

N° d'ordre : 192

N° c.n.r.s. : AO 9591

✓

# THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DE POITIERS

pour obtenir

**LE GRADE DE  
DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

par

Jean PETIT



ETUDE DES PICS DE FROTTEMENT INTERIEUR  
OBSERVES APRES ECROUISSAGE SUR LE TITANE ET LE  
ZIRCONIUM DANS LE DOMAINE DES BASSES TEMPERATURES.



Soutenue le 29 Mai 1974 devant la Commission d'Examen



## ~ JURY ~

M. P. LAURENT	Président
MM. P. BOCH (Professeur invité)	)
B. ESCAIG ( " " )	)
J. GRILHE	)
J. de FOUQUET	)
	) Examineurs

N° d'ordre : 192

N° c.n.r.s. : AO 9591

# THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DE POITIERS

pour obtenir


**LE GRADE DE  
DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

par

**Jean PETIT**



ETUDE DES PICS DE FROTTEMENT INTERIEUR  
OBSERVES APRES ECROUISSAGE SUR LE TITANE ET LE  
ZIRCONIUM DANS LE DOMAINE DES BASSES TEMPERATURES.

 ST4/3750

Soutenue le 29 Mai 1974 devant la Commission d'Examen



**~ JURY ~**

M. P. LAURENT	)	Président
MM. P. BOCH (Professeur invité)	)	
B. ESCAIG ( " " )	)	
J. GRILHE	)	Examineurs
J. de FOUQUET	)	

UNIVERSITE DE POITIERS

SCIENCES EXACTES ET NATURELLES - SCIENCES FONDAMENTALES ET APPLIQUEES

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

CENTRE D'ETUDES AERODYNAMIQUE ET THERMIQUE

DOYENS HONORAIRES ET ANCIENS DOYENS

A GRUMBACH	Professeur de Physique
F PATTE	Professeur de Paléontologie
P BROUSSE	Professeur de Mécanique
N MANSON	Professeur de Physique
F FORT	Professeur de Mathématiques

DIRECTEURS HONORAIRES ET ANCIENS DIRECTEURS

MM. H. PONCIN	Professeur de Mécanique
N. MANSON	Professeur de Physique
P. LAURENT	Professeur de Mécanique

PROFESSEURS HONORAIRES

FRECHET	Professeur honoraire à la Sorbonne Membre de l'Institut
GARNIER	Professeur honoraire à la Sorbonne Membre de l'Institut
BOULIGANO	Professeur honoraire à la Sorbonne Correspondant de l'Académie des Sciences
GRUMBACH	Professeur de Physique
SOLEILLET	Professeur à la Sorbonne
ABELOOS	Professeur à la Faculté des Sciences de Marseille
PONCIN	Professeur à la Sorbonne

MM. AMIEL	Professeur à la Sorbonne
COTTE	Professeur à la Sorbonne
Mme DUBREUIL - JACOTIN	Professeur à la Sorbonne
MM. MAZET	Professeur à la Sorbonne
LESIEUR	Professeur à la Sorbonne
CORABOEUF	Professeur de Physique
ZUCKERMANN	Professeur à la Sorbonne
BROUSSE	Professeur de Paléontologie
PATTE	

DIRECTEURS DES UNITES D'ENSEIGNEMENT ET DE RECHERCHE

MM. E. GRAY	U.E.R. Sciences exactes et naturelles
J. FORT	U.E.R. Sciences fondamentales et naturelles
M. CORDIER	U.E.R. Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique
R. GOETHALS	U.E.R. Centre d'études aérodynamique et thermique

PROFESSEURS ET MAITRES DE CONFERENCES

MM. VALENSI	Professeur de chimie
CHARTIER	Professeur de Physique
GAVAUDAN	Professeur de Botanique
TABOURY	Professeur de Chimie
LEGRAND	Professeur de Biologie Animale
MATHIEU	Professeur de Géologie et Minéralogie
GRAY	Professeur de Physique
RINAULT	Professeur de Physique
ROSENBERG	Professeur de Chimie Biologique
LAURENT	Professeur de Mécanique
MANSON	Professeur de Physique
THOMASSIN	Professeur de Chimie
VAUTHIER	Professeur de Physique
GARCOUIL	Professeur de Physiologie Animale
CORDIER	Professeur de Mécanique
MATHURIN	Professeur de Mécanique
EZRA	Professeur de Mathématiques
DASTE	Professeur de Microbiologie
GUTH	Professeur de Paléontologie
BOSCHER	Professeur de Mécanique
GOETHALS	Professeur de Mécanique
MAUREL	Professeur de Chimie
LACARDE	Professeur de Mécanique
BERNARD	Professeur de Chimie
de FOUQUET	Professeur de Physique - ENSMA
BATAILLER	Professeur de Physique - IUT
BLANCHARD	Professeur de Chimie - IUT
FORT	Professeur de Mathématiques
CAISSO	Professeur de Physique
BOUROT	Professeur de Mécanique
DUPUIS	Professeur de Pédologie
PEUBE	Professeur de Mécanique
JACQUESSON	Professeur de Physique
SCHREVEL	Professeur de Zoologie
RENAULT	Professeur de Mathématiques
DELEZE	Professeur associé de Physiologie Animale
RACHMAN	Professeur associé de Physique
M. POUSSSEL	Professeur sans chaire Physiologie

MM. PIMENTA	Professeur sans chaire - Mathématiques
Mme DOLBEAULT	Professeur sans chaire - Mathématiques
BERMAT	Professeur sans chaire - Mathématiques
HARDY	Professeur sans chaire - Chimie
Mme MIGINIAC	Professeur sans chaire - Chimie
PAYEN de la GARANDERIE	Professeur sans chaire - Physique
GALAND	Professeur sans chaire - Physiologie Animale
CRILHE	Professeur sans chaire - Physique
GOMEL	Professeur sans chaire - Chimie
CAUBET	Professeur sans chaire - Mathématiques
M. CORCUFF	Professeur sans chaire - Physique
JACQUESY	Professeur sans chaire - Chimie IUT
MARTINET	Professeur sans chaire - Mécanique
MIGINIAC	Professeur sans chaire - Chimie
LUBOCHINSKY	Maitre de Conférences - Chimie biologique
GASC	Maitre de Conférences - Mécanique IUT
COINTOT	Maitre de Conférences - Chimie
MOINE	Maitre de Conférences - Physique
LE ROY	Maitre de Conférences - Physique
SOUCRET	Maitre de Conférences - Mathématiques ENSMA
ALZIARY de ROQUEFORT	Maitre de Conférences - Mécanique
COUTANCEAU	Maitre de Conférences - Génie Thermique IUT
DI GUCLIELMO	Maitre de Conférences - Mathématiques appliquées
SERGENAZET	Maitre de Conférences - Mathématiques
LAZARD	Maitre de Conférences - Mathématiques
Mme PAGE	Maitre de Conférences - Mathématiques
LEYER	Maitre de Conférences - Thermodynamique
BORZEIX	Maitre de Conférences - Electrotechnique
COLLIN	Maitre de Conférences - Biologie Cellulaire et Génétique
DUMARGUE	Maitre de Conférences - Mécanique IUT ANGOULEME
Mme HAMELIN-LEGRAND	Maitre de Conférences - Zoologie et Biologie Animale
RAIS	Maitre de Conférences - Mathématiques
BOLANOH	Maitre de Conférences - Mécanique IUT
YROENLY	Proposé Maitre de Conférences - Mécanique Appliquée et Métallurgie IUT - ANGOULEME
GUISNET	Chargé d'Enseignement - Génie Chimique
HUBBARD	Maitre de Conférences associé - Mathématiques
KENNY	Maitre de Conférences - Thermodynamique et Mécanique des Fluides - IUT
PERKINS	Maitre de Conférences associé - Mécanique

**ETUDE DES PICS DE FROTTEMENT INTERIEUR  
OBSERVES APRES ECROUISSAGE  
SUR LE TITANE ET LE ZIRCONIUM  
DANS LE DOMAINE DES BASSES TEMPERATURES.**

Cette étude a été effectuée au Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique à POITIERS.

Je remercie tout particulièrement Monsieur le Professeur J. de FOUQUET, qui a dirigé cette étude, pour la valeur de ses conseils et le soutien que ses encouragements m'ont constamment apporté.

Je suis très reconnaissant à Messieurs les Professeurs P. LAURENT et B. ESCAIG, qui m'ont successivement fait l'honneur d'être mes parrains auprès du Centre National de la Recherche Scientifique, et à Monsieur le Professeur J. GRILHE, de l'intérêt qu'ils manifestent pour cette étude par leur présence dans le Jury.

J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur le Professeur P. BOCH qui a dirigé mes premiers pas dans la recherche et a toujours suivi avec attention l'évolution de mon travail.

Je tiens enfin à souligner la fructueuse collaboration de Messieurs P. MAZOT et M. QUINTARD, ainsi que l'aide que j'ai toujours trouvée auprès de tous les techniciens et chercheurs du laboratoire.

## TABLE DES MATIERES

	Page	
INTRODUCTION	1	
CHAPITRE I - Formalisme et mesure du frottement intérieur	3	
I-1 - Hystérésis	3	
I-2 - Relaxation	3	
I-3 - Comportement d'un solide viscoélastique admettant un spectre de relaxation	5	
I-4 - Mesure de la capacité d'amortissement	8	
CHAPITRE II - Aspects théoriques des différents phénomènes de relaxation observés après écrouissage.	11	
II-1 - Pic de BORDONI	12	
II-2 - Pic d'HASIGUTI	23	
II-3 - Pics d'interaction-dislocations-impuretés Le modèle de SCHOECK	27	
II-4 - Conclusion	32	
CHAPITRE III - Techniques expérimentales	35	
III-1- La mesure du frottement intérieur et du module d'élasticité	35	
III-2 - Ecrouissage	44	
III-3 - Recuits - Vieillissement	46	
III-4 - Radiographies	47	
III-5 - Micrographies - Microdureté	48	
CHAPITRE IV - Etude du métal brut.	51	
IV-1 - Zirconium	51	
IV-2 - Titane	62	

<b>CHAPITRE V - Ecrouissage à la température ambiante - Influence</b>	<b>Page 77</b>
des recuits.	
V-1 - Zirconium	77
V-2 - Titane	93
V-3 - Conclusion	108
<b>CHAPITRE VI - Ecrouissage à basse température</b>	<b>109</b>
VI-1 - Zirconium	109
VI-2 - Titane	122
<b>CHAPITRE VII - Discussion</b>	<b>129</b>
VII-1 - Ecrouissage à la température ambiante - Le pic P <sub>2</sub>	129
VII-2 - Ecrouissage à basse température - Le pic P <sub>1</sub>	142
VII-3 - Modèle de restauration après déformation à - 196 °C	148
<b>CONCLUSION</b>	<b>151</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>153</b>

## INTRODUCTION

Les défauts de structure jouent un rôle fondamental dans les propriétés des métaux ; de nombreuses techniques expérimentales sont employées pour atteindre et caractériser ces défauts ; les unes correspondent à des investigations directes, comme la microscopie optique ou électronique, d'autres conduisent à ces défauts par l'intermédiaire de mécanismes provoqués par leur présence. Le frottement intérieur est une méthode d'analyse indirecte de la structure des matériaux, particulièrement fine et sélective, sa sensibilité à de faible teneur en défauts étant une de ses caractéristiques les plus remarquables. Cependant les mécanismes reliant les défauts de structure et le frottement intérieur restent encore discutés dans beaucoup de cas, et si différents processus théoriquement définis semblent acceptables, il est souvent difficile de faire correspondre une anomalie du spectre de frottement intérieur et un des processus avec certitude, surtout dans le cas des dislocation et de leur interaction avec le réseau ou les défauts ponctuels.

Comme nous le préciserons plus loin, lorsque les dislocations sont soumises à une contrainte alternative, deux types de manifestations sont observables : un phénomène d'hystérésis, fortement dépendant de l'amplitude ou de la contrainte, et des pics de relaxation, indépendant de l'amplitude pour des contraintes suffisamment faibles.

En 1949 BORDONI [12] établit l'existence d'un pic de relaxation à basse température sur le Cuivre écroui. Il ouvrait ainsi une voie dans laquelle se sont engagés de nombreux chercheurs ; ainsi différents pics furent découverts dans un premier temps sur des métaux de structure C.F.C. [29, 38, 39, 40, 41, 42] puis sur des C.C. [44, 45, 46]. Le spectre de chaque métal présentant plusieurs pics, différentes théories ont été élaborées pour expliquer ces effets, le Cuivre demeurant une sorte d'étalon. Dans ce cas on observe successivement, si l'on considère les températures croissantes :

- le pic de NIBLETT et WILKS [37] extrêmement proche et dépendant du pic de BORDONI [12] et nettement plus haut en température,



- les pics d'HASIGUTI [ 13] dont le nombre et la température dépendent des conditions de déformation.

La plupart du temps les expérimentateurs ont essayé d'établir des correspondances entre le spectre du Cuivre et celui des autres métaux ; si certains éléments de structure C.F.C. tels que l'Or ou l'Argent offrent des pics similaires, l'établissement de correspondances devient souvent délicat surtout pour les métaux de structure différente.

Notre but ici est d'analyser de la façon la plus précise possible les spectres de deux métaux de structure hexagonale, le Zirconium et le Titane, plastiquement déformés à la température ambiante puis à celle de l'azote liquide. Les pics observés sont très différents des pics du Cuivre, et des mécanismes autres que ceux de BORDONI et HASIGUTI doivent en plus être envisagés. C'est pourquoi, dans un premier temps, nous présentons de façon détaillée l'état actuel des études théoriques des pics de relaxation dans les métaux écrouis. Nous décrivons ensuite les techniques expérimentales utilisées pour les mesures de la capacité d'amortissement : barreaux résonnants vibrant de 10 à 120 KHz, échantillons sollicités en vibrations transversales selon deux modes différents à des fréquences allant de 300 à 3000 Hz, et enfin système du pendule de torsion . Les mesures de frottement intérieur sont toujours accompagnées de celles de la fréquence de sollicitation qui permettent de déterminer avec beaucoup de précision les variations relatives du module d'élasticité.

C'est ainsi qu'après avoir étudié l'influence de l'écrouissage (taux de déformation et température) sur les spectres de frottement intérieur et sur le module, l'analyse des cinétiques d'évolution des pics au cours de recuits après déformation permet de déterminer les défauts correspondant à ces pics dans la mesure où leur comportement est connu. Ces résultats sont enfin discutés dans le cadre des théories exposées afin de dégager l'apport de ce travail sur la connaissance de l'influence des défauts sur les propriétés mécaniques des métaux.

## CHAPITRE I

### FORMALISME ET MESURE DU FROTTEMENT INTERIEUR

Le frottement intérieur est une mesure relative de l'énergie dissipée au sein d'un solide au cours de sollicitations périodiques de faible amplitude. Les mécanismes élémentaires pouvant être à l'origine de ce phénomène sont de deux types : les effets d'hystérésis peu dépendant de la fréquence et les effets de relaxation qui n'apparaissent que pour certaines fréquences et qui donnent lieu à des "pics" d'amortissement dont la température dépend en premier lieu de la fréquence de sollicitation. Nous allons présenter successivement ces deux mécanismes.

#### I-1- HYSTERESIS.

Le frottement intérieur dû à l'hystérésis subsiste lorsque la fréquence  $\nu$  de la contrainte de sollicitation  $\sigma$  tend vers zéro ce qui se traduit par une boucle d'aire non nulle de la courbe contrainte-déformation. La valeur de cette aire est sensiblement indépendante de  $\nu$ , mais dépend de l'amplitude de  $\sigma$ . GRANATO et LUKE [6] ont développé une théorie fondée sur le modèle de la corde vibrante de KOELHER [5] pour les phénomènes d'hystérésis résultant du déplacement des dislocations. Une autre source réside dans le mouvement des parois de BLOCH limitant les domaines de WEISS dans les métaux ferromagnétiques [2,7].

L'hystérésis n'apparaissant que pour des amplitudes supérieures à une valeur critique fonction de la température et de l'état du métal, nous étudions ici des phénomènes de relaxation observés à des amplitudes inférieures à cette valeur critique ; dans ces conditions le frottement intérieur est pratiquement indépendant de l'amplitude de la contrainte de sollicitation.

#### I-2-RELAXATION.

Les phénomènes de relaxation trouvent leur origine dans le

retard avec lequel l'équilibre interne d'un solide s'adapte aux variations extérieures. Lors d'une sollicitation sinusoïdale ce retard se traduit par un déphasage  $\delta$  entre la contrainte et la déformation auquel correspond un frottement intérieur de la forme  $Q^{-1} = \text{tg } \delta$  quand on adopte le modèle réologique du solide anélastique de ZENER [1]. Ce modèle, constitué d'un solide de HOOKE monté en série avec un solide de VOIGT, conduit à l'équation différentielle du mouvement suivante :

$$\sigma + \nu_{\epsilon} \dot{\sigma} = M_R (\epsilon + \nu_{\sigma} \dot{\epsilon}) \quad (1.1)$$

où  $M_R$  est le module relaxé,  $\nu_{\epsilon}$  et  $\nu_{\sigma}$  les temps de relaxation respectivement de déformation sous effort constant et de relaxation sous déformation constante. Si à l'instant  $t = 0$  on impose  $\epsilon_0 = M_I^{-1} \sigma_0$  ( $M_I$  module instantané) on peut écrire :

$$\sigma(t) = r(t) \epsilon_0 \quad (1.2)$$

avec :

$$r(t) = M_R + (M_I - M_R) \exp(-t/\nu_{\epsilon}) \quad (1.3)$$

$r(t)$  étant la fonction de relaxation. On définit de même  $f(t)$ , la fonction de fluage en imposant  $\sigma_0$  constante à  $t = 0$  :

$$f(t) = M_I^{-1} + (M_R^{-1} - M_I^{-1}) (1 - \exp(-\frac{t}{\nu_{\sigma}})) \quad (1.4)$$

En sollicitations périodiques on cherche les solutions de la forme  $\sigma = \sigma_M \exp(i\omega t)$  et  $\epsilon = \epsilon_M \exp(i\omega t - i\delta)$  de l'équation (1.1) qui peut alors s'écrire  $\sigma = \mathcal{M} \epsilon$  avec  $\mathcal{M}$  le module complexe. On obtient ainsi l'expression du frottement intérieur correspondant :

$$\text{tg } \delta = \frac{M_I - M_R}{2 M_I M_R} \frac{2\omega\nu}{1 + \omega^2 \nu^2} \quad \text{avec } \nu^2 = \nu_{\sigma} \nu_{\epsilon} \quad (1.5)$$

Lorsque le phénomène de relaxation est activé thermiquement le temps de relaxation est souvent lié à la température par une loi d'ARRHENIUS de la forme  $\nu = \nu_0 \exp(W/kT)$  avec  $\nu_0$  le temps limite et  $W$  l'énergie d'activation. On peut alors exprimer  $\text{tg } \delta$  en fonction de la température ; on obtient ainsi un pic de DEBYE :

$$Q^{-1} = \text{tg } \delta = \frac{\Delta M}{2M} \text{Ch}^{-1} W/K \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_M} \right) \quad (1.6)$$

où  $\Delta M = M_I - M_R$  et  $M = \sqrt{M_I \cdot M_R}$ .

Un pic de DEBYE se caractérise par sa symétrie en  $1/T$  et sa largeur à mi-hauteur égale à  $1,317 W/K$ . Les pics de SNOEK [8] dûs aux sauts des atomes d'oxygène dans le Niobium ou du Carbone dans le Fer sont deux exemples particulièrement satisfaisant de pics de DEBYE. Cependant la plupart des phénomènes, et en particulier ceux qu'introduit l'écroutissage dans les métaux, ne peuvent pas être associés à un temps de relaxation unique. C'est pourquoi la notion de spectre de relaxation a été introduite.

### 1-3- COMPORTEMENT D'UN SOLIDE VISCOELASTIQUE ADMETTANT UN SPECTRE DE RELAXATION.

#### 1-3-1- Expression du frottement intérieur :

Si l'on suppose l'existence de  $N$  mécanismes de relaxation pour un même phénomène physique, les fonctions relaxation et fluage ont pour expression en fonction du temps :

$$r(t) = M_R + \sum_{i=1}^N \Delta M_i \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\epsilon_i}}\right) \quad (1.7)$$

$$f(t) = M^{-1} - \sum_{i=1}^N \Delta M_i^{-1} \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\sigma_i}}\right)\right) \quad (1.8)$$

L'ensemble des couples  $(\Delta M_i, \tau_i)$  constitue le spectre de relaxation. On ne peut espérer déterminer expérimentalement que quelques couples. Pour interpréter les phénomènes complexes liés aux dislocations ou aux joints de grain, on est conduit à supposer l'existence d'un spectre continu de relaxation.  $f(t)$  et  $r(t)$  prennent alors les formes suivantes (avec  $J = 1/M$ , la complaisance) :

$$f(t) = J_I + \int_0^{\infty} \Delta J(\tau) [1 - \exp(-t/\tau)] d\tau \quad (1.9)$$

$$r(t) = M_R + \int_0^{\infty} \Delta M(\tau) [\exp(-t/\tau)] d\tau \quad (1.10)$$

L'application à partir de  $t = 0$  d'une contrainte périodique  $\sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t)$  engendre une déformation  $\epsilon(t)$  de la forme :

$$\epsilon(t) = J_1 - \int_0^{\infty} \frac{\Delta J(\tau) d\tau}{1+i\omega\tau} \sigma(t) + \sigma_0 \int_0^{\infty} \frac{\Delta J(\tau)}{1+i\omega\tau} \exp(-t/\tau) d\tau \quad (1.11)$$

En supposant la fonction  $\Delta J$  bornée, le second terme tend vers zéro quand  $t$  tend vers l'infini. En régime permanent, on peut donc écrire

$$\epsilon(t) = f(i\omega)\sigma(t) \quad (1.12)$$

avec :

$$f(i\omega) = J_1(\omega) + iJ_2(\omega) \quad (1.13)$$

Les expressions de  $J_1$  et  $J_2$  sont les équations de DEBYE généralisées :

$$J_1(\omega) = J_1 + \int_0^{\infty} \Delta J(\tau) \frac{d\tau}{1+\omega^2\tau^2} \quad (1.14)$$

$$J_2(\omega) = \int_0^{\infty} \Delta J(\tau) \frac{\omega\tau}{1+\omega^2\tau^2}$$

Le frottement intérieur  $\text{tg}\delta$  a alors pour expression :

$$\text{tg}\delta = \frac{J_1(\omega)}{J_2(\omega)} \quad (1.15)$$

### I-3-2- La distribution lognormale de GAUSS.

NOWICK et BERRY [4] ont étudié le cas d'un spectre gaussien du logarithme du temps de relaxation. Cette distribution peut être définie par la fonction suivantes, représentée sur la figure 1 :

$$\psi(z) = \beta^{-1} \cdot \pi^{-1/2} \cdot \exp[-(z/\beta)^2] \quad (1.16)$$

avec  $z = \text{Log } \tau$  et :

$$\int_{-\infty}^{\infty} \psi(z) dz = 1 \quad (1.17)$$

En posant :  $x = \text{Log } \omega \tau_M$

$y = \text{Log } \tau/\tau_M$

et :  $u = 1/\beta \cdot \text{Log } \tau/\tau_M$

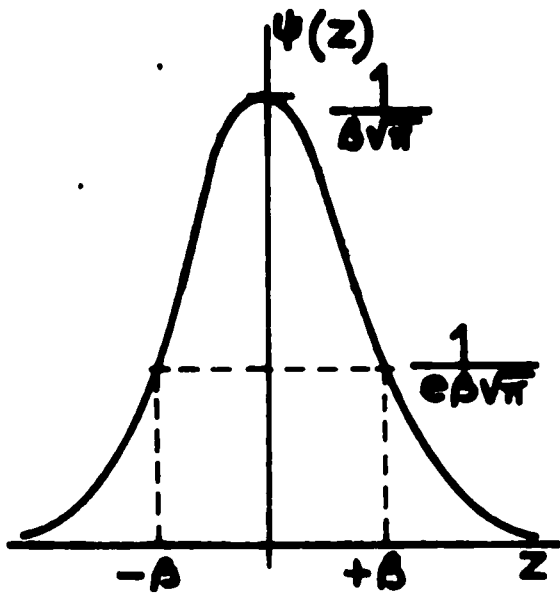


Figure 1.

On obtient :

$$K(t) = J_1 + \Delta J [1 - g(y, \beta)]$$

$$J_1(\omega) = J_1 + \Delta J \cdot f_1(x, \beta) \quad (1.18)$$

$$J_2(\omega) = \Delta J \cdot f_2(x, \beta)$$

Les fonctions  $g(y, \beta)$ ,  $f_1(x, \beta)$ , et  $f_2(x, \beta)$  dont les expressions suivent, ne peuvent être exprimées au moyen de fonctions connues et doivent être évaluées numériquement :

$$g(y, \beta) = 1/\sqrt{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \exp(-u^2) \cdot \exp(\beta u - y) \cdot du$$

$$f_1(x, \beta) = 1/\sqrt{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \exp(-u^2) \cdot \frac{du}{1 + \exp[2(x+u)]} \quad (1.19)$$

$$f_2(x, \beta) = 1/2\sqrt{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \exp(-u^2) \cdot \operatorname{sech}(x, u) \cdot du$$

Les auteurs étudient l'influence de  $\beta$  sur le frottement intérieur. Ils montrent que lorsque  $\beta$  croît le pic s'élargie et que son amplitude diminue.

Dans le cas de phénomènes activés thermiquement la distribution gaussienne peut porter sur  $\operatorname{Log} \nu_0$  ou sur l'énergie d'activation  $H$ , ou bien encore sur les deux à la fois. Dans le premier cas, la distribution sur  $\operatorname{Log} \nu$  sera identique à celle de  $\operatorname{Log} \nu_0$  ; dans le deuxième cas on aura  $\beta = \beta_H / RT$  et la valeur moyenne de la distribution sera :  $\operatorname{Log} \nu_m = \operatorname{Log} \nu_0 + H_m / RT$  ; enfin lorsque le spectre résulte d'une distribution des temps limites et des énergies d'activation on peut écrire :

$$\beta = \beta_0 \pm \beta_H / RT \quad \text{et} \quad \operatorname{Log} \nu_m = \operatorname{Log} \nu_{m_0} + H_m / RT \quad (1.20)$$

#### 1-4- MESURE DE LA CAPACITE D'AMORTISSEMENT.

La capacité d'amortissement ou frottement intérieur, est le rapport entre l'énergie dissipée par le solide et l'énergie fournie au système au cours d'un cycle de vibration. La mesure de  $Q^{-1} = \Delta W / 2\pi W$  est généralement effectuée selon l'une des trois méthodes suivantes :

- Vibrations forcées : la largeur  $\Delta\nu$  du pic de résonance du système permet d'évaluer la capacité globale d'amortissement :

$$Q^{-1} = \frac{\Delta\nu}{2\nu_0 \sqrt{n^2 - 1}} \quad (1.21)$$

$n$  étant le rapport entre l'amplitude de mesure de  $\Delta\nu$  et l'amplitude maximum du pic de résonance. En particulier  $Q^{-1} = \Delta\nu / \nu$  pour la bande passante à 3 db.

- Vibrations libres : le système étant en régime permanent de vibration, si l'on fait  $\sigma = 0$  l'amplitude des oscillations décroît exponentiellement ; le décrétement logarithmique  $\delta$  est lié au frottement intérieur par la relation :

$$Q^{-1} = \delta / \pi \quad \text{avec } \delta = 1/n-i \cdot \text{Log } A_i / A_n \quad (1.22)$$

$A_i$  et  $A_n$  étant les amplitudes au  $i^{\text{ème}}$  et  $n^{\text{ème}}$  oscillations.

- L'atténuation  $\alpha$  des ondes progressives de haute fréquence se propageant dans un solide et le frottement intérieur sont liés par la relation :

$$Q^{-1} = \alpha / 27,2 N$$

La mesure du frottement intérieur à différentes fréquences est d'un grand intérêt, en particulier pour évaluer les énergies d'activation ; aussi différents dispositifs expérimentaux ont été conçus pour différentes gammes de fréquences :

- de 0,1 Hz à quelques Hz sont utilisés des pendules de torsion [9, 10] ;

- de 500 à 5000 Hz les mesures sont effectuées sur des la-

**mes vibrantes ;**

- de 5 KHz à 200 KHz on opère sur des barreaux résonnants [11];
- pour les fréquences supérieures au MHz on a recours aux mesures d'atténuation ultrasonore.



## CHAPITRE II

### ASPECTS THEORIQUES DES DIFFERENTS PHENOMENES DE RELAXATION OBSERVES APRES ECROUISSAGE.

Les différents phénomènes de relaxation observés à basses températures dans les solides cristallins peuvent généralement être identifiés aux effets de relaxation définis par GRANATO et LUCKE [6], BORDONI [2], HASIGUTI [13], SCHOECK [14] et SNOEK [8]. Les seuls pics de SNOEK observés dans la littérature au-dessous de la température ambiante sont ceux liés à la présence d'Hydrogène dans les métaux de structure cubique centrée et qui apparaissent particulièrement lorsque les métaux sont recuits ou trempés [35, 36]. Les autres mécanismes font intervenir les dislocations et leur interaction soit avec le réseau, soit avec les défauts ponctuels et les impuretés. Les théories de ces différents effets de relaxation reposent généralement sur une interprétation particulière de l'équation générale de KOEHLER assimilant une dislocation à une corde vibrante dans un milieu visqueux, équation que l'on peut écrire sous la forme suivante :

$$E(y) \frac{d^2y}{dx^2} = \frac{dE(y)}{dx} - \sigma y + m \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} + B \frac{\partial y}{\partial t} \quad (\text{II-1})$$

Le terme du premier membre de l'équation est le produit de la tension de ligne par le rayon de courbure ; le deuxième membre comporte un premier terme qui dérive d'un potentiel correspondant à la forme du réseau, un deuxième exprimant l'effet de la contrainte appliquée  $\sigma$ , puis un terme d'inertie où  $m$  est la masse par unité de longueur de dislocation et enfin un terme de viscosité dont l'énergie est proportionnelle à la vitesse. Selon les hypothèses formulées, et les conditions d'apparition des phénomènes de relaxation, certains termes de l'équation peuvent être négligés. Nous allons successivement exposés les théories se rapportant aux pics de BORDONI, HASIGUTI et KOSTER (CWP) [15].

## II-1- PIC DE BORDONI.

Différentes théories ont été proposées pour interpréter le pic de BORDONI. Ainsi BRUNER [16] faisait intervenir des défauts ponctuels et la dissociation des dislocations dans les métaux cubiques à faces centrées. GILMAN [17] a suggéré que le mécanisme de relaxation résultait d'un basculement entre deux positions stables de dipôles de dislocation créé par le mouvement des dislocations vis. FELTHAM [18] a considéré le mouvement de va et vient des crans sur des dislocations vis et l'ancrage et désancrage de dislocations coinsur des interstitiels. Enfin BRAILSFORD [19] proposait une théorie de relaxation basée sur la diffusion de kinks géométriques de forme abrupte, le long des directions denses, ces kinks étant assimilés aux particules d'un gaz à une dimension ; dans ce cas les dislocations actives sont celles faisant un angle non nul avec les directions denses, contrairement à ce que propose le modèle de SEEGER [20] que nous allons exposer plus en détail.

### II-1-1- Le modèle de SEEGER.

Partant de la notion de kink introduite dès 1947 par SHOCKLEY [21], SEEGER considère un mécanisme de relaxation résultant de la formation de double kink sous l'action d'une contrainte dans le plan de glissement de la dislocation (fig. 2). Une faible contrainte  $\sigma$  ( $\ll \sigma_p^0$  la contrainte de PEIERLS [22]) peut engendrer deux types de déplacement, soit un mouvement des kinks existants, soit une modification de la distribution statistique des kinks ; dans ce dernier cas la contrainte appliquée tend à déplacer la dislocation en augmentant le nombre de kink dans le sens de ce déplacement. Considérant que la formation de nouvelles paires de kinks est activée thermiquement, ce processus peut engendrer un phénomène de relaxation avec une contrainte  $\sigma$  alternative de fréquence  $f$ . Le frottement intérieur sera maximum lorsque  $f$  sera égal à  $v$ , fréquence de for-

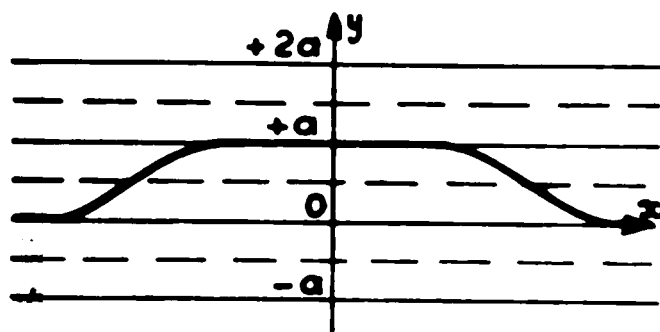


Fig.2 : Double - kink

formation de double kink sous l'action d'une contrainte dans le plan de glissement de la dislocation (fig. 2). Une faible contrainte  $\sigma$  ( $\ll \sigma_p^0$  la contrainte de PEIERLS [22]) peut engendrer deux types de déplacement, soit un mouvement des kinks existants, soit une modification de la distribution statistique des kinks ; dans ce dernier cas la contrainte ap-

pliquée tend à déplacer la dislocation en augmentant le nombre de kink dans le sens de ce déplacement. Considérant que la formation de nouvelles paires de kinks est activée thermiquement, ce processus peut engendrer un phénomène de relaxation avec une contrainte  $\sigma$  alternative de fréquence  $f$ . Le frottement intérieur sera maximum lorsque  $f$  sera égal à  $v$ , fréquence de for-

mation des paires de kink. SEEGER suppose en première approximation que  $v = v_0 \exp(-W/KT)$  ou  $W$  est "l'énergie d'activation" du phénomène. Le calcul de cette énergie nécessite la connaissance de  $W_K$ , l'énergie de formation d'un kink.

SEEGER fait trois hypothèses pour exploiter l'équation (II-1):

- la fonction  $E(y)$ , de période  $a$ , le vecteur de Burgers du réseau, se décompose en série de Fourier :

$$E(y) = E_0 - \alpha_1 \cos \frac{2\pi y}{a} - \alpha_2 \cos \frac{4\pi y}{a} \quad (II.2)$$

où  $E_0 \neq 1/5 Gb^2$  est grand devant  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$ .

- une paire de kinks de signes contraires est assimilable à une paire de dislocation selon le modèle de DEHLINGER-FREWEL [23].

- la dislocation est assimilable à une corde vibrante lorsque le potentiel de réseau est faible.

L'équation I-1 devient :

$$E_0 \frac{d^2 y}{dx^2} = \frac{2\pi \alpha_1}{a} \left[ \sin \frac{2\pi y}{a} + 2\gamma \sin \frac{4\pi y}{a} \right] - b\sigma \quad (II-3)$$

$$\text{avec : } \gamma = \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \quad \text{et} \quad -\frac{1}{4} < \gamma < 1/4 \quad (II-4)$$

Recherchant une solution indépendante du temps SEEGER obtient pour  $\gamma = 0$  l'expression suivante de la forme analytique d'un kink (figure 3) :

$$y = \frac{2a}{\pi} \tan^{-1} \exp \left\{ \frac{2\pi x}{a} \left( \frac{\alpha_1}{E_0} \right)^{1/2} \right\} \quad (II-5)$$

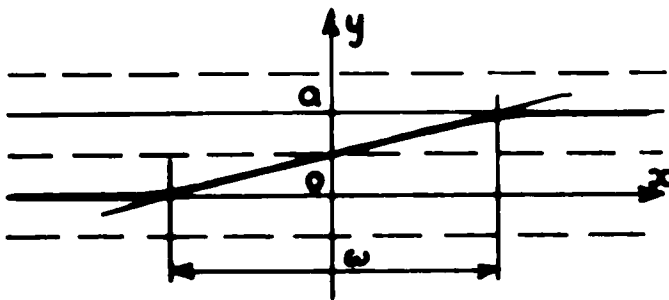


Fig.3 : Forme analytique d'un kink (équation. II-5)

L'énergie  $W_K$ , égale à la variation de l'énergie potentielle due au kink est alors :

$$W_K = \frac{2a}{\pi} (4E_0 \alpha_1)^{1/2} \quad (II-6)$$

Prenant la valeur de la contrainte de PEIERLS de :

DEHLINGER-FREWEL [23]

soit  $\tau_P^0 = 2\pi\alpha_1/ab$  (pour  $\gamma=0$ ) on

obtient finalement :

$$W_K = \frac{2a}{\pi} \left( \frac{2 E_o ab \epsilon_p^o}{\pi} \right)^{1/2} \quad (II-7)$$

L'équation 1-5 permet en outre d'évaluer la longueur  $\omega$  d'un kink définie par la tangente au point d'inflexion (fig. 3) :

$$\omega = \frac{1}{2} a \left( \frac{E_o}{\alpha_1} \right)^{1/2} \quad (II-8)$$

Cette relation conduit à des valeurs de l'ordre de 100 b.

Le calcul de l'énergie d'activation se fait en imaginant que la position d'énergie maximum que doit atteindre le segment de dislocation pour franchir la colline de PEIERLS est celle de la figure 4. L'énergie  $W$  correspondant à cette position est sensiblement de la forme :

$$W = W_K + 2\alpha_1 d_{cr} \quad (II-9)$$

SEEGER obtient ainsi :

$$d_{cr} = \frac{\omega}{\pi} (1+4\gamma)^{1/2} \text{Log} \frac{32\alpha_1}{\epsilon ab} \quad (II-10)$$

soit, pour  $\gamma = 0$ :

$$W = W_K \left[ 1 + \frac{1}{4} \text{Log} \left( \frac{16\epsilon^o}{\pi\sigma} \right) \right] \quad (II-11)$$

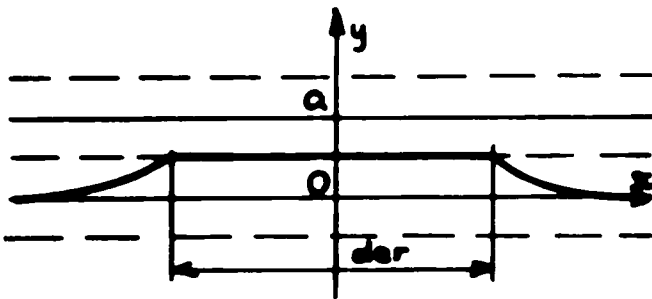


Fig.4 : Position critique d'un double kink en formation au passage du seuil d'énergie.

## II-1-2- Expression du frottement intérieur et de l'effet de module associé

Nous présentons ici l'expression du frottement intérieur résultant de la relaxation des doubles-kinks proposée par NABARRO [24] s'appuyant sur les calculs de MASON [25] et SEEGER dans le cas simple d'un segment parallèle à une direction dense (figure 5, position A) :

-la fréquence d'oscillation d'une dislocation dans son puits de potentiel étant  $\nu_o$ , la fréquence avec laquelle elle atteint son état activé est  $\nu = \nu_o \exp(-W/KT)$ .

- Si un double Kink est formé sous l'action d'une contrainte extérieure  $\sigma = \sigma_M \exp(i\omega t)$ , l'énergie de la boucle formée (fig. 5 position B) est  $2W_K - \ell b^2 \sigma$ ,  $\ell$  étant la longueur moyenne de boucle.

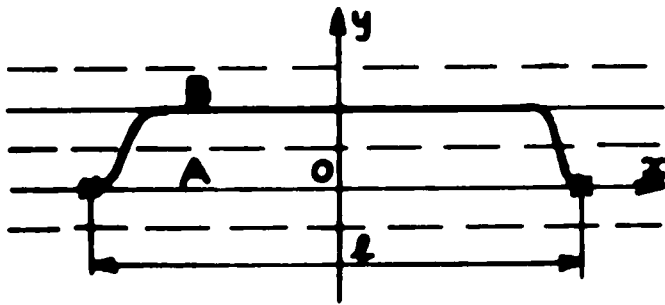


Fig.5 : Formation d'une boucle

Dans ces conditions, soit  $N_0$  le nombre de segments de dislocation sans double kink par unité de volume,  $N_{+1}$  et  $N_{-1}$  le nombre de segments avec double-Kinks positifs ou négatifs. La densité de dislocation étant  $C_D$ , on a :

$$N_0 + N_{+1} + N_{-1} = C_D \ell^{-1} \quad (II-12)$$

Les probabilités de changement pour ces trois nombres sont respectivement :

$$\left. \begin{aligned} \frac{1}{v_0} \exp \frac{W}{KT} \frac{dN_0}{dt} &= N_{+1} \exp \frac{2W_K - \ell b^2 \sigma}{KT} + N_{-1} \exp \frac{2W_K + \ell b^2 \sigma}{KT} \\ \frac{1}{v_0} \exp \frac{W}{KT} \frac{dN_{+1}}{dt} &= - N_{+1} \exp \frac{2W_K - \ell b^2 \sigma}{KT} + N_0 \\ \frac{1}{v_0} \exp \frac{W}{KT} \frac{dN_{-1}}{dt} &= - N_{-1} \exp \frac{2W_K + \ell b^2 \sigma}{KT} + N_0 \end{aligned} \right\} \quad (II-13)$$

$\sigma \ell b^2$  étant petit devant  $2W_K$  on obtient :

$$N_0 = \frac{\ell^{-1} C_D}{1 + 2 e^{-2U_K/KT}} \quad (II-14)$$

et :

$$N_{\pm 1} = \frac{\ell^{-1} C_D}{\exp(2U_K/KT) + 2} \left[ 1 \pm \frac{\ell b^2 \sigma_M}{KT} \frac{\exp(i\omega t)}{1 + 2\pi i \omega / \omega'} \right] \quad (II-15)$$

Avec :

$$\omega' = 2\pi v_0 \exp \left( \frac{2U_K - W}{KT} \right) \quad (II-16)$$

La déformation engendrée par le déplacement est :

$$\epsilon_p (N_{+1} - N_{-1}) \ell b^2 \quad (11-17)$$

Cette petite déformation vient s'ajouter à la déformation élastique  $\epsilon_o = \mu^{-1} \sigma$ . La déformation  $\epsilon$  totale a donc pour expression :

$$\epsilon = \left[ \sigma_M \mu^{-1} + \frac{2}{\exp(2U_K/KT) + 2} \cdot \frac{\ell b^4 C_{D\sigma M}}{KT} \frac{1}{1+4\pi^2 \omega/\omega'} \right] \exp(i \omega t) \quad (11-18)$$

L'effet de module est donné par :

$$\Delta(\omega) = \mathcal{R}_e (\epsilon_p \epsilon_o^{-1})$$

$$\Delta(\omega) = \frac{2}{\exp(2U_K/KT)+2} \frac{\ell b^4 C_{D\mu}}{KT} \frac{1}{1+4\pi^2 \omega/\omega'} \quad (11-19)$$

et le frottement intérieur s'écrit :

$$Q^{-1}(\omega) = \frac{2}{\exp(2U_K/KT)+2} \frac{\ell b^4 C_{D\mu}}{KT} \frac{2\pi \omega/\omega'}{1+4\pi^2 \omega^2/\omega'^2} \quad (11-20)$$

Ce qui est bien de la forme  $Q^{-1}(\omega) = Q_M^{-1} \frac{\omega z}{1+\omega^2 z^2}$  avec  $z = \frac{2\pi}{\omega'}$

et :

$$Q_M^{-1} = \frac{2}{\exp(2U_K/KT)+2} \frac{\ell b^4 C_{D\mu}}{KT} \quad (11-21)$$

Utilisant la théorie des processus stochastiques pour un traitement plus élaboré de l'expression de la vitesse de formation des kinks, SEEGER et DONTN [26] montrent que la fréquence  $\nu$  de formation des "bulges" (fig.4) et l'énergie d'activation  $W$  du processus peuvent être obtenues à partir des relations suivantes :

$$\log \frac{\nu}{B} = F_1(r, \alpha) \quad (11-22)$$

$$H = - \frac{d \log \nu}{d(1/KT)} = KT F_2(r, \alpha)$$

avec  $B = \frac{\pi^2}{32} \frac{Gb^2}{a^2 \nu} \frac{KT}{m^{3/2} E_o^{1/2}}$  ou  $\nu$  est la vitesse du son, et  $F_1(r, \alpha)$  et

et  $F_2(r, \alpha)$  deux fonctions des paramètres  $r$  et  $\alpha$  définis comme suit :

$$r = 2W_K / KT$$

$$\alpha = 1 - \frac{\pi\sigma}{8\sigma_p^0}$$

Pour un calcul identique à celui de MASON [25] ils obtiennent dans ce cas une valeur supérieure de l'amplitude du pic de frottement intérieur, de la forme suivante : ( $\Lambda$  étant la densité de dislocations actives) :

$$Q_M^{-1} = \frac{\Lambda \ell^2}{48} \frac{Gb^2}{E_0} \quad (11-23)$$

Cette valeur correspond à l'aire maximum que peut balayer une dislocation en fonction de la contrainte appliquée et de la tension de ligne. L'aire minimum soit  $\ell \cdot a$ , conduit à  $Q_M^{-1} \sim \Lambda$ . La valeur obtenue en (1-21) est comprise entre ces deux valeurs extrêmes.

