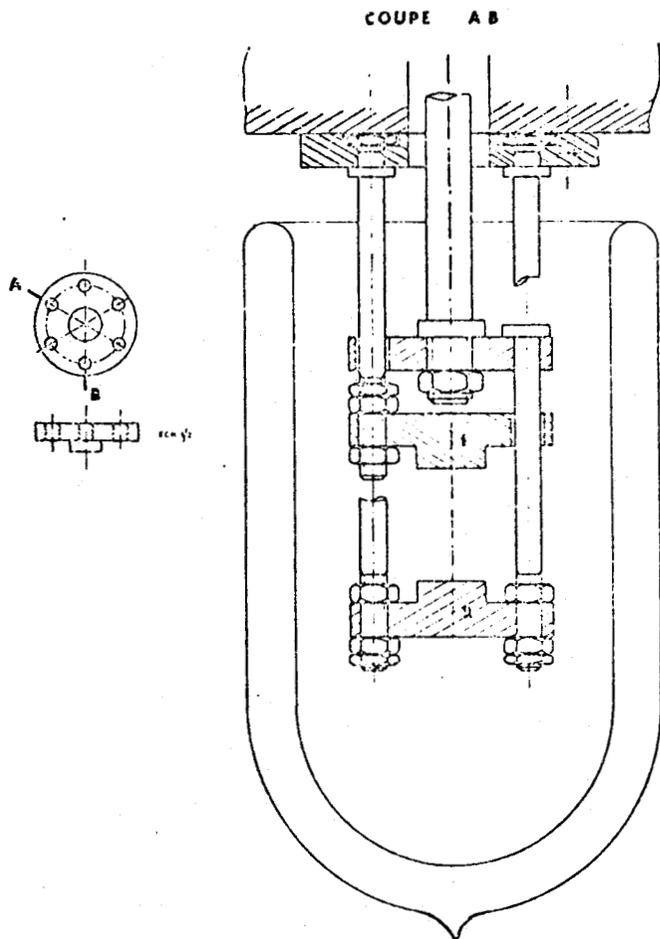


Figure - 7 - : Inversion du montage de compression .

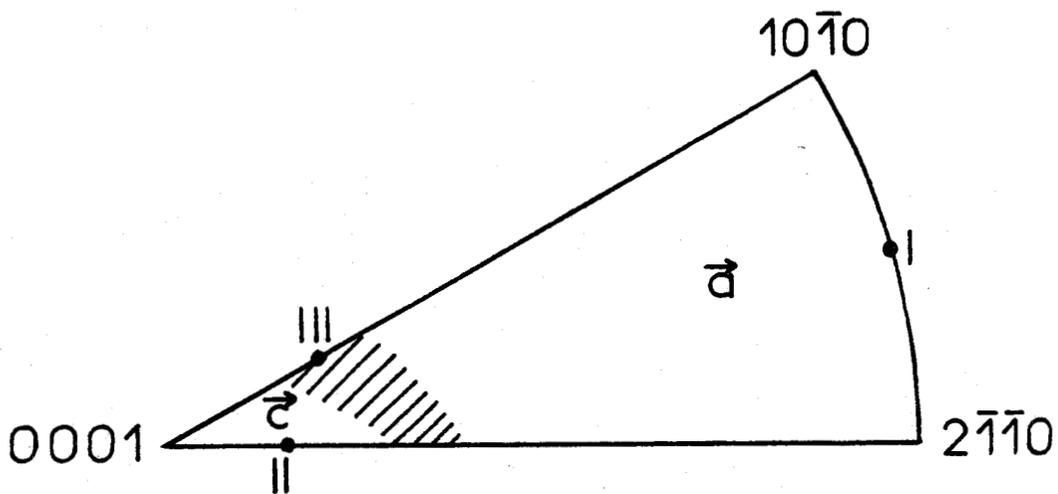


Figure - 8 - : Direction de l'axe de compression des diverses éprouvettes.



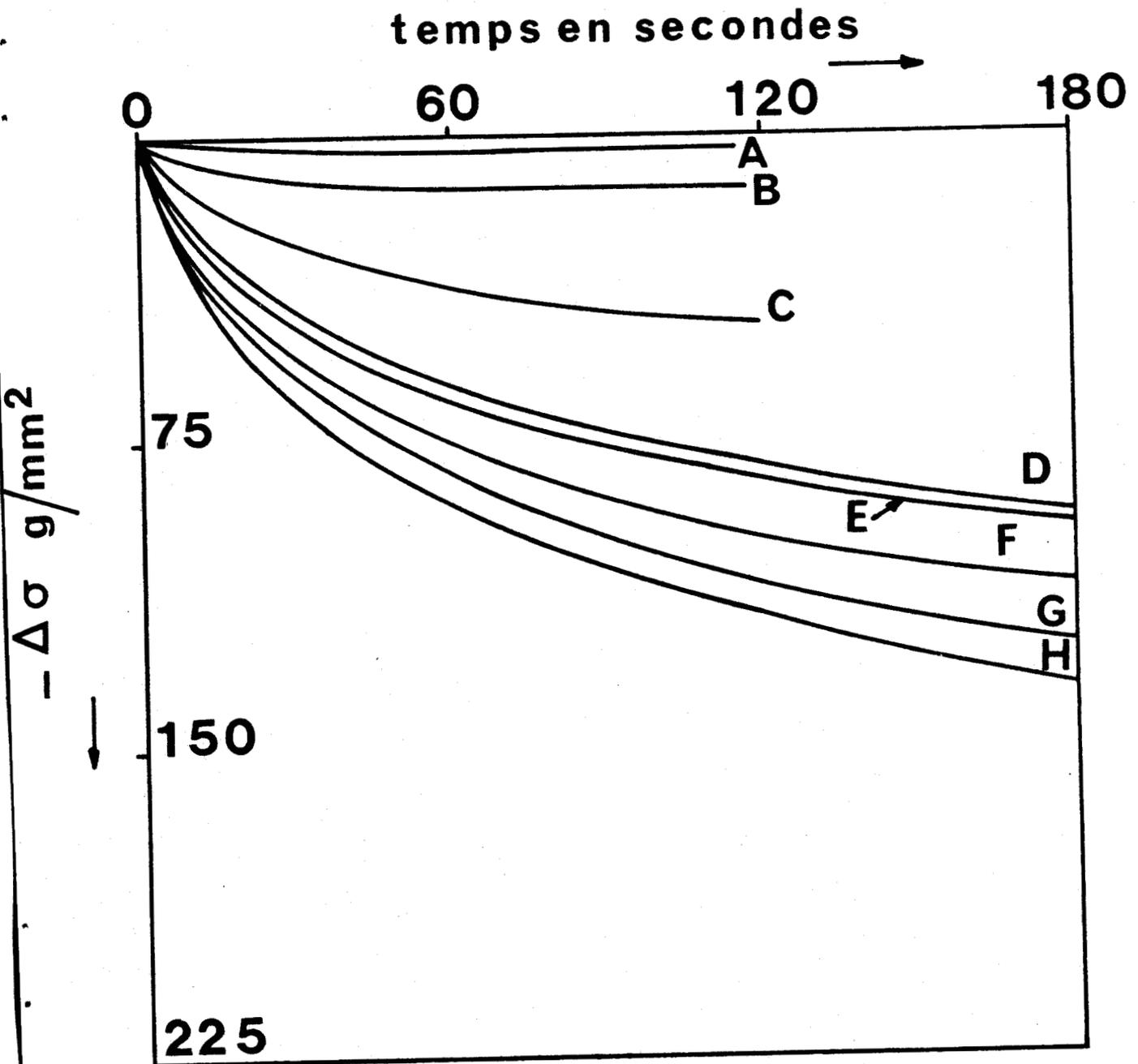


Fig 9

Courbes de relaxation obtenues à 77 K : glissement " \tilde{a} ".