### 11-1-3- Spectre de relaxation. Les contraintes internes et la condition de PARE.

Le modèle théorique de SEEGER conduit à un pic à un seul temps de relaxation et une seule valeur de l'énergie d'activation. Or le pic de BORDONI ne saurait être identifié à un pic de DEBYE. En outre les résultats expérimentaux ayant montrés que la valeur moyenne de  $H$  et la température du sommet des pics ne sont pas tout à fait indépendantes du taux de déformation du métal et de la teneur en défauts ponctuels et impuretés, ces caractères secondaires [27] du pic de BORDONI ont conduit SEEGER et SHILLER [28] à reconsidérer l'influence de la diffusion des kinks le long de la dislocation dont la durée correspond au passage d'un "buldge" (fig.4) à une boucle complète (fig.5). Dans une approche simplifiée du problème, ils considèrent le temps de relaxation globale comme la somme de trois termes :

$$\tau = \tau_K + \tau_W + \tau_P \quad (11-24)$$

se rapportant respectivement à la formation du "buldge", à l'interaction des kinks entre eux et avec les phonons et un troisième terme concernant les interactions kink-défauts ponctuels et impuretés. Ne pouvant pas linéariser

le problème, ces auteurs considèrent qu'il n'est pas possible de considérer le phénomène comme une superposition de mécanisme de relaxation simple.

Dans une étude publiée en 1961, PARE [29] a montré avec juste raison la nécessité de faire intervenir l'influence des contraintes internes. Des considérations énergétiques montrent en effet que les dislocations intervenant dans le processus de relaxation sont celles correspondant à une énergie  $\Delta E$  petite,  $\Delta E$  étant définie comme suit :

$$\Delta E = 2W_K - \sigma_m abl \quad (11-25)$$

où  $\sigma_M$  est la contrainte effective ;

Il s'en suit que  $\sigma_M$  doit être de l'ordre de grandeur de  $\frac{2W_K}{abl}$

Avec  $l = 100$  à  $3000$  b,  $\sigma_M$  varie de  $0,3$  à  $0,01 \sigma_p^0$  ; ces valeurs sont beaucoup plus grandes que la contrainte de sollicitation  $\sigma_a$  toujours inférieure à  $10^{-4} \sigma_p^0$ . Seules les contraintes internes  $\sigma_i$  peuvent fournir de telles valeurs.

La condition nécessaire à la formation d'un double-kink est alors :

$$\sigma abl > 2 W_K \quad (11-26)$$

avec :  $\sigma = \sigma_i + \sigma_a$

En conséquence, si  $\sigma_a$  demeure très faible devant  $\sigma_p^0$ , par contre  $\sigma_i$  peut être du même ordre de grandeur, et l'énergie d'activation  $W$  va alors dépendre du taux d'écroutissage (voir relation I-11). En outre le spectre de distribution des contraintes internes va fournir un spectre de distribution des énergies d'activation ; supposant une répartition Gaussienne des  $\sigma_i$ , PARE obtient comme valeur moyenne du spectre d'énergie d'activation :

$$W_m = W \left[ 1 - 0,60 \left( \frac{\Delta \sigma_i}{\sigma_p^0} \right)^{0,592} \left[ 1 - \left( \frac{\sigma_a}{\Delta \sigma_i} \right)^2 \right]^{-0,292} \right] \quad (11-27)$$

avec  $\Delta \sigma_i$  la largeur de la distribution des contraintes internes.

Les applications numériques faites à partir de cette relation conduisent à des valeurs de déplacement de pic et de largeur à mi-hauteur plus élevées que celles obtenues expérimentalement. Notons cependant qu'il est difficile de définir le domaine des valeurs admissibles pour les contraintes



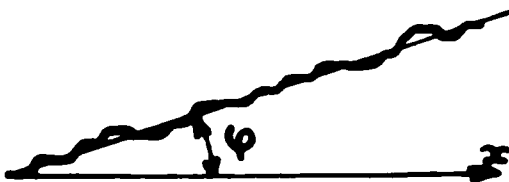
internes correspondant à un pic observable.

II-1-4- Modèle de la chaîne de Kinks d'ALEFELD [30,31,32].

a/ Calcul de la relation effort-déformation.

ALEFELD a montré que la relation effort-déformation pour des dislocations avec kinks peut être notablement différente de celle de la corde vibrante.

Considérant un segment de dislocation quelconque formant un angle  $\varphi$  avec une direction dense ALEFELD calcule le nombre de kink en traitant la formation de double-kinks de la même manière que la production de paires positon-électron à haute température [34]. Il en déduit la forme de la dislocation  $y(x, \sigma)$  et une expression de la déformation  $\epsilon(\sigma)$  :



$$\epsilon(\sigma) = \frac{b\Lambda}{l} \int_0^{l \cos \varphi} [y(x, \sigma) - y_0(x)] dx \quad (II-28)$$

Fig.6 : Dislocation avec Kinks.

Si l'on considère les kinks sans interaction on obtient :

$$\epsilon(\sigma, T) = \frac{\Lambda ab}{2} N(\sigma, T) \frac{abl\sigma}{2 kT} \quad (II-29)$$

où  $\mathcal{L}$  est la fonction de LANGEVIN qui décrit la diffusion des kinks et  $N(\sigma, T)$  est le nombre de kinks :

$$N(\sigma, T) = N^+(\sigma, T) + N^-(\sigma, T)$$

$$N(\sigma, T) = \frac{L}{2a} \sin \varphi \left\{ \left[ \frac{A^2 \exp(-2W_K/kT)}{\text{tg}^2 \varphi} - \frac{\sin^2 h(abl\sigma/2kT)}{(abl\sigma/2kT)^2} \right]^2 + 1 \right\} \quad (II-30)$$

avec : 
$$\Lambda = \frac{2\pi^3 W_K^3}{kT(E_0 a)^2}$$

Si l'on considère la dislocations comme une chaîne de kinks avec interaction, assimilables à un système couplé de particules astreintes à se dé-

placer selon une direction compacte , la déformation  $\epsilon$  est alors de la forme:

$$\epsilon = \frac{4\pi}{12} \frac{b^2 \sigma l^3}{Gb^2 \beta} \quad (II-31)$$

Le modèle de la corde vibrante de KOEHLER conduit à un résultat très analogue soit :

$$\epsilon = \frac{1}{12} \frac{b^2 \sigma l^3}{E_0} \quad (II-32)$$

sachant que  $E_0 \sim \frac{1}{5} Gb^2$  et que  $\beta$ , sans dimension, est de l'ordre de 1 à 2.

b/ Modification de la condition de PARE.

La condition exigée étant qu'il existe sur une dislocation en moyenne au moins un double-kink, les segments où se forme ce double-kink doivent nécessairement correspondre à une faible densité de kink géométrique (donc sans interaction); sur les dislocations à forte densité, ces kinks devront s'empiler aux points d'ancrage sous l'action des contraintes internes afin de dégager de tels segments. La condition de PARE va alors s'écrire :

$$N^+(\sigma, T) \geq N_0 + 1 \quad (II-33)$$

$N_0$  étant le nombre de kinks géométriques.

d'où :

$$abl\sigma \geq 2 W_K - 2kT \text{ Log } \frac{AlkT}{2a(1+N_0)^{1/2} abl\sigma} \quad (II-34)$$

Cette relation tient compte des différences d'énergies et d'entropie,  $\Delta S$  étant le second terme du deuxième membre. Il existe donc une température au dessus de laquelle il y aura génération de double-kinks quelle que soit  $\sigma$ .

c/ Intensité de relaxation en dehors de la résonance.

Lorsque les kinks sont sans interaction  $N$  est déterminé par les contraintes internes ; le système étant supposé en équilibre thermodynamique on peut écrire :

$$\omega \gg 1 \quad \Delta_M = \left( \frac{\partial \epsilon}{\partial T} \right)_{N, T} \Big|_{\sigma = \sigma_i} \quad (II-35)$$

$$\omega \ll 1 \quad \Delta_M = \left( \frac{\partial \epsilon}{\partial T} \right)_T \Big|_{\sigma = \sigma_i} \quad (11-36)$$

Lorsque les kinks interagissent entre-eux l'intensité de relaxation dépend du mouvement restreint des kinks qui, sous l'action de  $\sigma_i$ , s'empilent aux points d'ancrage. On se place dans des conditions telles que  $abl\sigma_i$  soit grand ou petit devant  $2W_K$  :

$$abl\sigma_i \ll 2W_K \quad \Delta_M = \frac{\Lambda l^2}{12} \frac{Gb^2}{E_o} \frac{1}{\left[ 1 + \frac{\sigma_i L}{G b \sin \varphi} \frac{Gb^2}{E_o} \right]^2} \quad (11-37)$$

Il n'y a pas génération de double kink, quelque soit  $\omega$  hors de la résonance.

Si  $abl\sigma_i \gg 2W_K$

la dislocation courbée sous l'action de  $\sigma_i$  peut être assimilée à deux segments se comportant comme des cordes vibrantes ; il vient alors que :

$$\Delta_M = \frac{\Lambda l^2}{12} \frac{Gb^2}{E_o} \quad (11-38)$$

d/ Intensité du pic de relaxation

Le maximum du phénomène de relation correspond à  $\omega = 1$ . L'intensité de relaxation, lorsque le temps de diffusion des kinks est faible devant le temps de relaxation (ce qui est vrai lorsque la fréquence de sollicitation demeure inférieure à 100 KHz), a pour expression :

$$\Delta_M = G \left[ \left( \frac{\partial \epsilon}{\partial \sigma} \right)_T - \left( \frac{\partial \epsilon}{\partial \sigma} \right)_{T,N} \right]_{\sigma = \sigma_i} \quad (11-39)$$

On obtient ainsi dans le cas des kinks sans interactions :

$$\Delta_M = \frac{\Lambda ab}{2} \mathcal{L} \left( \frac{abl\sigma_i}{2kT} \right) \cdot \left[ \frac{\partial N(\sigma, T)}{\partial \left( \frac{\sigma}{G} \right)} \right]_{\sigma = \sigma_i} \quad (11-40)$$

Le développement de cette expression montre que  $\Delta_M$  est de la forme  $\propto \Lambda L^2$  et que  $\Delta_M = 0$  quand  $\sigma_i = 0$ .

Lorsque les kinks sont avec interaction :

$$abl\sigma_i \ll 2W_K \quad \Delta_M = 0 \quad (11-41)$$

$$abl\sigma_i \gg 2W_K \quad \Delta_M = \gamma \frac{\Lambda l^2}{12} \frac{Gb^2}{E_0} \quad (II-42)$$

où  $\gamma$  est de l'ordre de 1/2. On obtient alors une valeur identique à celle de la relation (II-23), les modèles de la chaîne de kink et de la corde vibrante coïncidant dans ce cas (II-31 et II-32).

La figure 7 représente l'amplitude  $\Delta_M$  en fonction de  $abl\sigma_i$ .

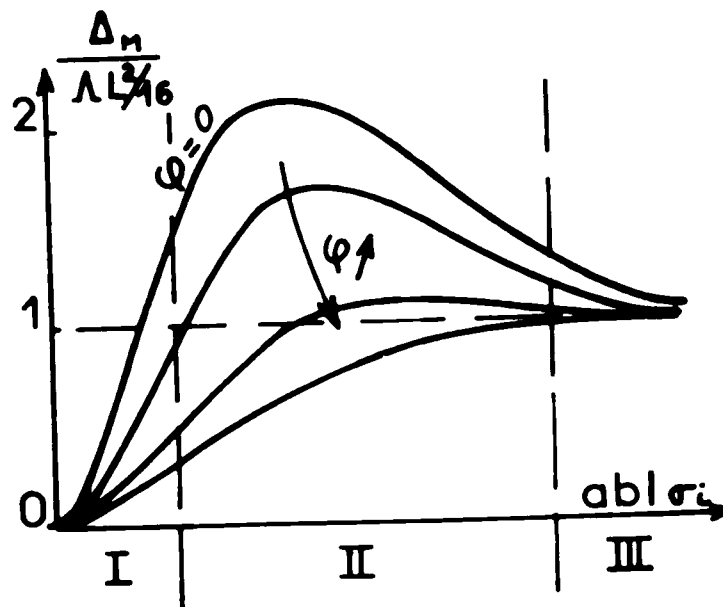


Fig.7 - Intensité du pic de relaxation en fonction de la densité de kinks géométriques (qui dépend de  $\varphi$ ) et des contraintes internes.

Dans le domaine I,  $\Delta_M$  est régie par la relation (II-40) et varie exponentiellement avec  $\sigma_i$ .

Dans le domaine III, correspondant aux fortes contraintes,  $\Delta_M$  est constant et égal à (II-42).

ALEFELD à partir de mesure par extrapolation du domaine I propose l'existence d'un maximum dans le domaine intermédiaire II (2 à 4 fois la valeur (II-42)).

Dans ce modèle, comme dans celui de la corde vibrante,  $\Delta_M$  est

proportionnel à  $\Lambda l^2$ . L'influence des impuretés doit donc être importante pour les plus faibles teneur et le flanc haute température du pic doit être le plus affecté par leur présence. ALEFELD précise que l'application d'une contrainte statique extérieure devrait permettre de décrire le maximum de la courbe de la figure 8 plus facilement que si le pic est créé par écrouissage car il serait alors possible de distinguer les variations de  $\Delta_M$  dues aux changements de  $L$  ou de  $\sigma_i$ .

## II-2- PICS D'HASIGUTI.

Différentes interprétations ont été proposées pour ce pic " ou ces pics . KOIWA [33] envisage le désancrage activé thermiquement des dislocations piégées par des impuretés ou des défauts. Les calculs basés sur cette théorie conduisent aux résultats suivants :

- il existe un pic de  $Q^{-1}$  en fonction de la température, dont la forme est différente de celle d'un pic de DEBYE.
- la distorsion de la forme du pic augmente linéairement avec l'amplitude de la déformation.
- la hauteur du pic et la grandeur de l'effet de module  $\Delta(\mu)$  associé sont liés par la relation  $Q_{\max}^{-1} = 0,126 \Delta(\mu)$ .
- la distance moyenne d'épinglage peut être estimée à partir des résultats expérimentaux.

Les caractéristiques expérimentales du pic  $P_1$  (dit d'Hasiguti) du cuivre sont en accord avec ces résultats.

Dans le modèle de KOIWA, comme dans celui de GRANATO et LUCKE pour les phénomènes d'hystérésis, les segments de dislocation avec des points d'épinglage sont considérés comme les éléments source du frottement intérieur (fig.8).

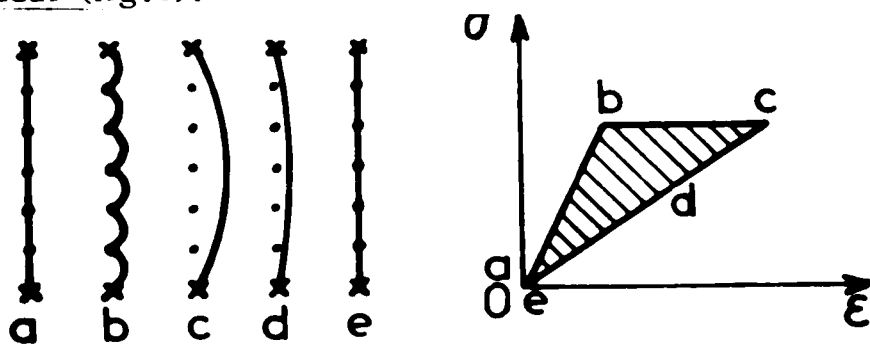


Fig.8 - Mécanisme de GRANATO et LUCKE.

Partant de l'idée de KOEHLER d'assimiler ces segments à des cordes vibrantes, ces auteurs considèrent que sous de faibles contraintes les longueurs de dislocation entre point d'épinglage peuvent vibrer (fig. 9 - b). Si la contrainte augmente suffisamment la dislocation peut se désépingle (c) et vibrer sur toute la longueur  $L_N$  du segment. La courbe  $\sigma$ - $\epsilon$  correspondante montre un phénomène d'hystérésis dont l'énergie correspond à l'aire achurée (fig.9). Le frottement intérieur correspondant est :

$$Q^{-1} = \frac{1}{\pi} \frac{\Delta W}{\sigma_0^2 / G} \quad (11-43)$$

Si on considère une longueur moyenne  $L_N$  constante des segments et une loi exponentielle de distribution des impuretés, le nombre de tronçons entre points d'épinglage de longueur  $l$  à  $l + dl$  est

$$N(l) dl = \frac{-\Lambda}{l^2} \exp - \frac{l}{L_N} dl \quad (11-44)$$

$\Lambda$  étant la densité de dislocation. GRANATO et LUCKE, partant de l'équation (1-1) dans laquelle ils négligent le terme dérivant du potentiel de PEIERLS, obtiennent l'expression suivante du frottement intérieur :

$$Q^{-1} = \frac{\Omega \Lambda L_N^3}{\pi^2 L_c} \frac{K \eta a}{L_c \epsilon_0} \exp \left( \frac{K \eta a}{L_c \epsilon_0} \right) \quad (11-45)$$

et l'effet de module  $\Delta(\mu) = r Q_{II}^{-1}$  avec  $r \sim 1$ .

avec  $\Omega$  et  $K$  facteurs d'orientation

$\eta$  paramètre d'interaction de COTTRELL.

$\epsilon_0$  amplitude maxi de la sollicitation.

À des températures autre que 0°K le désépingle est aidé par l'activation thermique et KOIWA suggère que celui-ci puisse intervenir avant que la contrainte critique soit atteinte.

La figure 9 représente les courbes effort-déformation en fonction de la température pour une fréquence de sollicitation donnée. À basse température (courbe I) il ne se produit pas de désépingle et à haute température on a toujours un désépingle total (courbe III) ; dans ces deux cas extrêmes le frottement intérieur est faible. Par contre pour des températures intermédiaires le frottement intérieur doit devenir appréciable.

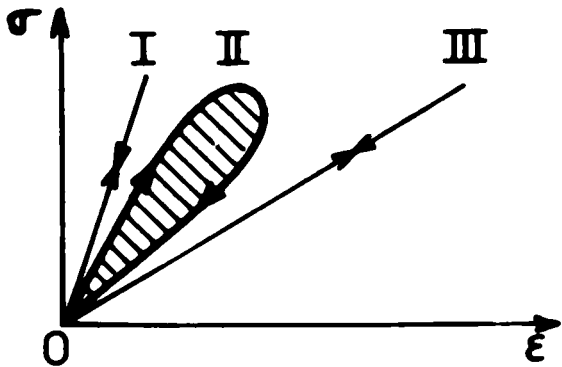


Fig.9-Mécanisme de KOIWA

KOIWA propose une méthode de calcul qui n'utilise pas le solide linéaire, incompatible avec ce mécanisme non symétrique.

KOIWA formule donc trois hypothèses :

- Il existe N éléments par unité de volume qui sont susceptibles de sauter à la fréquence

$$\nu \exp [-(U-\nu^* \sigma / k T)]$$

et si  $\sigma = 0$  aucun saut n'est possible (U énergie d'activation du phénomène,

$\nu^*$  volume d'activation,  $\nu$  facteur de fréquence.

- la déformation peut s'écrire :  $\epsilon = g \sigma P(t)$  si P(t) est le nombre d'éléments qui ont sauté entre 0 et t et g un coefficient de proportionnalité.

- un élément qui a sauté ne revient à sa position de départ que lorsque  $\sigma = 0$ . Mais quand  $\sigma = 0$  tous les éléments reviennent à leur position initiale. Par suite on peut écrire :

$$\frac{dP}{dt} = (N - P) s(t) \quad (II-46)$$

avec :

$$s(t) = \nu \exp [-(U-\nu^* \sigma / k T)] \quad (II-47)$$

Sachant que  $P(0) = 0$  on obtient :

$$P(t) = N \left\{ 1 - \exp \left[ - \int_0^t s(t) dt \right] \right\} \quad (II-48)$$

L'énergie dissipée par cycle est :

$$\Delta W = \oint \sigma d\epsilon = - \oint \epsilon d\sigma \quad (II-49)$$

Si  $\sigma = \sigma_0 \sin \omega t$  on obtient :

$$\Delta W = 2 g \omega \sigma_0^2 N \int_0^{\pi/\omega} \left[ - \int_0^t s(t) dt \right] \sin \omega t \cos \omega t dt \quad (II-50)$$

En supposant  $\nu^* \sigma / k T$  très petit devant l'unité, KOIWA obtient l'expression suivante :

$$\Delta W = g \sigma_0^2 N \left[ f(x) + \frac{a \sigma_0}{k T} h(x) + \frac{a \sigma_0^2}{k T} k(x) \right] \quad (II-51)$$

où  $f(x), h(x)$  et  $k(x)$  sont des fonctions relativement simples de

$$x = \frac{2\omega}{v} \exp\left(-\frac{U}{kT}\right)$$

Le frottement intérieur défini par  $\frac{\Delta W}{2\pi W}$ , avec  $W = \frac{\sigma_0^2}{2G}$ , a alors la forme suivante :

$$Q^{-1} = \frac{N_g G}{\pi} \left\{ f(x) + \frac{a\sigma_0}{kT} h(x) + \left(\frac{a\sigma_0}{kT}\right)^2 k(x) \right\} \quad (II-52)$$

La figure 10 représente les variations de  $f(x)$  et  $h(x)$ .

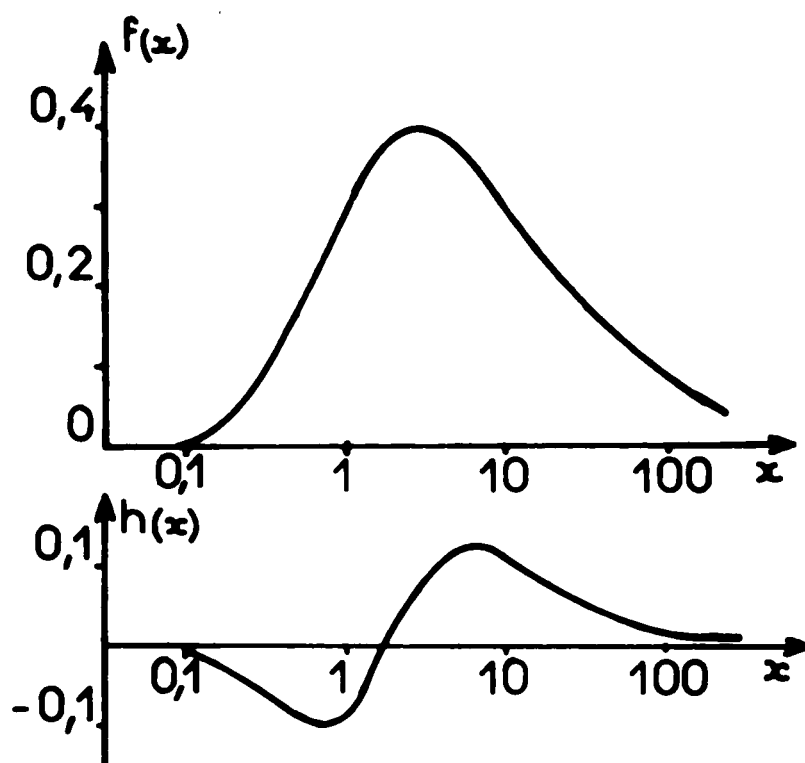


Fig. 10 - Variations de  $f(x)$  et  $h(x)$ .

L'effet de module associé est :

$$\Delta_M = N_g G \quad (II-53)$$

On voit ainsi que  $Q_M^{-1}$  et  $\Delta_M$  sont tels que :

$$Q_M^{-1} = \frac{(f(x))_{\max}}{\pi} \Delta_M \neq 0,126 \Delta_M \quad (II-54)$$



On obtient finalement les relations suivantes :

$$Q^{-1} \sim \Lambda L^2/l \text{ et } \nu_0 \sim (L/l)^2$$

où  $L$  et  $l$  sont respectivement les distances moyennes entre points d'ancrage et points d'épingleage.

Un même calcul avec l'hypothèse d'un solide linéaire standard conduit à :

$$Q^{-1} = K \left[ p(x) + \left( \frac{a\sigma_0}{kT} \right)^2 q(x) \right] \quad (II-55)$$

avec  $p(x) = \frac{x}{1+x^2}$  et  $q(x) = \frac{x(x^2-3)}{8(x^2+1)^2}$

$$Q_M^{-1} \neq Q^{-1}(x=1) \text{ soit } Q_M^{-1} = 0,5 K$$

On obtiendrait alors :

$$Q_M^{-1} = 0,5 \Delta_M \quad (II-56)$$

D'autre part dans le modèle de KOIWA la courbe  $Q^{-1}(1/T)$  est assymétrique surtout lorsque l'amplitude de la sollicitation croît et que le terme  $\frac{v\sigma}{kT}$  croît.

Confronté aux résultats expérimentaux obtenus sur le cuivre, ce modèle conduit à un pic trop étroit mais dont l'évolution avec l'amplitude est correcte. La relation avec l'effet de module est d'un bon ordre de grandeur mais le calcul de ce rapport reste lié à l'évaluation faite pour  $v^*$ . La grande largeur du pic pourrait résulter de l'existence des contraintes internes dont ce modèle simple ne tient pas compte. Enfin KOIWA fait une évaluation de la distance  $L$  séparant les points d'épingleage en fonction de l'écroutissage (20 à 200  $b$ ). L'amplitude du pic décroît au cours de maintien vers 100°C et  $L$  augmente ; c'est pourquoi il est généralement admis que les dislocations sont dans le cas du Cuivre épinglees par des lacunes.

### II-3- PICS D'INTERACTION-DISLOCATIONS-IMPURETES.

LE MODELE DE SCHOECK [14].

SCHOECK a développé initialement cette théorie pour expliquer un pic dénommé CWP ou pic de Köster obtenu sur les métaux C.C. défor-

més à froid et qui contiennent des atomes d'impuretés en insertion. Les dislocations normalement bloquées par des nuages d'impuretés, peuvent se mouvoir à la température du pic en entraînant avec elles les atomes dissous. Les dislocations sont supposées ancrées en certains points, correspondant à des précipités immobiles, des amas dissous etc... distribués à intervalles le long de la ligne de dislocation.

Deux cas limites sont envisagés selon que l'amplitude d'oscillation est grande ou petite devant  $b_{\text{SCHOECK}}$  en déduit que la hauteur du pic et son temps de relaxation dépendent de la longueur moyenne entre point d'ancrage et de la concentration en atomes dissous.

### II-3-1-Cas des fortes amplitudes.

$$\text{La vitesse de diffusion des impuretés } v = \frac{\delta y}{\delta t} = \frac{D}{kT} \bar{\sigma} b \Delta l \quad (\text{II-57})$$

avec :

$D$  le coefficient de diffusion de l'atome d'impureté,

$\bar{\sigma}$  la contrainte,

$\Delta l$  la longueur du segment de dislocation de vecteur de Burgers  $b$  ayant un atome en son milieu.

Si  $C_d$  est la concentration en impureté :

$$\Delta l = 4\sqrt{3} \frac{b^3}{9\pi R^2 C_d} \quad (\text{II-58})$$

où  $R$  est la distance impureté-dislocation.

Nous avons ainsi :

$$\bar{\sigma} b = \alpha \frac{\partial y}{\partial t} \quad \text{avec} \quad \alpha = \frac{9\pi R^2 C_d k T}{4\sqrt{3} D b^3} \quad (\text{II-59})$$

Si l'on considère l'arc de dislocation de longueur  $l$  selon les coordonnées de la figure 11, l'équation (I-1) de la corde vibrante prend l'expression suivante si on néglige le terme d'inertie et le terme dérivant d'un potentiel ( dans la mesure où la fréquence demeure relativement faible) :

$$\alpha \frac{\partial y}{\partial t} - \beta \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} = \sigma b \quad (\text{II-60})$$



Fig. 11

$\beta$  étant la tension de ligne.

Quand  $\sigma = \sigma_0 \exp i\omega t$  la solution stationnaire est de la forme :

$$\bar{y} = \frac{\sigma_0 (8\beta / l^2 - i\omega\alpha)}{64\beta^2 / l^4 + \omega^2 \alpha^2} \quad (11-61)$$

Si  $\Lambda$  est la densité de dislocation et  $\rho(l)$  la fonction de distribution des longueurs  $l$  on écrit :

$$\int_0^{\infty} \rho(l) l dl = \Lambda$$

et la déformation si  $\gamma$  est un facteur géométrique ( $\sim 1/10$ ) est :

$$\epsilon_d = \gamma b \int_0^{\infty} \rho(l) \bar{y}(l) l dl \quad (11-62)$$

Cette déformation se superpose à la déformation élastique  $\epsilon_e = \frac{\sigma}{G}$ .

Nous avons vu que l'on peut écrire :

$$Q^{-1} = \frac{G}{\sigma_0} \text{imag} \{ \epsilon_d \}$$

Soit :

$$Q^{-1} = \frac{\gamma \Lambda l_0^2}{4} \int_0^{\infty} \frac{\omega \tau \bar{\rho}(z) z^5}{1 + \omega^2 \tau^2 z^4} dz \quad (11-63)$$

avec  $l_0 = \frac{\Lambda}{N}$  longueur moyenne des segments entre joints d'ancrage,  $z = \frac{l}{l_0}$  et  $\tau$  un temps de relaxation de la forme :

$$\tau = 9 \pi R^2 K T C_{dl} l_0^2 / 16 \sqrt{3} G b^5 D \quad (11-64)$$

Dans le cas d'une distribution uniforme  $l = l_0 = \text{cste}$  des segments de dislocation l'intégrale (11-63) se réduit à

$$I = \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \text{ et } I_M = \frac{1}{2} \text{ quand } \omega \tau = 1 \text{ (pic de Debye)}$$

Si l'on considère une distribution exponentielle telle que  $\rho(z) = e^{-z}$  la figure 12 montre que le maximum  $I_m$  est obtenu pour  $\omega \tau \approx 7 \cdot 10^{-2}$  et  $I_m = 2,2$ .

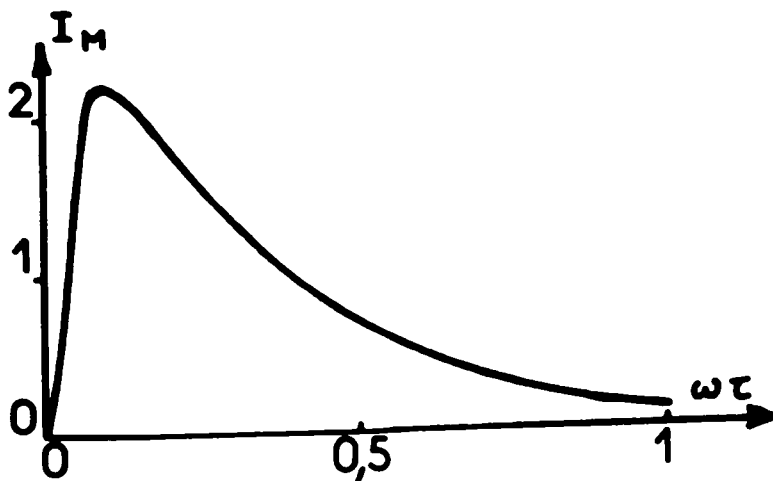


Figure : 12

doit être traité différemment.

### II-3-2- Petits déplacements

Si l'amplitude d'oscillation d'une dislocation est plus petite qu'une distance interatomique, le frottement intérieur résulte plus d'une redistribution de l'atmosphère d'impuretés que d'une augmentation d'amplitude.

La faible amplitude peut résulter d'une courte distance  $l$  entre point d'épingle ou bien du fait que les atomes en solution ne pouvant occuper que certains types de site, l'énergie d'interaction de la dislocation avec son atmosphère en équilibre thermodynamique varie avec sa position à l'intérieur d'une cellule unitaire ; on peut alors considérer un effet similaire à la force de PEIERLS, la tension appliquée étant trop faible pour libérer la dislocation permet cependant la redistribution de l'atmosphère.

L'énergie interne du système dislocation - impureté est de la forme :

$$U = \sum n_i (y) u_i (y) \quad (II-65)$$

$n_i$  étant le nombre d'interstitiels dans les sites  $i$  d'énergie d'interaction  $u_i$ .

Si la dislocation se déplace :

$$\Delta U = \sum n_i \cdot \Delta u_i + \sum \Delta n_i \cdot u_i \quad (II-66)$$

Le second principe de la thermodynamique peut s'écrire :

$$\Delta U = \Delta W + \Delta Q \quad (II-67)$$

On peut donc écrire ici :

Ces résultats ne sont valables que pour des déplacements assez grands, c'est-à-dire pour des longueurs pas trop faibles, en fait telles que  $2l_0 < l < 10 l_0$ .

Si l'amplitude d'oscillation est petite devant une distance interatomique l'application de l'équation ne se justifie plus. Ce cas

$$\frac{dW}{dy} = \sum n_i \frac{du_i}{dy} = \bar{\sigma} b \quad (II-68)$$

Le développement de  $u_i$  en série de Taylor :

$$u_i = u_{i0} + a_i y + d_i y^2 + \dots \quad (II-69)$$

et l'application de l'équation du mouvement (II-60) conduisent à l'équation suivante (où  $\tau_0$  est le temps moyen pour qu'un saut d'atome en solution se produise dans l'atmosphère de la dislocation)

$$\sigma + \tau_0 \frac{\partial \sigma}{\partial t} = p y + \tau_0 q \frac{\partial y}{\partial t}$$

avec :

$$p = q - \frac{1}{b k T} \sum n_{i0} a_i^2 \quad (II-70)$$

$$q = 2/b \sum n_{i0} d_i + 8 \beta / b \tau_0^2$$

Si l'on suppose  $\sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t)$  on obtient une solution de la forme

$y = y_0^* \exp(i\omega t)$  ( $y_0^*$  complexe) et la déformation due à la relaxation est :

$$\epsilon_d = \gamma \Lambda y_0^* b \quad (II-71)$$

Le frottement intérieur résultant s'écrit :

$$Q_M^{-1} = \frac{\gamma \Lambda G b^2}{2 \sum n_{i0} d_i + 8 \beta / \rho_0^2} \frac{\theta}{1 - \theta} \frac{\omega \tau_0}{1 + \omega^2 \tau_0^2}$$

avec

$$\theta = \frac{\sum n_{i0} a_i^2 / k T}{2 \sum n_{i0} d_i + 8 \beta / \rho_0^2} \quad (II-72)$$

et  $\tau = \tau_0 / (1 - \theta)$

Si dans le cas des fortes amplitudes  $Q_M^{-1}$  est proportionnel à  $\Lambda \tau_0^2$ , dans le cas présent la dépendance de  $Q_M^{-1}$  et des différents paramètres est plus difficile à voir. SCHOECK montre que  $2 b \sum n_{i0} d_i \approx 10^2 G b$  et que  $\theta$  demeure inférieur à 1 quel que soit  $\tau_0$ . On peut distinguer deux cas :

- si  $\tau_0 \gg 2 \text{ob}$ ,  $\theta$  varie comme  $C_d$  (qui dépend de  $n_{i0}$ ) ;  $Q_M^{-1}$  est donc fonction de la densité de l'atmosphère.

-Si  $l_0 < 20 b$ ,  $\theta$  est petit devant 1 et équivalent à  $C_d l_0^2$  ; on peut alors écrire  $Q_m^{-1} = \frac{\gamma \Lambda l_0^2 \theta}{4}$ . valeur voisine de celle que donne l'équation (II-63). Le frottement intérieur ne pourra cependant être observable que pour des valeurs élevées de  $\Lambda$  ( de l'ordre de  $10^{12} \text{cm}^{-2}$ ).

#### II-4- CONCLUSION.

Les hypothèses principales de la théorie de SEEGER sont les suivantes :

les dislocations parallèles aux directions denses possèdent une énergie minimale quand elles sont situées au fond d'une vallée de PEIERLS. A  $0^\circ\text{K}$ , pour faire passer une dislocation d'une vallée à une vallée voisine, il faut lui appliquer la contrainte de PEIERLS  $\sigma_p$  qui lui permet de surmonter la barrière d'énergie. A une température déterminée, l'activation thermique fournit l'énergie requise pour qu'un segment de dislocation puisse sauter d'une vallée à une autre, ce saut ne pouvant se produire que s'il apparaît un double-kink sur la dislocation. Le pic de BORDONI et le pic subsidiaire de NIBLETT et WILKS sont alors observables quand la fréquence  $N$  des sollicitations mécaniques coïncide avec la fréquence de saut  $\nu$ .

Les développements d'ALEFELD élargissent le mécanisme aux dislocations formant un angle  $\varphi$  assez faible avec les directions denses en analysant le rôle joué par les contraintes internes, selon le processus suggéré par PARE.

L'énergie d'activation moyenne du pic de BORDONI dans les métaux C.F.C. est de l'ordre de 0,12 à 0,15 ev, le facteur de fréquence  $\nu_0$  ( ou fréquence limite) étant voisin de  $10^{12} \text{s}^{-1}$ .

A la différence du pic de BORDONI, les pics d'HASIGUTI font intervenir à la fois les dislocations et les défauts ponctuels (ou les impuretés). KOIWA considère des boucles de dislocations ancrées à leurs extrémités et épinglées par les défauts. Les segments de dislocation sont parfaitement bloqués à  $0^\circ\text{K}$  et pratiquement libres à haute température. Aux températures intermédiaires, le désépinglage thermique permet à un frottement intérieur du type relaxation de se manifester.

L'énergie d'activation associée à ce type de mécanisme est sensiblement supérieure à celle du pic de BORDONI, compte tenu de l'énergie de

liaison du défaut épingleur. Le facteur de fréquence peut-être du même ordre de grandeur ou supérieur.

La théorie développée par SCHOECK pour expliquer les pics d'é-crouissage (CWP ou pic de KOSTER) propose deux mécanismes possibles d'in-téraction entre les dislocations et les impuretés : ou bien les segments de dis-location sont susceptibles au cours d'une alternance de la sollicitation méca-nique de parcourir plusieurs distances interatomiques en drainant les impu-retés, ou bien le phénomène de relaxation résulte d'un processus de remise en ordre à courte distance, un ou plusieurs atomes pouvant sauter dans des si-tes plus favorables dans le voisinage immédiat de la dislocation. Ces deux mé-canismes font intervenir la diffusion à courte distance des atomes intersti-tiels formant une atmosphère autour de la dislocation. L'énergie d'activation du phénomène sera donc en première approximation au moins égale à l'énergie de diffusion des interstitiels. Le facteur de fréquence  $\nu_0$  est lié à la probabi-lité de saut d'un atome d'impureté dans le champ de la dislocation ; il est donc fonction de la concentration  $C_0$ . Les valeurs expérimentales généralement ob-tenues conduisent à des valeurs de  $\nu_0$  plus élevées que pour les mécanismes précédents.

## CHAPITRE III

### TECHNIQUES EXPERIMENTALES

#### III-1- LA MESURE DU FROTTEMENT INTERIEUR ET DU MODULE D'ELASTICITE.

Nous avons vu précédemment que les spectres de frottement intérieur résultant de phénomènes activés thermiquement, sont obtenus en faisant varier la température au cours d'une sollicitation périodique de faible amplitude. Les appareils de mesure de la capacité d'amortissement et du module d'élasticité dynamique des matériaux que nous avons utilisés comportent donc une enceinte de mesure, sous vide pour éliminer les influences extérieures, dont la température varie dans l'intervalle le plus large possible. La détermination de l'énergie d'activation des mécanismes étudiés nécessitant des mesures à des fréquences suffisamment distinctes, la précision des résultats est tributaire de l'étendue de la gamme de fréquences utilisables. Enfin, ces appareils doivent permettre de contrôler l'influence (ou la non-influence) de l'amplitude de la contrainte de sollicitation.

Partant de l'ensemble expérimental réalisé par BOCH [47, 48] selon la technique du barreau résonnant [11], nous avons mis au point un appareillage (fig. 13), permettant des mesures de  $-196^{\circ}\text{C}$  jusqu'à  $+300^{\circ}\text{C}$  selon trois modes de sollicitation : vibrations transversales, soit en flexion libre, soit en flexion avec encastrement, et vibrations longitudinales. Cet ensemble couvre un domaine de fréquences allant de 300 Hz à 60 KHz. D'autre part, l'équipement du laboratoire comporte plusieurs pendules de torsion ; l'un d'eux est équipé pour les mesures à basses températures et nous avons pu ainsi effectuer quelques essais à basses fréquences (0,5 à 17 Hz).

##### III-1-1- Enceintes de mesures.

La figure 14 montre une coupe schématique des deux enceintes que nous avons utilisées. Elles sont constituées d'un tube central en acier inoxydable dans lequel un vide inférieur à  $10^{-5}$  torr est obtenu par un système clas-



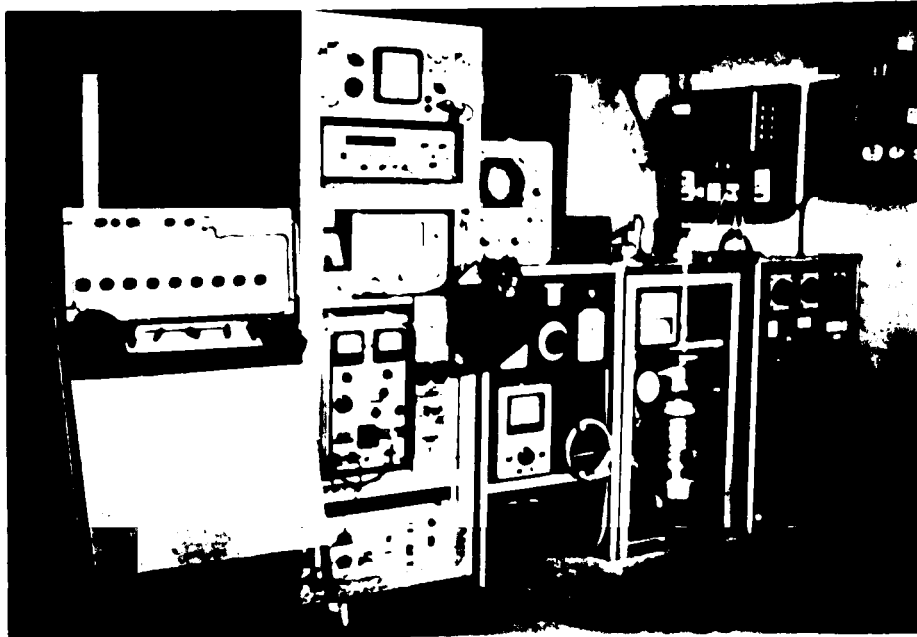


Fig. 13 - Ensemble expérimental.