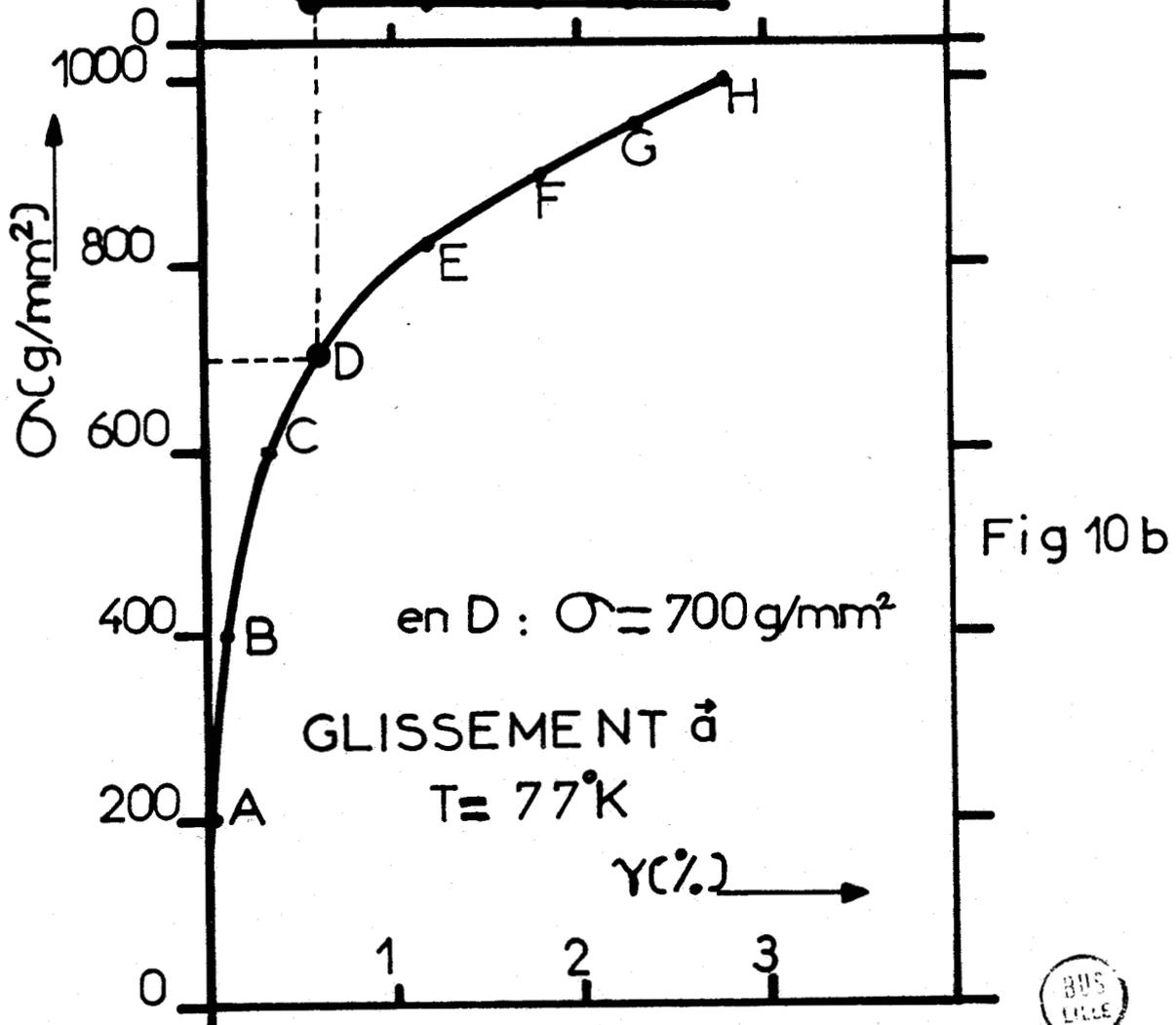
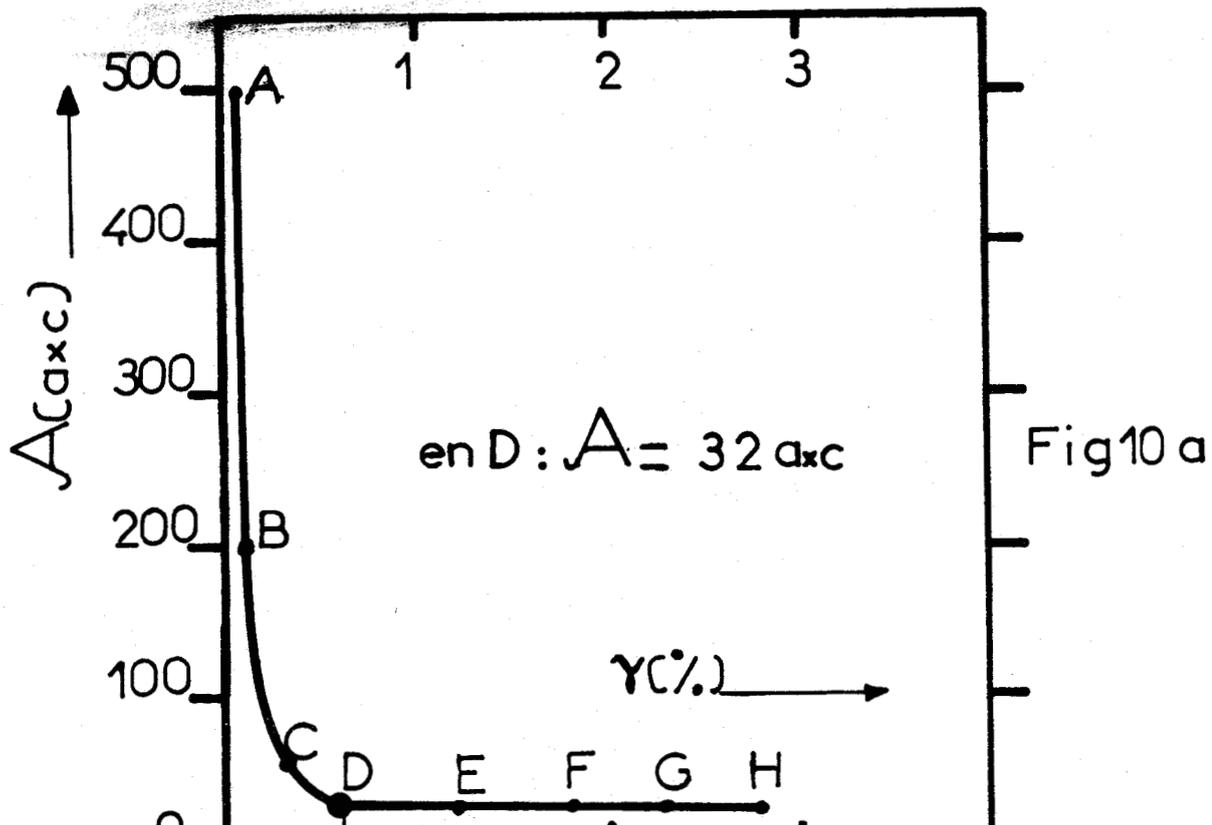


Figure - 10 - : Courbes « Contrainte - déformation » et « Aire activee - déformation » obtenues pour le glissement « \bar{a} » à 77 K .



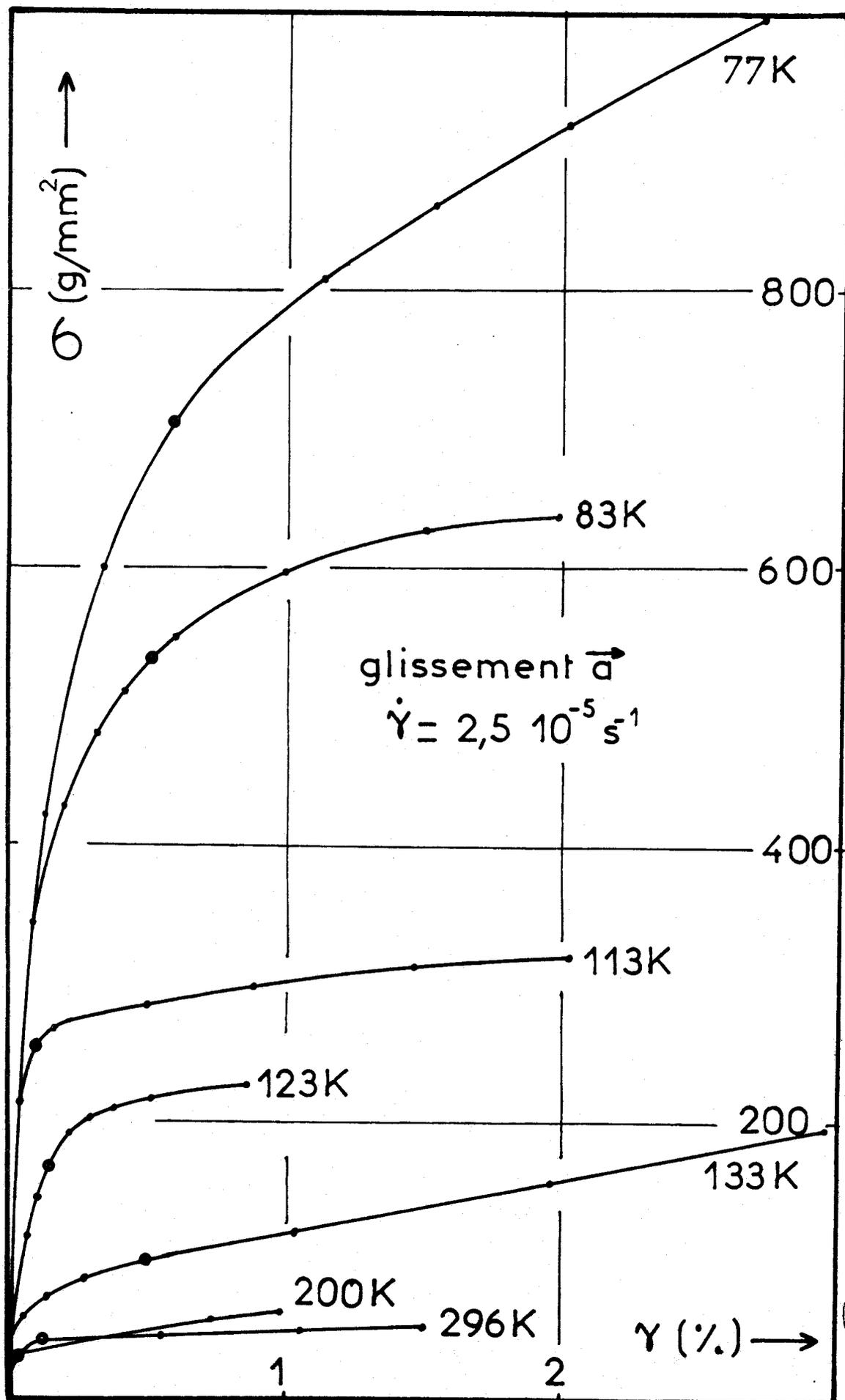
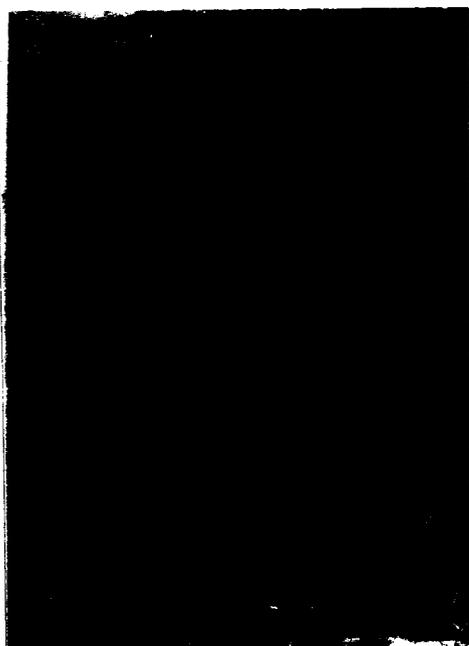
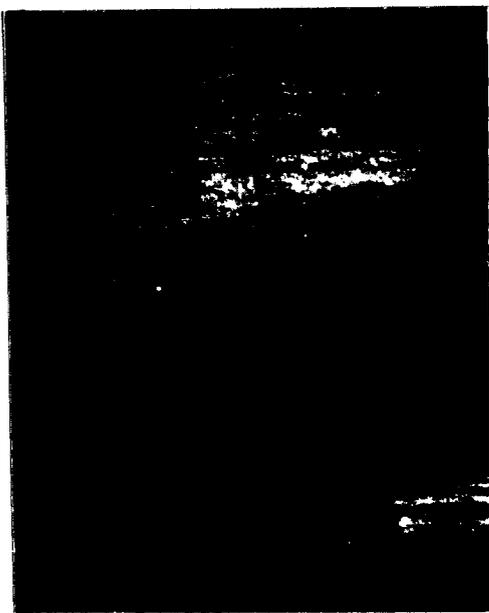


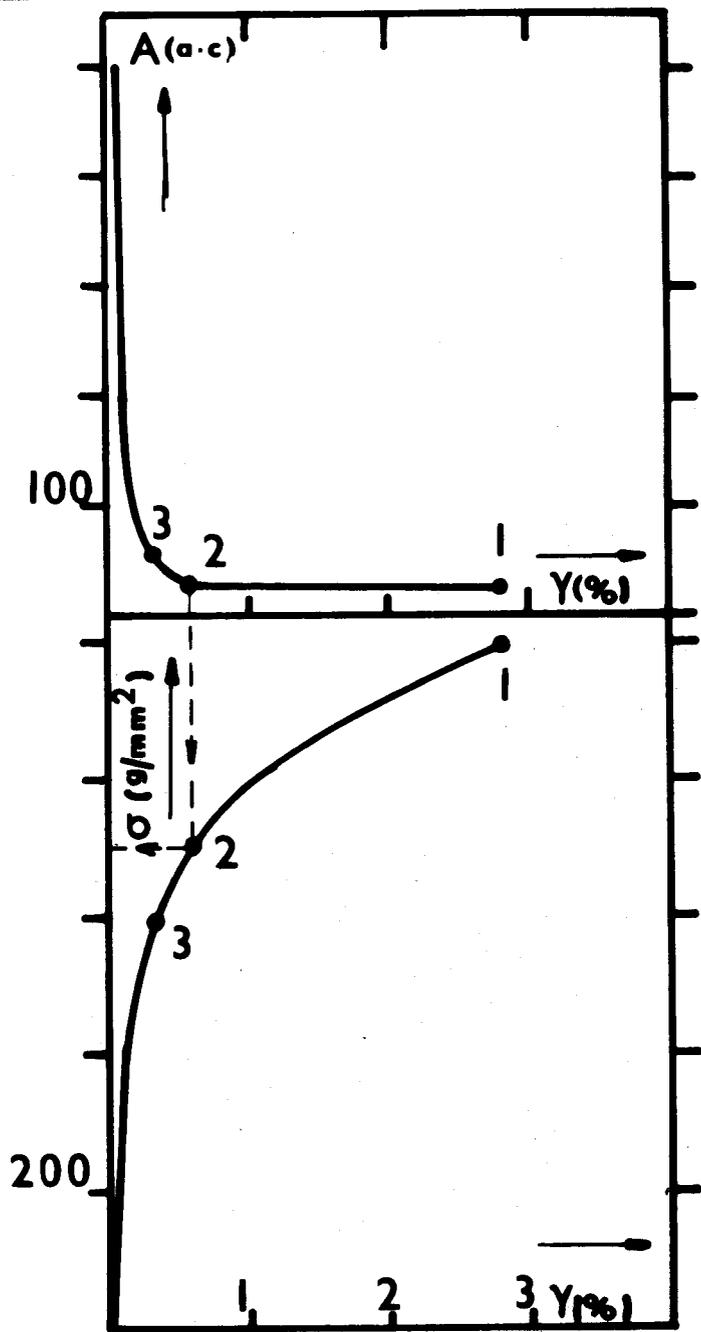
figure 11

Courbes de déformation : glissement "à".