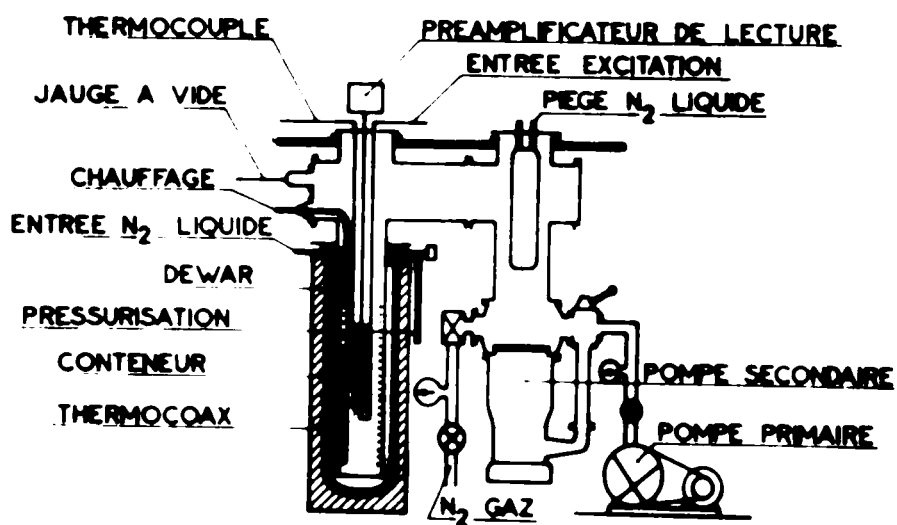


Fig. 14 - Coupe schématique.

sique de pompage pour vide secondaire. Ce tube est plongé dans un dewar permettant le refroidissement par l'azote liquide. Le réchauffage selon une loi linéaire de 30 °C/h est assuré par un enroulement thermocoax contrarié, fixé sur une chemise en cuivre glissée à l'intérieur du tube central. Au cours du refroidissement une pression partielle d'azote est maintenue dans l'enceinte et le niveau de l'azote liquide dans le dewar est maintenu constant par un régulateur. Les différents montages sont suspendus à l'extrémité d'une perche plongeant dans le tube central.

### III-1-2- Montage en barreau résonnant.

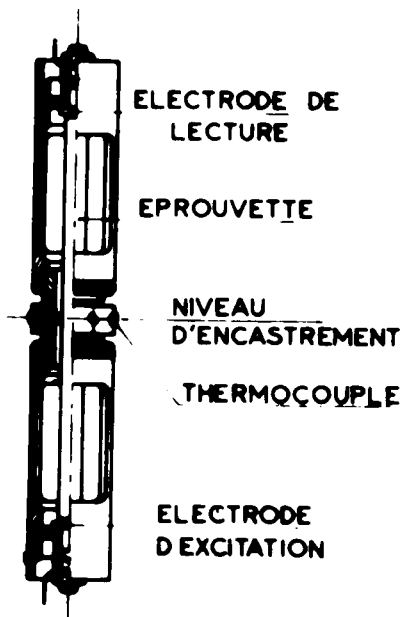


Fig. 15

C'est le montage réalisé par BOCH (Fig. 15) sur le principe de l'appareil de CABARRAT [11]. Un barreau cylindrique est tenu en son milieu par trois vis pointeaux ; le perfectionnement apporté par BOCH est d'avoir rendu les électrodes dont nous verrons le rôle plus loin, solidaires d'un conteneur qui est choisi dans un matériau ayant un coefficient de dilatation le plus proche possible de celui de l'échantillon étudié ; ce montage permet d'éliminer l'effet de la dilatation sur l'écart entre l'électrode et l'extrémité du barreau.

Les modes de vibration de ce système forment une série d'harmoniques. Les déplacements le long du barreau sont de la forme

$$\xi = \xi_0 \cos n\pi x / l$$

(x varie de 0 à l selon l'axe du barreau). POCHHAMMER et RAYLEIGH ont calculé les fréquences propres de vibrations dont l'expression pour l'harmo-

rique  $n$  est la suivante :

$$N_n = \frac{n}{2l} (E/l)^{1/2} [1 - \nu^2 \pi^2 (d/\lambda)^2]$$

$l$  est la longueur du barreau

$E$  le module d'élasticité

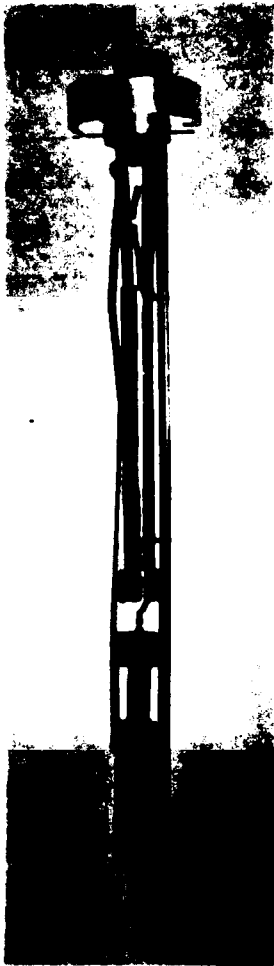
$\rho$  la masse volumique

$d$  le diamètre du barreau

$\lambda$  l'allongement

$\nu$  le coefficient de Poisson

Cependant l'expression  $N = \frac{1}{2l} \sqrt{\frac{E}{\rho}}$  constitue une bonne approximation pour les premiers harmoniques et les barreaux tels que le rapport  $L/d$  reste plus grand que 10.



Notre montage permet d'utiliser des barreaux dont la longueur varie de 80 à 160 mm et le diamètre de 3 à 8 mm. Le conteneur est raccordé à une perche support (Fig. 16). Les mesures de frottement intérieur que permettent ce type de montage sont excellentes, le fond continu d'amortissement étant toujours faible.

Fig. 16 - Perche support.

### III-1-3- Vibrations transversales.

En dérivant deux fois l'expression du moment fléchissant  $M = -EI \frac{d^2u}{dx^2}$  (Fig. 17), où  $u$  est la courbe de flexion, on obtient l'équation générale du mouvement :

$$\rho S \frac{\partial^2 u(x,t)}{\partial t^2} + EI \frac{\partial^4 u(x,t)}{\partial x^4} = 0$$

qui exprime que la déformation est engendrée par les forces d'inerties représentées par le terme  $\rho S \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}$

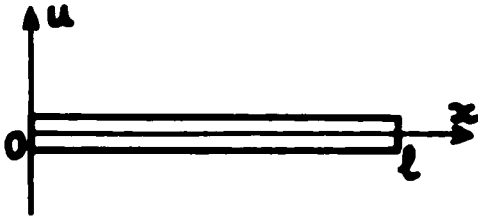


Fig. 17

La solution générale des modes normaux est :

$$u(x,t) = (C_1 \cos k_n x + C_2 \sin k_n x + C_3 \operatorname{Ch} k_n x + C_4 \operatorname{Sh} k_n x) \cos \omega t$$

où  $C_1, C_2, C_3, C_4$  sont des constantes d'intégrations à définir selon les conditions aux limites et les valeurs de  $K_n$  :

$$K_n = \frac{\omega_n^2 \rho b h}{EI}$$

sont les valeurs propres..

La fréquence a alors pour expression :

$$N_n = \frac{\chi_n}{4\pi \sqrt{3}} \frac{h}{l^2} \left( \frac{E}{\rho} \right)^{1/2} \quad \text{avec } \chi_n = k_n^2 l^2$$

#### a/ Flexion libre.

La symétrie miroir du mouvement, l'horizontalité de la tangente à la fibre neutre au milieu des barreaux, le moment de flexion nul aux extrémités et l'immobilité du centre de gravité, conduisent à l'équation des valeurs propres suivantes :

$$\operatorname{tg} \frac{k_n l}{2} + \operatorname{tgh} \frac{k_n l}{2} = 0$$

Les solutions conduisent à deux types de déplacement, soit avec une forme symétrique de vibration :

$$u = \frac{u_m}{2} \left[ \frac{\operatorname{ch} 2\alpha_n x/l}{\operatorname{ch} \alpha_n} + \frac{\cos 2\alpha_n x/l}{\cos \alpha_n} \right] \cos \omega t$$

avec  $\alpha_n = (n - 1/4) \pi + \gamma_n \pi = \frac{k_n l}{2}$

( $\gamma_1 = 2,81 \cdot 10^{-3}$  et  $\gamma_n$  est négligeable pour  $n > 1$ )

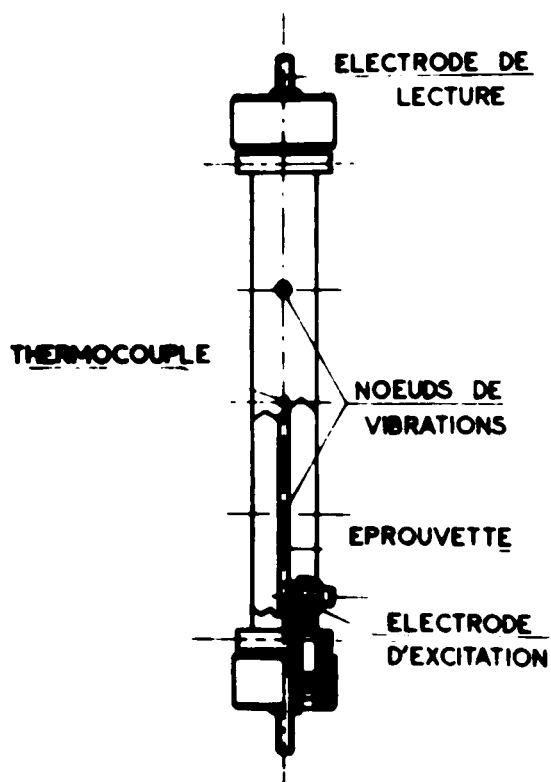
soit une forme antisymétrique:

$$u = \frac{u_m}{2} \left[ \frac{\text{Sh } 2\alpha_n x/l}{\text{Sh } \alpha_n} + \frac{\sin 2\alpha_n x/l}{\sin \alpha_n} \right] \cos \omega t$$

Les positions des noeuds en fonction de  $n$  sont portées ci-dessous; pour  $n = 1$  et  $2$  on obtient les valeurs suivantes de  $x/l$  :

$n = 1$	0,2242	0,7758	
$n = 2$	0,1321	0,5	0,8679

La figure 18 représente le montage que nous avons réalisé : un barreau parallélépipédique est fixé à un conteneur d'encombrement voisin de ce-



lui utilisé pour les barreaux résonnants et dont les raccordements électriques sont placés de façon identique, afin d'utiliser la même perche support. La fixation est assurée par quatre vis pointeaux placées sur les lignes nodales. On ne peut donc obtenir qu'un mode de vibration à la fois ; le montage utilisé correspond au mode fondamental.

Les dimensions des barreaux utilisables,  $l = 120$  mm,  $h = 3$  à  $10$  mm, conduisent à des fréquences allant de  $500$  Hz à quelques KHz. Le fond continu d'amortissement demeure inférieur à  $2 \cdot 10^{-5}$  si l'épaisseur des barreaux reste supérieure à  $3$  mm.

Fig. 18.

b/ flexion avec encastrement.

Les conditions aux limites (déplacement et pente nuls à l'encastrement moment et effort de cisaillement nuls à l'extrémité libre), conduisent à l'équation des valeurs propres qui suit :

$$\cos kl \operatorname{Ch} kl = -1$$

On obtient encore deux types de solutions. Si  $\alpha_n = \frac{k_n l}{2}$ , nous avons pour les harmoniques impairs ( $n = 2i + 1$ ) :

$$\alpha_{2i+1} = (i + \frac{1}{2}) \pi + \gamma_i \pi$$

( $\gamma_0 = 4,84 \cdot 10^{-2}$ ,  $\gamma_1 = 1,3 \cdot 10^{-4}$  et  $\gamma_n$  négligeable pour  $n > 1$ )

et

$$u = \frac{u_m}{2} \left[ \frac{\operatorname{ch} 2\alpha_n x/l}{\operatorname{ch} \alpha_n} + \frac{\sin 2\alpha_n x/l}{\sin \alpha_n} \right] \cos \omega t$$

pour les harmoniques pairs ( $n = 2i$ ) :

$$\alpha_{2i} = (i - \frac{1}{4}) \pi + \gamma'_i \pi$$

( $\gamma_1 = 2,91 \cdot 10^{-3}$  et  $\gamma_n$  négligeable pour  $n > 1$ ).

et

$$u = \frac{u_m}{2} \left[ \frac{\operatorname{Sh} 2\alpha_n x/l}{\operatorname{Sh} \alpha_n} + \frac{\cos 2\alpha_n x/l}{\cos \alpha_n} \right] \cos \omega t$$

Si l'on considère une charge  $M$  à l'extrémité de la poutre, on distingue deux cas :

- si  $M$  est relativement faible, les résultats précédents sont acceptables avec :

$$N = \frac{\alpha_n^2 h}{\pi \sqrt{3}} \frac{1}{l^2} [E/\rho(1+4M/m)]^{1/2}$$

- si  $M$  est importante, dans ce cas on a recours à la formule de RAYLEIGH :

$$N = \frac{1}{2\pi} \left[ \frac{3EI}{l^3} \frac{1}{M + \frac{33}{100} m} \right]^{1/2}$$

Le montage adopté (Fig. 19) est le cas d'une flexion avec encastrement et masse additionnelle. La tête de l'éprouvette (Fig. 20) joue deux rôles : elle baisse la fréquence et elle permet d'effectuer des tractions sur l'échantillon fixé sur son conteneur (voir section III-2). Ce dernier point constitue l'intérêt principal de ce montage. Ce conteneur nécessite une perche support différente (Fig. 21) de celle utilisée pour les deux autres montages.

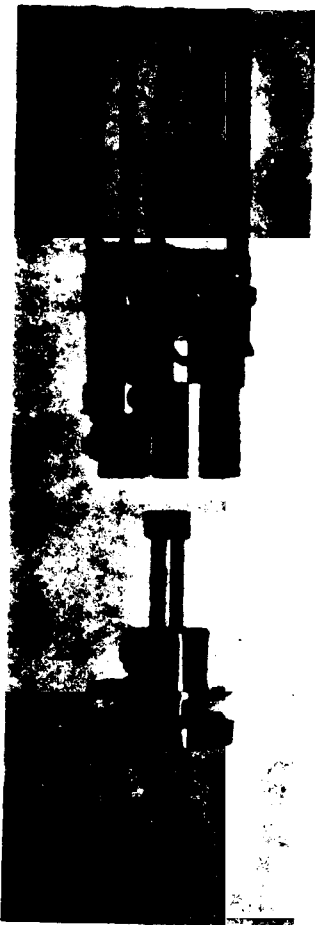


Fig. 19 - Conteneur de flexion avec encastrement .



Fig. 20 - Eprouvette de flexion avec encastrement.



Fig. 21- Ensemble du support et du conteneur de flexion avec encastrement.

La partie utile de l'échantillon a généralement une section de 3 mm une longueur de 20 mm et une tête de  $144 \text{ mm}^3$  (Fig. 20). Dans ces conditions, la fréquence varie de 300 à 600 Hz. Il est cependant facile d'étendre ce domaine de fréquence en jouant ou bien sur  $l$  et  $h$  ou bien sur la masse additionnelle . L'intérêt principal de ce montage est de permettre des déformations à basses températures suivies de mesures de frottement intérieur sans réchauffage . Le fond continu d'amortissement est de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-5}$ , valeur nettement plus élevée que celle des autres montages .

III-1-4- Chaîne électronique . Principe des mesures (Fig.22).

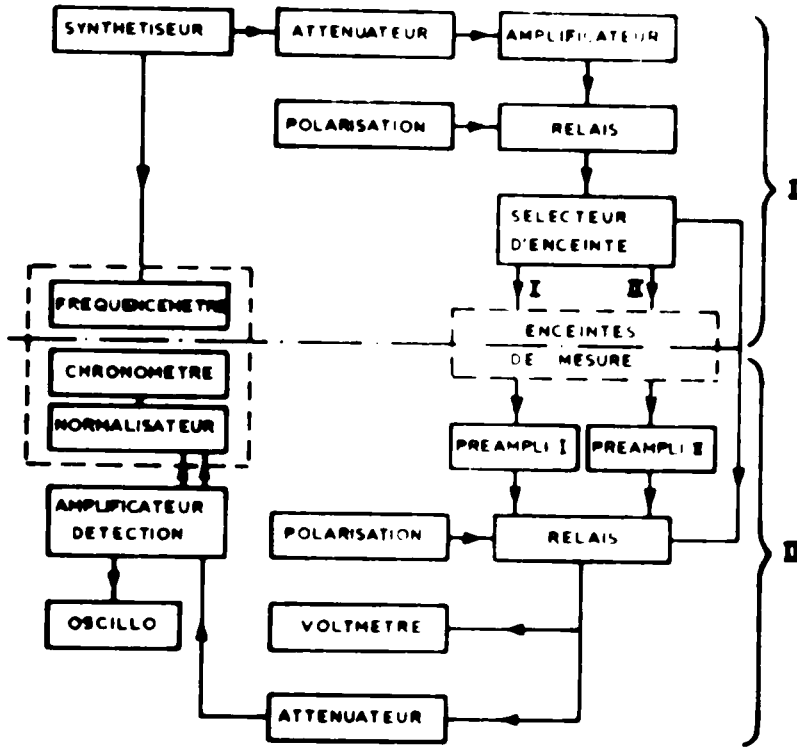


Fig.22 - Schéma électronique.  
 I - Chaîne d'excitation  
 II - Chaîne de lecture

Un synthétiseur de fréquence fournit une tension alternative  $U$  qui est amplifiée (600 V. efficace maximum) et envoyée sur une des électrodes dite électrode d'excitation, après superposition d'une tension de polarisation continue de (300 à 3000 V).

Lorsque la fréquence de la tension  $U$  correspond à la fréquence de résonance du système, la seconde électrode (dite de lecture) et qui est polarisée (de quelques volts à 400 V), permet de recueillir par effet capacitif un signal de l'ordre du mV. Ce signal est fortement amplifié ; un voltmètre et un oscilloscope permettent de l'analyser. La mesure de la capacité d'amortissement se fait soit en vibration libre, soit en bande passante.

Pour les mesures en vibration libre, un relai coupe l'excitation, laissant le système vibrer sur lui-même. L'enveloppe de la sinusoïde amortie du signal de réponse est détectée puis comparée à deux tensions de référence



dont le rapport est 1,369 ; le passage à leur niveau respectif déclenche le départ puis l'arrêt d'un chronomètre. Le temps  $\tau$  ainsi mesuré et le frottement intérieur sont liés par la relation :

$$Q^{-1} = \frac{1}{10 N\tau}$$

Les mesures en bande passante à 3db sont utilisées pour les forts amortissements. L'atténuation de la chaîne de lecture permet des mesures à amplitudes variables.

Le module d'élasticité est obtenu à partir de la mesure de la fréquence. Cet appareil permet des mesures relatives d'une grande précision, la fréquence étant toujours connue à  $10^{-5}$  près.

### III-2- ECROUISSAGE.

#### III-2-1- Température ambiante.

Les barreaux cylindriques utilisés en vibrations longitudinales et les barreaux parallélépipédiques de flexion libre sont déformés par traction en pinçant les extrémités des échantillons dans des mors auto-serrants. Ces extrémités sont ensuite tronçonnées puis dressées par usinage et polissage. Pour de faibles taux de déformation (déformation permanente  $\epsilon_p < 5\%$ ) les barreaux cylindriques sont déformés par compression ; ils sont alors tenus verticalement entre deux vis de laiton pour éviter le flambage ; des baguettes de cuivre recuit limitent les contraintes latérales et assurent un coulissement correct de l'échantillon au cours de la compression exercée par un poinçon en acier traité.

Toutes ces opérations sont effectuées à l'aide d'une machine de traction ZWICK, la vitesse de déformation étant de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ .

Des taux de déformation beaucoup plus importants peuvent être obtenus sur les échantillons de flexion libre par laminage, l'épaisseur minimum pour des mesures correctes de frottement intérieur étant de 3 mm.

#### III-2-2- Basse température.

Le montage en flexion avec encastrement permet d'effectuer des déformations par traction à la température de l'azote liquide. Une machine de

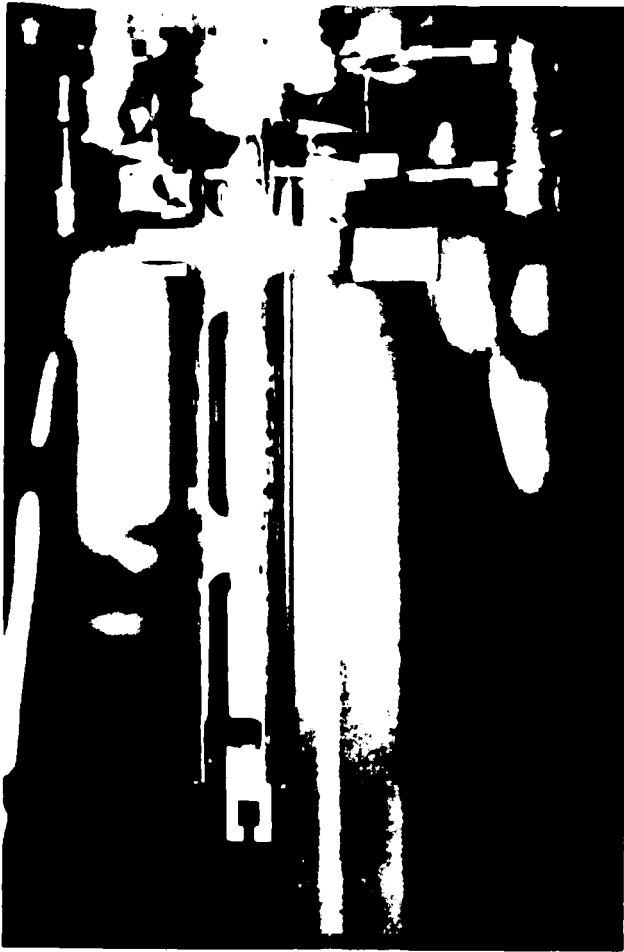


Fig. 23 - Mors de traction.

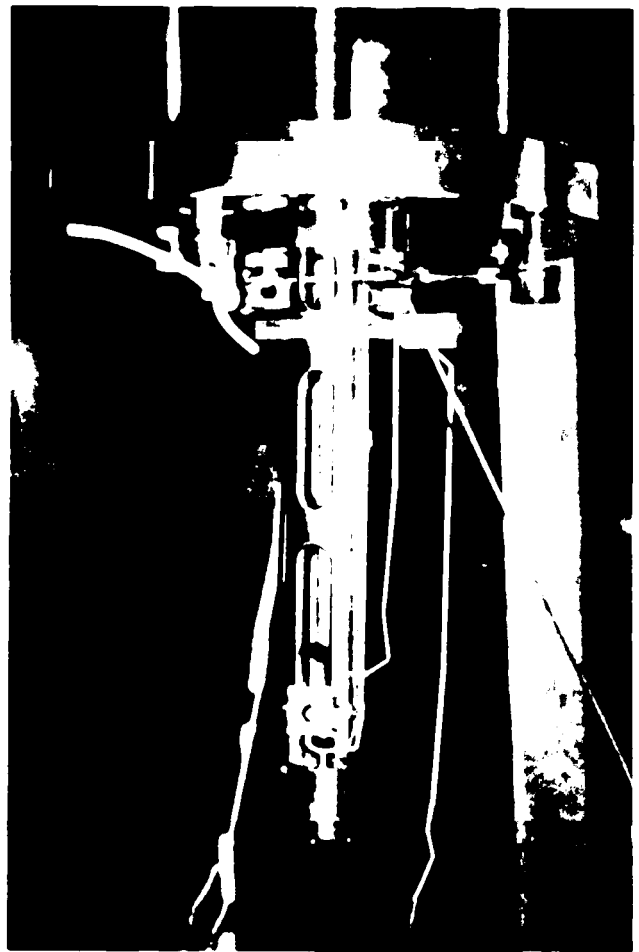


Fig. 24 - Dispositif de traction inverse.

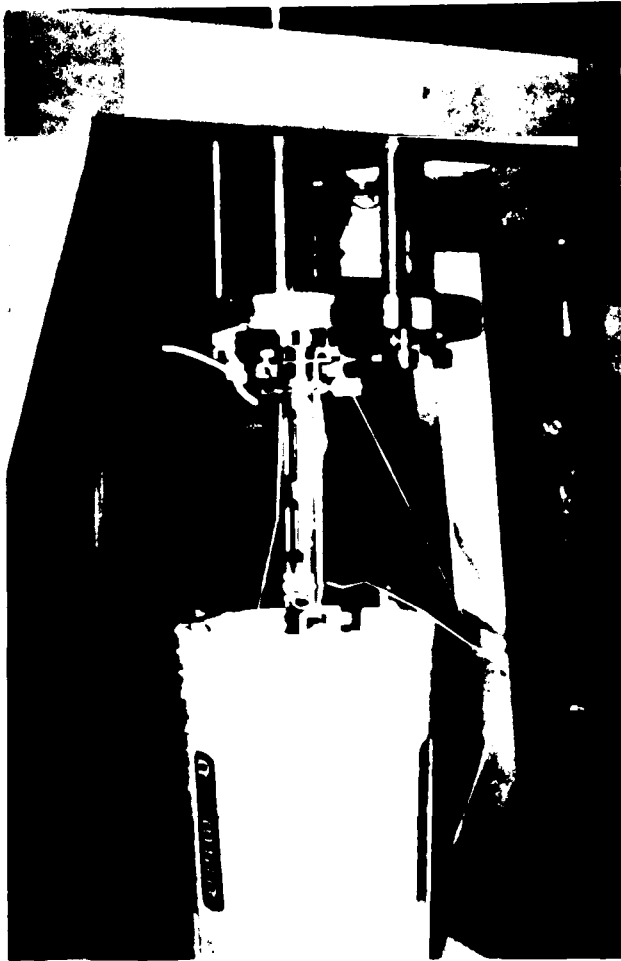


Fig. 25 -Dispositif de traction dans un bain d'azote liquide.

traction (type I.R.S.I.D.) a été adaptée à ce type d'expérience. Le mors supérieur de cette machine (fig.23) a été usiné par électro-érosion afin qu'il épouse la forme de la tête des éprouvettes (fig.20). Le conteneur de la figure 19 vient s'adapter sur un tube d'incox fixé au bâti de la machine (fig. 24). Ce dispositif de traction inversée permet d'effectuer la déformation en immersion dans un récipient isolant (fig.25) que l'on peut remplir d'azote liquide. La traction terminée, l'échantillon est déchargé et il suffit alors de dégager la tête de l'échantillon en déplaçant le mors supérieur (un système de verrouillage le tient en place au cours de la traction). Le conteneur restant dans l'azote liquide il est raccordé à la perche support (Figure 21). Le réglage de l'é-

cart entre les électrodes et la tête de l'échantillon se fait dans l'azote liquide. L'enceinte préalablement refroidie est alors ouverte en laissant un courant d'azote la balayer afin de limiter le givrage ; l'ensemble perche-conteneur est alors rapidement introduit dans l'enceinte ; si l'opération est effectuée en moins de 10 à 15 secondes, la couche d'azote liquide qui reste sur le conteneur empêche le givrage de se produire. En procédant immédiatement au pompage dans l'enceinte, la température de l'échantillon atteint - 200°C.

### III-3-RECUITS . VIEILLISSEMENT.

Les échantillons nous sont livrés dans un état que nous convenons d'appeler état brut. Nous effectuons des recuits de normalisation de trois heures à 700°C pour le Titane. Ces recuits sont effectués dans une enceinte à ul-

tra vide (meux que  $5 \cdot 10^{-8}$  à  $800^\circ\text{C}$ ).

Notre étude comporte de nombreuses mesures après des vieillissements isothermes ou isochrones. Pour des températures inférieures à  $200^\circ\text{C}$ , ils sont effectués dans un bain pour les courtes durées de maintien (jusqu'à 18 mn), ou bien dans une étuve. Les maintiens au dessus de  $200^\circ\text{C}$  sont effectués dans le four de recuit, le vide pouvant être primaire ( $\approx 10^{-3}$  Torr) pour les températures les plus basses et les courtes durées.

### III-4- RADIOGRAPHIES.

Les observations radiographiques des échantillons ont été faites en DEBBY-SHIRRER par réflexion, ce qui permet d'opérer directement sur les barreaux utilisés pour les mesures de frottement intérieur. Les raies des plans les plus importants correspondent à des angles faibles, et le montage en réflexion normale est impossible. Nous avons donc réalisé un montage permettant d'effectuer la réflexion sur une face inclinée par rapport au faisceau incident (fig. 26) afin de pouvoir placer le film derrière l'échantillon.

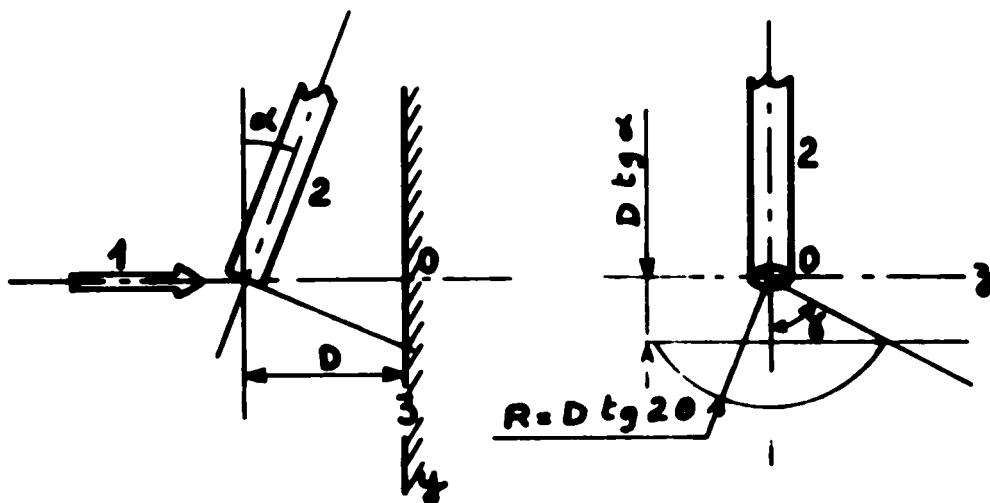


Fig. 26 - 1 - Faisceau R.X.  
2 - Echantillon  
3 - Plan du film.

Cependant on ne peut ainsi obtenir que les cercles correspondant au plans d'incidence  $\theta_0$  telle que :

$$D \operatorname{tg} 2\theta_0 > D \operatorname{tg} \alpha, \quad \text{soit } \theta_0 > \alpha/2$$

Pour obtenir un cercle complet en  $n$  rotations du plan de l'échantillon autour de l'axe du faisceau incident, il faut un  $\theta_n$  minimum tel que :

$$\theta_n = \frac{1}{2} \text{ Arc tg } \frac{\text{tg} \alpha}{\cos \frac{2\pi}{n}}$$

Nous avons finalement adopté une disposition de l'échantillon vis à vis du faisceau (fig.27), telle que  $\alpha = 20^\circ$  et  $D = 30$  mm le plan du film étant vertical et le faisceau incident horizontal ; le plan de l'éprouvette est incliné de  $30^\circ$  par rapport au plan horizontal (soit à gauche position  $P_1$ , soit à droite position  $P_2$ ). Le premier cercle dont on obtient les deux tiers correspond alors à un plan d'incidence  $\theta_m = 16,5^\circ$

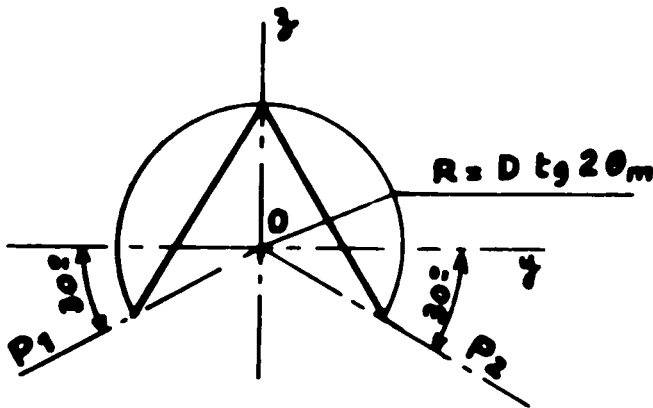


Fig. 27.

le zirconium (anticathode en cuivre).

Le tableau suivant donne les valeurs de  $\theta$  et de  $R = D \text{tg} 2\theta$  pour

$\theta^\circ$	16,3	17,8	18,6	24,5	29,1	32,5
Plan	(100)	(002)	(011)	(012)	(1 $\bar{2}$ 0)	(0 $\bar{1}$ 3)
$R_{\text{mm}}$	19,2	21,4	22,8	34,4	48,3	64,1

Dans la plupart des cas, nous avons seulement utilisé la position  $P_1$ . Les plans du titane étant assez voisins, nous avons utilisé le même montage. Les clichés sont cependant de moins bonne qualité que ceux obtenus sur le zirconium, du fait de l'apparition de phénomènes de fluorescence.

### III-5- MICROGRAPHIES. MICRODURETE

Les observations micrographiques sont effectuées sur un micros-

cope optique REICHERT. Le polissage des échantillons est réalisé électrolytiquement sur un "Disa-électropol" après préparation de la surface par polissage mécanique. Le bain électrolytique utilisé est le bain A<sub>3</sub> de cet appareil. Ici encore, les résultats obtenus sur le zirconium sont bien meilleurs.

D'autre part, l'équipement d'un microscope REICHERT permet de faire des mesures d'empreintes sous charge de 20 à 100 g et un microduremètre TEST-WELL permet d'opérer de 100 g à 500g.

Nos mesures de dureté sont les valeurs moyennes de séries comportant généralement une dizaine d'empreintes.

## CHAPITRE IV

### ETUDE DU METAL BRUT

Les échantillons de Zirconium et deux des nuances de Titane dont nous disposons ont été fournis par M.R.C. (Metal Research Corporation) sous la forme de barreaux cylindriques de diamètre  $\phi = 6,35$  mm dont la longueur L varie de 100 à 150 mm. Nous avons aussi effectué des essais sur du Titane de JOHNSON-MATTHEY à très faible teneur en substitutionnel livré sous la forme de baguette de  $\phi = 3$  mm et L = 100 mm ; nous disposons en outre de Titane commercial UT40 identique au métal utilisé pour la fabrication des conteneurs (Chap.III). Les analyses du tableau IV-A sont celles des fournisseurs.

Nous avons peu de renseignements sur les méthodes d'élaboration et de mise en forme des échantillons. Nous savons seulement que le Zirconium et le Titane Ti3N7 de M.R.C. ont été obtenus par fusion de zone sous vide élevé et mis en forme par martelage rotatif à froid ; les autres nuances de Titane ont probablement été obtenues par filage.

Afin de normaliser ces échantillons nous leur avons fait subir un recuit de recristallisation de 3 h à 800°C pour le Zirconium et de 3 h à 700°C pour le Titane.

Le frottement intérieur après déformation plastique pouvant dépendre de l'histoire du métal, nous avons étudié l'état brut et suivi les étapes du recuit afin de comparer les échantillons entre-eux.

#### IV-1- ZIRCONIUM

##### IV-1-1- Etat brut.

Le frottement intérieur d'un échantillon de chaque nuance sollicité en vibration longitudinale, est représenté en fonction de la température sur la figure 28. Dans les deux cas on observe un pic culminant vers - 45°C dont l'amplitude  $Q_m^{-1}$  est beaucoup plus intense sur le métal le plus pur. Le tableau

Eléments	Zr 99,99% MRC 1°.série	Zr 99,99% MRC 2°.série	Zr 99,7% MRC	Ti 99,97% MRC 1°.série	Ti 99,97% MRC 2°.série	Ti 99,8% MRC	Ti 5N JM	UT40
H	3,5	16	20	4	5	100	ND	125
C	6	5	400	78	75	140	ND	800
O	125	30	200	63	275	350	ND	2500
N	2,1	1	75	6	5	50	ND	600
Al	3	10	75	15	6	15		
Ag	0,4	2,0	ND		1	2		
Cd	0,5	4,0	5	0,4	10	3		
Cl		15,0	ND		10	10		
Cr	0,5	2,0	175	25	10	20		
Cu		1,0	50	8	7	20	5	
F		6,0	ND		5			
Fe	30	30	1000	50	10	80	3	2500
Hf	40	200	250	12				
Mg		1,0	25	15	6	ND	1	
Mn			50	1,2		20	1	
Ni	1,5	1,0	70	5	10	20		
S				1,5	5	3		
Si	1,5	3,0	85	3,5	5	20	2	
Sn	0,25	1,0	ND	5	4	15		
Ti	1,0	4,0	ND					
V			50	1	3	20		
W	0,7		100			ND		
Zr				20		1		
Divers	<5	<40	<200	<10	<10	<50		

TABLEAU IV-A- Analyses des échantillons de Titane et de Zirconium

(ND - non déterminé)



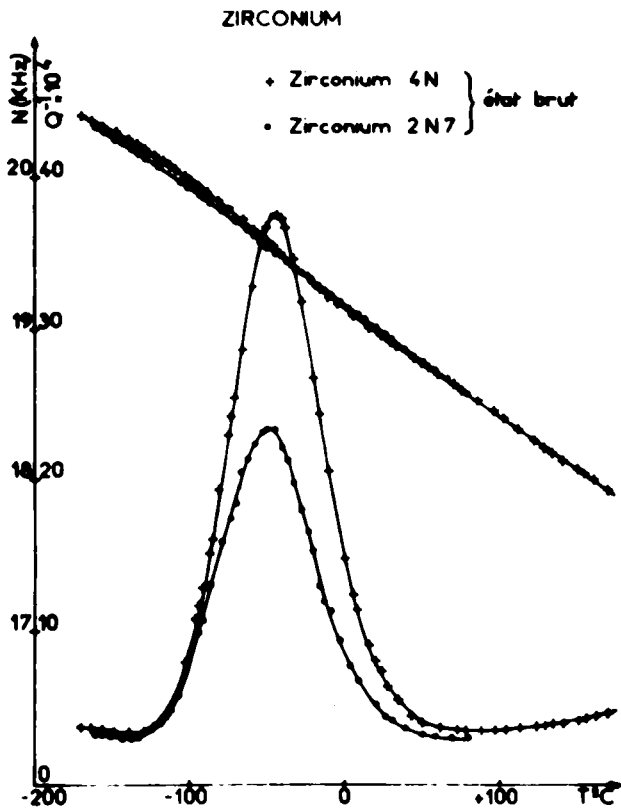


Fig. 28.

atteindre le début de la recristallisation pour pouvoir procéder à des observations micrographiques. L'étude de la texture du métal brut (fig.30) effectuée sur un échantillon de Zirconium 2N7 montre une texture de filage très pro-



Fig.29 - Zr 2N7 brut.

IV-B donne les valeurs de  $Q_M^{-1}$  et la température  $T_M$  du sommet des pics obtenus sur différents spécimens. Si pour une même nuance d'importantes variations de l'amplitude sont enregistrées par contre la température  $T_M$  varie peu pour une fréquence donnée. Nous appellerons ce pic le pic  $P_2$  selon la terminologie adoptée par SAVINO [50].

La dureté de Zr4N est voisine de 135 Hv tandis que celle de Zr2N7 est de l'ordre de 150 Hv. Ces valeurs correspondent à des états fortement écrouis ce que confirment les examens radiocristallographiques (fig.29) et le fait que nous n'ayons pas pu obtenir de micrographie correcte sur cet état brut. Nous verrons plus loin qu'il faut at-

teindre le début de la recristallisation pour pouvoir procéder à des observations micrographiques. L'étude de la texture du métal brut (fig.30) effectuée sur un échantillon de Zirconium 2N7 montre une texture de filage très prononcée. Les courbes de frottement intérieur relevées sur les échantillons Zr 22 et Zr 23 selon deux modes de sollicitations (transversal et longitudinal) permettent d'évaluer le facteur de fréquence et la valeur moyenne de l'énergie d'activation du mécanisme de relaxation activé. themiquement à l'origine de ce large

Références	$Q_M^{-1} \cdot 10^{-4}$	$T_M$ °C	$N_M$ (Hz)
<b>Pureté 4 N 1° série</b>			
Zr 04	28,0	-44,5	19 550
Zr 05	39,6	-43	19 570
Zr 06	33,0	-42	19 600
Zr 07	36,4	-43,5	19 550
Zr 08	37,6	-44	19 520
Zr 09	38,5	-45	19 560
<b>Pureté 4 N 2° série</b>			
Zr 22	31,5	-86	427
Zr 23	19,5	-54	15 160
<b>Pureté 3N7</b>			
Zr 12	23,4	-49	19 550
Zr 13	23,2	-48	19 230
Zr 14	23,7	-48,5	19 290
Zr 15	28,3	-46	19 720
Zr 16	24,0	-51,5	19 340
Zr 17	32,2	-46,5	19 520

**TABLEAU IV-B- Pic  $P_2$  du Zirconium à l'état brut.**

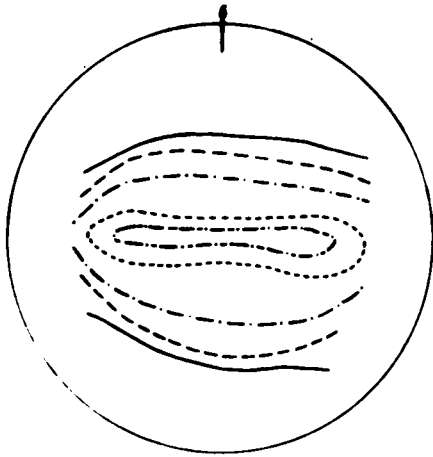


Fig.30 - Texture Zr2N7 brut plan (002).

pic P<sub>2</sub>. On obtient ainsi :

$$H = 0,40 \pm 0,03 \text{ ev} \quad \nu_0 = 10^{-14} \pm 0,7$$

L'utilisation du mode fondamental et du troisième harmonique en vibrations longitudinales sur Zr 04 conduit à des valeurs très proches :

$$H = 0,39 \pm 0,04 \text{ ev} \quad \nu_0 = 10^{-14} \pm 1$$

L'évolution de la fréquence N, donc du module d'élasticité M est représentée sur la figure 28 ; au niveau du pic la variation de la pente de la courbe de fréquence en fonction de la

température se traduit par une chute ou effet de module  $\frac{\Delta M}{M} = 2 \frac{\Delta N}{N}$ . On obtient ainsi :

$$\text{Zr 4N} : \frac{\Delta M}{M} = 135 \cdot 10^{-4} \quad \text{et} \quad Q_M^{-1} = 0,28 \frac{\Delta M}{M}$$

$$\text{Zr2N7} : \frac{\Delta M}{M} = 65 \cdot 10^{-4} \quad \text{et} \quad Q_M^{-1} = 0,36 \frac{\Delta M}{M}$$

La relation de Debye  $Q_M^{-1} = \frac{1}{2} \frac{\Delta M}{M}$  n'est donc pas vérifiée. De plus la largeur à mi-hauteur de P<sub>2</sub> voisine de 70° est bien plus importante que la largeur théorique de Debye peu différente de  $4,7 T^2/H \approx 25^\circ\text{C}$ . Le mécanisme de relaxation à l'origine du pic P<sub>2</sub> ne saurait donc être caractérisé par un seul temps de relaxation.

#### IV-I-2- Recuit du métal brut.

Des recuits isochrones ont été effectués de façon cumulative sur les deux nuances de Zirconium. Les recuits isothermes n'ont été faits que sur Zr2N7 car ils nécessitaient l'utilisation de plusieurs échantillons.

##### a/ Recuits isochrones cumulatifs

L'influence de recuit cumulatifs d'une durée de trois heures à des températures T<sub>r</sub> croissantes sur l'amplitude Q<sub>M</sub><sup>-1</sup> du pic P<sub>2</sub> pour les deux nuances de Zirconium est indiquée figure 31. Les figures 32, 33, 34 et 35 représentent les courbes du frottement intérieur et de la fréquence (en fonction de la température de mesure), correspondant aux différents recuits. Si les évo-

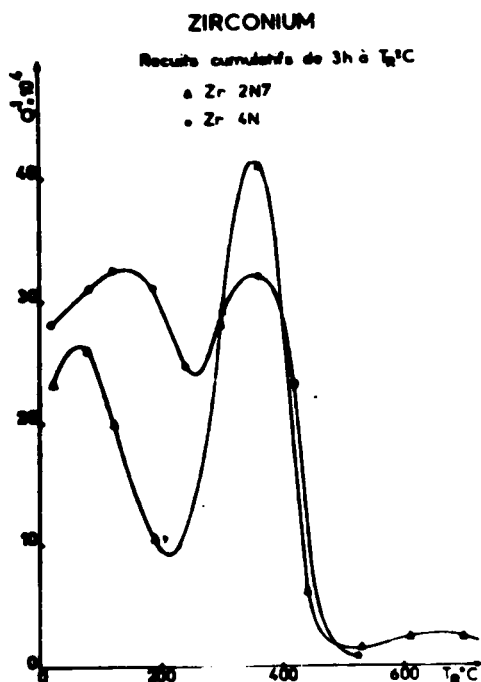


Fig. 31

lutions sont similaires, les variations observées sur le Zr2N7 sont nettement plus accentuées. On peut ainsi définir trois phases principales au cours du recuit :

- une décroissance de  $Q_m^{-1}$  entre la température ambiante et 200 °C, précédée d'une légère augmentation : après un maintien de 3 h à 190 °C le pic culmine à une température plus basse qu'à l'état initial, sa largeur à mi-hauteur ayant peu variée.
- une croissance du pic entre 200 et 360 °C, très importante sur le Zr2N7 puisqu'après 30 h à 360°C le pic est nettement plus élevé que le pic initial et que la température moyenne du pic augmente (figures 32 et 33).
- à partir de 360°C, une décroissance définitive du pic ; vers 530°C l'amplitude du pic est 50 fois plus faible qu'à l'état initial ; au cours de cette chute la largeur à mi-hauteur et la température  $T_m$  restent sensiblement constantes. Les recuits à des températures supérieures provoquent une légère augmentation du résidu de pic dont le sommet se situe vers - 15°C après 3 h à 800°C (fig.35).

b/ Recuits isothermes

Les résultats des recuits isothermes de Zr2N7 sont représentés sur les figures 36 et 37. La première montre trois isochrones correspondant à des maintiens de 18 mn, 3 h et 30 h à  $T_m$  ; la deuxième représente l'évolution de  $Q_m^{-1}$  au cours de maintiens aux différentes températures allant de 100 à 520°C. Ces courbes ont été établies à l'aide de quatre échantillons en effectuant sur chacun d'eux, deux séries de maintiens isothermes afin de limiter l'influence éventuelle des recuits cumulatifs ; nous avons porté en ordonnée le rapport  $Q^{-1}/Q_0^{-1}$  (l'indice 0 se rapporte à l'état brut) afin de compenser les différences des valeurs initiales.

Les isochrones de la figure 36 sont semblables à celles de la figure 31 ; le décalage en température que l'on observe entre les différentes

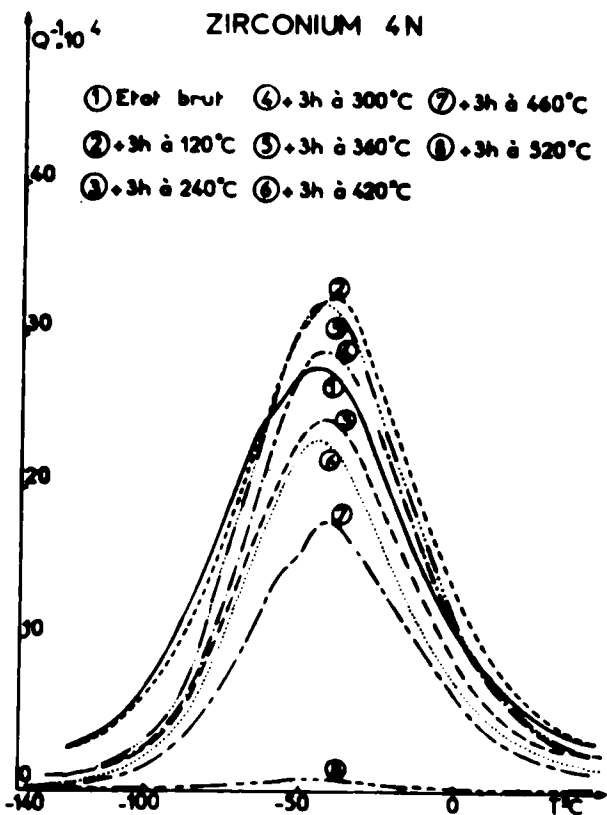


Fig. 32

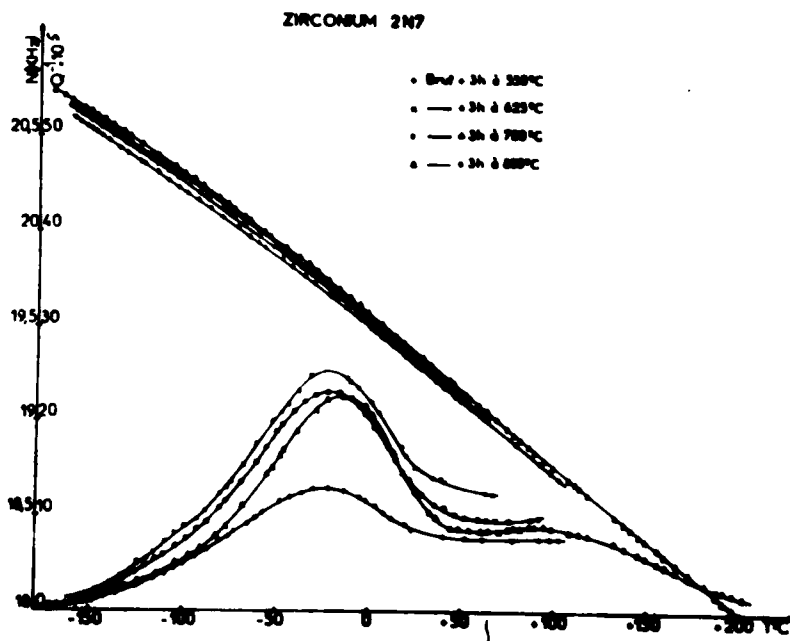


Fig. 35

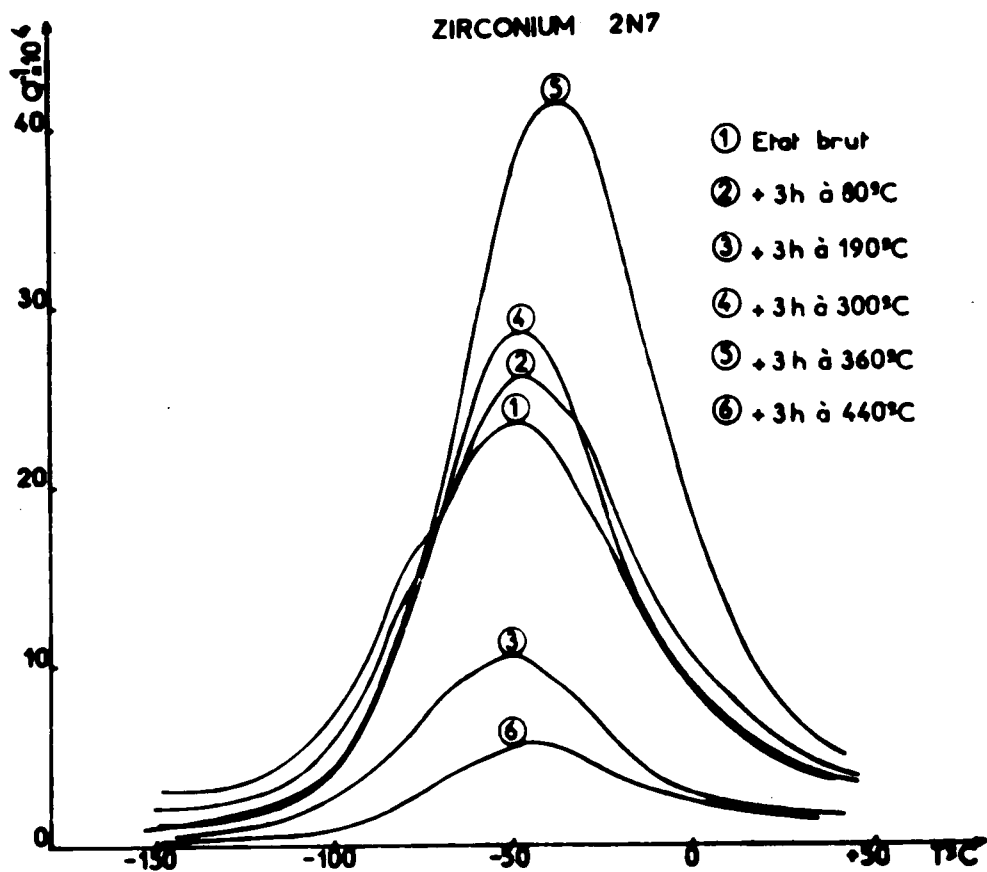


Fig. 33

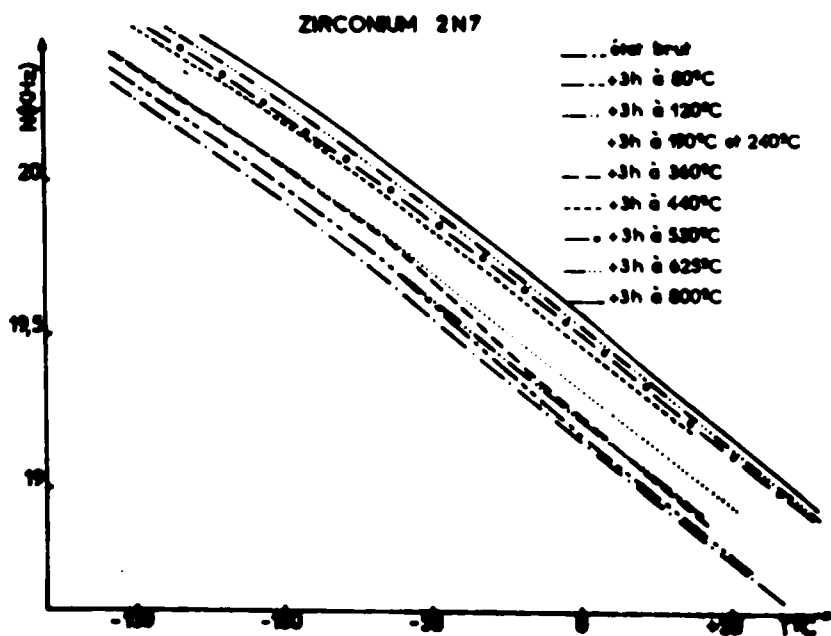


Fig. 34

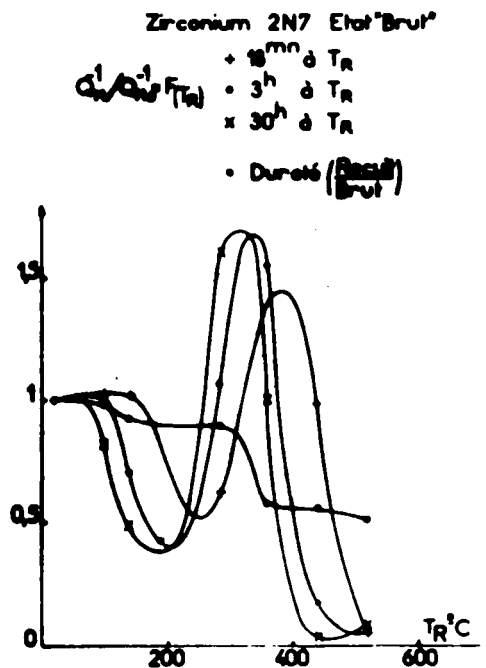


Fig. 36

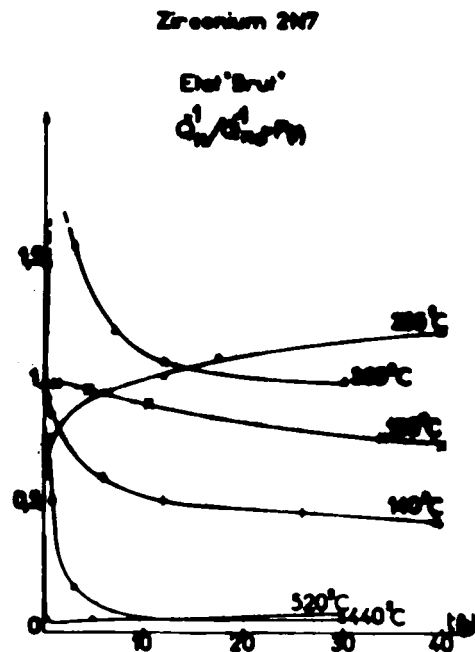


Fig. 37

durées de recuit dû à l'effet de l'activation thermique permet d'en déduire un ordre de grandeur de l'énergie d'activation associée aux différents stades de l'effet du recuit.

c/ Evolution de la structure du métal.

L'évolution de la structure du Zirconium a été suivie par radio-cristallographie, micrographie et microdureté. Sur la figure 36 est représentée la courbe  $H_v/H_{v0}$  donnant le rapport de la dureté du métal après 30 h à  $T_R$  à la valeur initiale  $H_{v0}$ . Le tableau IV-C indique les valeurs réelles de la dureté. On constate une variation importante de la dureté au voisinage de 360 °C, dont l'évolution comparée au spectre de frottement intérieur pour différents temps de recuit est indiquée figure 38. On note en particulier que le revenu de dureté est presque terminé pour une chute du frottement intérieur seulement de moitié. Les diagrammes de Debye-Scherrer de la figure 39 montrent qu'un recuit de 30 h à 360°C est nécessaire pour observer la ponctuation des raies, alors qu'à 440°C, 30 mn suffisent et que 40 h à 285 °C ou 3 h à 360 °C sont sans effet (Fig. 39).

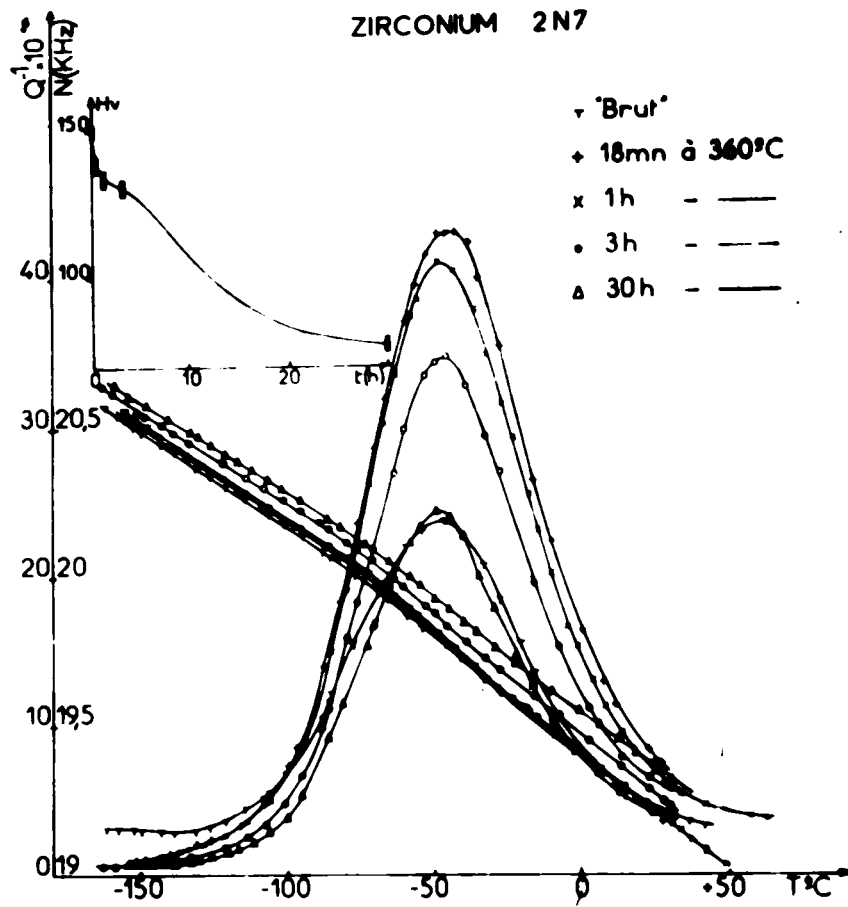


Fig. 38

	Brut	300h 100°C	50h 140°C	40h 285°C	30mn 360°C	1h 360°C	3h 360°C	30h 360°C	30h 440°C	30h 520°C	3h 800°C
Zr 14	140							75			68
Zr 15	155	151			137	134	131				73
Zr 16	150			140						76	
Zr 17	153		143						85		74

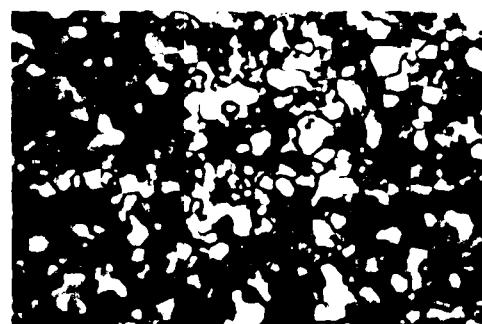
TABLEAU IV-C - Dureté Vickers des échantillons Zr<sub>2</sub>N<sub>7</sub> à différents stades du recuit.



a)



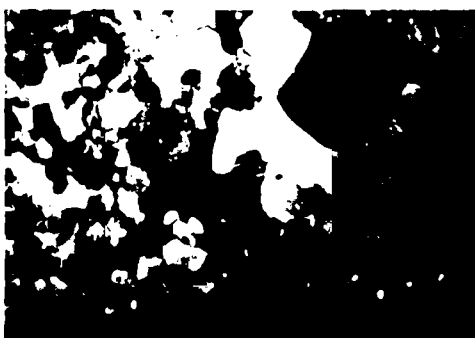
b)



a) 40 h à 285 °C

30 h à 360 °C

b) 3 h à 360 °C



30 h à 480 °C

3 h à 800 °C

**Fig. 39 - Zr 2N7 - Etat brut**  
( Micrographie G = 250)

Nous n'avons pu faire des micrographies que lorsque cette phase d'évolution du métal a été atteinte ; ces micrographies montrent alors des grains fins sans mâcles et les recuits à des températures plus élevées (au delà de 520°C) provoquent un grossissement des grains (Fig. 39) accompagné d'une légère chute de dureté. Tous ces éléments concourent à associer le pic P<sub>2</sub> à la présence d'une densité suffisante de dislocations et sa décroissance à l'effet de la recristallisation.

Le tableau IV-D résume l'évolution de la dureté du fond continu et du module d'élasticité à basse température.  $\delta M$  est la variation de module de l'état brut à l'état recuit 3 h à 800°C ; on remarquera l'évolution sensiblement parallèle de  $\delta M$  et de la dureté. Le fond continu d'amortissement à basse température (fig. 33) devient très faible dès que la recristallisation est commencée.

	% $\delta M$	% dureté	% $Q_{fc}^{-1}$
1er stade	25%	15%	70%
2ème stade	-	-	-
3ème stade	T < 440 °C	50%	65%
	T > 440 °C	15%	20%

TABLEAU IV-D - Revenu de la dureté entre l'état brut et recuit 3 h à 800°C, du module d'élasticité et du fond continu d'amortissement à basse température.

## IV-2 - TITANE

### IV-2-1- Etat brut.

Le frottement intérieur des différents échantillons de Titane brut dont nous disposons est représenté sur la figure 40. Le Titane UT40 et Ti2N8 (courbes 3/5 et 4/6) ont un comportement très proche ; par contre les deux spécimens (Ti5N et Ti3N7, courbes 1 et 2) les plus purs se distinguent par des pics beaucoup plus intenses. De plus le Ti3N7 présente un pic d'allure as-

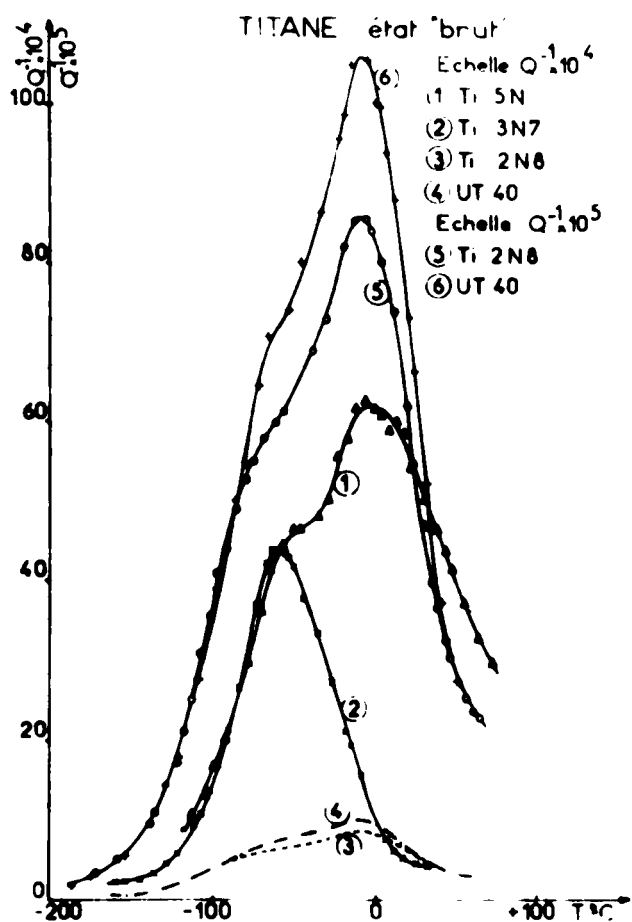


Fig. 40

les faibles teneurs.

Les mesures de dureté effectuées sur le 3N7 et le 2N8 donnent respectivement 186 et 214 Hv à l'état brut, et de l'ordre de 76 et 148 Hv à l'état recuit 3 h à 700°C. Ces valeurs confirment l'état beaucoup plus fortement écroui du 3N7, et comme pour le Zirconium nous n'avons pas pu faire de micrographie ; par contre le Ti2N8 (fig.41) présente des grains fortement mâclés mais cependant bien définis. Les figures 41 et 42 montrent la très forte texture de filage des échantillons à l'état brut.

Les caractéristiques des pics obtenus sur différents échantillons (longitudinal et transversal avec encastrement réperé par la lettre  $\varphi$ ) indiquées dans le tableau IV-E permettent d'évaluer l'énergie d'activation moyenne et le temps limite correspondants aux maximums apparents dans les deux cas sui-

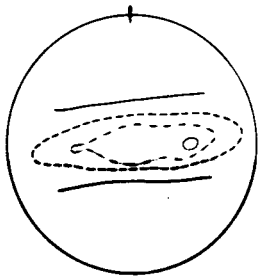
sez simple, comparable au pic  $P_2$  du Zirconium brut, et culminant vers - 60 °C pour une fréquence de sollicitation de 16 KHz ; l'échantillon de JOHNSON-MATTHEY (Ti5N) donne un pic d'allure similaire à ceux obtenus sur les nuances les moins pures mais d'amplitude 6 fois plus grande ; la température du maximum est voisine de - 5°C (tableau IV-E) et les courbes présentent un maximum relatif très marqué au niveau du pic obtenu sur le Ti3N7 (figure 40). Le comportement particulier de ce dernier provient certainement de la mise en forme par martelage qui doit correspondre à un état beaucoup plus écroui que celui obtenu par filage et sans doute commun aux trois autres nuances. D'autre part l'influence des impuretés est ici très marquée, du moins pour



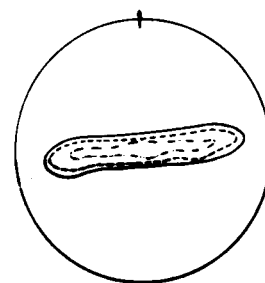
Fig. 41 - Titane brut.



Ti 2N8 ( G = 250 )

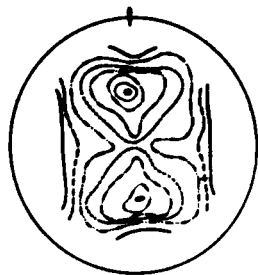


Ti 3N7

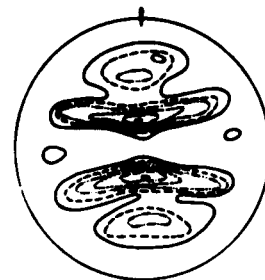


Plan (0002)

Ti 2N8



Ti 3N7



Plan (10 $\bar{1}1$ )

Fig. 42 - Texture Titane brut.

	$10^4 Q_M^{-1}$	$T_M^\circ C$	N (Hz)
<b>Ti3N7-1ère série</b>			
Ti 04	43,2	-58	16 150
Ti 05	49,8	-65	16 100
Ti 06	50,6	-61	16 050
Ti 07	48,0	-63	16 400
Ti 08	60,8	-60	16 500
<b>Ti3N7 2ème série</b>			
φTi 20/1 +usinage	23,8	-83	572
Ti 21	52,0	-48	16 450
<b>Ti2N8</b>			
Ti 09	8,6	- 8	16 150
Ti 10	8,2	-15	16 550
Ti 11	8,4	- 8	16 200
Ti 12	8,2	- 5	16 300
Ti 13	8,3	- 8	16 450
Ti 14	8,2	- 5	16 250
φ Ti 14/3 +usinage	8,3	-58	583
<b>Ti5N - JM</b>			
Ti 03	62	- 3	24 050
<b>UT40</b>			
UT 02	10,5	- 7,5	16 625
UT 03	10,3	- 7,5	16 620
UT 04	10,5	- 8,5	16 630

TABLEAU IV-E - Titane à l'état brut.

vants :

Ti3N7  $H = 0,35 \pm 0,03 \text{ ev}$

$\tau_0 = 1,6 \cdot 10^{-13} \pm 0,7$

Ti2N8  $H' = 0,33 \pm 0,03 \text{ ev}$

$\tau'_0 = 6 \cdot 10^{-12} \pm 0,7$

L'existence sur Ti2N8 d'un maximum relatif à une température voisine du pic de Ti3N7 suggère l'existence de deux composantes : l'une à "basse température" vers  $-60^\circ\text{C}$  (pour une fréquence de 16 KHz) et l'autre à "haute température" vers  $0^\circ\text{C}$  pour une même fréquence.

La figure 43 présente une tentative de décomposition du spectre de frottement intérieur de Ti2N8 selon deux pics symétriques en  $1/T$  selon le modèle de Debye généralisé. On obtient ainsi deux pics  $P_2$  et  $P'_2$  pour deux fréquences différentes (échantillon Ti 14). L'énergie d'activation des pics est alors respectivement :

$H = 0,30 \pm 0,02 \text{ ev}$  pour  $P_2$  et

$\tau_0 = 7 \cdot 10^{-13} \pm 0,5$

$H' = 0,345 \pm 0,02 \text{ ev}$  pour  $P'_2$  et

$\tau'_0 = 3 \cdot 10^{-12} \pm 0,5$

Ces valeurs sont assez proches des précédentes surtout pour  $H'$  et  $\tau'_0$ . L'évolution du module du Titane en fonction de la température de mesure est semblable à celle du Zirconium. L'effet de module associé au pic de rela-

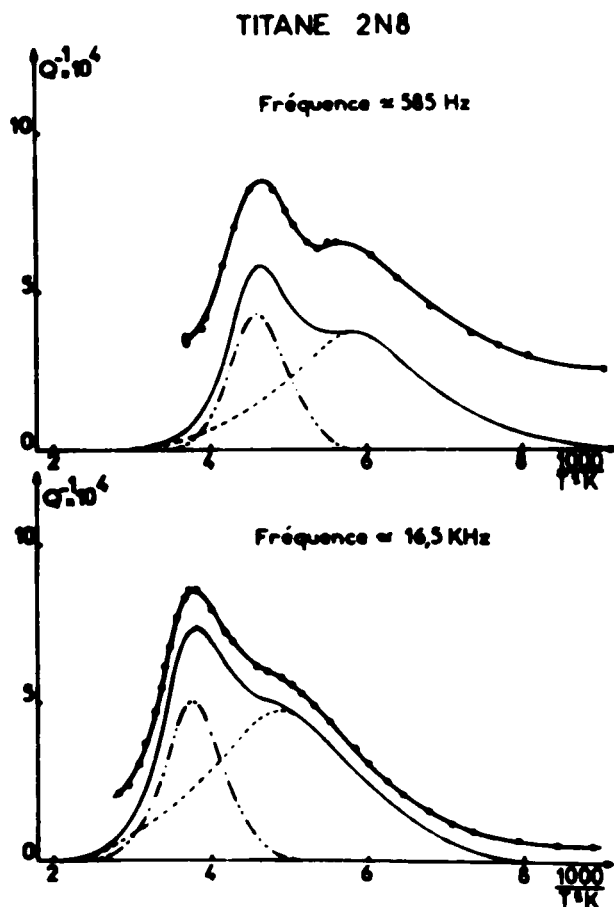


Fig. 43

tion de Ti3N7 a pu être évalué ; on obtient  $Q_M^{-1} \approx 0,3 \frac{\Delta M}{M}$ . Dans les au-

tres cas l'étalement du spectre ne permet pas d'établir un ordre de grandeur acceptable de  $\Delta M$ .

IV-2-2- Recuit du métal brut.

a/ Recuit isochrones cumulatifs.

La figure 44 montre les variations du maximum du frottement inté-

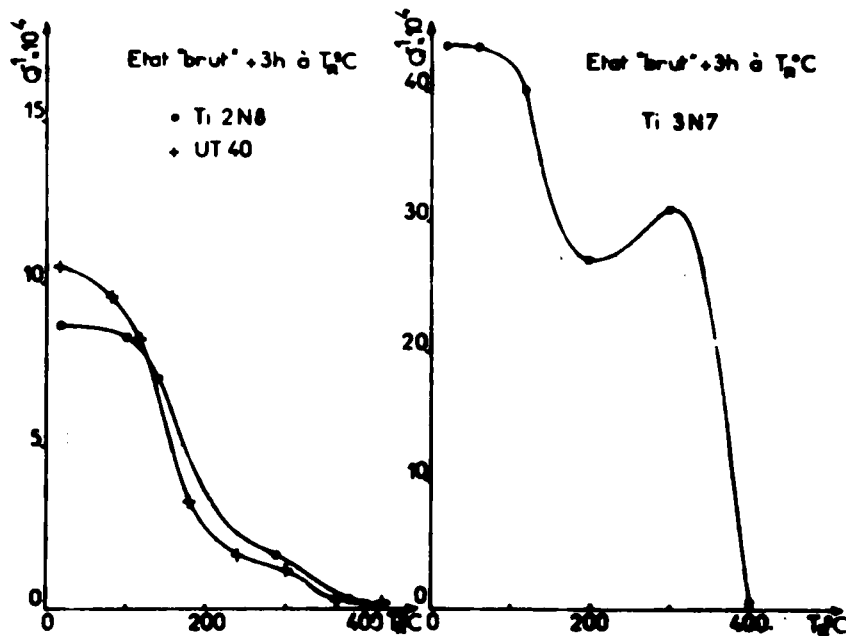


Fig. 44

rieur pour chaque nuance de Titane (sauf le Ti5N de JOHNSON-MATTHEY dont nous avons très peu de spécimens) au cours de recuits cumulatifs de 3 h, et la figure 45 représente l'évolution de la fréquence : le Ti2N8 et UT40 ont toujours un comportement similaire ; la courbe  $Q_m^{-1} = f(T_r)$  du Ti3N7 est sensiblement différente. On peut cependant définir dans tous les cas trois phases d'évolution comparables à celles que nous avons défini pour le Zirconium : une chute de  $Q_m^{-1}$  entre l'ambiante et 200 °C, très importante sur le métal le moins pur, suivie d'un palier ou d'une augmentation entre 200 et 320°C, puis une chute conduisant à la disparition du pic, cette phase étant très prononcée sur Ti3N7 ; dans ce cas on relève après 3 h à 400 °C un pic dont l'amplitude est cent fois plus faible que celle du pic initial (fig. 46). Cependant si l'évolution de la forme et de la température du pic de Ti3N7 peut être comparée à celle du Zirconium brut (fig. 32 et 46) avec une largeur à mi hauteur sen-

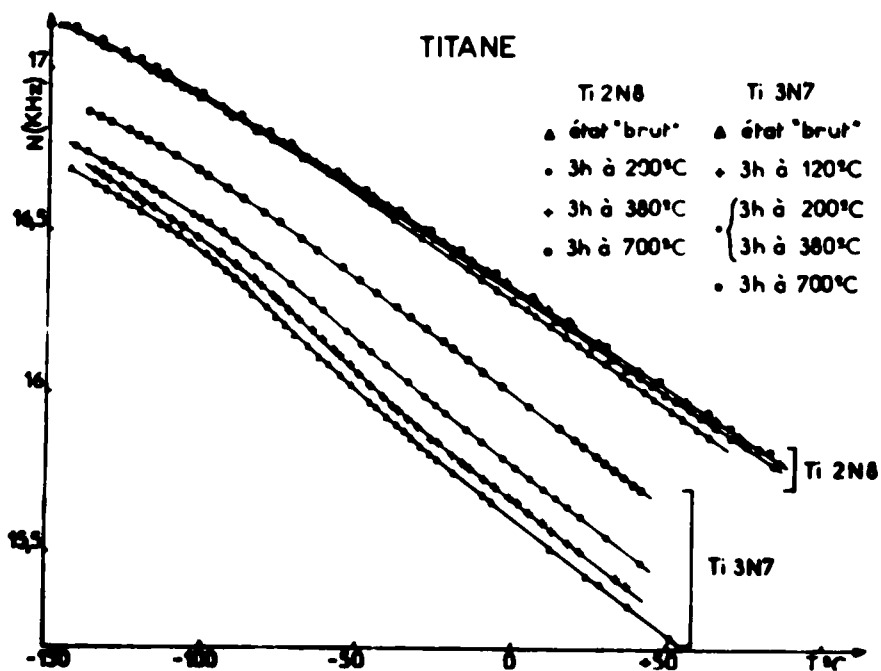


Fig. 45

siblement constante et un sommet se déplaçant peu en température les deux autres nuances ont un comportement différent qui met en évidence l'existence de deux maximums : le maximum "haute température" vers  $-10^{\circ}\text{C}$  décroît rapidement au cours de la première phase mettant en évidence (fig. 47 et 48) un second maximum à une température voisine de celle du pic Ti3N7. Ensuite l'ensemble des deux maximums décroît uniformément au cours de la seconde et de la troisième phase.

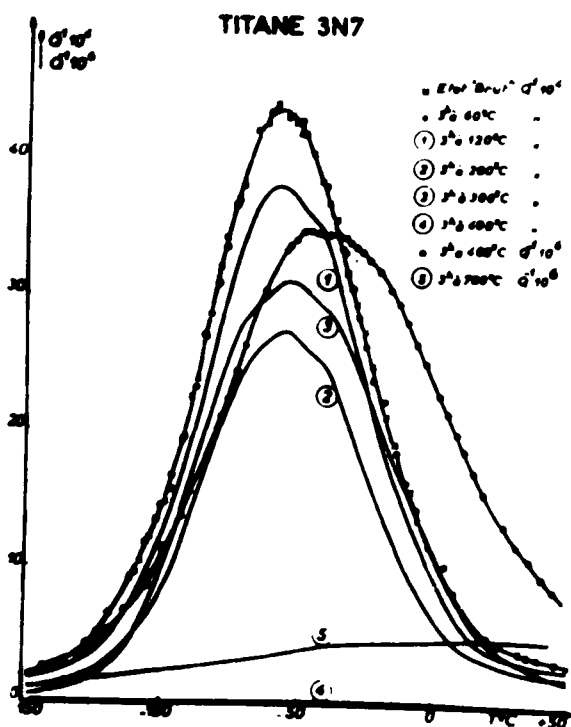


Fig. 46.



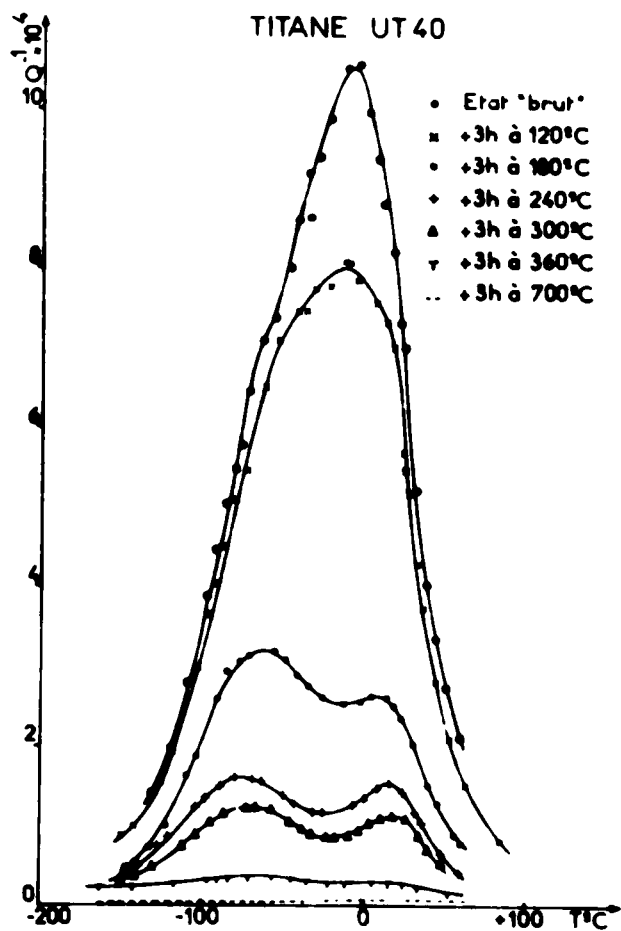


Fig. 47.

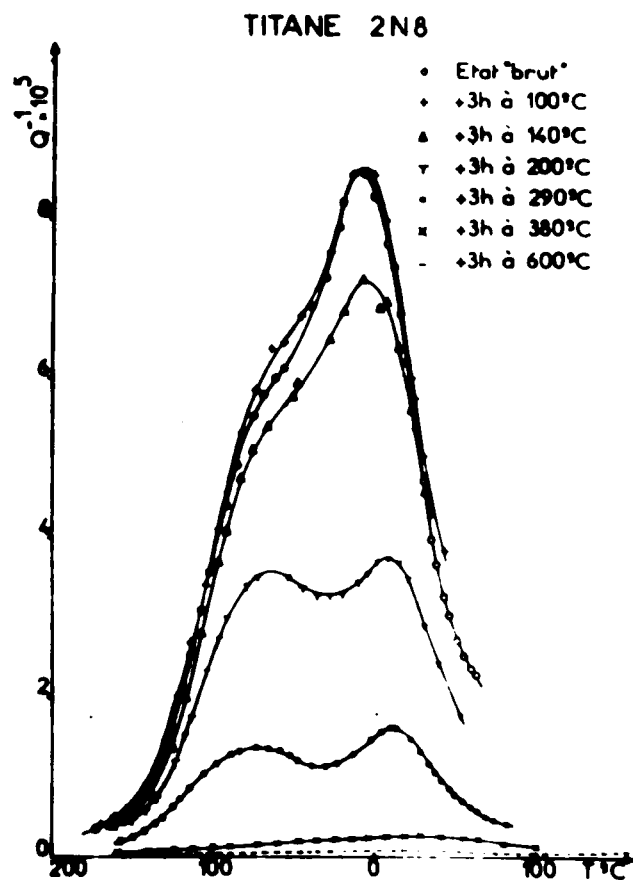


Fig. 48.

b/ Recuits isothermes

Ces recuits ont été réalisés sur un seul échantillon de Ti3N7 à trois températures. 180, 320 et 480 °C et pour trois durées de maintiens 18 mn, 3 h et 30 h (fig. 49). On a utilisé aussi 3 barreaux de Ti2N8, chacun

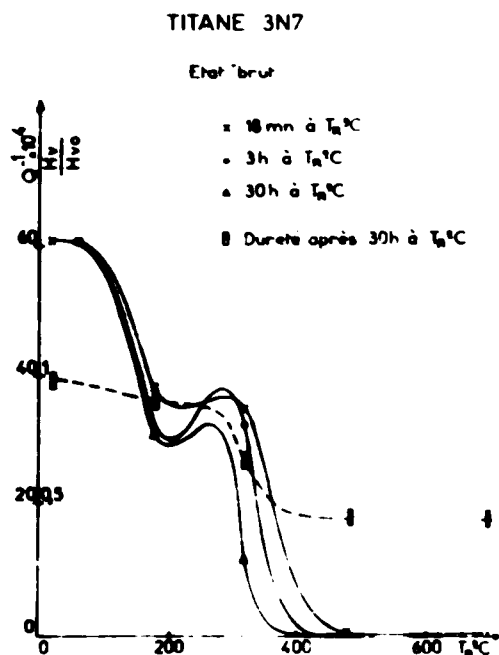


Fig. 49.

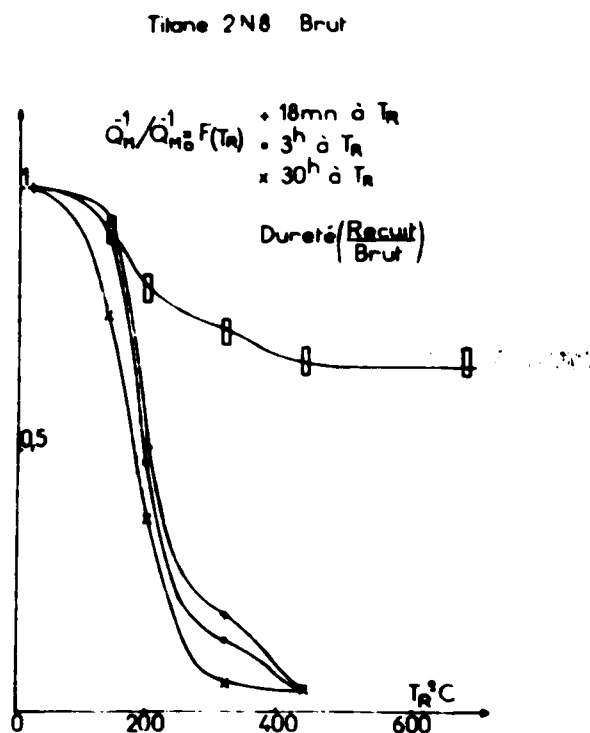


Fig. 50

d'entre eux ayant subi deux séries de recuit (fig. 50). Les courbes sont décalées en température de façon identique à celles obtenues pour le Zirconium, cependant on peut noter que la deuxième phase est moins accusée dans le cas du Titane.

c/ Evolution de la structure

On a reporté sur les figures 49 et 50 la variation relative de la dureté pour les recuits de 30 h à  $T_R$  (le tableau IV-F donne les valeurs de la dureté  $H_v$  pour différents stades du recuit).