200 μm



3

FACE TOPOGRAPHIEE (31 $\bar{4}$ 0)
REFLEXION <40 $\bar{4}$ 0>

Figure - 12 -

Evolution de la sous structure de dislocation en fonction de la déformation : glissement " α " à 77 K.



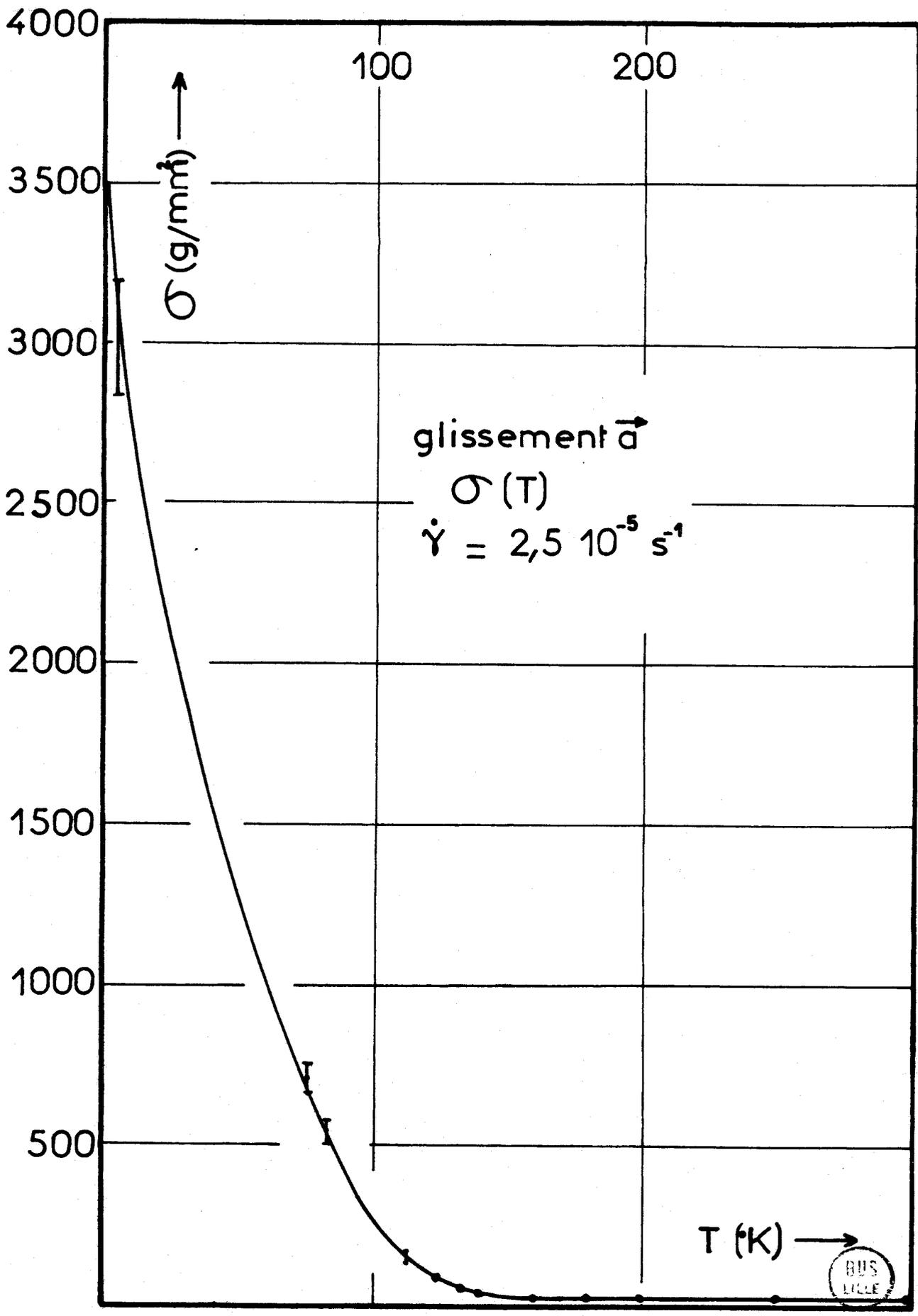
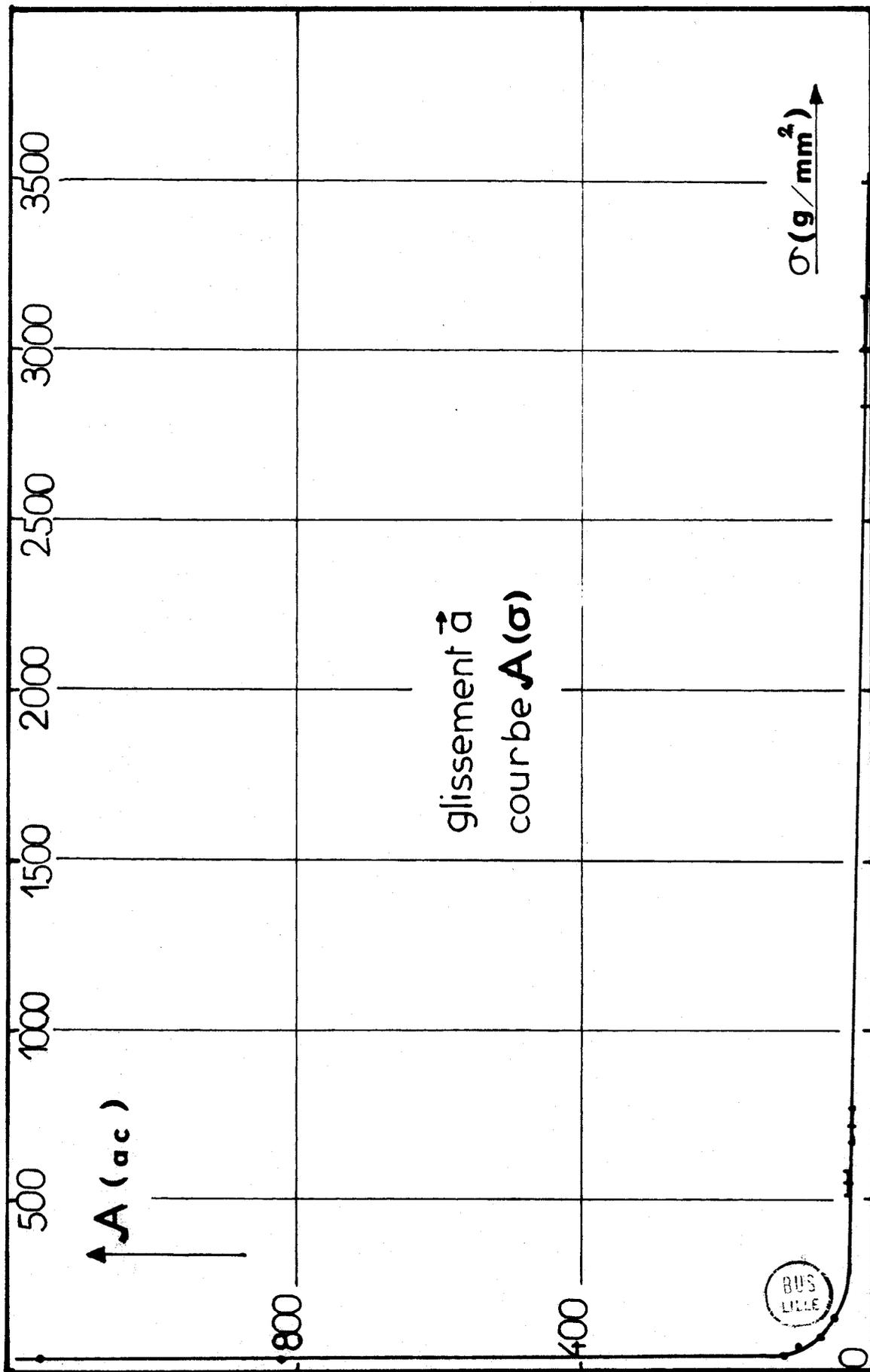


figure 13

Variation thermique de la limite élastique : glissement " \vec{a} " .



glissement \vec{a}
 courbe $A(\sigma)$

Fig 14 : Variation de l'aire activée en fonction de la contrainte : glissement « à » .