Ici encore nous devons noter la similitude de comportement du Titane 3N7 et du Zirconium, se caractérisant par une légère diminution de 15 à 20 % de la dureté avant 200°C qui précède un important revenu de 70 % entre 300 et 400°C ; ce stade est associé à l'apparition d'une ponctuation

	Brut	30 h à 140°C	30 h à 180 °C	30 h à 200°C	18mn à 320 °C	3 h à 320 °C	30 h à 320°C
Ti 08	186		170		161	148	122
Ti 10		193					
Ti 12				176			
Ti 13							155
Ti 14	214						

	18 mn à 440°C	∞ 3h à 440°C	30 h à 440°C	18 mn à 480°C	3h à 480°C	30 h à 480°C	3h à 700°C
Ti 08				97	88	83	76
Ti 10	155	145	137				
Ti 12							147
Ti 13							148
Ti 14							

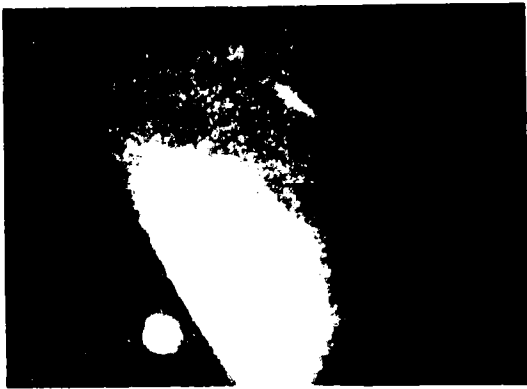
TABLEAU IV-F- Dureté du Titane brut au cours de recuit.

des raies de rayon X (Fig. 51) après un maintien de 30 h à 320°C, et il est alors possible d'effectuer des micrographies montrant des grains très fins (Fig. 51). Cette similitude est confirmée par l'évolution du module correspondant aux courbes de fréquence de mesure (fig. 45) associées aux courbes de frottement intérieur de la figure 46. Dans le cas du Ti3N7 la troisième phase correspond donc au début de la recristallisation. Les recuits à des températures supérieures conduisent à un grossissement des grains

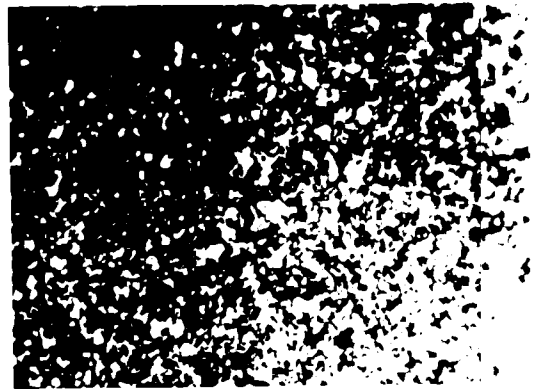


- Fig.51- Ti 3N7 Etat brut

RX : brut + 30 h à 180 °C



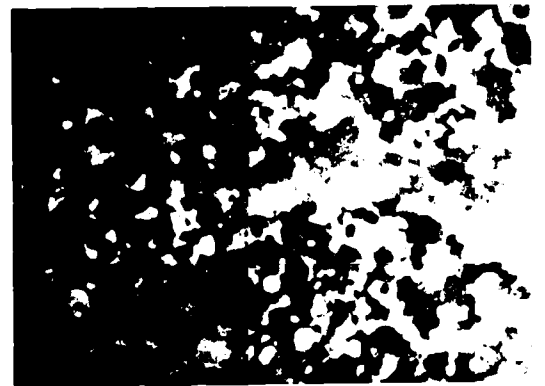
RX : brut + 30 h à 320 °C



Brut + 30 h à 320 °C (G = 700)



RX : brut + 30 h à 480 °C



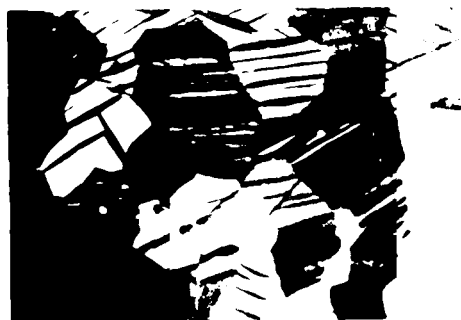
Brut + 30 h à 480 °C (G = 250)



30 h à 140 °C



30 h à 200 °C



30 h à 320 °C



30 h à 440 °C



Fig. 52 - Ti 2N8 - Etat brut  
(Micrographie G = 250)

associé à une diminution de la dureté de 10 à 15 %.

Le Titane 2N8 évolue différemment. Le revenu de dureté est important (environ 60%) au cours de la première phase qui est très accusée (fig. 50) et estompe sensiblement la deuxième phase ; dès 30 h à 140 °C les micrographies (fig. 52) montrent une restauration de la structure du métal qui se poursuit jusqu'à la recristallisation qui s'effectue "in situ" sans germination apparente. Le début de la recristallisation est donc ici bien moins nette que pour le Titane 3N7. Notons que les courbes de fréquence (fig. 45) indiquent une faible variation du module au cours des recuits ; après 3 h à 200 °C on observe seulement une augmentation dans les températures proches de l'ambiante qui est due à la quasi disparition de l'effet de module correspondant au pic de relaxation ; on peut donc en comparant les deux courbes de fréquence à l'état brut et après recuit de 3 h à 280°C, évaluer l'effet de module lié au pic de relaxation à l'état brut ; la valeur relevée de 50 Hz environ conduit à la relation  $Q_M^{-1} = 0,37 \frac{\Delta M}{M}$ , très voisine de celle déjà obtenue pour Ti3N7. A un recuit de 3 h à 700°C correspond une légère augmentation du module à basse température. Les courbes de frottement intérieur pour des recuits de 3 h de 380°C à 700°C (fig. 53) ont un maximum apparent vers + 20 °C et deux maximums relatifs à - 70 et - 20°C. Elles suggèrent donc l'existence de deux ou trois composantes pour le spectre de Ti2N8. Après le recuit de recristallisation de 3 h à 700°C le frottement intérieur est inférieur à  $5 \cdot 10^{-6}$  pour tous les échantillons ; les micrographies montrent des grains de taille variable où les mâcles ont totalement disparus (fig. 54).

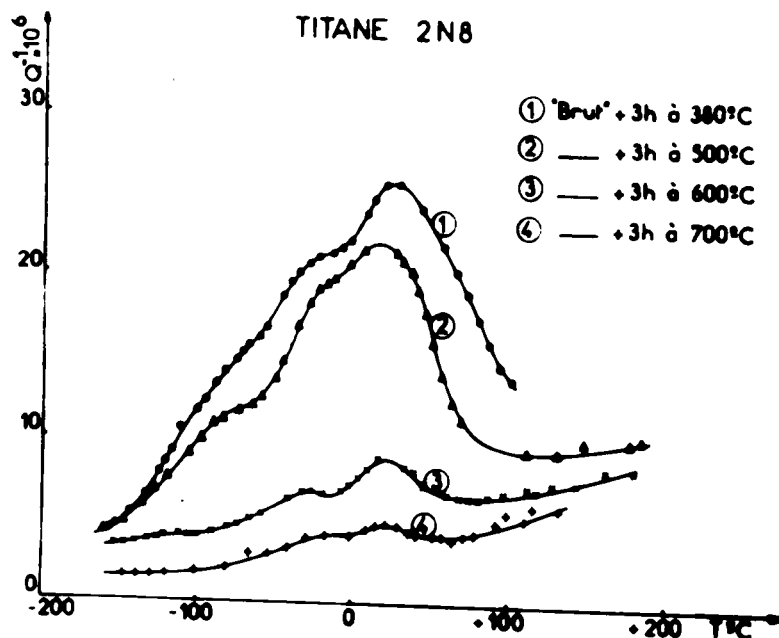


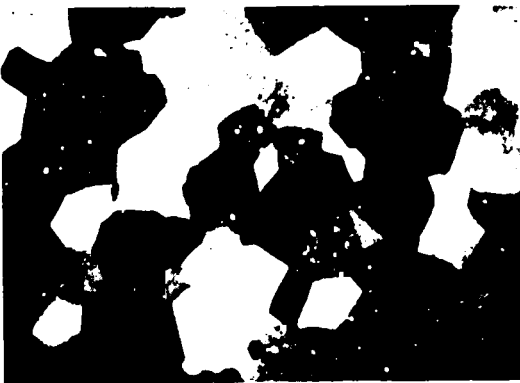
Fig. 53.



Ti 2N8 ( G = 300)



RX : Ti 2N8



Ti 3N7 ( G = 300)



RX : TI 3N7



Ti 5N ( G = 300)

Fig.54 - Titane recuit  
3 h à 700°C.

## CHAPITRE V

### ECROUISSAGE A LA TEMPERATURE AMBIANTE INFLUENCE DES RECUITS

Pour chaque métal nous exposons les résultats obtenus pour différents taux et modes d'écrouissage ; nous analysons ensuite l'influence de recuits isochrones et isothermes, identiques à ceux effectués sur le métal brut, dans le cas d'une déformation par traction conduisant à un allongement permanent de 10%.

#### V-1- ZIRCONIUM

##### V-1-1- Ecroissage

Le tableau V-A rassemble les résultats obtenus sur différents spécimens de Zirconium. Dans tous les cas on observe un pic  $P_2$  d'allure asymétrique (le flanc haute température ayant la pente la plus forte) dont l'amplitude croît (fig.55) et le sommet évolue vers les basses températures, quand le taux de déformation permanente  $\epsilon_p$  augmente (fig. 56 et 58). De ces résultats ressortent les principaux points suivants :

- le sommet du pic est toujours à une température supérieure à celle du métal brut.

- l'allure asymétrique du pic est plus accentuée pour les faibles taux de déformation et les fréquences les plus élevées. La forme du pic obtenu après laminage (fig.60) se rapproche de celle observée à l'état brut (fig. 28).

- l'amplitude du pic varie beaucoup d'un échantillon à l'autre. Cependant le Zr 4N de la première série présente toujours les pics les plus faibles tandis que Zr4N deuxième série et Zr2N7 conduisent à des pics

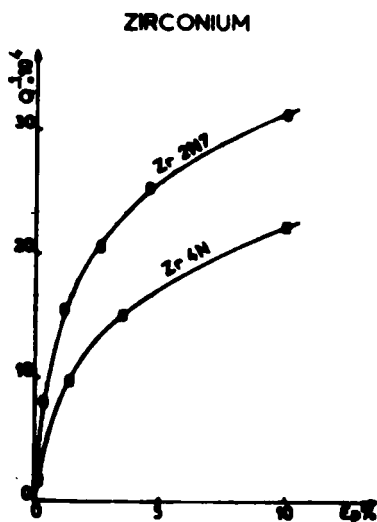


Fig. 55.



Echantillon	Pureté	Mode de déformation	taux %	$\sigma_M$ kg/mm <sup>2</sup>	$N_M$ (Hz)	$10^4 \cdot Q_M^{-1}$	$T_M$ C
Zr 05	4 N	C	0	2,4	19 800	0,86	~ - 30
		C	0	5,3	19 800	1,00	~ - 30
		C	0,2	6,4	19 870	1,80	~ - 25
		C	1,4	10,3	20 140	9,80	- 25
		C	3,5	14,4	20 700	15,00	- 26
		L	30		848	41,6	- 81
		T	10		17,2	828	26,4
Zr 06	4 N	C	1,06	9,5	19 950	5,0	- 23
		C	3,7	14	20 530	11,0	- 25
Zr 07	4 N	T	10	23,6	22 200	22,6	- 32,5
Zr 08	4 N	C	0,52	8,3	19 900	4,1	
Zr 09	4 N	T	8,3	20,4	21 300	22,6	- 30
		T	10	22,0	370	21,0	- 74
Zr 10	4 N	T	10	18,7	21 850	28,0	- 34
Zr 12	2 N7	C	0,36	10,3	19 690	8,0	- 18
		C	2,56	14,6	20 200	20,6	- 25
		T	10,0		21 400	31,4	- 32
Zr 13	2 N7	C	1,02	12,7	19 520	15,5	- 19
		C	4,50	20,5	20 280	25,6	- 25
Zr 14	2 N7	T	10,0	14,5	20 250	42,5	- 27
Zr 15	2 N7	T	10,0	15,3	21 820	40,8	- 25
Zr 16	2 N7	T	14,0		1,06	22	-120
					17	28	- 99
Zr 17	2 N7	T	10	14,7	21 150	47,0	- 17
Zr 21	4N 2 <sup>e</sup> série	T	10		15 600	53,8	- 17

TABLEAU V-A - Zirconium écroui à la température ambiante.

Mode de déformation : T = traction ; C = compression ; T = torsion.

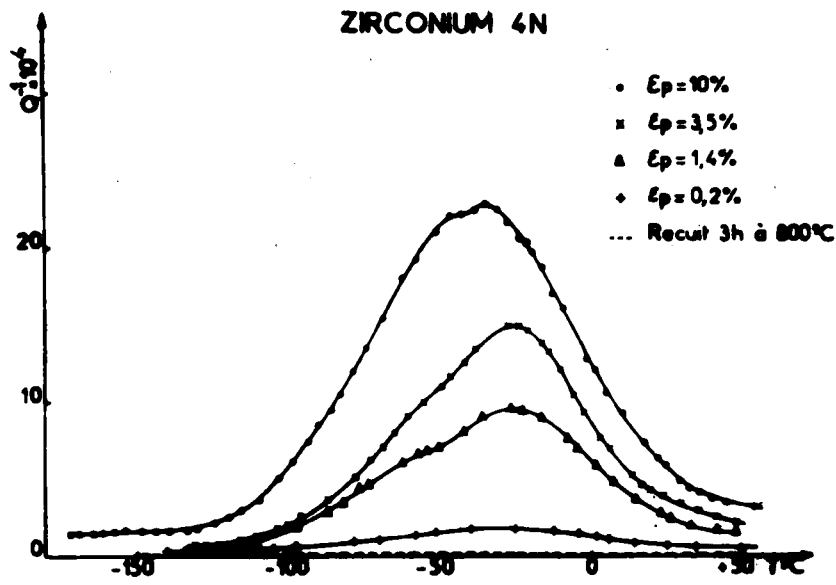


Fig. 56

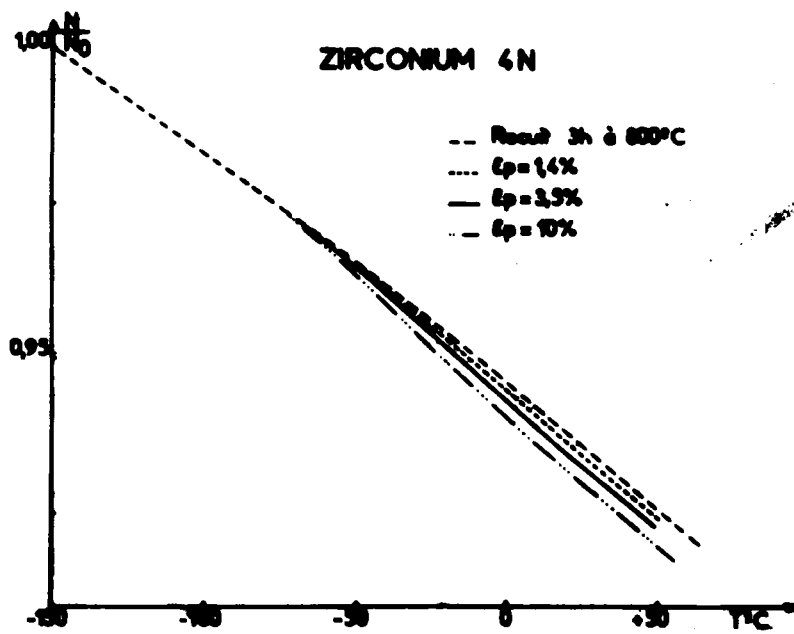


Fig. 57

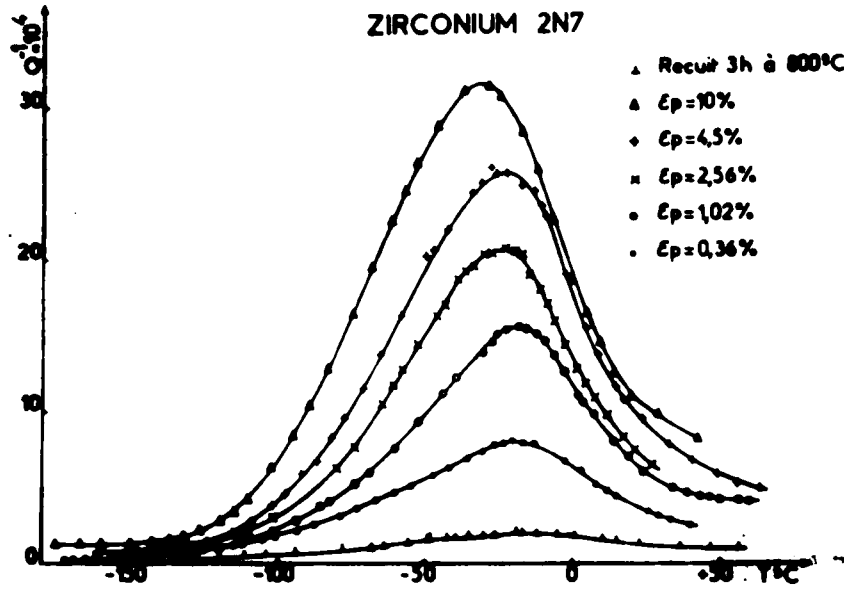


Fig. 58

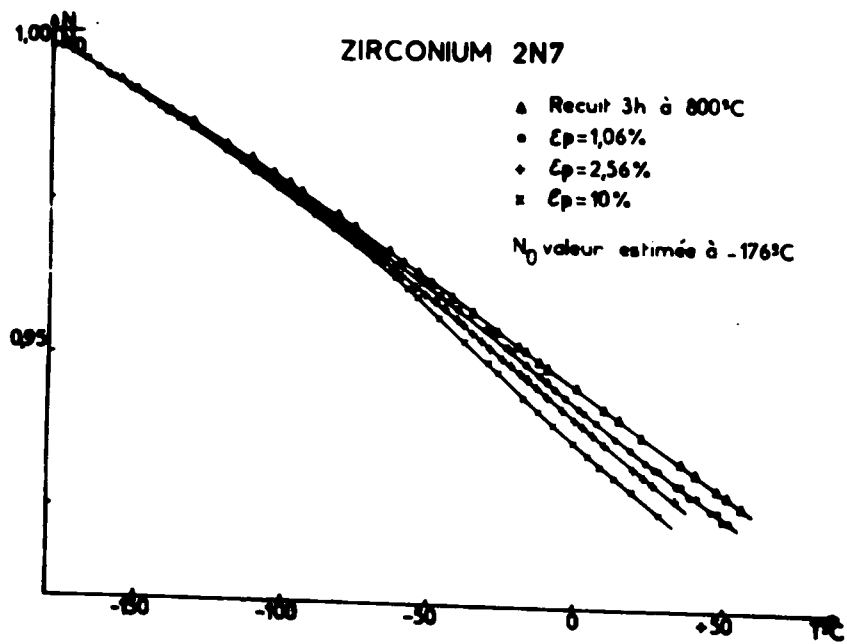


Fig. 59

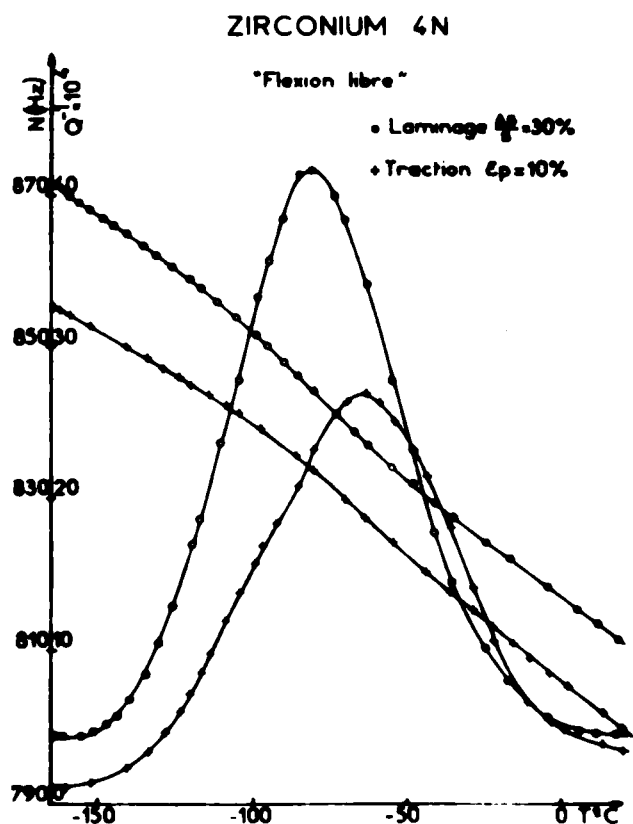


Fig. 60

approximativement deux fois plus intenses.

- la température du maximum apparent est d'autant plus élevée que l'amplitude  $Q_M^{-1}$  est grande pour un même taux de déformation.

- la valeur de la contrainte maximale de déformation  $\sigma_M$  est plus élevée pour les échantillons ayant les pics les moins hauts.

- les courbes de variations de la fréquence (fig. 57 et 59) permettent d'évaluer l'effet de module associé au pic  $P_2$ . Le rapport entre  $Q_M^{-1}$  et  $\frac{\Delta M}{M}$  varie de 0,3 pour  $\epsilon_p = 1\%$  à 0,15 pour  $\epsilon_p = 10\%$  et réaugmente pour atteindre 0,4 après laminage.

- le déplacement du maximum apparent permet d'évaluer la valeur moyenne de l'énergie d'activation et du facteur de fréquence ; on obtient pour chaque nuance :

	$H_{ev}$	$\nu_0 \text{ s}^{-1}$
Zr 2N7	$0,35 \pm 0,02$	$10^{12} \pm 0,4$
Zr 4N	$0,42 \pm 0,04$	$6 \cdot 10^{12} \pm 0,7$

Les deux derniers points montrent que  $P_2$  ne peut être assimilé à un pic de DEBYE ; de plus sa largeur à mi-hauteur est considérable et très variable avec les conditions de déformation.

L'allure assymétrique, encore plus accusée lorsque l'on porte  $Q^{-1}$  en fonction de  $10^3 T^{-1}$  (figure 61), nous amène à envisager l'existence de

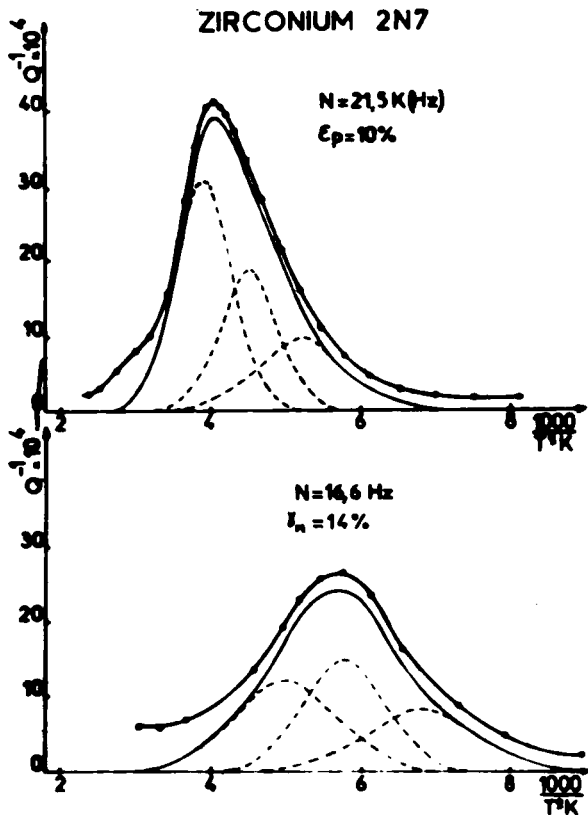


Fig. 61.

rents cas :

$$H_A = 0,58 \pm 0,04 \text{ ev}$$

$$H_B = 0,45 \pm 0,03 \text{ ev}$$

$$H_C = 0,42 \pm 0,04 \text{ ev}$$

plusieurs composantes symétriques; Dans tous les cas, le Pic  $P_2$  a pu être défini à l'aide de trois pics  $P_A$ ,  $P_B$  et  $P_C$  dont la largeur à mi-hauteur et la température du sommet demeurent sensiblement constantes pour une fréquence donnée. Les deux exemples de la figure 61 représentent les spectres du Zr2N7 déformé de 10 % en traction à 21,5 KHz et déformé de 14 % en torsion à 16,6 Hz.

Si l'on porte sur un graphique le logarithme de la fréquence en fonction de  $T^{-1}$  (Fig.62), la pente des droites obtenues et l'ordonnée à l'origine nous donnent respectivement les valeurs moyennes de l'énergie d'activation et du facteur de fréquence avec la relation :

$$\log \nu = \log \nu_0 - \frac{H}{2,3 RT}$$

On obtient ainsi dans les diffé-

$$(\nu_0)_A = 4 \cdot 10^{15} \pm 1$$

$$(\nu_0)_B = 0,3 \cdot 10^{15} \pm 0,8$$

$$(\nu_0)_C = 3 \cdot 10^{15} \pm 1$$

Ces trois composantes sont plus larges qu'un pic théorique de DEBYE ; à 20 KHz le facteur d'élargissement  $\beta$  défini par NOWICK et BERRY [4] est de l'ordre de 2,75 pour  $P_A$ , 1,75 pour  $P_B$  et 3,5 pour  $P_C$ .

Les variations de l'allure et de la température du maximum apparent du pic  $P_2$  en fonction du taux d'érouissage peuvent alors s'expliquer par le comportement différent des trois composantes (fig. 63) ; en effet  $P_A$  passe par un maximum pour  $\epsilon_p \approx 6\%$  tandis que  $P_B$  et  $P_C$  évoluent de façon identique

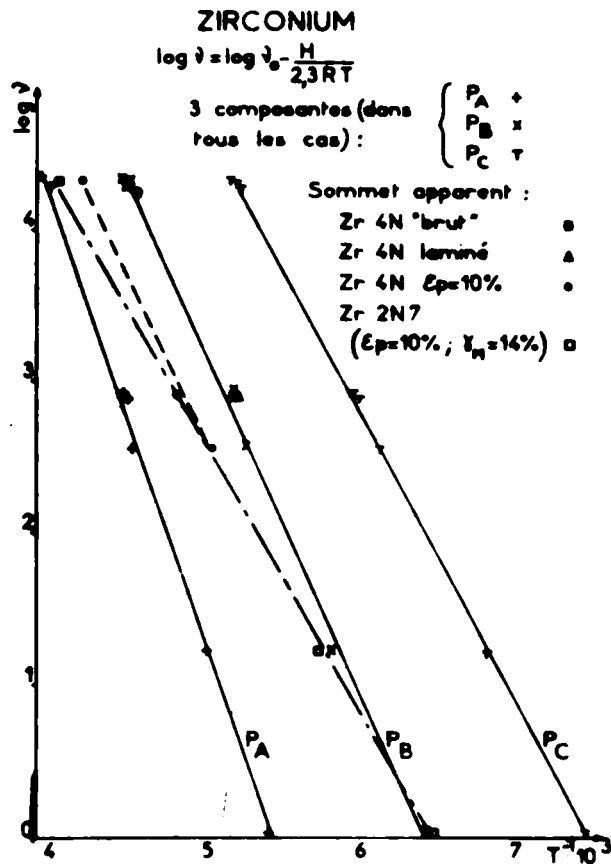


Fig. 62.

échantillon déformé en torsion de  $\gamma_M = 14\%$  et sollicité à 1 Hz.

Un séjour de quelques heures à l'ambiante, ou de quelques minutes à 50 °C suffit à les faire disparaître. Leurs énergies d'activation et facteurs de fréquence ont été évalués comme suit :

	$H_{ev}$	$\nu_0$
$P_\alpha$	$0,54 \pm 0,03$	$0,5 \cdot 10^{13} \pm 05$
$P_\beta$	$0,63 \pm 0,05$	$10^{13} \pm 0,8$

et croissent progressivement jusqu'à un maximum qui semble correspondre à un très fort écrouissage. Les pics obtenus sur les échantillons très déformés se trouvent donc ainsi déportés vers les basses températures ( $P_B$  et  $P_C$  prépondérantes) par rapport aux pics des échantillons peu déformés ( $P_A$  prépondérante).

Nous avons enfin noté la présence de deux pics de faible amplitude ( $\approx 1$  à  $2 \cdot 10^{-4}$ ) sur le flanc haute température de  $P_2$ , déjà observés par HASIGUTI [51] et dénommés  $P_\alpha$  et  $P_\beta$ .

La figure 64 représente ces deux pics sur du zirconium 2N7 dans le cas d'une déformation de 10% par traction d'un barreau vibrant à 20 KHz et dans le cas d'un

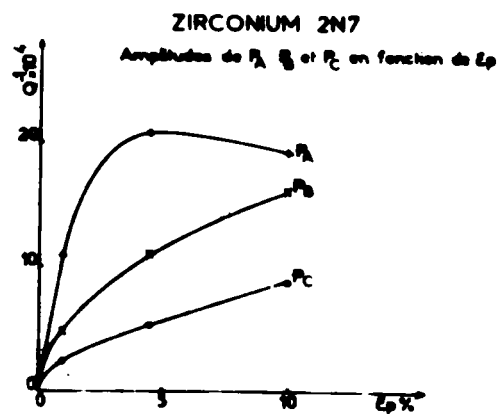


Fig. 63

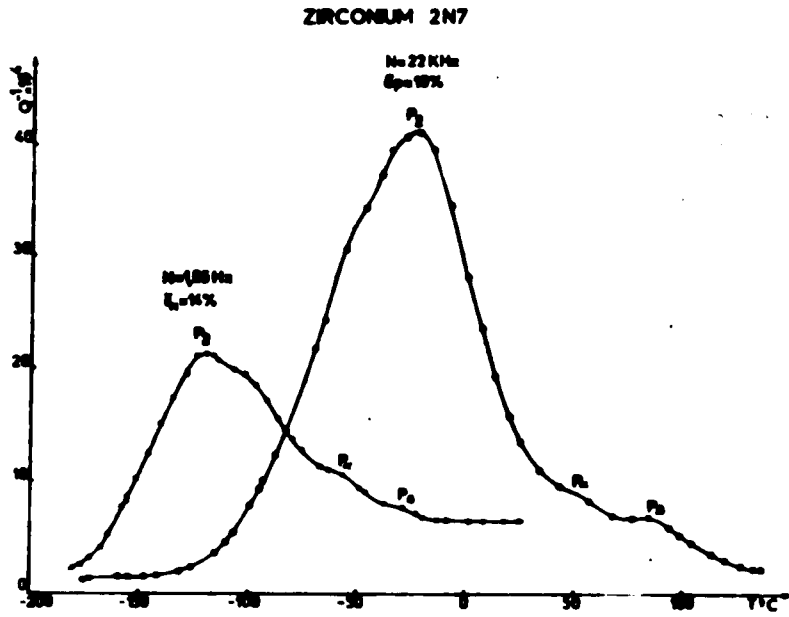


Fig. 64.

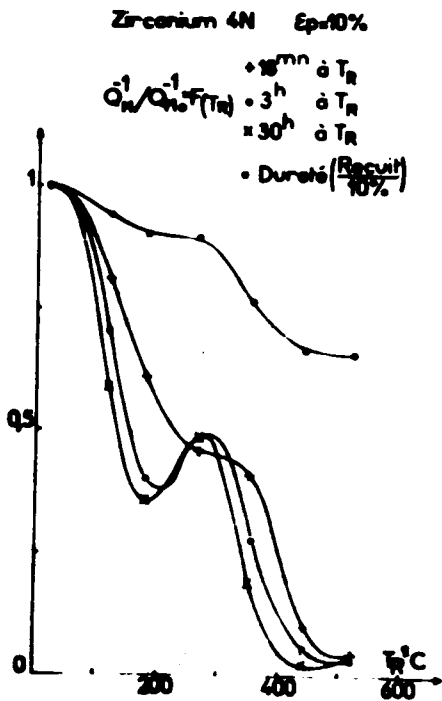


Fig. 65.

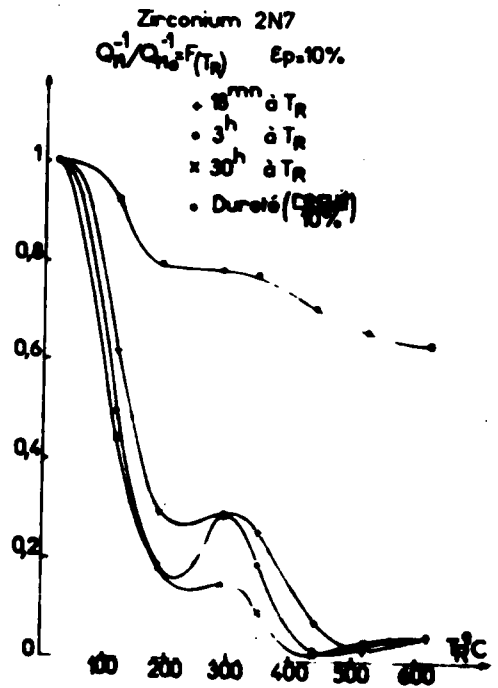


Fig. 66.

V-1-2- Recuits .

a/ Recuits isothermes

Les figures 65 et 66 représentent les isochrones 18 mn, 3 h et 30 h obtenues à partir de recuits isothermes effectués à des températures  $T_R$  comprises entre 60 et 620 °C. On y distingue trois phases d'évolution du rapport  $Q_M^{-1}/Q_0^{-1}$  (indice 0 pour  $\epsilon_p = 10\%$ ) identiques à celles que nous avons définies pour le métal brut ; la première phase est ici plus accusée, en particulier sur le Zr2N7, et le maximum entre les deux dernières phases est à une température sensiblement plus basse.

De même les courbes de dureté ( $H_V/H_V^0$ ) représentées sur les mêmes figures confirment l'importance relativement plus grande de la première phase pour le Zr2N7, le revenu final étant en pourcentage sensiblement égal à 35 % pour les deux nuances. Le tableau V-B indique les valeurs de la dureté pour les différents échantillons utilisés pour ces recuits. La dispersion est importante au sein d'une même nuance, mais on doit noter que les échantillons les plus durs ont les pics les plus faibles (voir Zr 11 et Zr 05 dans le tableau V-A).

b/ Recuits isochrones cumulatifs

Afin d'étudier l'influence du taux de déformation sur la température de recristallisation du Zirconium, nous avons effectués des recuits

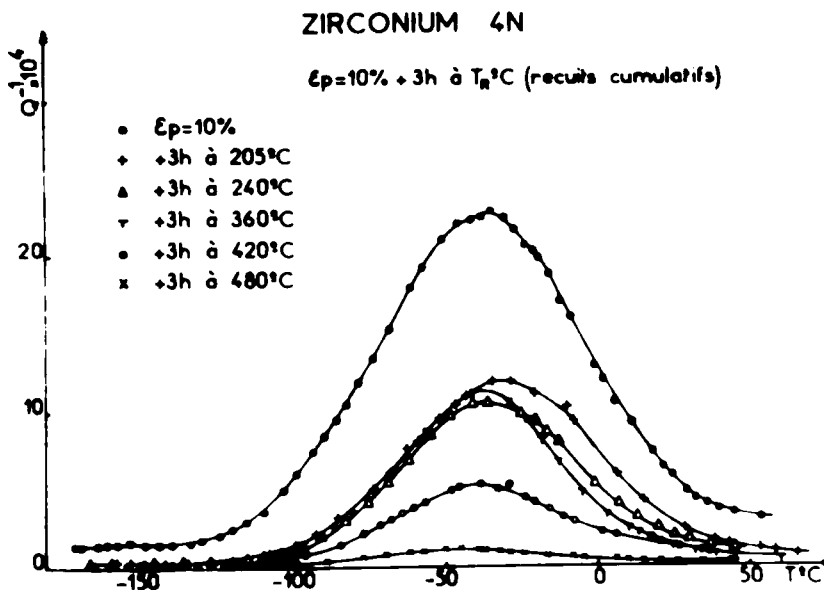


Fig. 67.



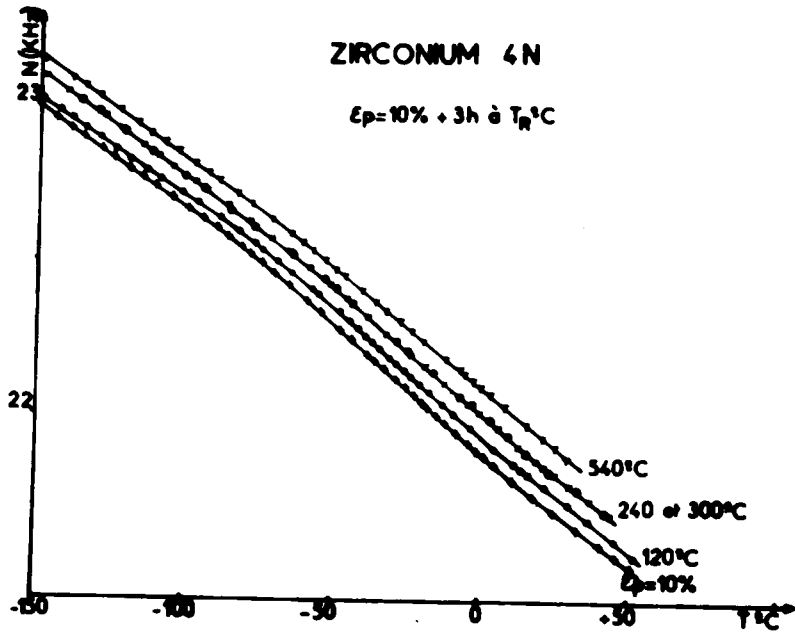


Fig. 68 -

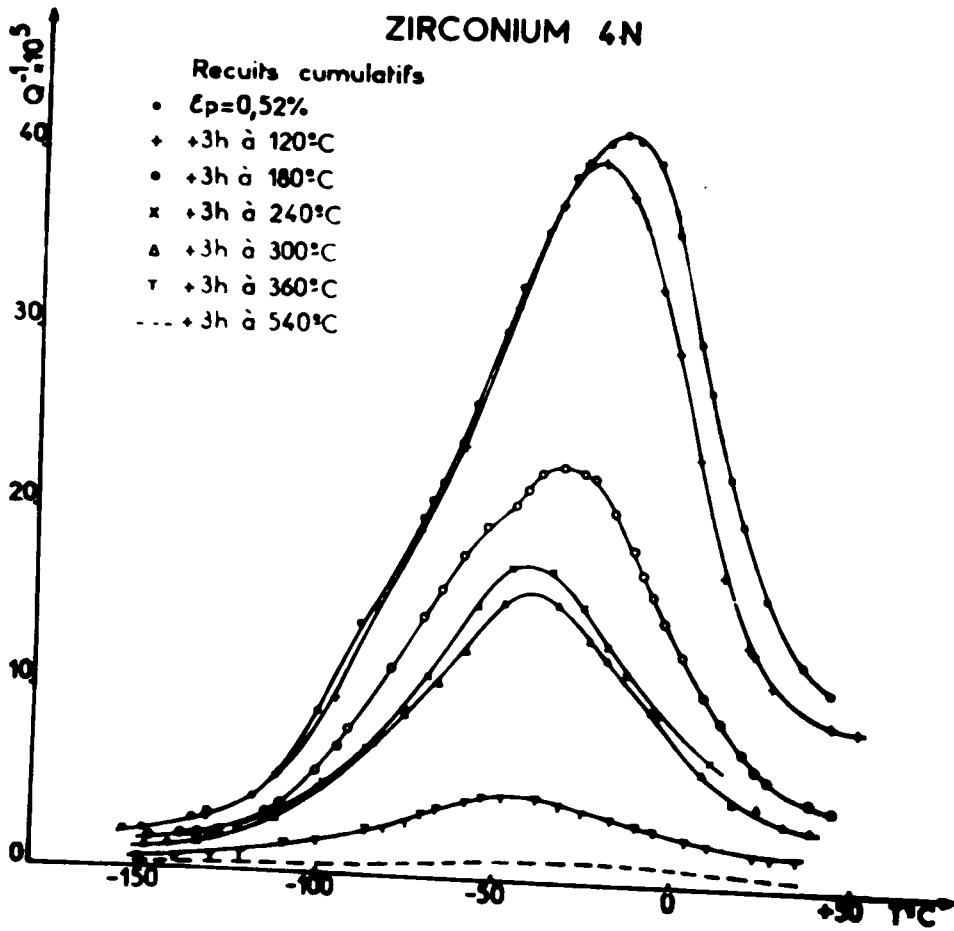


Fig. 69

	3 h 800 °C	$\epsilon_p = 10\%$	laminé	30 h 120 °C	30 h 180 °C	30 h 265 °C	18 mn 350 °C	3 h 350 °C	30 h 350 °C	30 h 440 °C	30 h 520 °C
Zr 05 4N		83	126								
Zr 10 4N	74	94		87			88	79	73		64
Zr 11 4N		115		111		107				82	
Zr 14 2N7	68	93		85			74	72	72		
Zr 15 2N7	78	103			87					71	
ZR 17 2N7	74	99				75*					65

\* 0h à 290 °C

TABLEAU V-B - Dureté du Zirconium à différents stades du recuit après 10% de déformation.

cumulatifs de 3 h sur deux échantillons de Zirconium 4N, l'un déformé de 10% en traction, (fig.67), l'autre de 0,5% (fig. 69) en compression. L'évolution comparée de  $Q_M^{-1}$  dans ces deux cas et celui de l'état brut fait apparaître clairement (fig.70) que la température de recristallisation diminue lorsque la déformation décroît, la deuxième phase n'étant plus qu'esquissée pour  $\epsilon_p = 0,5\%$ .

L'analyse du comportement des trois composantes  $P_A$ ,  $P_B$  et  $P_C$  montre qu'au cours de la première phase la décroissance de  $P_A$  est la plus forte, et qu'au cours de la seconde  $P_C$  et  $P_A$  diminuent ou se stabilisent tandis que  $P_B$  augmente. Au cours de la troisième phase, les trois composantes décroissent simultanément. Pour les recuits aux températures éle-

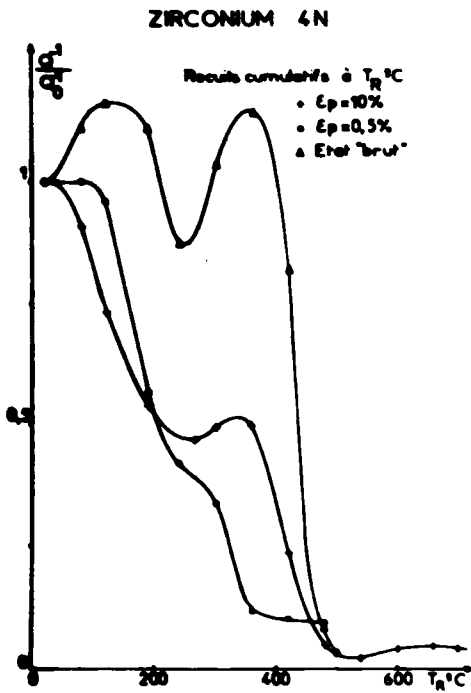


Fig. 70 -

levées ( $> 600\text{ }^\circ\text{C}$ ) une trace de pic demeure culminante au niveau de  $P_A$ .

La figure 68 représente les courbes de module du Zr 4N déformé de 10% au cours du recuit (Fig.67) ; on observe un comportement identique à celui du métal brut. Le tableau V-C compare les évolutions relatives de la dureté, du module à basse température du fond continu, et de l'amplitude du pic  $P_2$ .

	Dureté		Module à basse $T^\circ\text{C}$		$Q_{fc}^{-1}$ à basse $T^\circ\text{C}$		$Q_M^{-1}/Q^{-1}_{10\%}$	
	Zr 4N	Zr2N7	Zr 4N	Zr2N7	Zr 4N	Zr2N7	Zr 4N	Zr2N7
1ère phase	30%	55%	60%	40%	75%	60%	+65%	+85%
2ème phase	-	-	-	-	-	-	-15%	-
3ème phase	70%	45%	40%	60%	25%	40%	+50%	+15%

TABLEAU V-C - Zirconium -  $\epsilon_p = 10\%$

La deuxième phase doit donc correspondre à un palier d'une centaine de degré ( $\approx 200$  à  $300^\circ\text{C}$ ) où la densité de dislocation et les contraintes internes ne varient pratiquement pas ; cependant l'évolution du métal nous amène à observer au début de la troisième phase des pics d'allures sensiblement identiques pour tous les états de déformation, dont l'amplitude dépend bien sûr du taux d'écroutissage, la température du maximum demeurant proche de  $-40^\circ\text{C}$ .

### V-1-3- Evolution de la structure.

#### a/ après écroutissage.

Les micrographies de la figure 71 représentent la structure de la nuance du Zr 2N7 pour différents taux de déformation permanente  $\epsilon_p$  obtenus à partir de l'état recristallisé (3 h à  $800^\circ\text{C}$  - Zr 4N conduit à des résultats similaires). On voit que le nombre de macles (de type  $10\bar{1}2$ ) augmente avec  $\epsilon_p$ , les grains demeurant assez bien définis jusqu'à 10% de déformation ; par contre, après laminage ( $\Delta e/e = 30\%$ ), on observe une structure extrêmement tourmentée sans aucune trace de la structure initiale.

#### b/ recuit

Après 30 h à  $190^\circ\text{C}$  ( Fig.72) les micrographies de Zr 2N7 montrent une restauration de la structure d'écroutissage, tandis que les diagramme de rayon X (fig.73) n'indiquent pas d'évolution du métal. Par contre, après 30 h à  $290^\circ\text{C}$ , si les micrographies demeurent sensiblement identiques, au cours de la seconde phase les diagrammes de RX mettent en évidence la formation de taches striées. Après 30 h à  $350^\circ\text{C}$  cette évolution s'accroît, les micrographies montrent des anciens grains où le nombre de macles diminue et de nouveaux petits grains en cours de croissance. Un maintien de 30 h à  $620^\circ\text{C}$  provoque un grossissement important des grains et la disparition des macles.

La comparaison de ces observations et de celles que nous avons précédemment faites sur le métal brut montre que le métal pur écroui recristallise in-situ, tandis que de fortes déformations conduisent à une recristallisation par germination. L'état déformé de 10% correspondrait alors à un état intermédiaire.



Recuit 3 h à 800 °C



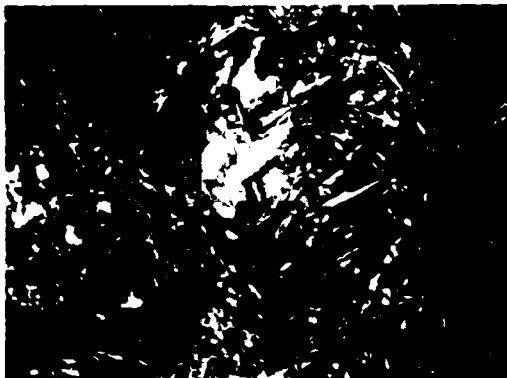
$\epsilon_p = 2,5\%$



$\epsilon_p = 4,5\%$



$\epsilon_p = 10\%$

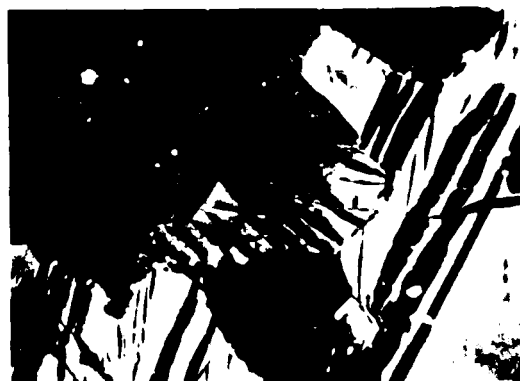


Laminée  $\frac{\Delta e}{e} = 30\%$

Fig. 71 - Ecroûissage de  
Zr 2N7 (G = 300)



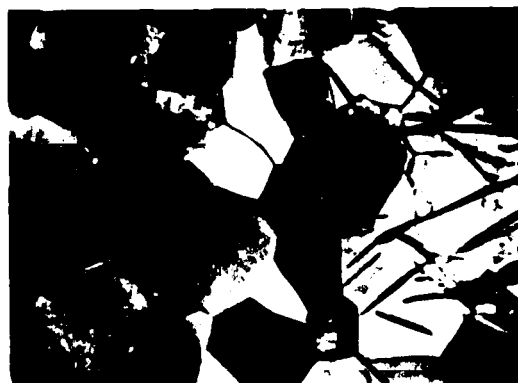
$\epsilon_p = 10\%$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 100 \text{ °C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 290 \text{ °C}$



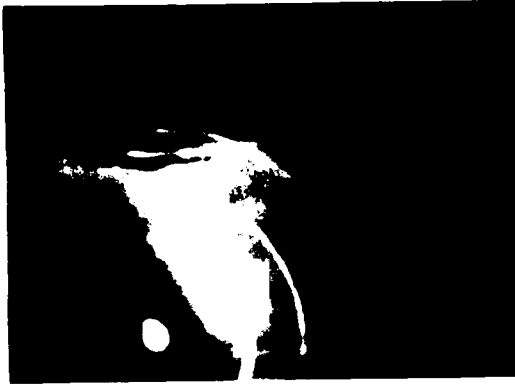
$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 350 \text{ °C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 620 \text{ °C}$

Fig. 72 - Zr 2N7

$\epsilon_p = 10\%$  par traction  
( $G = 300$ )



$\epsilon_p = 10\%$



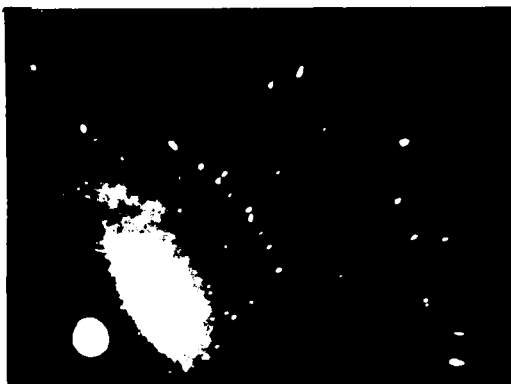
$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 190 \text{ °C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 290 \text{ °C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 350 \text{ °C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 620 \text{ °C}$

Fig. 73 - Zr 2 N 7

$\epsilon_p = 10\%$  par traction  
Rayons X

## V-2- TITANE

Les quatre nuances de Titane ont subi les mêmes traitements que le Zirconium. Seuls les recuits du Ti 5N JOHNSON-MATTHEY ont été limités à une série de recuits cumulatifs de une heure sur un échantillon unique.

### V-2-1- Ecrouissage.

Le tableau V-D rassemble les résultats obtenus sur le Titane déformé à la température ambiante. On observe dans tous les cas un large pic, d'allure fortement asymétrique, similaire au pic du Titane 2N8 brut. L'amplitude et la température du sommet sont très sensibles à la pureté du métal.

L'amplitude du pic croît avec le taux de déformation ; elle est d'autant plus grande que la contrainte de déformation est plus faible (fig.74).

La température du maximum de frottement intérieur est relativement stable pour une nuance donnée si le taux de déformation permanente demeure inférieur à 10% (en traction) (Fig.75 et 77). Par contre, si l'on compare les pics obtenus sur les quatre nuances pour 10% de déformation (fig. 78) on constate que le pic est plus large et plus élevé quand le métal est plus pur, et que la position du sommet est fortement décalée vers les hautes températures.

Par contre, à partir d'une certaine teneur en impureté le pic devient stable : Ti 2N8 et le Titane UT 40 présentent des pics similaires.

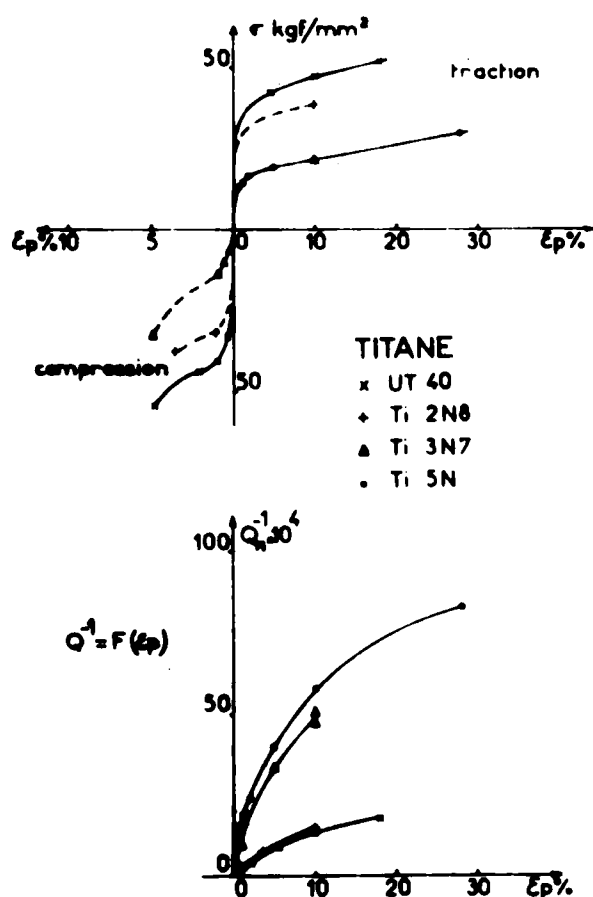


Fig. 74.



Echantillon	Pureté	taux %	Mode de déformation	$\sigma_M$ kg/mm <sup>2</sup>	$Q_M^{-1} \cdot 10^4$	$T_M$ °C	$N_M$ Hz
Ti 01	5 N	1,1	T	14,4	19	> + 40	23 600
		10	T	20,0	60	> 30	23 800
Ti 02	5 N	0,5	T	13,0	15,5	> 50	23 900
		5,0	T	19,1	40	> + 30	23 100
Ti 03	5 N	2,0	T	16,6	24,0	> 40	23 600
		10	T	21,5	58	> 30	22 100
		28	T	29,8	83	23	21 500
Ti 04	3 N7	0,85	C	13,8	9,5	-27 à - 7	16 200
		4,9	C	33,4	31	- 3,5	16 800
		10,0	T		31,8	-38,5	1 050
		$\frac{\Delta L}{L} = 30,0$	L		71	- 54	1 055
Ti 05	3 N7	0,2	C	6,6	1,8	> - 27	16 300
		10	T	21,3	51	- 7	16 950
Ti 06	3 N7	0	C	4,3	0,28	-37 à - 2	16 150
		0,5	C	10,4	3,9	> - 24	16 250
Ti 07	3 N7	10	T	21,7	34,6	- 10	16 600
Ti 08	3 N7	10	T		46,5	- 10	17 350
Ti 08/3	3 N7	10	T	19	27,2	- 51	423
Ti 20/2	3 N7 2 <sup>e</sup> série	10	T	28,3	28	- 60	460
Ti 21	3 N7 2 <sup>e</sup> série	10	T	27,6	21	- 17	17 400
Ti 22	3 N7 2 <sup>e</sup> série	$\gamma_n = 14$	$\otimes$		11,8	- 106	1,15
Ti 09	2 N8	1,0	C	32	2,1	- 34	16 700
		3,5	C	37,5	7,5	- 34	17 600
Ti 11	2 N8	10	T	37,2	13,4	- 25	17 000
Ti 12	2 N8	10	T	38	15,2	- 28	17 650
Ti 13	2 N8	10	T	38	13,0	- 23	17 130
UT 03	UT 40	0,35	C	33,5	0,9	- 45	16 900
		2,1	C	43,8	4,8	- 35,5	17 100
UT 04	UT 40	0,9	C	40,8	2,0	- 38	16 900
UT 05	UT 40	10	T	47,1	13,6	- 27,5	17 350
UT 06	UT 40	4,8	C	54,4	8,5	- 25	17 500
UT 07	UT 40	4,5	T	42,1	9	- 26,5	17 500
UT 08	UT 40	18,0	T	51,5	17,6	- 28	17 250

TABLEAU V-D - Titane écroui à la température ambiante.

Mode de déformation : T - traction ; C - compression ;  $\otimes$  - Torsion ; L - laminage.

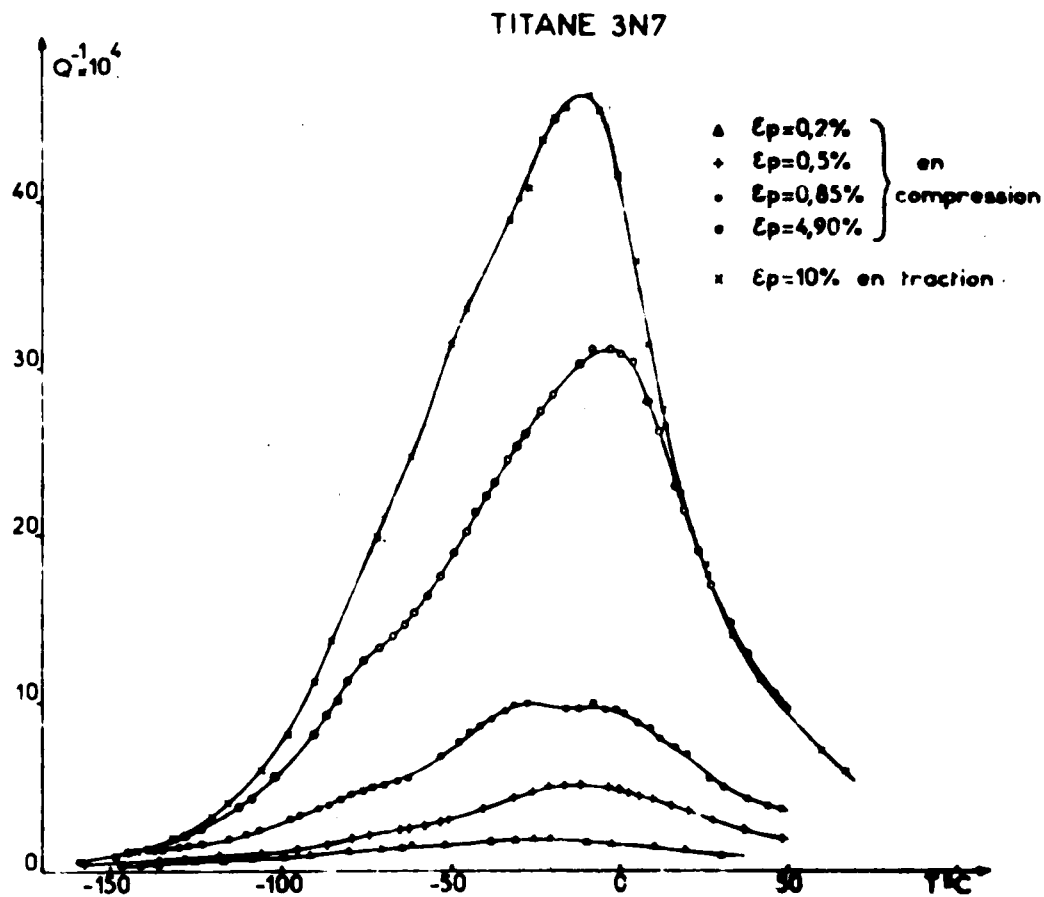


Fig. 75 -

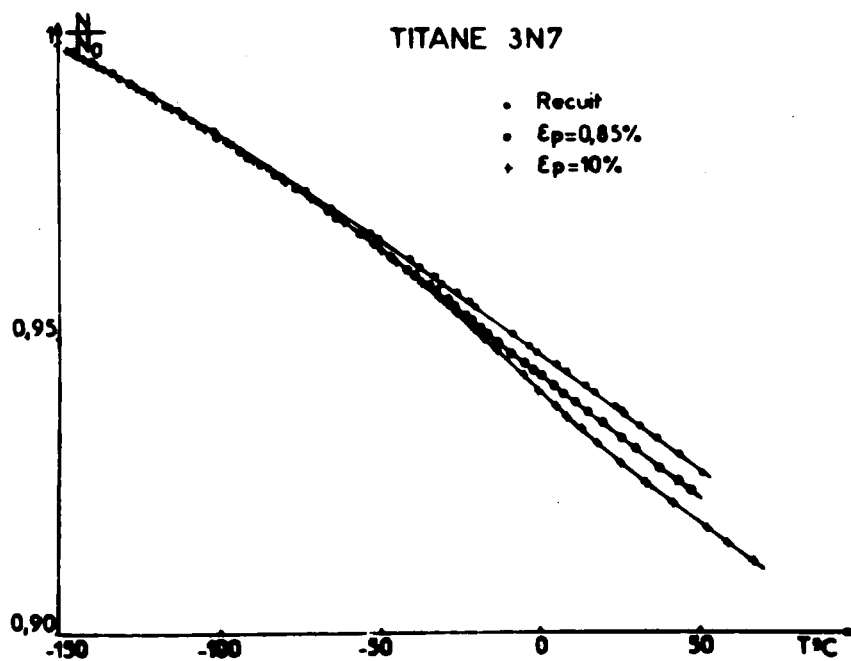


Fig.76 -

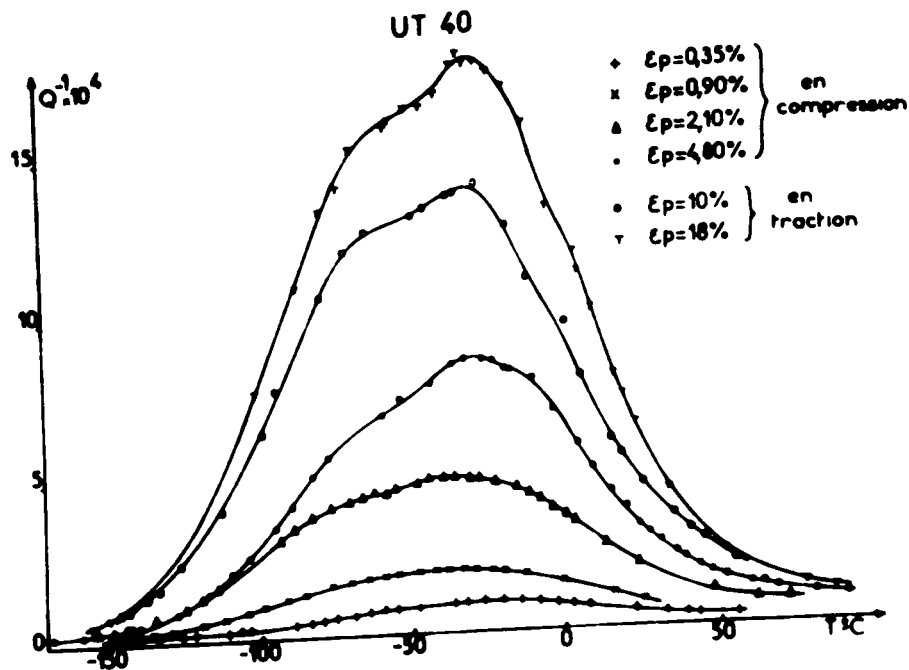


Fig. 77 -

La variation du module correspondant au pic est difficile à évaluer du fait de la largeur du pic et de la variation de la pente de la courbe de fréquence en fonction de la température. Mais dans tous les cas on observe un effet de module tel que  $Q_M^{-1}$  demeure bien inférieur à  $\frac{1}{2} \frac{\Delta M}{M}$ . La figure 76 montre l'évolution de la fréquence au cours des mesures de frottement intérieur de Ti 3N7 (fig. 75).

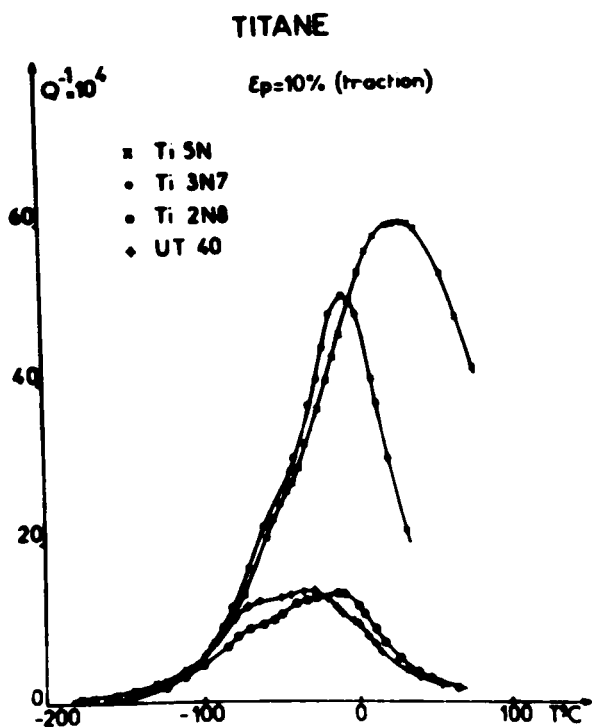


Fig. 78 -

Des essais à différentes fréquences (fig. 80) effectués sur Ti 3N7 et Ti 2N8 ont permis d'évaluer les valeurs moyennes de l'énergie d'activation et du facteur de fréquence à partir du déplacement du sommet apparent du pic pour un même taux de déformation. On obtient ainsi les valeurs suivantes :

dans tous les cas :  $H = 0,41 \pm 0,04$  ev.

$$v_o = 0,1 \cdot 10^{12 \pm 1,5} \text{ pour Ti 5N}$$

$$v_o = 0,4 \cdot 10^{12 \pm 1} \text{ pour Ti 3N7 1ère série}$$

$$v_o = 1,2 \cdot 10^{12 \pm 0,8} \text{ pour Ti 3N7 2ème série}$$

$$v_o = 2 \cdot 10^{12 \pm 1,2} \text{ pour Ti 2N8 ( et UT 40)}$$

Le facteur de fréquence dépend donc de la pureté du métal d'un ordre de grandeur de 10.

Comme pour le Zirconium nous avons essayé de considérer le pic  $P_2$  sous la forme de trois composante symétriques en fonction de l'inverse de la température. La figure 79 correspond au Ti 3N7 déformé de  $\epsilon_p = 10\%$ , à 17,5 KHz, et de  $\gamma_M = 14\%$ , à 1,15 Hz. Il est difficile de préciser l'amplitude et la position de  $P_C$  surtout à basse fréquence.

La figure 80 où le logarithme de la fréquence est porté en fonction de  $1000/T$  donne pour ces mêmes taux de déformation les énergies d'activation respectives :

$$H_A = 0,40 \pm 0,03 \text{ ev et}$$

$$H_B = 0,26 \pm 0,02 \text{ ev.}$$

le facteur de fréquence varie avec la pureté du métal.

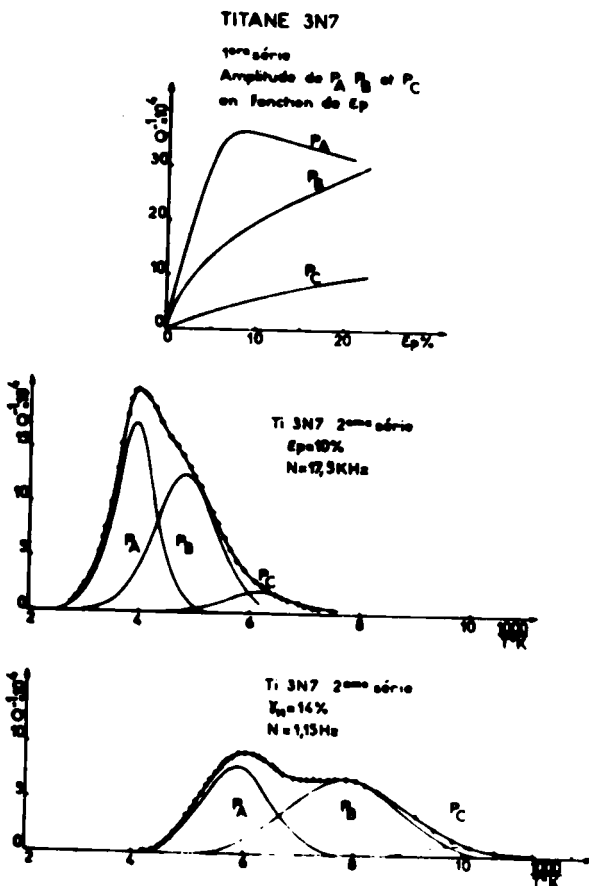


Fig. 79 -

	Ti 3N7 1ère Série
$v_{oA}$	$0,1 \cdot 10^{12 \pm 1}$
$v_{oB}$	$1,4 \cdot 10^{10 \pm 0,6}$
	Ti 3N7 2ème Série
$v_{oA}$	$1,2 \cdot 10^{12 \pm 0,8}$
$v_{oB}$	$3 \cdot 10^{10 \pm 0,6}$

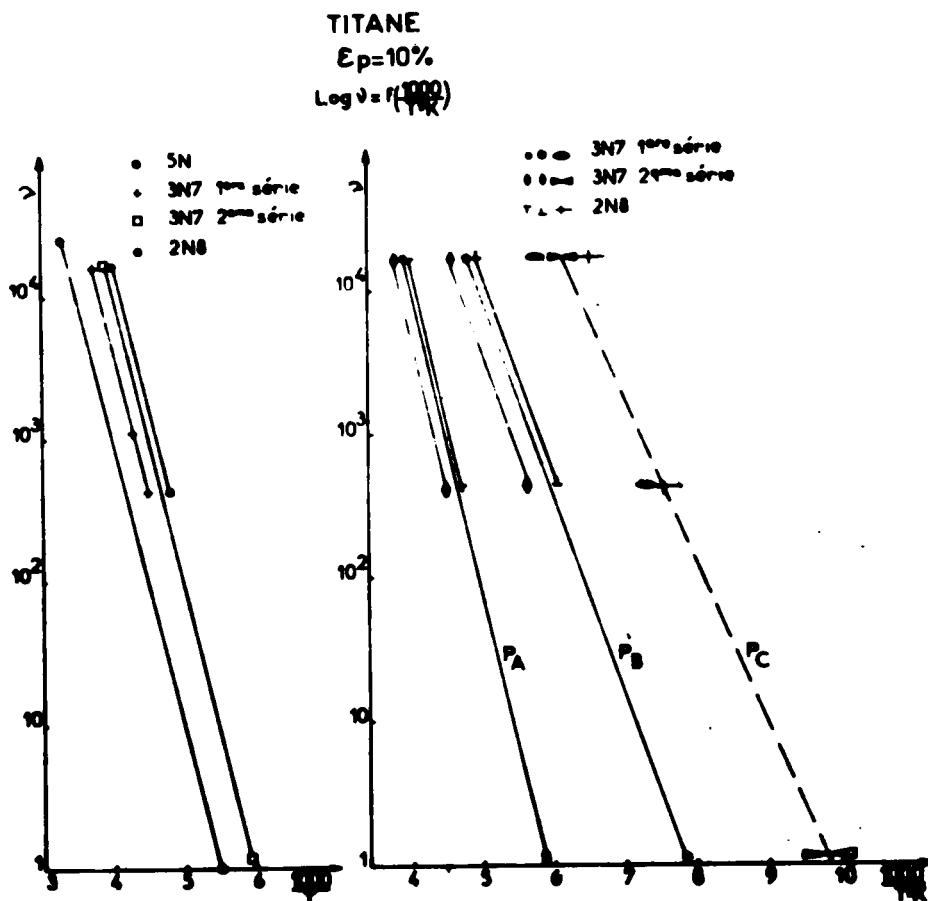


Fig. 80 -

	Ti 2N8
$\nu_{oA}$	$2 \cdot 10^{12} \pm 1$
$\nu_{oB}$	$5 \cdot 10^{10} \pm 0,6$

Le déplacement du sommet du pic pour de forts taux de déformation est mis en évidence par la figure 81 ; les pics obtenus sur Ti 3N7 brut, déformé de 10% par traction et écroui par martelage (30% de réduction de la section) ont sensiblement la même amplitude tandis que le sommet se déplace

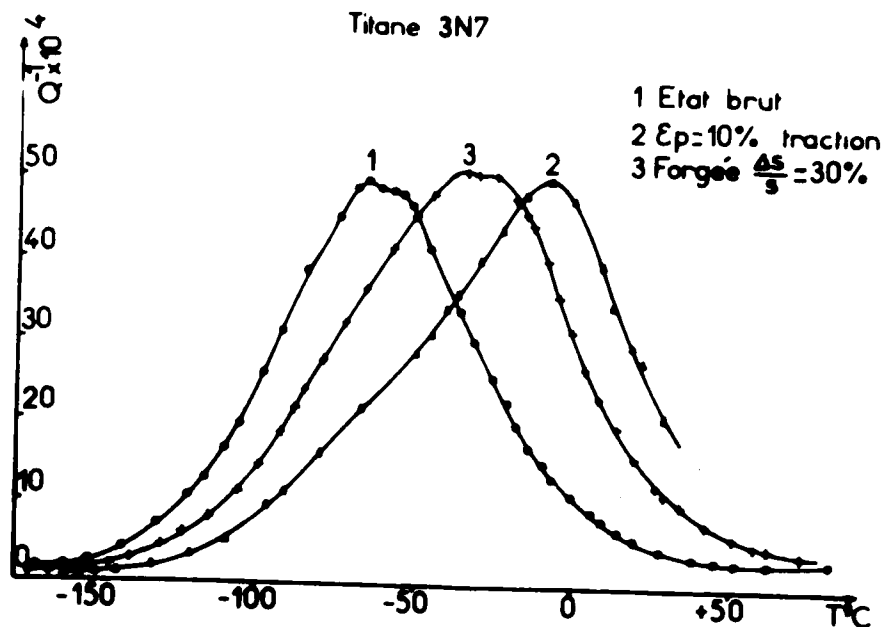


Fig. 81 -

de plus de 50 °C. Ce comportement du pic pourrait, comme pour le Zirconium, être expliqué par l'évolution différente des composantes en fonction de l'é-crouissage. En fait une telle évolution s'avère ici insuffisante et une varia-tion du facteur de fréquence est aussi nécessaire pour expliquer une aussi forte variation de la température du maximum de frottement intérieur. Dans le cadre de cette hypothèse on obtient :

$$v_{oA}(\text{brut}) \approx 0,3 v_{oA}(10\%) \text{ et } v_{oB}(\text{brut}) \approx 0,5 v_{oB}(10\%)$$

$P_A$  passant par un maximum entre 5% et 10% de déformation dans le cas de Ti 3N7(Fig. 80).

A titre indicatif une évaluation des caractéristiques de  $P_C$  donne les valeurs suivantes :

$$H_C \approx 0,22 \pm 0,05 \text{ ev et } v_{oC} = 10^{11 \pm 3}$$

Le pic  $P_C$  présente donc, comme le pic  $P_C$  du Zirconium, un comportement très proche du pic  $P_B$ .

Les seules différences notables entre Zirconium et Titane sont les valeurs plus faibles des énergies d'activation obtenues sur le Titane, et la variation de  $v_o$  avec la pureté du métal que l'on met ici en évidence grâce à des échantillons de pureté très différente.

Les micrographies effectuées sur le Ti 5N déformé par traction montrent que la déformation engendre un maclage qui se produit essentiellement



$\epsilon_p = 0.5\%$



$\epsilon_p = 2.5\%$



$\epsilon_p = 5\%$



$\epsilon_p = 10\%$

Fig. 82 : Ti 5N écaoué par traction ( $G = 1000$ ).



$\epsilon_D = 10\%$  en traction



forgé à froid.  $\Delta S/S = 30\%$



Parallèle au plan de laminage



Perpendiculaire au plan de laminage

Laminage  $\Delta e/e = 30\%$

Fig. 83 - Ti 3N7 écroui. (G = 500)



selon les plans  $(10\bar{1}2)$  avec des macles de forme lenticulaire assez épaisses dont le nombre croît quand  $\epsilon_p$  augmente (Fig. 82).

A des écrouissages importants de Ti 3N7, obtenus par laminage ou martelage, correspondent des structures extrêmement tourmentées, sans trace des grains initiaux que l'on distingue encore très nettement après une déformation de 10 % par traction (fig. 83).

Notons l'existence de deux maximums que l'on peut faire correspondre aux pics  $P_\alpha$  et  $P_\beta$  [51] selon la désignation adoptée dans le cas du Zirconium. L'imprécision de leur position ne permet pas d'évaluation correcte de leur caractéristiques.

### V-2-2- Recuits.

#### a/ Recuits isochrones

L'évolution de  $Q_M^{-1}$  pour les quatre nuances de Titane en fonction de recuits isochrones de trois heures (1 h pour Ti 5 N) après une déformation de 10 % par traction est représentée figure 84.

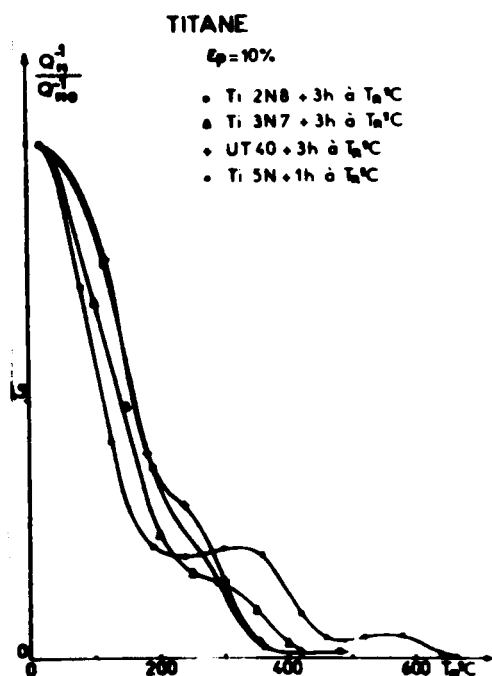


Fig. 84.

Dans tous les cas on observe les trois phases d'évolution définies précédemment sur le Titane brut et le Zirconium. La première phase est ici très prononcée, l'amplitude du pic diminuant de plus de 80 %, et la seconde phase est assez peu marquée, surtout pour les nuances 2N8 et UT 40. Au cours du recuit le pic décroît beaucoup plus rapidement sur le flanc haute température surtout sur le métal le plus pur (fig. 85 et 86). Il semble donc que la composante haute température soit plus affectée par le recuit.

Dans le cas particulier de Ti 3N7 des recuits ont été effectués après 0,5 % de déformation. La figure 87 montre la variation de la température de recristallisation entre le métal brut, déformé de 10%

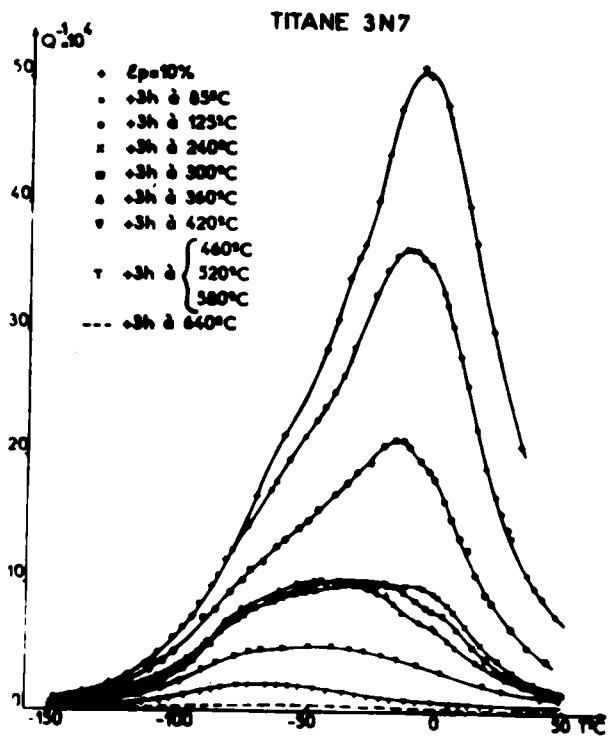


Fig. 85 -

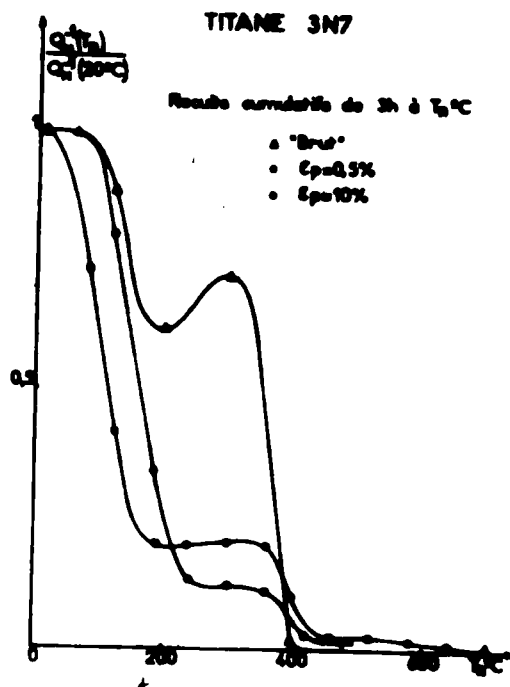


Fig. 87 -

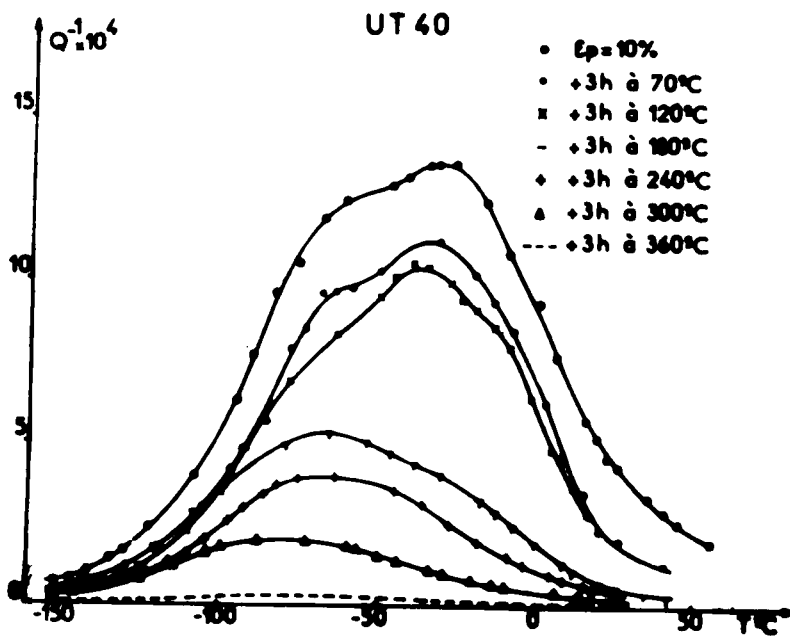


Fig. 86

et de 0,5%. Si l'on considère le point d'inflexion de la chute  $Q_N^{-1}$  au cours de la troisième phase on voit que cette température varie peu avec la déformation contrairement à ce que nous avons observé sur le Zirconium.

b/ Recuits isothermes

Ce type de recuit, effectué sur deux échantillons de Ti 3N7 et trois échantillons de Ti 2N8 a permis d'établir les réseaux d'isochrones 18 mn, 3h et 30 h des figures 88 et 89 auxquelles sont associées les variations relatives de la dureté. Les résultats sont comparables à ceux obtenus sur le Zirconium, le revenu de dureté n'étant ici que de 15% de la valeur après déformation (40% pour Zr). On remarque que le métal le moins pur présente une première phase très prononcée, les deux autres n'étant plus qu'esquissées.

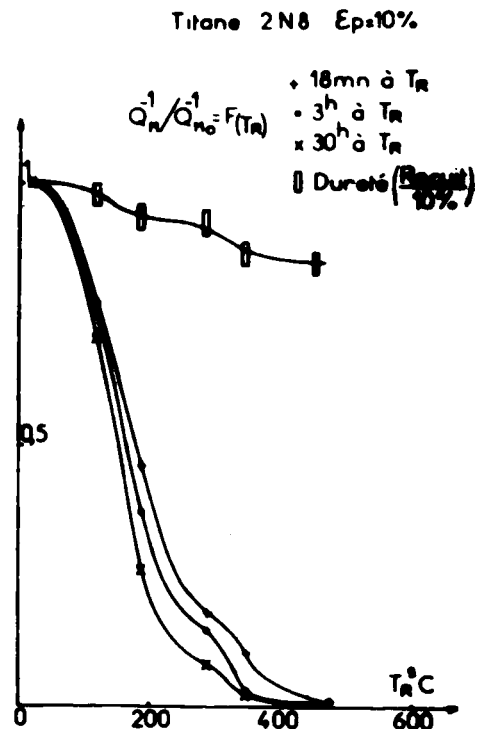
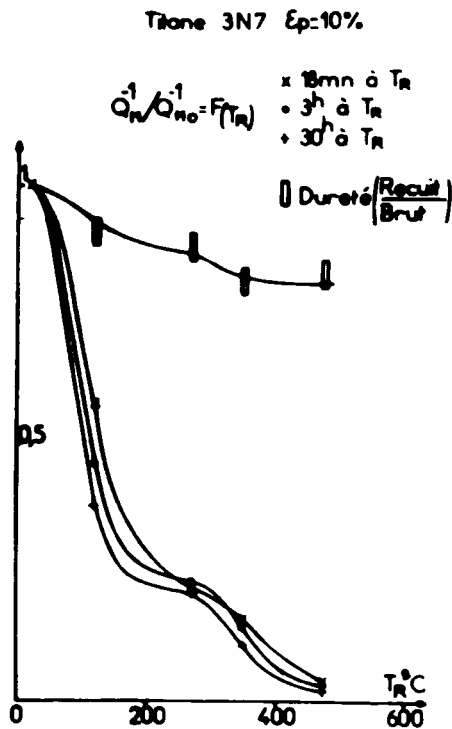


Fig. 88- Recuit  $Q_N^{-1}$ , 18 mn, 3 h, 30 h -Ti 3N7.

Fig. 89 - Recuit  $Q_N^{-1}$ , 18 mn, 3 h, 30 h, Ti 2N8.

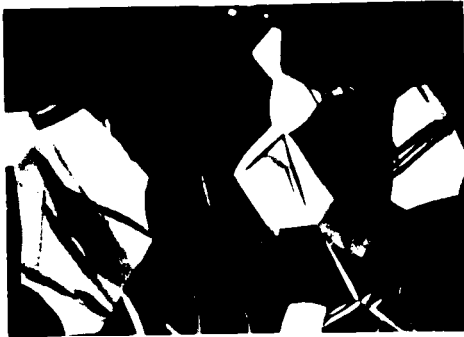
c/ Evolution de la structure

Cette étude a été fait sur les nuances Ti 3N7 et Ti 2N8. Le tableau V-E indique les valeurs de la dureté relevées au cours des recuits

Ti 3N7	10%	30 h à 120 °C	18 mn à 270 °C	3 h à 270 °C	30 h à 270 °C	18 mn à 350 °C	3 h à 350 °C	30 h à 350 °C	18 mn à 475 °C	3 h à 475 °C	30 h à 475 °C
Ti 07	109	95				90	90	87			
Ti 08	88		81	79	78				80	78	77

Ti 2N8	10%	30 h à 120 °C	30 h à 190 °C	30 h à 290 °C	18 mn à 350 °C	3 h à 350 °C	30 h à 350 °C	18 mn à 480 °C	30 h à 480 °C	3 h à 620 °C
Ti 11	159	158			146	150	136			
Ti 12	153		144					131	128	
Ti 13	158			152						133

TABLEAU V-E- Dureté du Titane déformé de 10 % au cours du recuit.



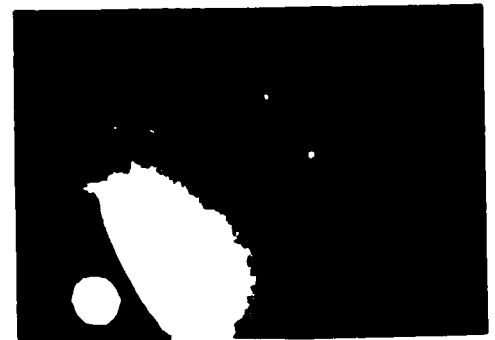
$\epsilon_p = 10\%$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 120 \text{ }^\circ\text{C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 270 \text{ }^\circ\text{C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 475 \text{ }^\circ\text{C}$

Fig. 90 - Ti 3N7  $\epsilon_p = 10\%$  par traction et recuits  
(Micrographie G = 250 ).



$\epsilon_p = 10\%$



$\epsilon_p = 10\% + 18 \text{ mn } 350^\circ\text{C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 350^\circ\text{C}$



$\epsilon_p = 10\% + 30 \text{ h à } 480^\circ\text{C}$

**Fig. 91 - Zr 2N7 - Déformé de 10% par traction et recuit  
( micrographie G = 250 )**

isothermes. La nuance la moins pure présente ici une dureté nettement plus élevée (50%) contrairement à ce que nous avons observé sur le Zirconium.

Les examens micrographiques et radiocristallographiques (fig. 90 et 91) effectués au cours de ces recuits montrent l'évolution de la structure du métal à partir de l'état déformé. Ce dernier correspond à un état maculé (macles  $(10\bar{1}2)$ ) où la recristallisation primaire s'opère in situ à partir de 300 °C environ. La recristallisation secondaire qui correspond au grossissement des grains intervient vers 480 °C.

### V-3- CONCLUSION.

Les deux nuances de Zirconium et celles du Titane que nous avons étudiées donnent des spectres de frottement intérieur qui présentent de grandes similitudes de comportement en fonction de la déformation et du recuit ; ces résultats suggèrent que les pics étudiés résultent d'un mécanisme identique. Les différences les plus importantes entre les deux métaux sont les suivantes :

- l'énergie d'activation du Titane est globalement inférieure à celle du Zirconium.

- les facteurs de fréquences associés au pic du Titane sont nettement plus faibles.

- le pic du Titane est très sensible à la pureté ; l'amplitude et le facteur de fréquence dépendent aussi du taux de déformation. Cependant des essais sur des échantillons de pureté plus différenciée sur le Zirconium semblent devoir conduire à un résultat identique. Nous pouvons en effet proposer l'exemple du Zirconium allié à 1,6% de Cuivre [59] donnant pour 10% de déformation par traction un pic d'amplitude  $Q_m^{-1} = 18,5 \cdot 10^{-4}$  et culminant à - 57°C à 16,5 KHz ; les facteurs de fréquence correspondant aux composantes  $P_A$  et  $P_B$  ont alors des valeurs environ cinq fois plus élevées que celles que nous avons calculées plus haut.