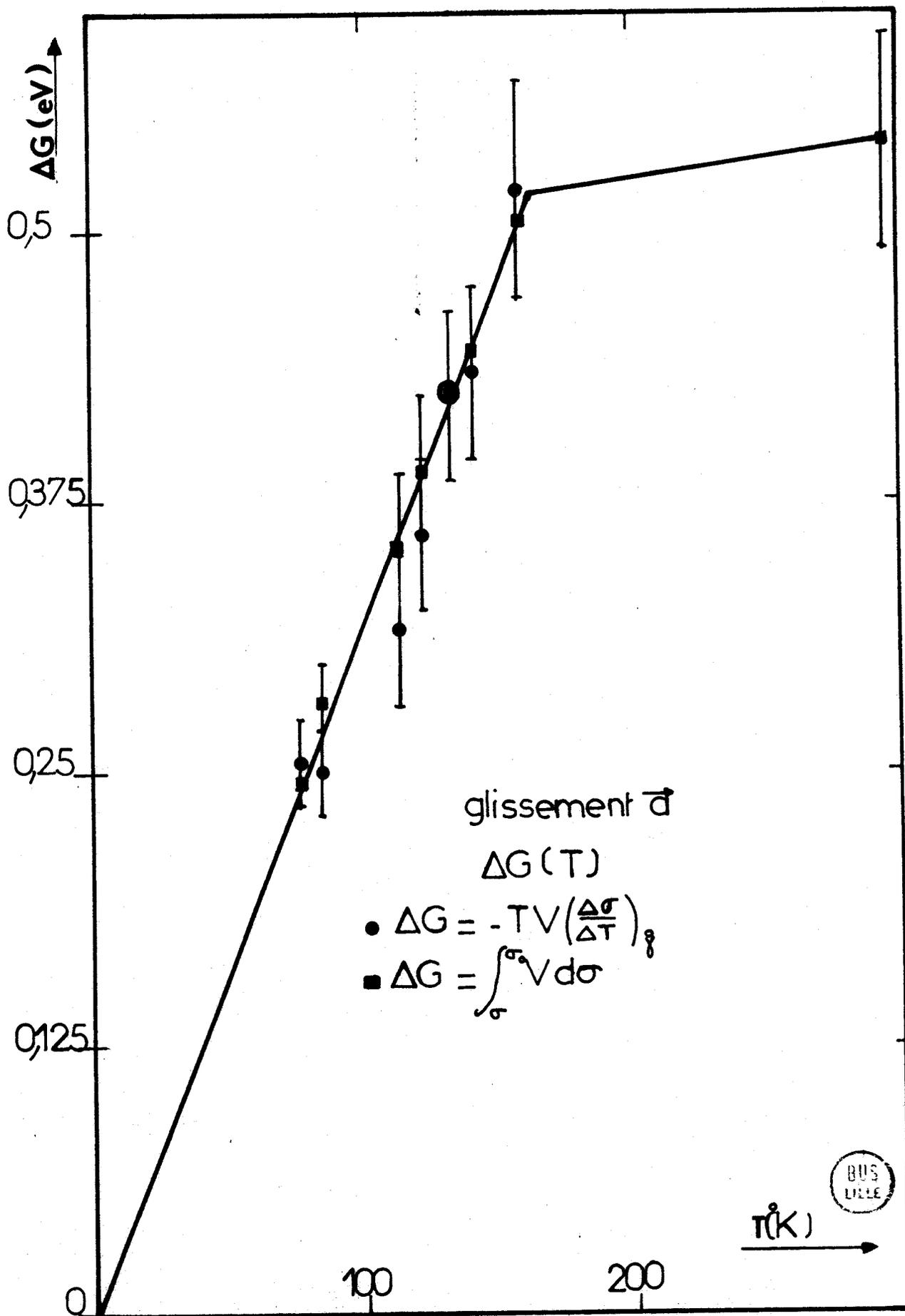


Fig 15 : Variation thermique de l'énergie d'activation :
glissement "à".

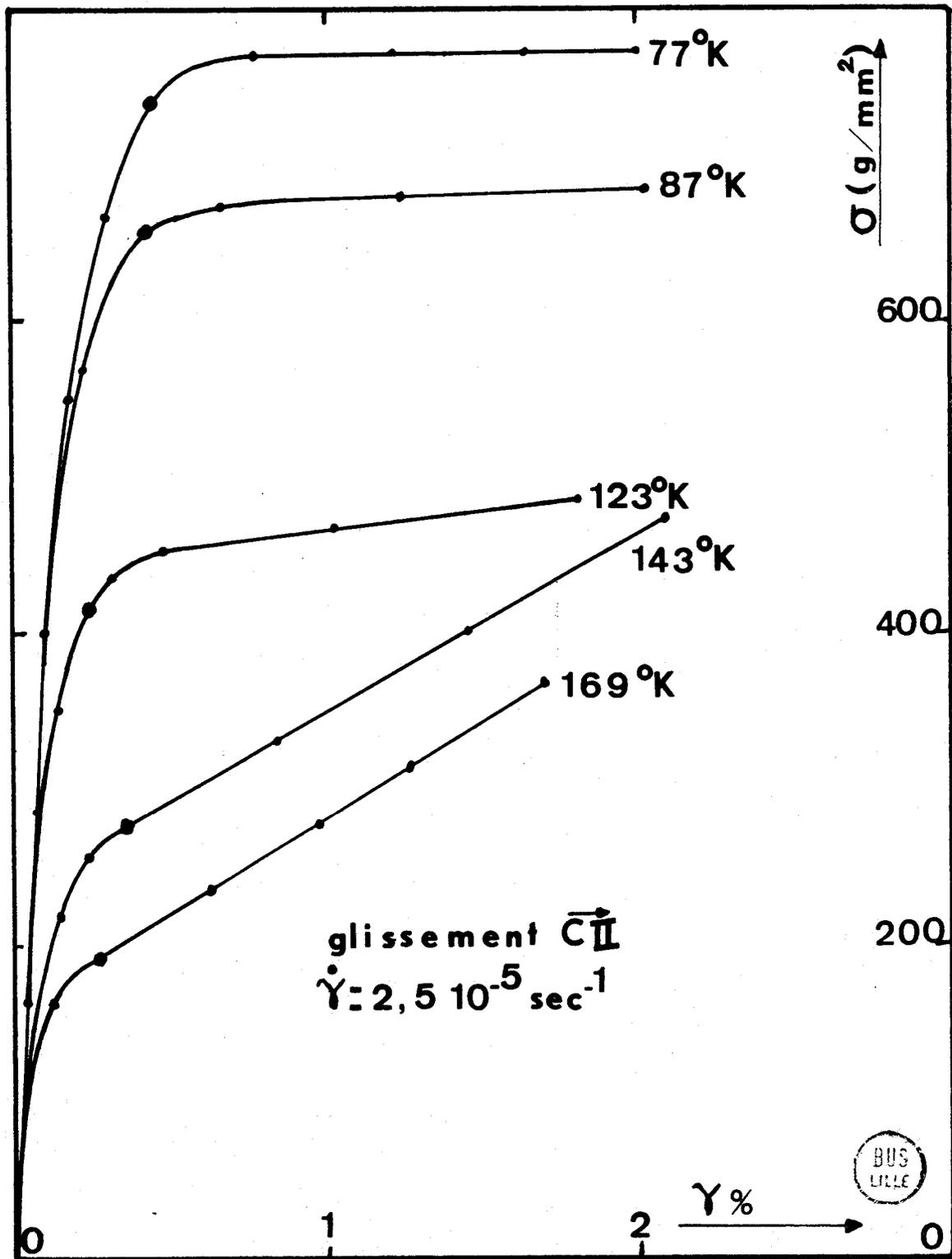


Fig 16 : Courbes de déformation : glissement « \bar{c} »
 (orientation II) $T < 170 \text{ K}$.