## CHAPITRE VI

### ECROUISSAGE A BASSE TEMPERATURE

Les écrouissages à basse température ont été effectués selon les deux méthodes indiquées précédemment (paragraphe III-2) : soit par traction dans un bain d'azote liquide sur des échantillons pouvant être sollicités en vibrations transversales (300 à 500 Hz), soit par torsion, sur un pendule basse fréquence (0,5 à 17 Hz) conçu pour effectuer "in-situ" vers  $-185^{\circ}\text{C}$ , la déformation de fines baguettes cylindriques ( $\phi = 3\text{ mm}$ ,  $L = 85\text{ mm}$ ).

L'intérêt de ce type d'écrouissage est de mettre en évidence le rôle joué par les défauts ponctuels introduits dans le métal au cours de la déformation ; en particulier les interstitiels intrinsèques demeurent dans des configurations stables. Nous analyserons donc le comportement des pics de frottement intérieur, du fond continu d'amortissement et du module d'élasticité au cours de montées successives ( $30^{\circ}\text{C/h}$ ) effectuées jusqu'à des températures de plus en plus élevées afin de suivre le revenu du métal.

#### VI-1- ZIRCONIUM

Le spectre de frottement intérieur obtenu sur le Zirconium immédiatement après écrouissage à basse température diffère notablement du spectre relevé sur un échantillon déformé de façon analogue à la température ambiante.

La figure 92 présente les courbes relevées sur le Zr 4N déformé de 10% par traction à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-196^{\circ}\text{C}$ . La deuxième courbe présente deux maximums (à  $-147^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$ ) ; le premier correspond à un pic élané le pic  $P_1$  associé à un effet de module très net, contrairement au second dénommé  $P_3$  qui est moins bien défini.

De ces deux maximums aucun ne coïncide avec le pic  $P_2$  de la première courbe. Par contre, après réchauffage à  $80^{\circ}\text{C}$  (fig. 93) le spectre de frottement intérieur ne présente plus qu'un seul pic, d'allure comparable à celle de  $P_2$ , et culminant à une température voisine ; dans le même temps, le



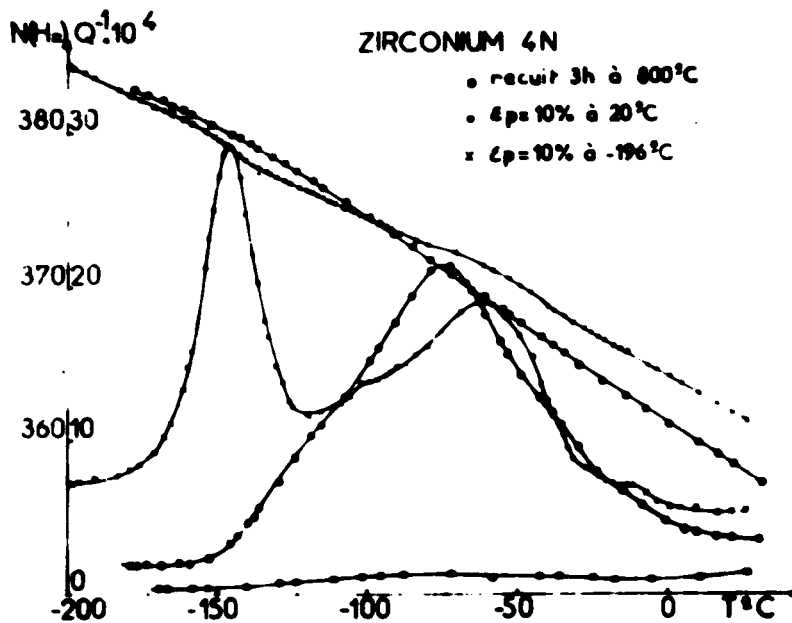


Fig. 92 -

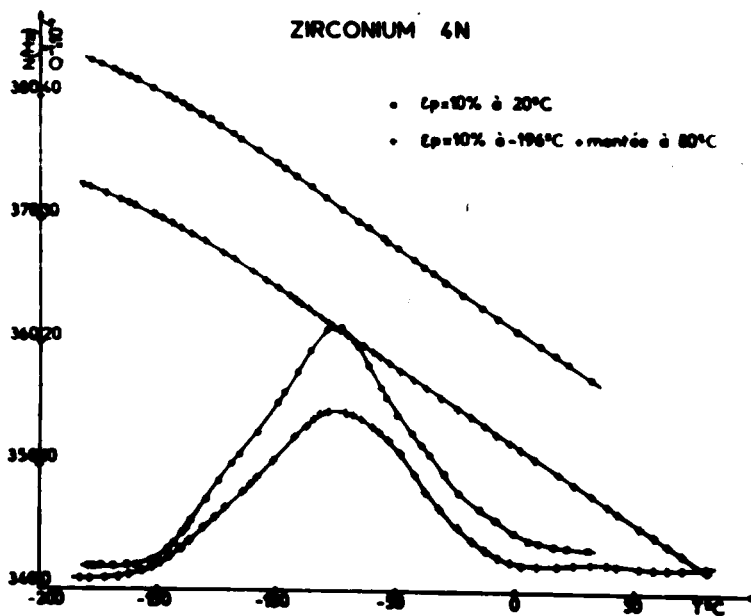


Fig. 93 -

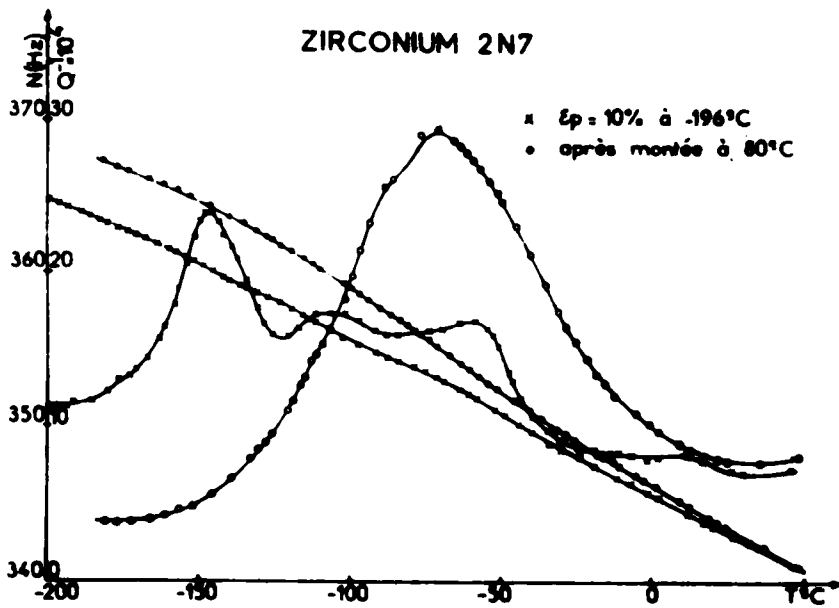


Fig. 94 -

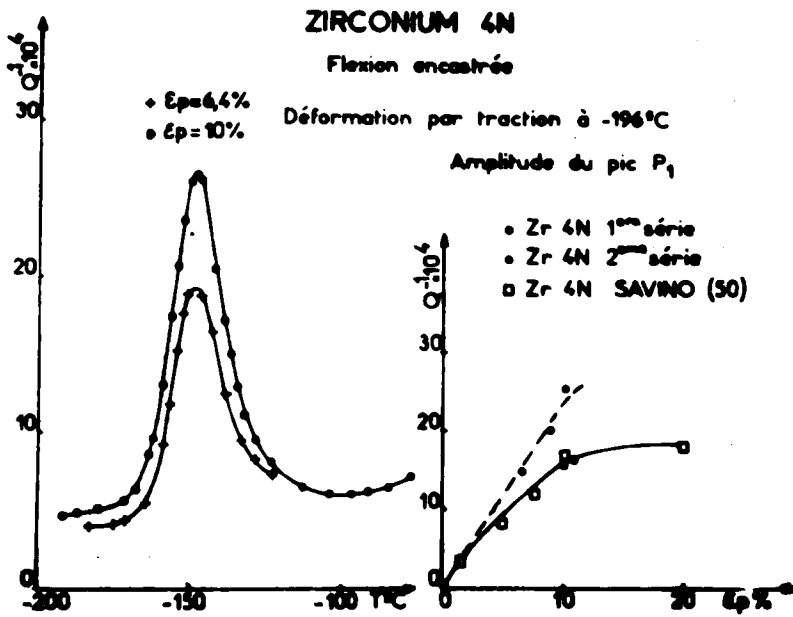


Fig. 95 -

Réf.	Pureté . Ppm en Poids				Traitement Thermique	$\epsilon_p$ ou $\gamma_M$ (%)	$\sigma_M$ Kg/mm <sup>2</sup>	$Q_M^{-1} \cdot 10^4$	$Q_{Pc}^{-1} \cdot 10^4$	T°C <sub>M</sub>	N <sub>M</sub> (Hz)
	Nominal	C+N+O	H	Fe+Hf							
Zr 06/2	4 N	135	3,5	70	3 h à 800°C	6,4	16,2	19,2	15,0	-148	348
Zr 11/1	4 N	135	3,5	70	3 h à 800°C	10	30,5	34,0	26,0	-146,5	368
Zr 10/1	4 N	135	3,5	70	3 h à 800°C	9	28,0	29,2	20,0	-147	379
Zr 22/2	4 N	36	16	230	3 h à 800°C	11	23,2	33,8	16,5	-147,5	336
Zr 20/3	4 N	36	(16)	230	24 h à 1100°C	10	21,6	25,0	16	-147	343
Zr 22/3	4 N	650*	(16)	230	12 h à 1150°C	9	32,0	12,4	7,5	-147,5	338
Zr 13/1	2 N7	< 675	~20	1250	3 h à 800°C	10	31,4	24,0	9,0	-146,5	360
Zr 30/1	2 N7	< 675	~20	1250	3 h à 800°C	10	30,4	29,4	18,0	-147	370
Zr 07	4 N	135	3,5	70	3 h à 800°C	$\gamma_M = 14$		28,0	~13	-172	1,05
Zr 16	2 N7	< 675	~20	1250	3 h à 800°C	$\gamma_M = 14$		18,0	~13	-162	16,6
								19,0	~6	-171	1,05
								17,0	~6	-162	16,6

TABEAU VI A - Pic P<sub>1</sub> du Zirconium (\* Eprouvette chargée de 600 ppm d'oxygène)

module et le fond continu d'amortissement à basse température ont une évolution très importante. On relève ainsi en particulier les points suivants :

- la disparition des Pics  $P_1$  et  $P_2$  et l'apparition d'un pic comparable au pic  $P_2$  après réchauffage à la température ambiante (ou un peu au dessus),

- l'évolution complexe du module au cours de la première montée en température, où l'on remarque tout d'abord l'effet de module associé à  $P_1$ , une augmentation rapide entre  $-100$  et  $-70$  °C et une légère chute vers  $-40$  °C ; la pente de la courbe du module après retour à l'ambiante permet en outre de mettre en évidence au moins trois autres revenus : de  $-180$  à  $-160$  °C, de  $-135$  à  $-150$  °C et de  $-25$  °C à l'ambiante.

- la diminution de près de 75 % du fond continu d'amortissement à basse température.

- le comportement analogue de l'autre nuance de Zirconium (Zr 2n8) représenté sur la figure 94.

Afin d'analyser les différentes phases du métal et le comportement des pics en fonction de la température, nous avons effectués les essais suivants :

- montées successives à des températures croissantes,
- variation de la fréquence de mesure,
- variation du taux de déformation,
- variation de la pureté du métal d'une part en utilisant les nuances à notre disposition, d'autre part sur un échantillon de Zr 4N oxydé.

#### VI-1-1- ETUDE DU PIC $P_1$

Ce pic, mis en évidence pour la première fois par SAVINO [50], n'apparaît donc qu'après écrouissage à très basse température. Son amplitude dépend du taux de déformation  $\epsilon_p$  (fig. 95) et devient constante quand  $\epsilon_p$  devient supérieure à 12% [50] ; elle dépend aussi de la teneur en impureté du métal . Le tableau VI- A regroupe les résultats obtenus sur différents échantillons. Malgré la dispersion observée au sein d'une même nuance il ressort de ces résultats que la présence d'oxygène diminue le pic  $P_1$  ; l'essai réalisé sur l'échantillon Zr 22/3 chargé de 600 ppm en oxygène selon la technique mise au point au laboratoire par GACOUGNOLLE [52], conduit à un pic environ trois fois plus bas que sur l'état initial (Zr 20/3 Fig. 96). Par contre les teneurs en hydrogène et en substitutionnels ne semblent jouer qu'un rôle secondaire sur l'am-

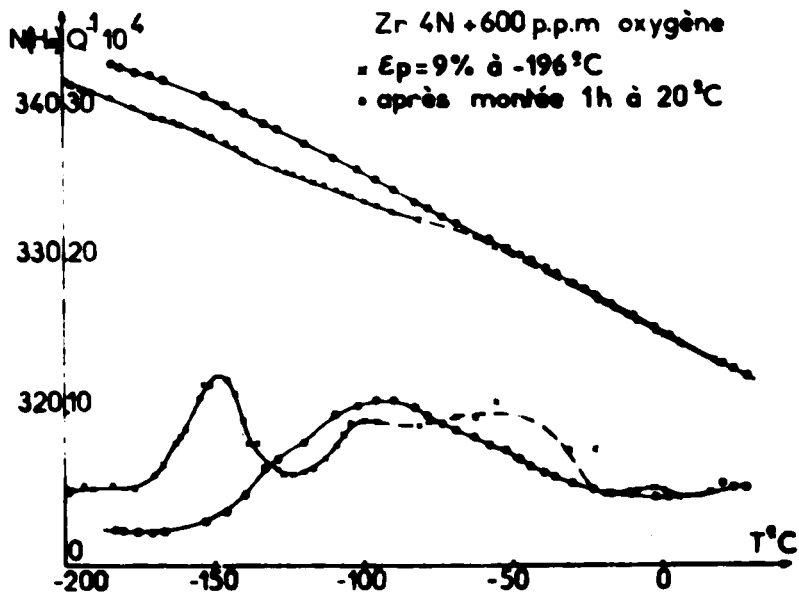


Fig. 96 -

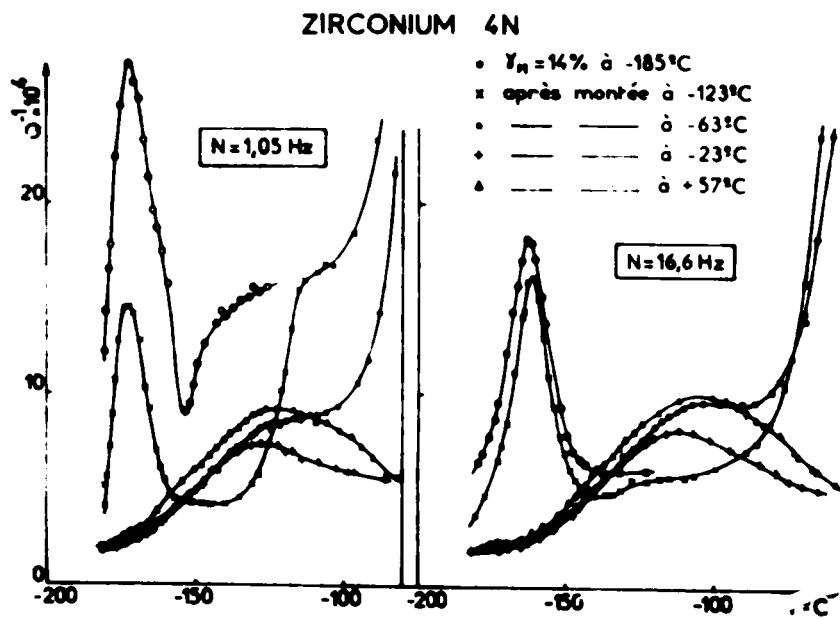


Fig. 97

plitude du  $P_1$ . Notons que les valeurs élevées pour Zr 30/1 (2N7, 2<sup>ème</sup> série) tendent à montrer que la teneur en C + N + O de cette nuance est sensiblement plus faible que pour Zr 13/1 (2N7, 1<sup>ère</sup> série).

Les essais effectués à basses fréquences (fig. 97) nous ont permis d'évaluer avec une bonne précision l'énergie d'activation et le facteur de fréquence associés à ce pic. Nous obtenons :

$$H = 0,27 \pm 0,02 \text{ et}$$

$$\nu_0 = 2 \cdot 10^{13} \pm 0,8 \text{ s}^{-1}$$

ces valeurs diffèrent notablement de celles que nous avons calculées [53] à partir des résultats de SAVINO [50] soit 0,14 ev et de celles proposées par cet auteur (0,11 ev). Opérant à une fréquence du même ordre (1,05 Hz) nous observons  $P_1$  à une température sensiblement plus élevée (101 °K au lieu de 87 °K). La cohérence de nos résultats est confirmée par le fait que l'on obtient une valeur de H pratiquement identique lorsque l'on considère uniquement les essais sur le pendule de torsion (les mesures aux deux fréquences sont faites simultanément, ce qui limite considérablement les erreurs de température) ou bien lorsqu'on utilise conjointement les résultats de flexion vers 350 Hz. La valeur du facteur de fréquence, très sensible aux variations de H, se trouve sensiblement augmentée ( $10^{13}$  au lieu de  $10^9$ ).

Les essais réalisés à différentes fréquences montrent que le pic  $P_1$  disparaît toujours à la même température (fig. 97 et 98). En fonction de la température maximum atteinte au cours des réchauffages successifs, l'amplitude de ce pic commence à décroître vers - 100°C et devient nulle à - 68 °C (fig. 99), cette température étant peu affectée par la vitesse de chauffage ou le nombre de montées en température effectuées. Cette disparition de  $P_1$  est associée à une augmentation du module.

Dans tous les cas nous avons pu considérer  $P_1$  sous la forme de la somme de deux pics à un seul temps de relaxation, soient  $P'_1$  et  $P''_1$  ayant une même énergie d'activation de 0,27 ev, les fréquences limites correspondantes étant dans le rapport :  $\nu'_0 / \nu''_0 = 10^{085 \pm 0,08}$ .

La figure 100 donne un exemple de ces deux pics.

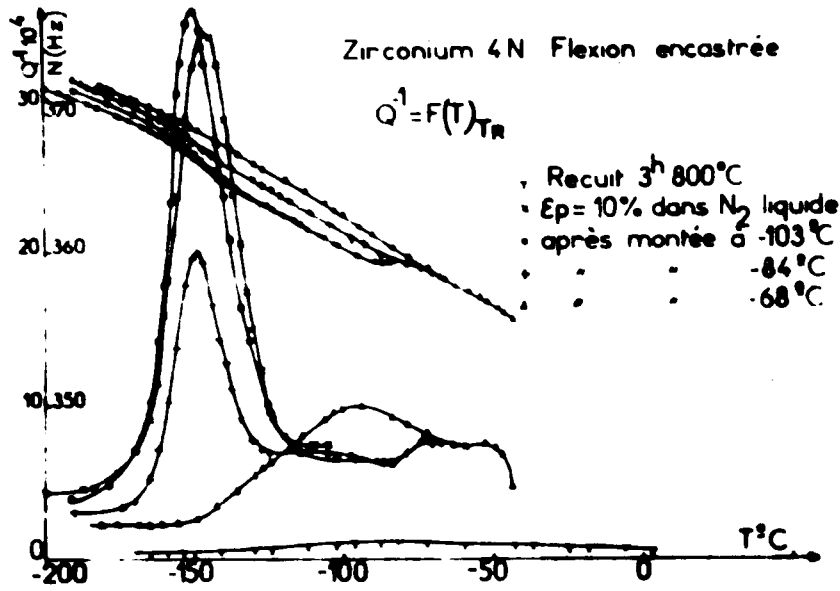


Fig. 98 -

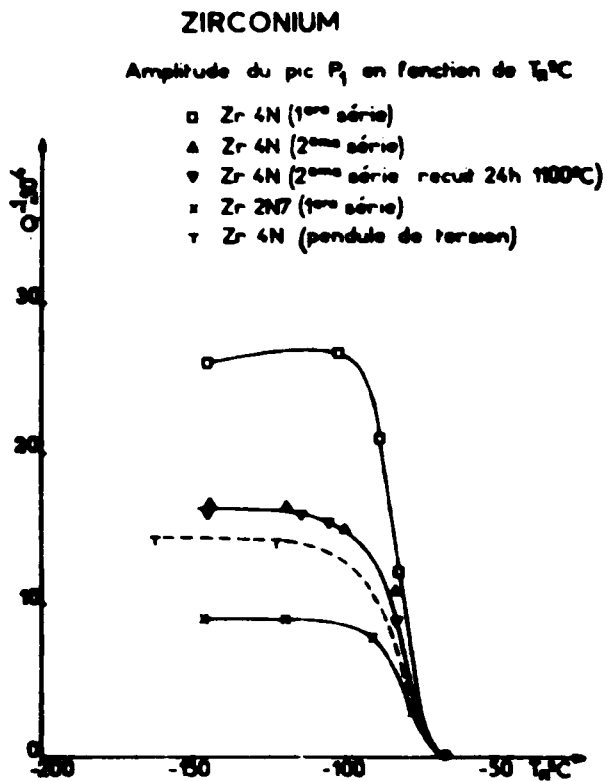


Fig. 99 -

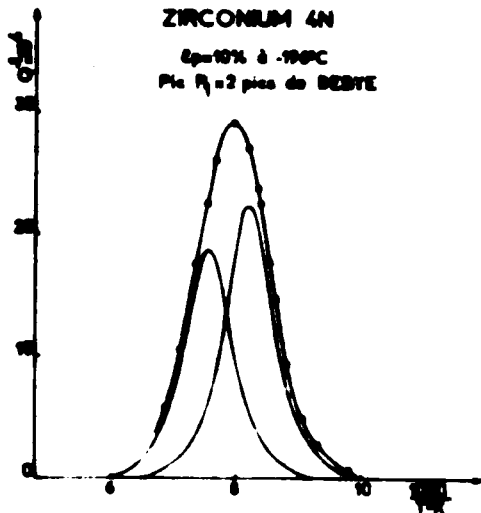


Fig. 100

### VI-1-2- Etude du Pic P<sub>3</sub>.

Le maximum observé vers - 60 °C (fig. 92) à 350 Hz demeure à une température identique quelle que soit la fréquence. Par contre son amplitude varie de façon très importante puisqu'il atteint  $50 \cdot 10^{-4}$  à 1 Hz, alors qu'il n'est que de  $20 \cdot 10^{-4}$  à 350 Hz.

Les courbes obtenues à basses fréquences (fig. 101) diffèrent cependant de la courbe à 350 Hz (fig. 92). On observe ainsi deux maximums très nets à - 63 °C (1 Hz) et - 56 °C (16 Hz) et le flanc basse température de ce pic est décalé de près de 20 °C quand on passe d'une fréquence à l'autre. La forme de ce maximum dépend des recuits antérieurs (durée et température). La courbe de la figure 92 ne présente pas de pic d'allure semblable ; c'est pourquoi ce "pic" semble résulter du recuit d'un effet d'amortissement d'allure exponentielle activé thermiquement (flanc basse température du "pic" ) qui se recuit à mesure qu'on le décrit : et qui devient pratiquement invisible à 350 Hz, le phénomène devant alors apparaître à une température supérieure à sa température de recuit. Cette montée exponentielle peut être le flanc d'un pic ou le fond continu d'amortissement. Seules des mesures à très basses fréquences (1/10 ou 1/100 Hz) permettraient de pouvoir observer convenablement ce



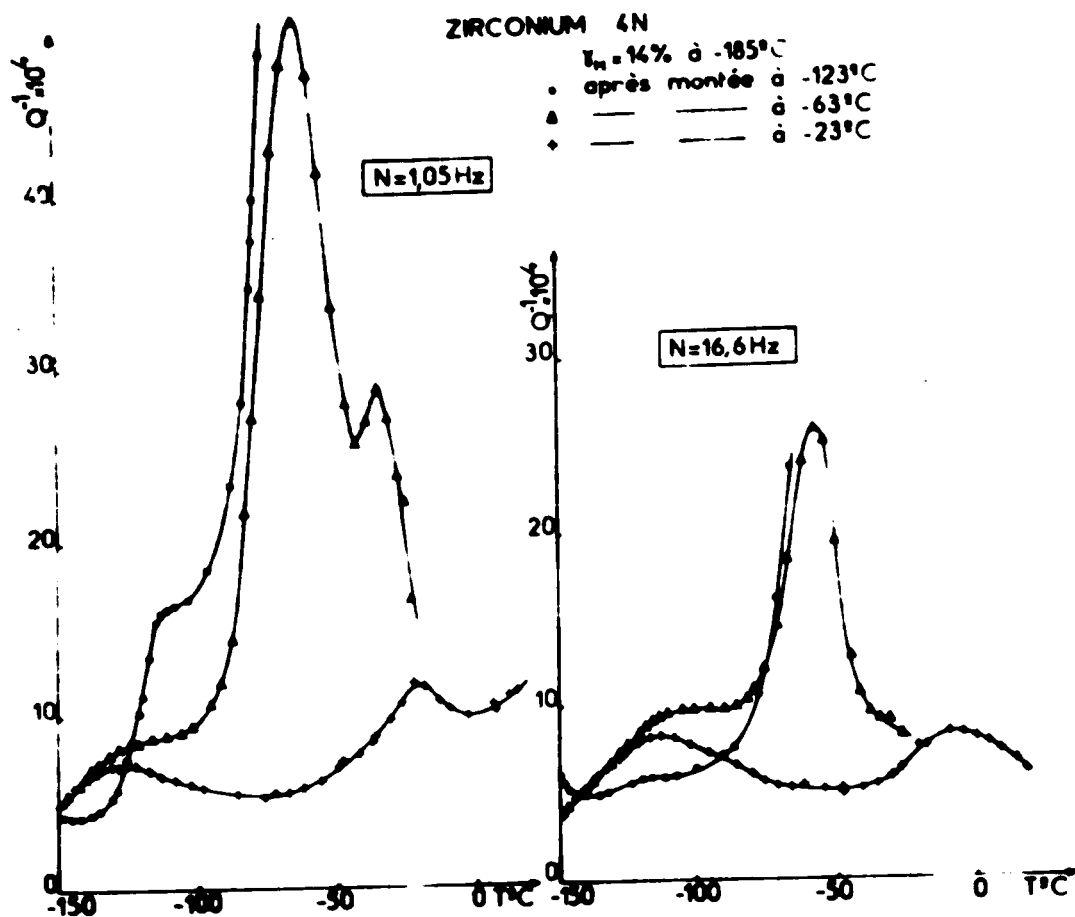
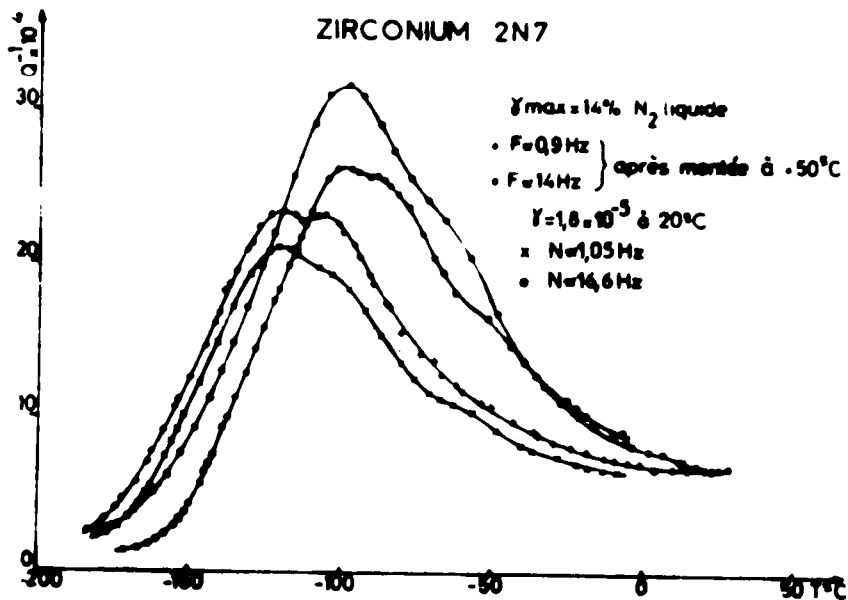


Fig. 101 -

phénomène. Dans le cas où l'on admet l'hypothèse d'un pic dont on observe que le flanc basse température, le déplacement de ce flanc avec la fréquence conduit à une valeur correspondante de l'énergie d'activation de l'ordre de 0,52 ev.

### VI-1-3- Evolution du pic P<sub>2</sub>

Après réchauffage à la température ambiante, le spectre de frottement intérieur présente un pic d'allure similaire au pic obtenu après déformation à  $20^\circ\text{C}$  (fig. 93 et fig. 102) pour Zr 2N7 à basse fréquence). Ces deux pics culminent à des températures très proches (après réchauffage à  $+50^\circ\text{C}$ ) à toutes les fréquences, par conséquent ils ont donc la même énergie d'activation et le même facteur de fréquence. Leur évolution en fonction du taux de déformation étant similaire nous assimilons ces deux pics à un seul et même pic, le pic P<sub>2</sub>.



Fig; 102 -

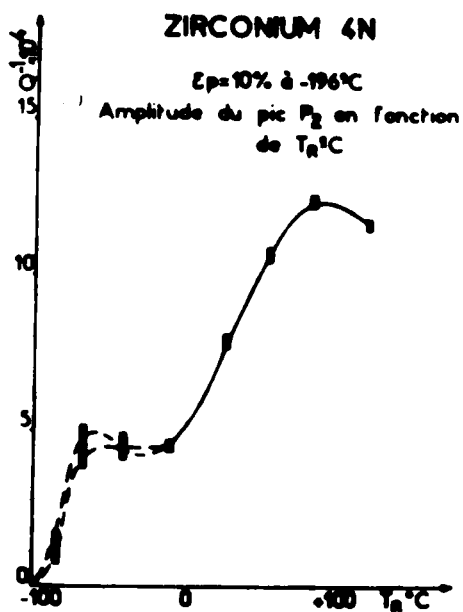
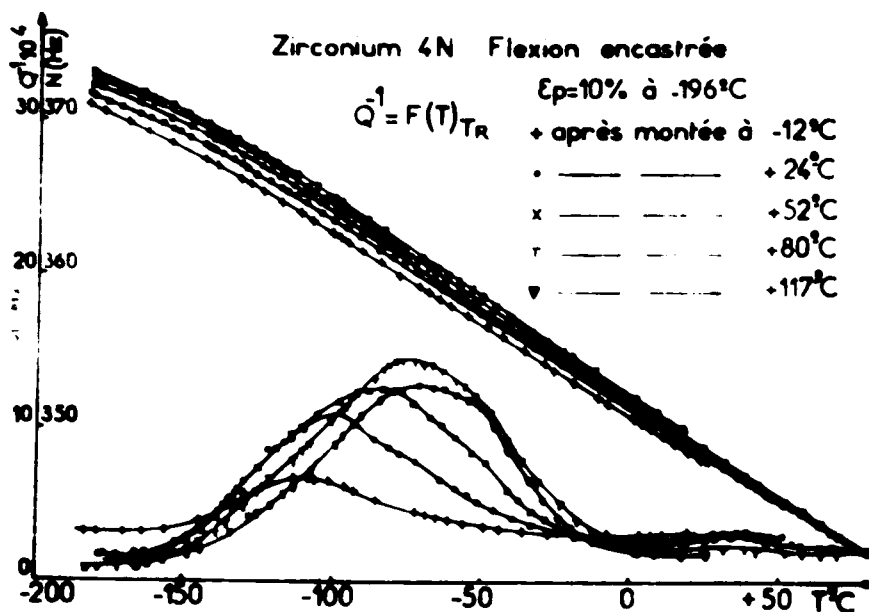


Fig. 103 -

Suivre l'évolution de  $P_2$  au cours de recuits successifs (Fig. 103) n'est pas aisé pour les montées aux températures inférieures à  $-15^\circ\text{C}$  c'est-à-dire avant la disparition des pics  $P_1$  et  $P_3$  et des stades de revenus se traduisant par de fortes variations du fond continu d'amortissement qui viennent se superposer à  $P_2$ . Il apparaît cependant assez clairement (fig. 97 et 98) qu'un maximum se développe vers  $-100^\circ\text{C}$  à 350 Hz ( $-125$  à  $1,05\text{Hz}$ ) au cours de la disparition de  $P_1$  : les courbes de frottement intérieur après montée à  $-103^\circ\text{C}$ ,  $-84^\circ\text{C}$  et  $-68^\circ\text{C}$  de la figure 98 mettent particulièrement bien en évidence cette évolution. Cette bosse est d'une amplitude comparable à celle que l'on observe (Fig. 104) après une montée à  $-12^\circ\text{C}$ . Les recuits à des températures allant jusqu'à  $117^\circ\text{C}$  montrent le dé-



Fig; 104 -

veloppement de  $P_2$  avec l'augmentation de l'amplitude maximum, jusqu'à  $80^\circ\text{C}$  et le déplacement du sommet vers les hautes températures. Le pic correspondant au maximum de relaxation est comme nous avons vu plus haut, très comparable au pic observé après déformation à l'ambiante. Les courbes de modules présentent un effet de module associé au pic dont l'amplitude suit la même évolution.

#### VI-1-4- Fond continu d'amortissement et module.

La figure 105 représente les évolutions comparées du module et du fond continu d'amortissement à basse température sur deux échantillons de pureté différente. Les courbes sont parfaitement semblables dans les deux cas et nous amènent à considérer les phases suivantes d'évolution :

- de  $-196$  à  $-110^\circ\text{C}$  une évolution progressive peut être en deux temps correspondant aux températures où le pic  $P_1$  demeure sensiblement constant.

- de  $-110^\circ\text{C}$  à  $-68^\circ\text{C}$  la chute de  $Q_f^{-1}$  et l'augmentation  $\Delta N$  de la fréquence correspondant à la disparition de  $P_1$ .

- de  $-50$  à  $-15^\circ\text{C}$  on observe des effets inverses qui correspondent à la disparition de  $P_3$  et le spectre de frottement intérieur présente alors

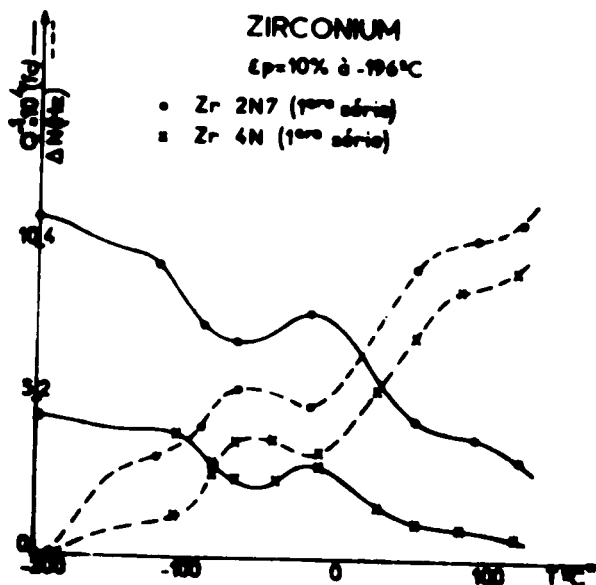


Fig. 105

un pic minimum (voir courbe après montée à  $-12^{\circ}\text{C}$  sur la figure 104); de  $-15$  à  $+80^{\circ}\text{C}$  environ, la chute du fond continu et la forte augmentation du module à basse température correspondent au développement du pic  $P_2$ .

Au delà de  $100^{\circ}\text{C}$  le pic  $P_2$  décroît et l'on atteint alors la phase I définie pour les recuits après déformation à l'ambiante.

#### Vi-1-5- Structure micrographique.

La figure 106 montre la structure micrographique du Zirconium déformé par traction, d'un taux permanent de 10%, à la température ambiante et à  $-196^{\circ}\text{C}$ . Le métal se déforme aux deux températures par glissement prismatique dans les plans  $(10\bar{1}0)$  selon les directions  $\langle 12\bar{1}0 \rangle$  et par maclage; les macles sont de type  $(10\bar{1}2)$  à l'ambiante, tandis qu'à  $-196^{\circ}\text{C}$  elles sont de type  $(11\bar{2}1)$  et se présentent sous la forme de lamelles très fines.

Les mesures de microdureté ont montré que le métal déformé à  $-196^{\circ}\text{C}$  avait une dureté plus élevée: pour  $\epsilon_p = 10\%$  (Zr 2N7) on obtient en moyenne  $123 H_V$  soit environ 20% de plus que les valeurs obtenues après écrouissage à  $20^{\circ}\text{C}$  (tableau V-B).



$\epsilon_p = 10\%$  à  $20^\circ\text{C}$  ( $G=500$ )



$\epsilon_p = 10\%$  à  $-196^\circ\text{C}$  ( $G = 500$ )

Fig. 106

## VI-2- TITANE

Le spectre de frottement intérieur obtenu sur le Titane immédiatement après écrouissage à basse température diffère beaucoup moins du spectre relevé après déformation à l'ambiante que dans le cas du Zirconium (Figure 107). Après un séjour à  $20^\circ\text{C}$  on obtient un pic similaire au pic  $P_2$  quelle que soit la fréquence de mesure (Fig. 107 et 108). Nous assimilons donc ce pic au pic  $P_2$ , comme pour le Zirconium.

Le fait le plus important sur ces courbes est l'inexistence d'un pic analogue au pic  $P_1$  ; de même, on ne distingue pas de maximum comparable à  $P_3$ , sauf peut être dans le cas du Titane 2N8 (Fig. 109). Des recuits cumulatifs par montées successives à des températures  $T_r$  croissantes ont été effectués sur la nuance T1 3N7 à deux fréquences différentes (fig. 110 et 111). Les courbes obtenues (frottement intérieur et fréquence) permettent de distinguer les phases suivantes d'évolution :

- de  $-196$  à  $-125^\circ\text{C}$  une chute du fond continu d'amortissement associée à une augmentation du module à basse température, correspond à l'effacement d'une bosse vers  $-150^\circ\text{C}$  à toute fréquence et qui, par conséquent,

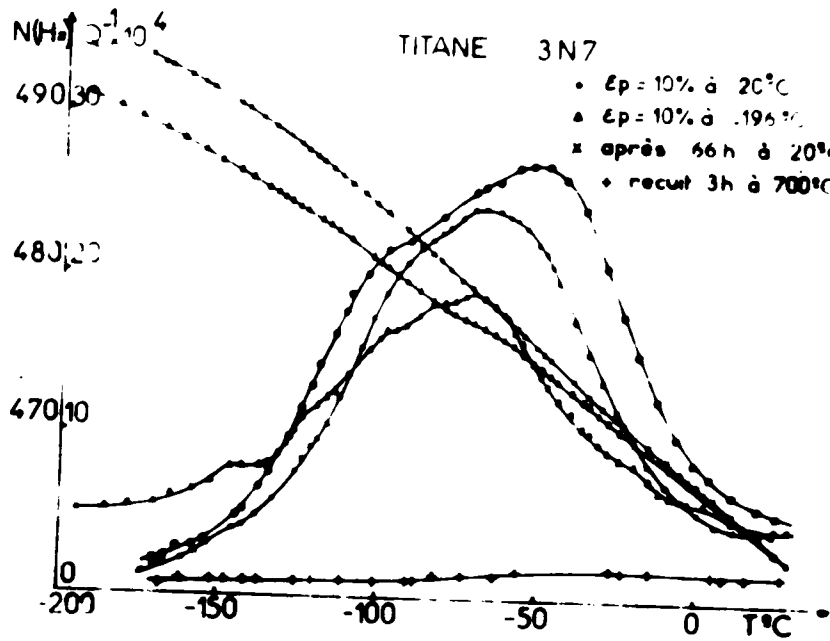


Fig. 107 -

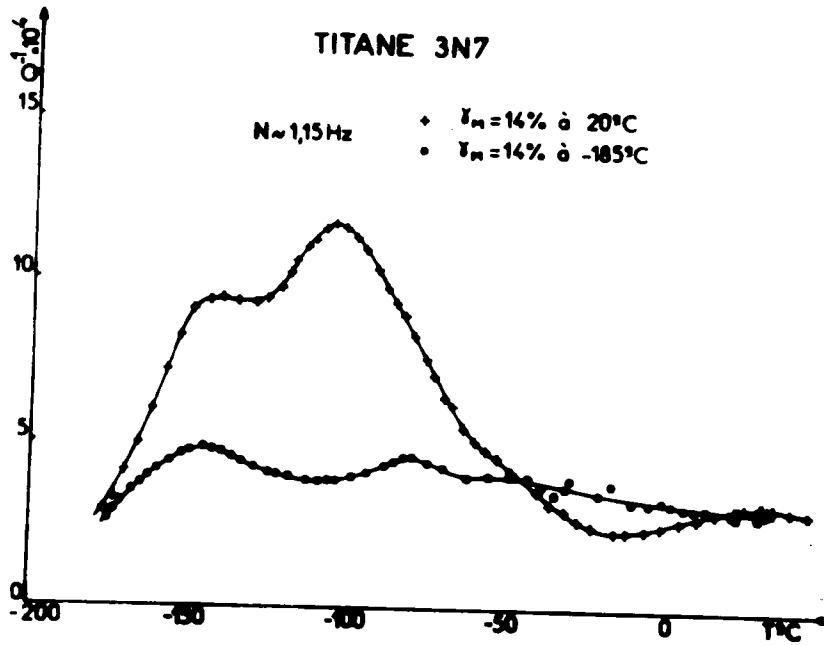


Fig. 108 -

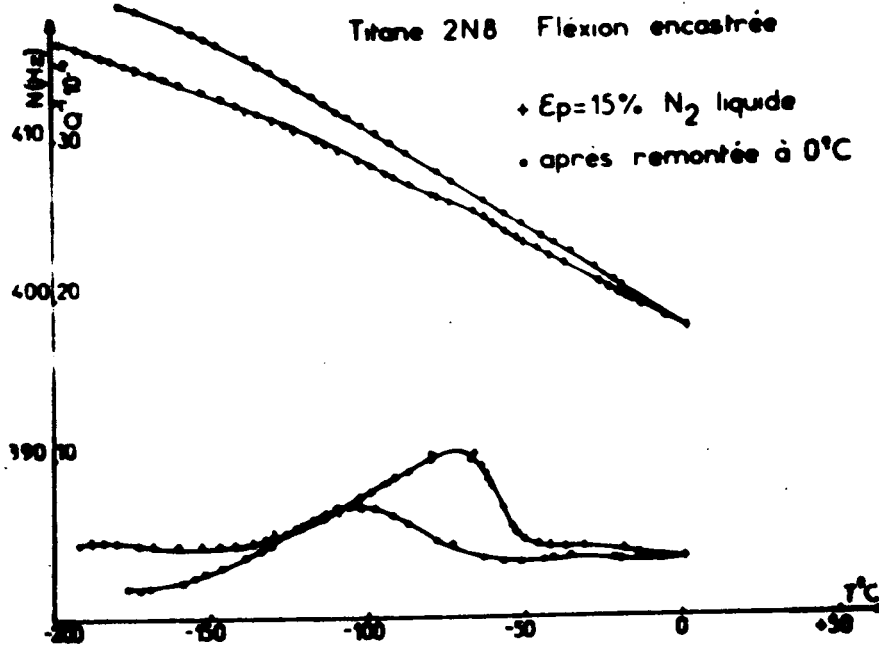


Fig. 109 -

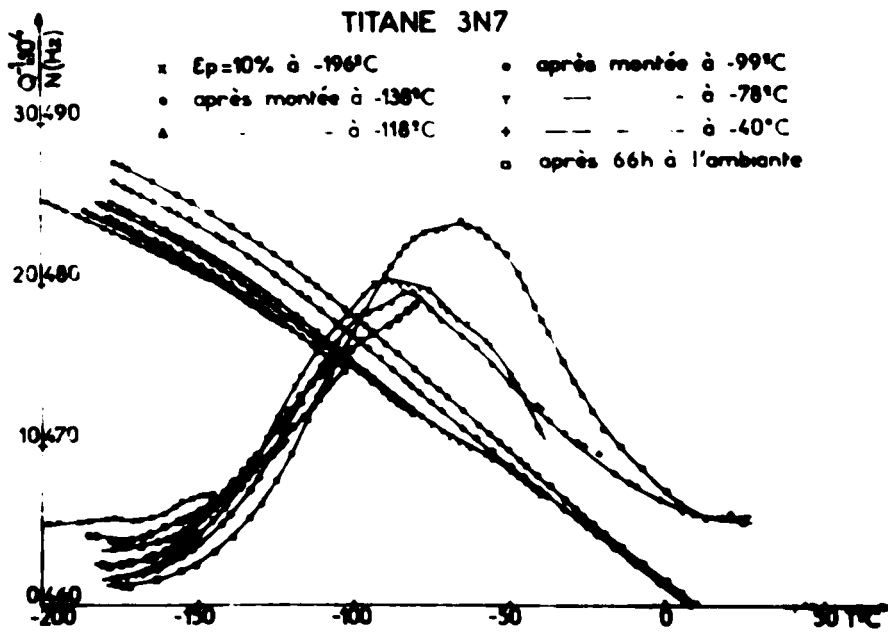


Fig. 110 -

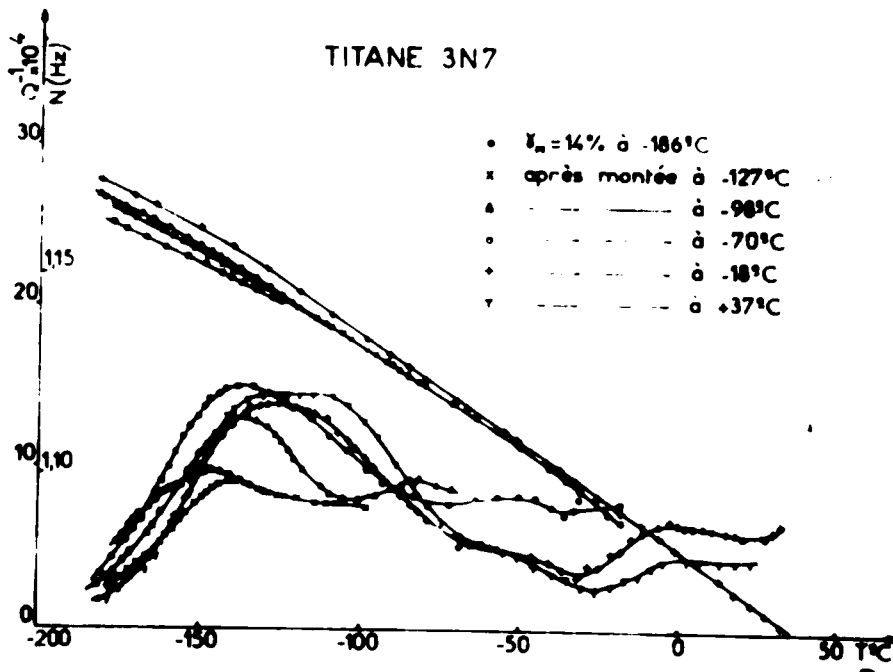


Fig. 111 -

ne peut être assimilée à pic de relaxation.