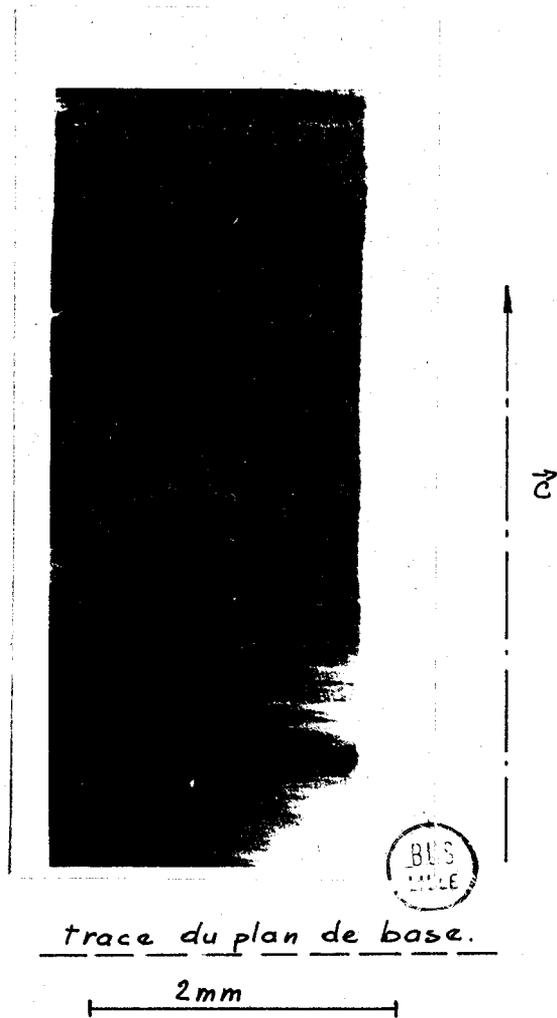


Figure - 17 -

Eprouvette d'orientation II déformée à 2 %

T = 123 K Face $(11\bar{2}1)$ Réflexion $\langle 11\bar{2}0 \rangle$

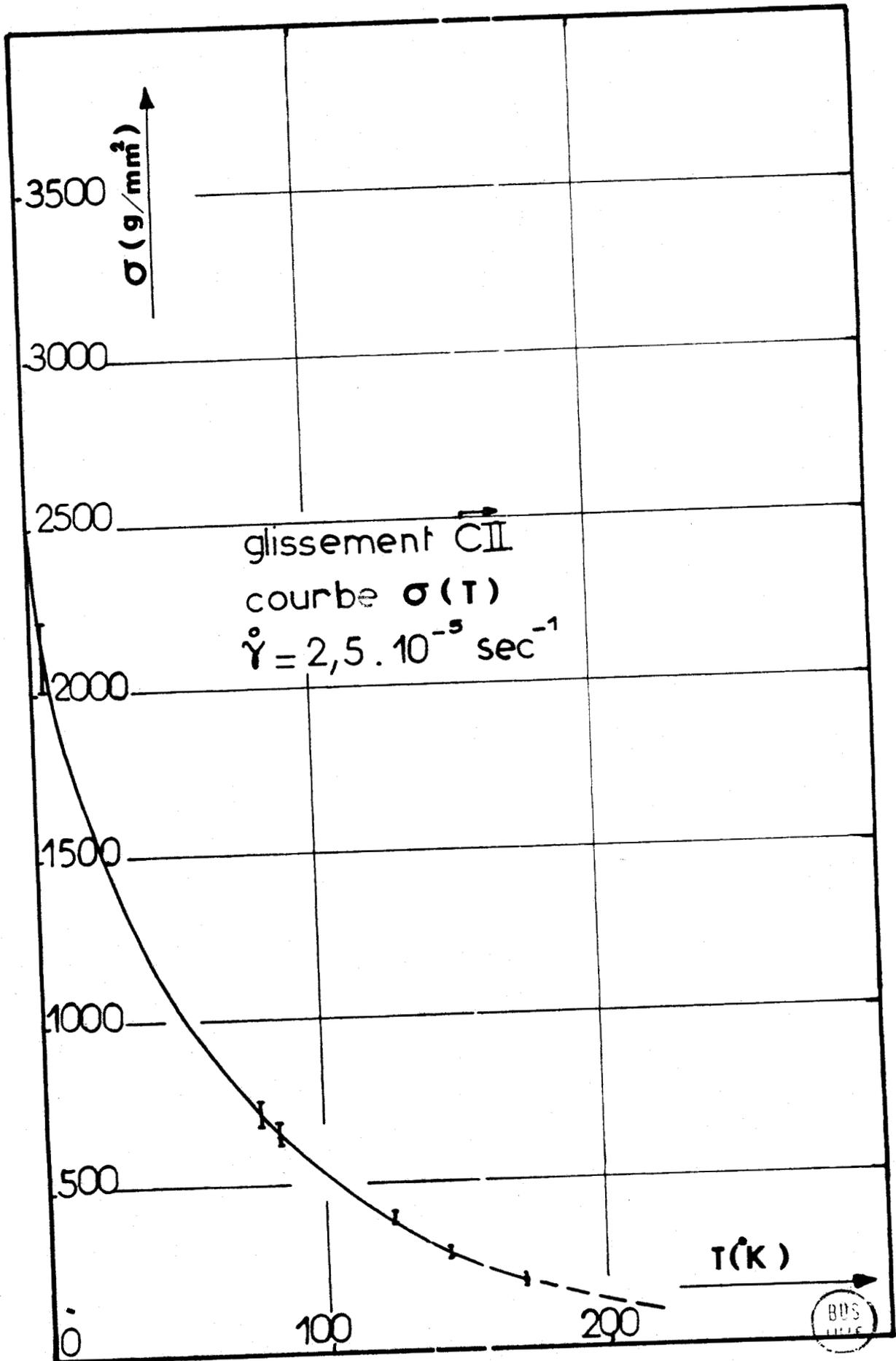


Fig 18 : Variation thermique de la limite élastique :
 glissement " \vec{c} " (orientation II)

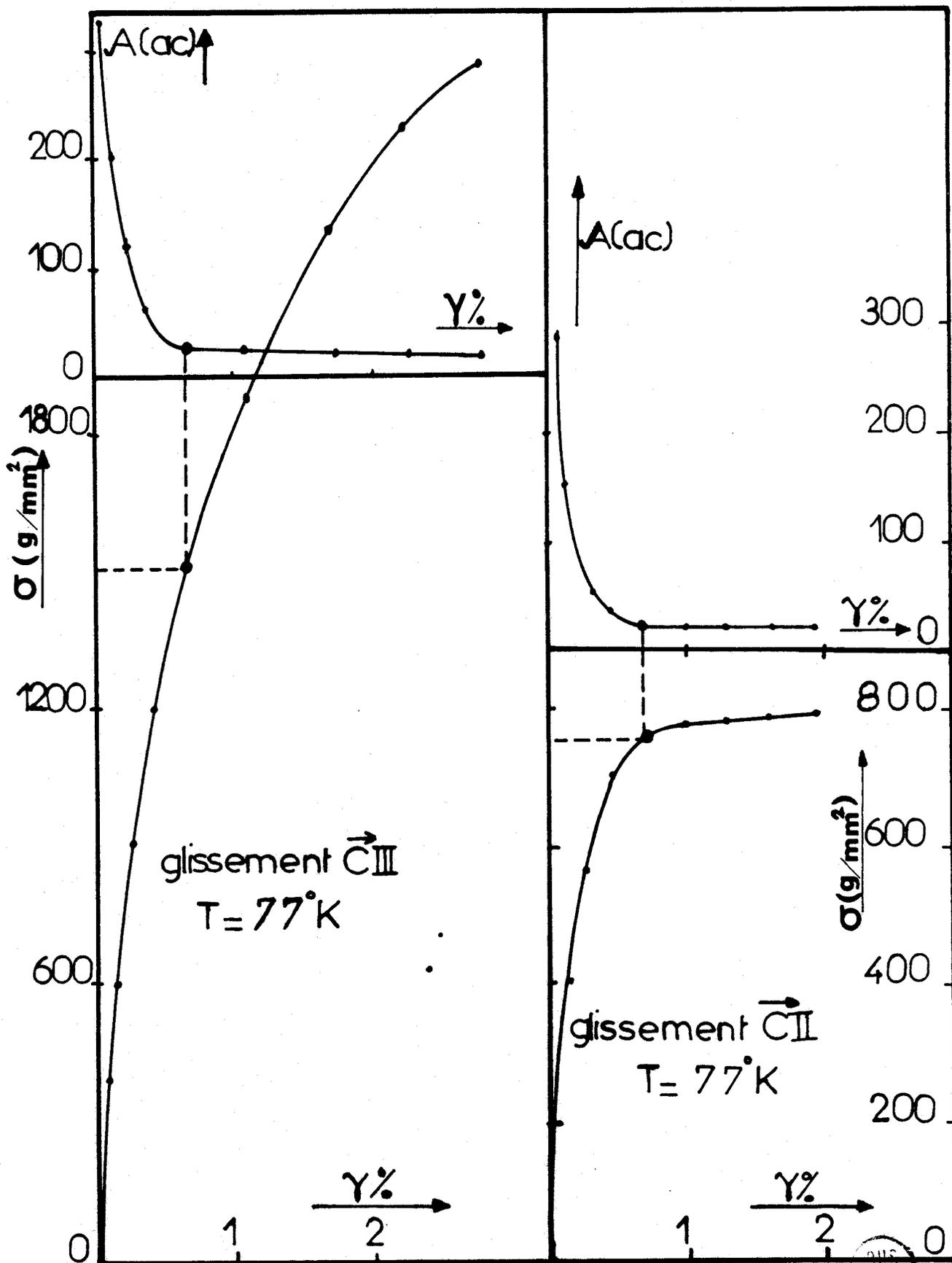


Fig 19 : Effet de l'orientation. Glissement \vec{c} :
 Comparaison orientation II orientation III à 77 K .



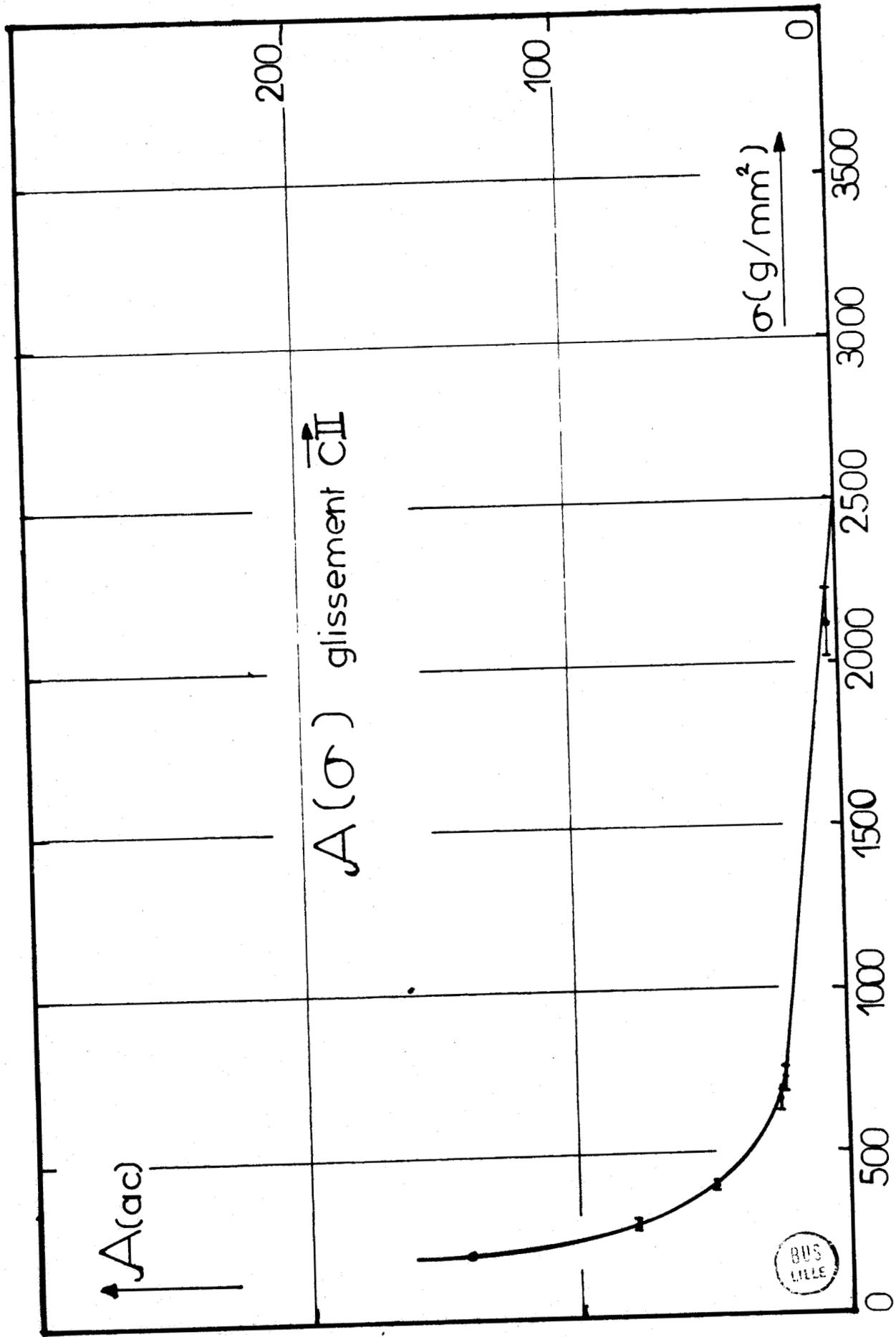


Fig 20 : Variation de l'aire activée en fonction de la contrainte : glissement « \vec{c} » (orientation II).

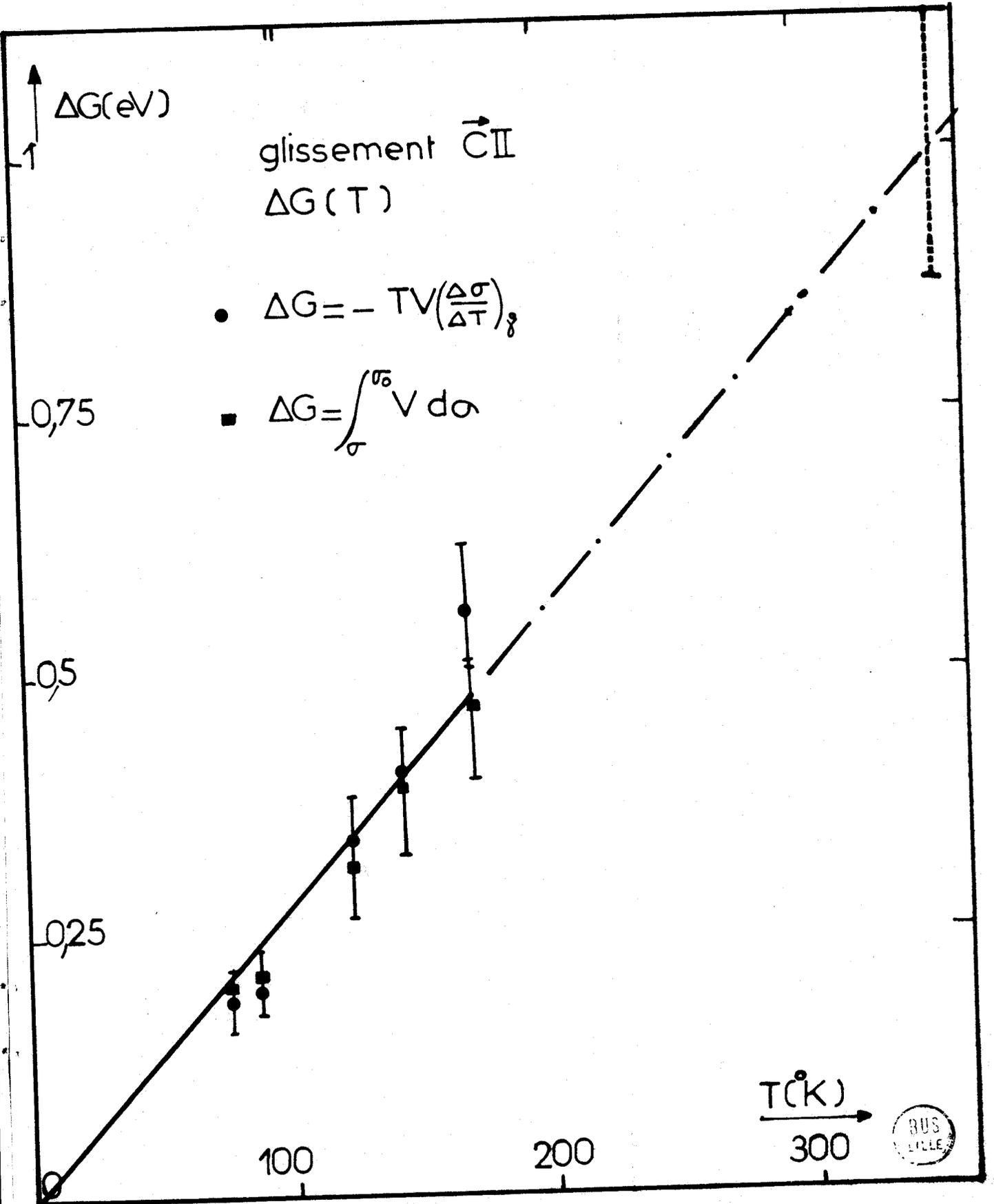


Fig 21 : Variation thermique de l'énergie d'activation : glissement \vec{c} (orientation II).

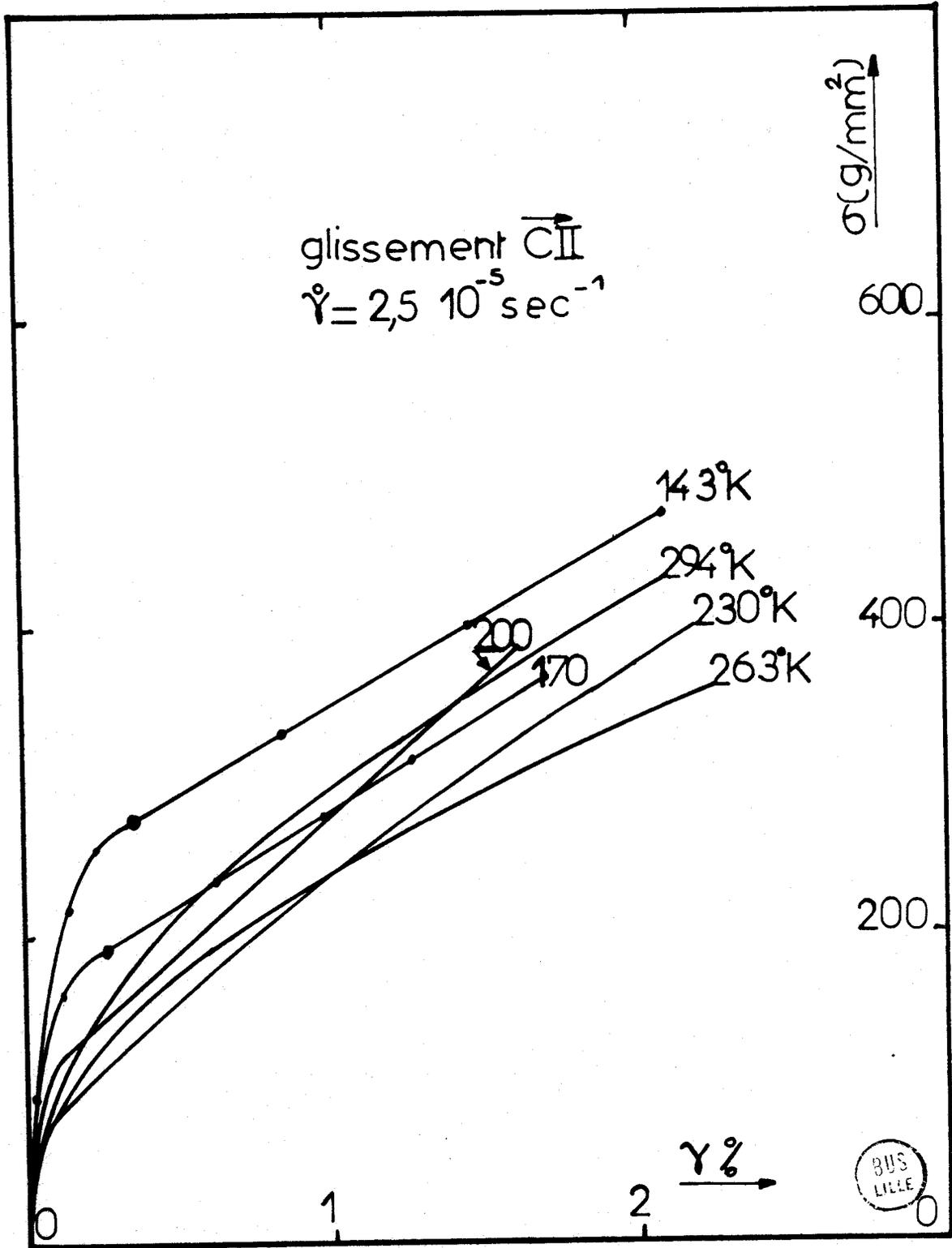


Fig 23 : Courbes de déformation : glissement \vec{c} (orientation II)
 $T > 140 \text{ K}$.

Figure - 24 -

tracé du plan de base

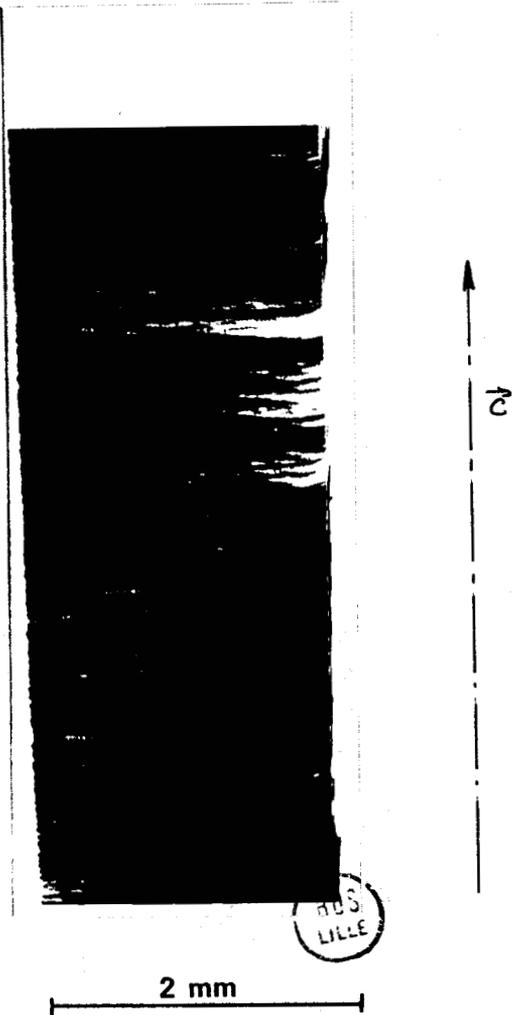


Figure - 24 -

Face $(11\bar{2}1)$ Réflexion $\langle 11\bar{2}0 \rangle$
éprouvette (orientation II)
déformation 2 % T = 263 K .

Figure - 25 -

Lame $\{10\bar{1}0\}$ parallèle à une face
de l'échantillon déformé de 1 % à
T = 193°K [glissement \vec{c} (orienta-
tion II)] $\vec{g} = 0003$.



Figure - 25 -