- de  $-125$  à  $-90$  °C le fond continu et le module évoluent comme précédemment, tandis que l'on observe une croissance du pic  $P_2$  qui est particulièrement bien mise en évidence à basse fréquence (fig. 110). Le sommet apparent de ce pic étant à une température relativement plus basse que celle du pic  $P_2$  obtenu après déformation à l'ambiante, il semble que les composantes à basse température jouent un rôle prépondérant (nous avons observé le même phénomène sur le Zirconium).

- de  $-90$  °C à l'ambiante le pic  $P_2$  se développe tandis qu'à basse température  $Q_f^{-1}$  et la fréquence poursuivent leur évolution en marquant toutefois un palier vers  $-80$  °C suivi d'une forte variation vers  $-60$  °C.

Les évolutions du pic  $P_2$  du module et de  $Q_f^{-1}$  à basse température sont donc comparables à celles que nous avons observées sur le Zirconium, les températures auxquelles interviennent les différents phénomènes étant toutefois sensiblement différentes : la figure 112 montre en particulier que le pic  $P_2$  croît plus tôt dans le cas du Titane et les courbes de  $Q_f^{-1}$  et  $\Delta N$  (variation de la fréquence  $N$ ) à basse température ( Figure 113) du Titane diffèrent essentiellement de celles du Zirconium (figure 105) par l'inexistence du stade observé sur ce dernier vers  $-20$  °C et qui correspondait à des effets inverses



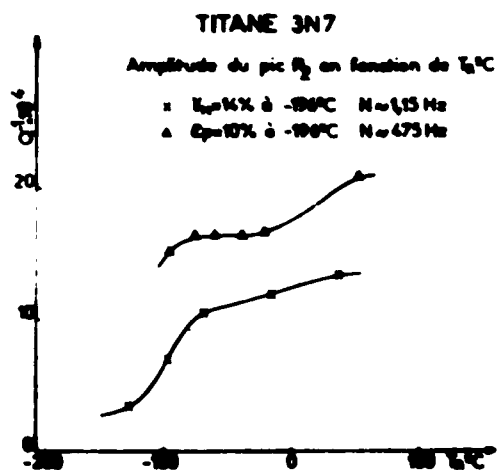


Fig. 112 -

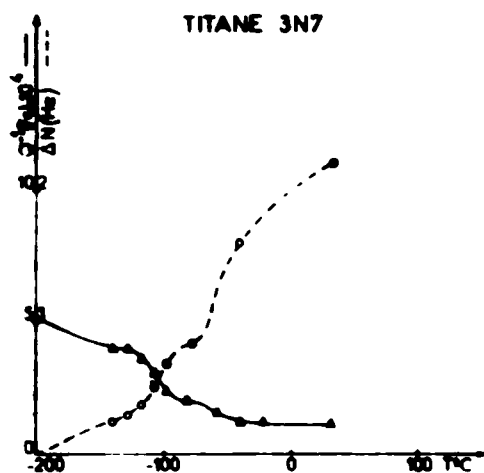


Fig. 113

(diminution du module et augmentation de  $Q_f^{-1}$ ).

La structure micrographique du Titane déformé par traction à l'azote liquide (Fig. 114) est fortement maclée. La déformation se fait uniquement par glissement prismatique  $(10\bar{1}0)$  dans les directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  et par maclage selon les plans  $(11\bar{2}n)$  ; les macles  $(11\bar{2}4)$  sont prédominantes [56] et présentent un aspect très fin différent des macles épaisses de type  $(10\bar{1}2)$  obtenues après déformation à  $25^\circ\text{C}$ .

Les mesures de microdureté effectuées sur des échantillons déformés de 10% à l'ambiante et à  $-196^\circ\text{C}$  fournissent des valeurs du même ordre



$\epsilon_p = 10\%$  à  $20\text{ °C}$   
( $G = 500$ )



$\epsilon_p = 10\%$  à  $-196\text{ °C}$   
( $G = 500$ )

Fig. 114 -

( $\sim 105 H_v$  pour Ti 3N7) sans qu'il soit possible de les différencier contrairement à ce que nous avons observé sur le Zirconium.

## CHAPITRE VII

### DISCUSSION

Nous nous proposons de discuter nos résultats expérimentaux dans le cadre des théories proposées plus haut (Chap. II) afin de déterminer les phénomènes de relaxation à l'origine des pics observés sur ces deux métaux après écrouissage. L'évolution de ces pics en fonction de la température nous permettra de proposer un modèle pour le revenu du métal jusqu'à la recristallisation.

#### VII-1- ECROUISSAGE A LA TEMPERATURE AMBIANTE. LE PIC $P_2$ .

##### VII-1-1-Origine du phénomène de relaxation.

Ce pic n'est obtenu que lorsque le métal est écroui et sa disparition coïncide avec la recristallisation primaire ce que confirment les examens radiocristallographiques et micrographiques ; le mécanisme de relaxation à l'origine de ce pic fait donc intervenir de façon indiscutable les dislocations. Nous allons donc successivement envisager les modèles théoriques faisant jouer un rôle à ces dernières.

On peut en premier lieu supposer que  $P_2$  résulte de la relaxation des double-kinks selon le processus proposé par SEEGER pour expliquer initialement le pic de BORDONI du Cuivre. Il apparaît cependant qu'un certain nombre de résultats s'oppose à ce type de mécanisme ; on relève en particulier :

- la valeur élevée de l'énergie d'activation (0,42 à 0,58 ev pour le Zirconium, 0,26 à 0,45 pour le Titane), alors que le pic de BORDONI conduit généralement à des valeurs de l'ordre de 0,12 à 0,15 ev dans le cas des métaux de structure C.F.C.

- la valeur élevée du facteur de fréquence  $\nu_0$  surtout pour le Zirconium qui s'accorde mal avec un mécanisme propres aux dislocations ; ce dernier fait intervenir un grand nombres d'atomes à la fois et, par conséquent correspond à des valeurs de  $\nu_0$  bien plus faibles que la fréquence de DEBYE.

(de l'ordre de  $10^{13}$ ).

- les fortes variations de la température du maximum en fonction de la pureté du métal, alors que la position du sommet du pic de BORDONI est peu affectée par les impuretés, seule l'amplitude variant de façon importante.

- enfin on n'observe pas de maximum de l'amplitude sauf pour de très fortes déformations tandis que le pic de BORDONI présente un maximum pour un taux de déformation permanente de l'ordre de 3 %.

Nous sommes alors conduit à considérer des mécanismes d'interaction entre les dislocations et les impuretés ou les défauts ponctuels. L'ensemble des résultats expérimentaux est en accord avec ce type de relaxation en particulier les valeurs de l'énergie d'activation et du facteur de fréquence, la forme assymétrique du pic et la forte influence de la teneur en impuretés sur la température du sommet et l'amplitude maximum. Le problème est de définir le ou les types d'interactions et de caractériser les impuretés ou les défauts ponctuels à l'origine du phénomène.

#### VII-1-2- Identification des défauts interagissant avec les dislocations et détermination du type d'interaction.

Les pics observés sur ces métaux ont déjà été signalés par différents auteurs. HASIGUTI [51] avait montré sur des échantillons laminés et étudiés en vibrations transversales, l'existence de trois pics dénommés  $P_d$ ,  $P_\alpha$  et  $P_\beta$ . Le Pic  $P_d$  correspond au pic  $P_2$  que nous étudions ; la présence des pics  $P_\alpha$  et  $P_\beta$  a par ailleurs été mentionnée dans nos résultats. Dans le cas du Zirconium l'étude de SAVINO [50] sur les pics obtenus après écrouissage, faite à basse fréquence, et qui a montré en particulier l'existence du pic  $P_1$ , faisait suite aux travaux de POVOLO et BISOGNI [49] sur les alliages Zr H. Dans le cas du Titane, une récente étude de TUNG et SOMMER [39] propose un modèle pour le pic  $P_2$  étudié à l'aide d'une technique ultra-sonore (0.1 à 10 MHz). Le comportement du pic  $P_2$  en fonction de la teneur en hydrogène mise en évidence par POVOLO [49] dans le Zirconium et TUNG et SOMMER [36] dans le Titane est confirmé dans le cas de nos essais sur Zr 4N : les analyses du tableau IV-A montrent en particulier que le Zr 4N (2ème série) est quatre fois plus riche en hydrogène que le Zr 4N (1ère série) et conduit à un pic sensiblement deux fois plus élevé. Les autres éléments ne semblent jouer qu'un rôle secondaire puisque Zr 2N7 avec

une teneur semblable en hydrogène conduit à un pic sensiblement de même amplitude. En outre l'influence de l'irradiation analysée par SAVINO a montré que  $P_2$  diminue quand la dose augmente ; le pic ne correspond donc pas à une interaction dislocation-défaut ponctuel intrinsèque.

L'ensemble du pic  $P_2$  semble donc résulter de phénomènes d'interaction entre l'hydrogène et les dislocations.

Le comportement du pic  $P_2$  en fonction du taux de déformation et de la fréquence est difficile à analyser sans faire intervenir au moins deux composantes principales. En effet nous avons montré [58] qu'il fallait au moins trois pics symétriques pour décrire  $P_2$  dans tous les cas ; les composantes  $P_B$  et  $P_C$  ayant un comportement très similaire et des caractéristiques très proches, et les pics d'interaction n'étant pas nécessairement symétriques en  $1/T$ , on peut toutefois considérer  $P_2$  sous la forme de deux composantes principales, l'une à "basse température", l'autre à "haute température", que nous appellerons respectivement  $P_A$  et  $P_B$  par la suite.

Nous sommes ainsi conduit à envisager deux mécanismes différents correspondant à chacune des deux composantes avec les valeurs suivantes pour  $H$  et  $\nu_0$  :

Pic $P_2$		H	$\nu_0$
Zirconium	$P_A$	0,58	$4 \cdot 10^{15}$
	$P_B$	0,42 à 0,45	$3 \cdot 10^{14}$ à $3 \cdot 10^{15}$
Titane	$P_A$	0,40	0,1 à $2 \cdot 10^{12}$
	$P_B$	$0,26 \pm 0,04$	$10^{10}$ à $10^{11}$

Il semble en effet difficile d'admettre qu'un seul mécanisme conduise à un spectre d'énergie d'activation d'une valeur moyenne de 0,5 ev et d'une largeur de 0,16 ev (cas du Zirconium).

Les résultats obtenus sur le Zirconium par SAVINO [50], en particulier les valeurs de l'énergie d'activation apparente de  $P_2$  en fonction de la fréquence (Fig. 115), le conduisent à considérer deux mécanismes intervenant distinctement selon la fréquence de sollicitation ; il définit ainsi u-

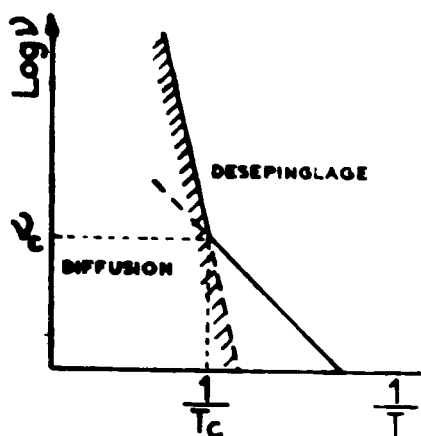


Fig. 115

ne température de transition  $T_c$  (donc une fréquence  $\nu_c$ ) entre les deux types de mécanismes, l'un ayant une énergie d'activation de 0,12 eV et un facteur  $\nu_0 \sim 10^4$ , l'autre une énergie de l'ordre de 0,4 eV avec  $\nu_0 \sim 10^{13}$ . SAVINO propose alors que le pic  $P_2$  soit dû à un désépingleage du type KOIWA [33] à basse fréquence et un mécanisme de SCHOECK [14] avec diffusion de l'hydrogène à haute fréquence. Les mesures à des fréquences suffisamment étalées que nous avons pu faire (de 1 Hz à  $2 \cdot 10^4$  Hz) nous ont fourni des valeurs notablement différentes de  $H$  et  $\nu_0$ , qui ne présentent

aucune discontinuité sur l'ensemble du domaine étudié; par contre la présence de deux composantes d'intensités relatives variables nous conduit à envisager la superposition des deux phénomènes, quelque soit la fréquence.

TUNG et SOMMER [39] ont montré que dans le Titane laminé, l'amplitude de  $P_2$  est proportionnelle au carré de la concentration en hydrogène aux très faibles concentrations et atteint un plateau pour une concentration totale de 8 ppm en poids. Ils proposent un mécanisme basé sur une interaction des bi-interstitiels d'hydrogène en solution solide dans le Titane  $\alpha$  et des boucles de dislocations, analogues au mécanisme de KOIWA. L'énergie d'activation est l'énergie nécessaire aux boucles de dislocation pour se libérer des bi-interstitiels d'hydrogène, c'est-à-dire l'énergie de liaison entre les dislocations et les bi-interstitiels. L'origine de cette liaison serait de nature électrique selon les auteurs. Le pic qu'ils observent culmine à 390 °K à 10 MHz et à 255 °K à 0,1 MHz, ce qui donne  $H = 0,28$  eV et  $\nu_0 = 4 \cdot 10^{10}$  Hz, sur des échantillons laminés de 20% à l'ambiante.

Le laminage conduit à un écrouissage très important et nos résultats ont montré que dans ce cas (Fig. 79)  $P_B$  devient prédominant; le fait que ces auteurs trouvent une énergie d'activation et un facteur de fréquence de valeurs comparables à ceux que nous avons obtenus pour  $P_B$  vient confirmer l'hypothèse des deux composantes.

La valeur de l'énergie d'activation de  $P_B$  pour les deux métaux,

élevée pour un mécanisme de désancrage faisant intervenir l'hydrogène seul, devient correcte si l'on considère des formations du type bi-interstitiel d'hydrogène.

En ce qui concerne la composante haute température  $P_A$ , si celle-ci résulte d'un mécanisme de SCHOECK, l'énergie d'activation qui lui correspond doit être la somme de l'énergie de désépingleage et de l'énergie de diffusion de l'interstitiel. Dans ce cas, en supposant que l'énergie d'activation de  $P_B$  est approximativement le double de l'énergie de liaison d'un atome d'hydrogène isolé, il en résulte la relation  $H_A \sim 1/2 H_B + H_D$ , soit pour  $H_D$  :

Zirconium :  $H_D = 0,365 \text{ ev} = 8,4 \text{ Kcal/mole}$   
 et Titane :  $H_D = 0,27 \text{ ev} = 6,2 \text{ Kcal/mole}$

La littérature fournit les valeurs suivantes pour l'énergie et le coefficient de diffusion de l'hydrogène :

	$D_0 \text{ cm}^2/\text{s}$	$H_D$		Réf.
		Kcal/mole	ev	
Zr $\alpha$	$7 \cdot 10^{-4}$	7,06	0,307	60
	$1,1 \cdot 10^{-3}$	11,4	0,495	61
	$4,5 \cdot 10^{-3}$	7,6	0,33	62
Titane $\alpha$	$1,6 \cdot 10^{-3}$	5,1	0,22	63

Ces valeurs ont été déterminées à des températures comprises entre l'ambiante et 600 °C ; on peut cependant admettre qu'elles restent valables dans le domaine de température considéré ici.

### VII-1-3- Influence de l'érouissage à la température ambiante.

Nous avons montré que des érouissages croissants déplacent le pic  $P_2$  vers les basses températures et augmentent son amplitude  $Q_M^{-1}$ . Nous avons pu analyser ce comportement en montrant d'une part que  $P_A$  présente un maximum d'amplitude tandis que  $P_B$  (et  $P_C$ ) croissent continûment, une éventuelle saturation n'intervenant que pour de très forts érouissages. et d'autre part

qu'une diminution du facteur de fréquence  $\nu_0$  intervient pour les deux pics.

$$a/P_A -$$

Les relations liant dans le modèle de SCHOECK l'amplitude du pic et le facteur de fréquence à la densité de dislocations mobiles  $\Lambda$ , à la longueur moyenne des boucles de dislocation  $L$  et à  $C_D$  la concentration en interstitiels, le long des dislocations, sont de la forme (cf. Chap. II) :

$$Q_M^{-1} = C \Lambda L^2$$

où  $C$  est un facteur de l'ordre 0,01, et :

$$\nu_0 = K C_D L^2$$

où  $K$  est une constante.

Pour de faibles taux de déformation ( $\epsilon_p < 5\%$ ) on peut considérer que seul  $\Lambda$  varie, tandis que pour des écrouissages plus importants  $L$  dé croît simultanément. Ceci explique le maximum d'amplitude de  $P_A$  observé pour  $\epsilon_p$  compris entre 5 et 10%. En effet, si l'on considère dans le cas du Zirconium les résultats suivants :

Zr 2N7	$10^4 Q_M^{-1}(P_A)$	$T_M^\circ C$	$\nu_0/\nu_0(2\%)$	$Q_M^{-1}/Q_M^{-1}(2\%)$
$\epsilon_p = 2\%$	10	$-18 \pm 2$	1	1
$\epsilon_p = 5\%$	20	$-18 \pm 2$	$1 \pm 0,3$	2,0
Etat brut	10 à 12	$-25 \pm 2$	$0,5 \pm 0,2$	1 à 1,2

On voit que de 2 à 5% la déformation  $\nu_0$  ne varie pas ; la variation de l'amplitude du pic  $P_A$  dans un rapport 2 dépend donc uniquement de la variation de la densité de dislocations actives  $\Lambda$ . Pour les faibles taux  $\epsilon_p$  on peut considérer que  $\Lambda$  varie comme la densité totale de dislocation introduite dans le métal par l'écrouissage. Une étude de BREHM et LEHR [64] de la déformation par traction du Zirconium et du Titane relie la densité de dislocations créées aux variations de la résistivité électrique résiduelle, de l'allongement rationnel et de la contrainte de traction. Ces auteurs ont montré que dans ces deux métaux des densités voisines de dislocations correspondent à un même al-



longement et que ces densités croissent linéairement avec  $\epsilon_p$  jusqu'à 7 % de déformation. Ces observations sont cohérentes avec les résultats précédents.

Pour un état très déformé, le rapport  $Q_M^{-1} / Q_M^{-1}$  (2%) redevient proche de l'unité, mais par contre  $\nu_0$  diminue de moitié ; la multiplication des dislocations doit donc effectivement être compensée par une diminution de  $L$  due aux nombreuses intersections.

$$b / \underline{P}_B -$$

Le modèle de KOIWA propose les lois suivantes pour l'amplitude maximale et le temps de relaxation des pics d'HASIGUTI : (cf. Chap.II) :

$$Q_M^{-1} = \chi \wedge L^2 / \ell$$

$$\nu_0 = \alpha (L / \ell)^2$$

$\chi$  et  $\alpha$  sont des constantes,  $\ell$  est la distance moyenne entre points d'épinglage.

Ces relations impliquent que l'amplitude et la température du sommet dépendent de la teneur en hydrogène le long des dislocations.

L'évolution vers les basses températures du sommet du pic en fonction du taux de déformation découle comme dans le cas de  $P_A$  de la diminution de  $\nu_0$  pour des taux élevés provoquée par la diminution de  $L$ . Par contre, l'augmentation continue de l'amplitude du pic  $P_B$ , comparativement à l'évolution de l'amplitude de  $P_A$  implique que  $\ell$  varie au cours de la déformation. Au début de l'écroutissage ( $\epsilon_p < 7\%$ )  $\ell$  augmente très rapidement et la quantité d'hydrogène libre disponible dans le métal ne permet pas de maintenir une concentration constante sur les dislocations ; la dilution de l'hydrogène libre sur l'ensemble du réseau de dislocation amène donc une croissance de  $\ell$  à ce stade de la déformation.

Pour des taux plus élevés la dissolution des précipités permet de réajuster le gradient de concentration au voisinage des dislocations et  $\ell$  diminue. Ainsi l'amplitude de  $P_B$  croît-elle moins vite que celle de  $P_A$  au début de la déformation, mais cette croissance se poursuit même pour les taux élevés obtenus, par exemple par laminage.

VII-1-4- Influence de la pureté.

L'influence des impuretés contenus dans les divers échantillons est assez difficile à analyser surtout dans le cas de Zirconium où les nuances ne sont pas suffisamment contrastées. Dans le cas du Titane les variations de l'amplitude de  $P_A$  et  $P_B$  en fonction de la teneur globale en interstitiels (autre que l'hydrogène) et substitutionnels sont nettes, le métal le plus pur ayant une amplitude plus élevée ce qui s'explique bien avec la variation de  $L$ . La position du pic (plus le pic est haut, plus la température du sommet est élevée) montre que la dépendance de  $\nu_0$  et de  $L$  est expérimentalement vérifiée dans tous les cas.

Notons en particulier le cas suivant des deux nuances de Titane 3N7 dont la teneur en hydrogène est sensiblement la même où, après une déformation de 10% à l'ambiante on obtient :

Ti 3N7		C+N+O	Substitutionnels	ppm H	$10^4 Q_M^{-1}$	$T_M$ °C	$\frac{\nu_{O1}}{\nu_{O2}}$	$\frac{Q_{H1}^{-1}}{Q_{H2}^{-1}}$
$P_A$	1° série	150	160	4	36	-9,2	1,7	
	2° série	350	100	5	17,5	-16,5±2	± 0,3	2,05
$P_B$	1° série	150	160	4	18 à 20	-55,5±2	1,95	1,4 à
	2° série	350	100	5	12 à 13	-65,5±2	± 0,3	1,65

Le pic  $P_A$  présente effectivement des variations de  $\nu_0$  et  $Q_M^{-1}$  du même ordre de grandeur (sensiblement dans un rapport 2) ; la variation globale de la teneur en impuretés autre que l'hydrogène étant dans un rapport 1,5, si on admet alors que  $L_1/L_2$  est du même ordre de grandeur, on a bien  $(L_1/L_2)^2 \sim 2$ . On peut appliquer le même raisonnement au cas du pic  $P_B$ , la correspondance des variations étant cependant moins bonne. Il faut cependant indiquer que la teneur en hydrogène peut être assez sensiblement différente d'une analyse à une autre pour un même échantillon, et qu'une influence de ce facteur n'est pas à exclure. En outre la densité de dislocation est assez sensible à la teneur en interstitiels de type C, N et O ce qui rend encore plus difficile l'analyse du comportement du pic en fonction de la pureté du métal.

VII-1-4- Influence du recuit sur  $P_2$

Les recuits du métal écroui (Brut et  $\epsilon_p = 10\%$  par traction) nous ont conduit à distinguer trois stades :

a/ Le premier stade, qui correspond à une importante diminution de  $Q_M^{-1}$ , peut être associé à une décroissance de  $\Lambda$  ou de  $L$ .

Deux essais réalisés sur un échantillon de Zr 2N7 (fig. 116) et un échantillon de Ti 3N7 (fig. 117) déformé de 10%, maintenu 3 h à 190 °C et déformé à nouveau légèrement de 0,2% par compression donne un  $Q_M^{-1}$  dix fois plus élevé que l'amplitude du pic correspondant à une déformation de 0,2% appliquée directement.

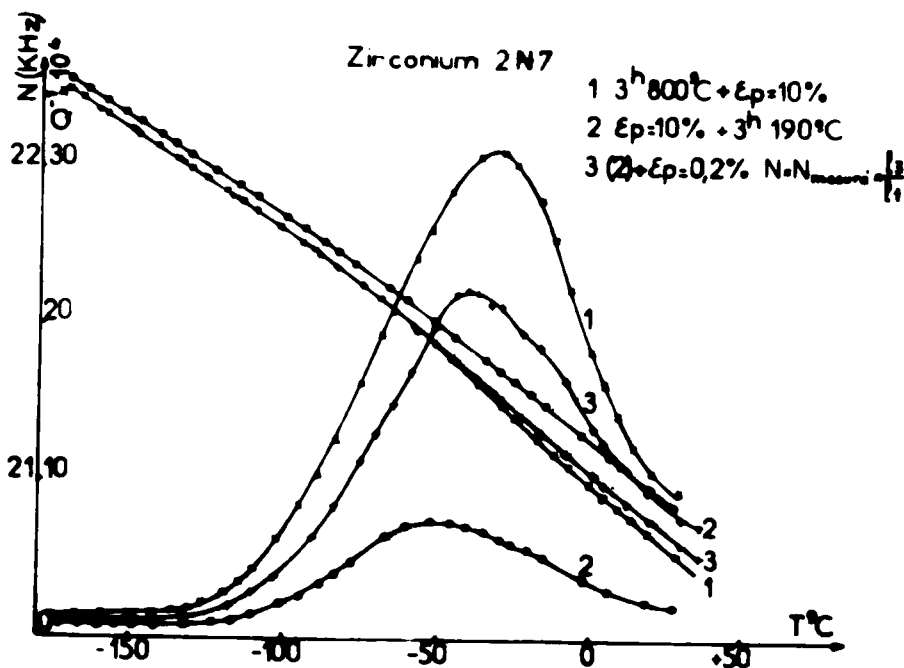


Fig. 116 -

On peut donc considérer que la diminution de  $L$  par piègeage est la cause principale de la variation  $Q_M^{-1}$ . Notons que la fréquence (donc le module) à basse température n'a pratiquement pas changé après cette petite déformation (après correction due à la variation de longueur du barreau).

Le frottement intérieur est alors proportionnel à  $L^2$  soit :

$$Q^{-1}/Q_o^{-1} = (L/L_o)^2 \quad (\text{l'indice } o \text{ correspond à l'état déformé de } 10\%).$$

Si l'on considère une loi de variation de  $L$  au cours de l'épingle de la forme [66].

$$\frac{L_o}{L} = 1 + \left[ \frac{ADt}{kT} \right]^m$$

On obtient alors, en utilisant les isochrones des figures 36, 49, 66 et 88, les valeurs suivantes de l'énergie de diffusion  $H_D$  qui régit le piégeage :

$H_D = 22$  Kcal/Mole pour le Zirconium

$H_D = 30$  Kcal/Mole pour le Titane.

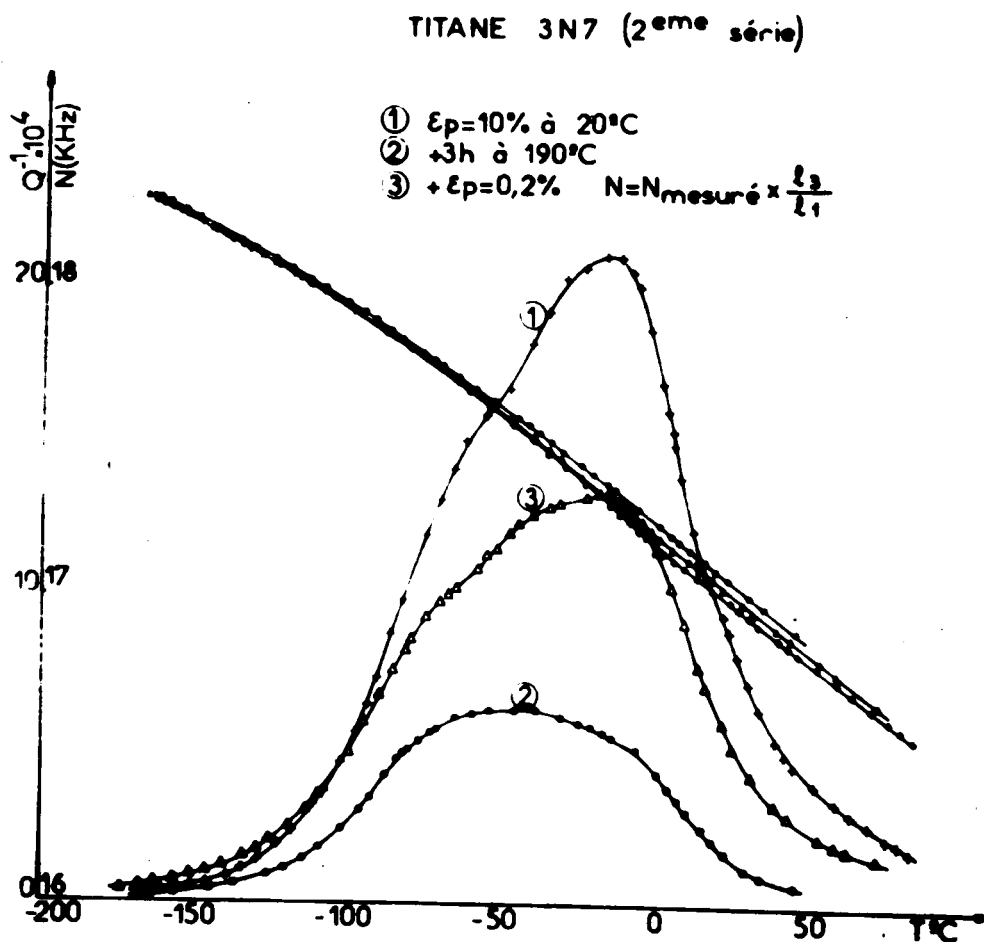


Fig. 117 -

Ces valeurs correspondent à celles indiquées par différents auteurs [67, 68, 69, 70] pour l'énergie d'auto-diffusion de ces métaux, valeurs anormalement faibles qui supposent un mécanisme de diffusion hétérogène par pipe-diffusion. Ces valeurs sont d'autre part inférieures à celles généralement admises pour la diffusion des interstitiels oxygène, azote et carbone [71, 72, 73, 74, 75].

Ces mesures ne nous permettent pas de déterminer  $D_0$  ; nous ne pouvons donc pas identifier le défaut ou l'impureté à l'origine du piégeage.

Nous avons vu précédemment que le facteur de fréquence  $\nu_0$  des composantes  $P_A$  et  $P_B$  est fonction de  $L^2$ . L'épinglage des dislocations est donc associé à un déplacement du pic vers les basses températures.

Si  $(L/L_0)^2 = 0,25$  à  $0,3$  on obtient un déplacement de  $23$  à  $27$  °C dans le cas du Zirconium et  $32$  à  $38$  °C dans le cas du Titane. Les sommets apparents des pics se déplacent sensiblement de ces valeurs.

Toutefois, le phénomène d'épinglage ne saurait expliquer la chute de dureté observée dans ce domaine de température. Après désépinglage le pic de frottement intérieur ne retrouve d'ailleurs pas sa hauteur initiale. La densité de dislocations doit donc avoir diminué; de plus les dislocations participant à la relaxation ne représentent qu'une fraction de la totalité des dislocations introduites par écrouissage ; et en particulier l'annihilation des dipôles par splitting peut contribuer à la chute de dureté.

b/ Au cours de la deuxième phase les rayons X et les micrographies ne révèlent pas d'évolution sensible de la structure et la dureté demeure constante. L'augmentation du frottement intérieur pour les forts écrouissages doit donc être associée à une augmentation de la longueur  $L$  entre points d'ancrage, l'augmentation correspondante de  $\nu_0$  se traduisant par le déplacement du sommet du pic vers les hautes températures. Les observations par microscopie électronique faites par VIALARET [76] ont mis en évidence la formation de "cellules" dont la taille est de l'ordre de  $0,1 \mu$  sur des échantillons fortement laminés de Zirconium. Ce réarrangement des dislocations par un fort écrouissage diminue le nombre d'intersections sans modifier  $\Lambda$  (dureté inchangée). Pour de faible écrouissage, ce stade se traduit par un simple pallier et l'absence de cellule.

c/ La correspondance entre la décroissance du pic dans la troi-

sième phase et la recristallisation est mise en évidence par les variations de la dureté, les diagrammes de rayons X et la micrographie.

Les cellules formées précédemment quand le métal est fortement écroui fournissent les germes qui conduisent à des grains très fins au cours de la recristallisation primaire. Pour des métaux faiblement écrouis, on n'observe pas de cellule et la recristallisation primaire se fait in-situ, sans germination.

Si l'on admet que les contraintes internes  $\sigma_i$  sont proportionnelles à la racine carrée de  $\rho$ , la densité totale de dislocations, et que ces contraintes varient en fonction du temps au cours d'un recuit isotherme, selon une loi de la forme [77] :

$$\frac{d\sigma_i}{dt} = - A \sigma_i^3 \exp\left(-\frac{U}{kT}\right)$$

on obtient :

$$\frac{1}{\sigma_i^2} = \frac{1}{(\sigma_i)_0^2} + 2A \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) t$$

Il en résulte que :

$$\frac{Q^{-1}(t)}{Q_0^{-1}} = \frac{1}{1 + 2A (\sigma_i)_0^2 \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) t}$$

l'état (o) correspondant au début de la recristallisation. L'évolution de  $Q_M^{-1}$  en fonction de la température et du temps donne respectivement :

$U = 55$  Kcal/mole pour le Zirconium

$U \sim 65$  Kcal/mole pour le Titane

Ces valeurs correspondent bien à l'énergie de montée des dislocations (de l'ordre de 2,5 ev).

Enfin si l'on utilise la même définition de la température de recristallisation que RENUCCI [3], c'est-à-dire le point d'inflexion de la courbe de résistivité dans la troisième phase, nous obtenons dans le cas du Zirconium une température identique.

#### VII-1-5- Conclusion

La figure 118 schématise le comportement des composantes du pic  $P_2$  en fonction de la fréquence pour les deux métaux étudiés. L'élargissement

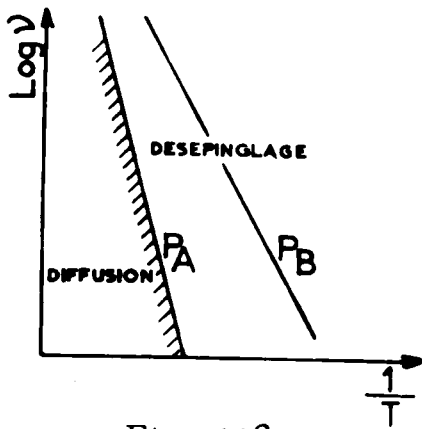


Fig. 118 -

du pic résultant de l'éloignement de  $P_A$  et  $P_B$  est particulièrement bien mis en évidence sur la figure 119., qui représente le frottement intérieur du Titane 3N7 à trois fréquences, (17,5 KHz, 450 Hz, 1,15 Hz) en fonction de  $10^3 T^{-1}$ . La variation de l'amplitude de  $P_2$  est une conséquence de l'espacement des deux composantes et des variations de leur amplitude respective. Les variations de ces amplitudes en fonction de la fréquence doivent provenir de la différence entre les modes de sollicitation et d'écroutissage ; en effet l'échan-

tillon utilisé à 17,5 KHz est sollicité en vibrations longitudinales après une traction, l'échantillon à 450 Hz est sollicité en vibrations transversales aussi après traction, et celui qui est utilisé sur le pendule de torsion a été déformé par torsion.

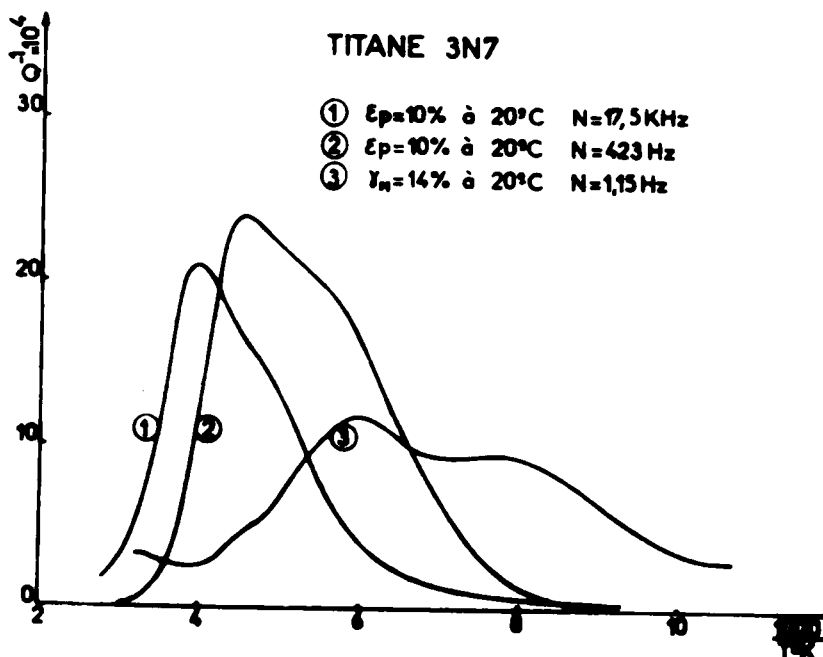


Fig. 119 -

Nous ne pourrions déterminer l'influence exacte de ces paramètres qu'en sollicitant un même échantillon selon deux modes et à une même fréquence ; nous ne sommes actuellement pas en mesure de réaliser ce type

d'essai et le problème semble difficile à résoudre.

Le fait que ce modèle à deux composantes puisse s'appliquer dans tous les cas, quelque soit le métal et son état structural, et permette d'analyser correctement le comportement du frottement intérieur de ces deux métaux constitue aussi un argument en faveur de l'existence de ces deux composantes. La seule différence notable entre les deux métaux est la valeur plus faible des énergies d'activation et, par suite des facteurs de fréquences dans le cas du Titane. Ceci implique à la fois une énergie de liaison plus forte entre l'hydrogène et les dislocations et une énergie de diffusion plus grande dans le Zirconium, ce dernier point étant en accord avec les mesures faites par ailleurs. Nous obtenons ainsi :

	Energie de liaison (ev)	Energie de diffusion (cal/Mole)
Zirconium	$0,22 \pm 0,02$	$8400 \pm 1400$
Titane	$0,13 \pm 0,01$	$6200 \pm 900$

## VII-2- ECROUISSAGE A BASSE TEMPERATURE - LE PIC $P_1$

Le Zirconium et le Titane fournissent dans ces conditions des résultats différents. Le comportement du Zirconium est sensiblement plus complexe et en outre nous disposons de beaucoup plus nombreux renseignements sur ce métal, en particulier des mesures de résistivité après déformation à basses températures. Nous allons donc dans un premier temps étudier le cas de ce métal.

### VII-2-1- Les pics $P_1$ et $P_3$ du Zirconium.

#### a/ Le pic $P_1$

Le Zirconium se caractérise en effet par l'existence d'un nouveau pic de relaxation, le pic  $P_1$ , que l'on n'observe pas sur le Titane. Les caractéristiques de ce pic sont remarquables et bien définies.

- le pic est élancé et étroit. Sa largeur à mi-hauteur est un peu plus importante que la largeur théorique et nous avons montré qu'il peut être



considéré sous la forme de deux pics de DEBYE très proches.

- l'énergie d'activation  $H = 0,27 \pm 0,02$  ev

- les facteurs de fréquence associé  $\nu_0 = 10^{13} \pm 0,8$  s<sup>-1</sup>. Si l'on considère deux composantes  $\nu_{o1} / \nu_{o2} \sim 7$ .

Ce pic dont l'existence est liée à la déformation ne présente cependant pas les caractéristiques d'un pic de relaxation dont le mécanisme fait intervenir les dislocations ; le fait qu'il puisse être défini par deux composantes à un seul temps de relaxation est en contradiction avec tous les mécanismes liés aux mouvements des dislocations. De plus le fait que P<sub>1</sub> disparaisse à basse température ne pourrait s'expliquer que par un épinglage des dislocations, la disparition de ces dernières étant exclue vers 200 °K. La figure 120 montre un essai réalisé sur un échantillon de Zr 4N. Après un écrouissage par traction de 10 % à -196 °C, une montée en température jusqu'à -68 °C fait disparaître P<sub>1</sub>. Sans réchauffer l'échantillon à une température supérieure à -68 °C, un écrouissage supplémentaire de 0,2 % est effectué sur cet échantillon à -196 °C. Le frottement intérieur présente un faible pic P<sub>1</sub> dont l'amplitude correspond à ce très faible écrouissage.

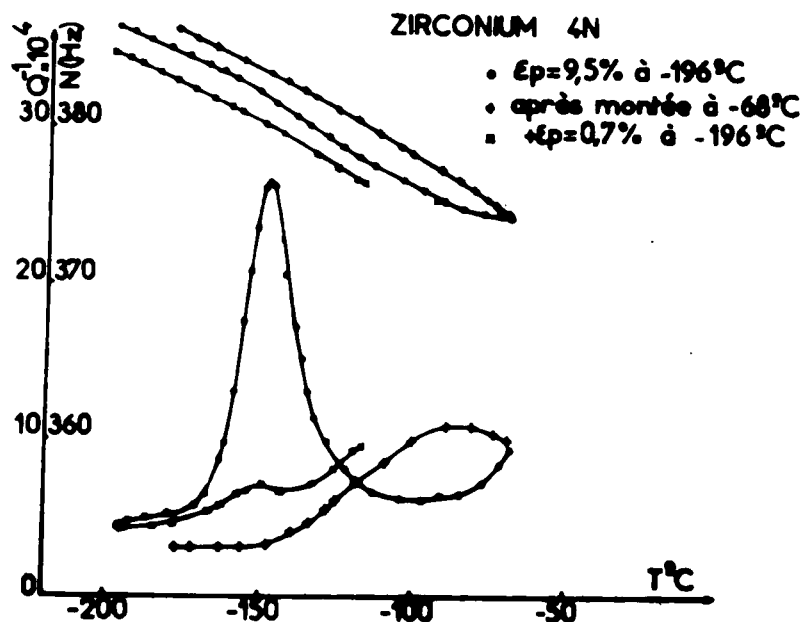


Fig. 120 -

On n'observe pas de phénomène de désépingleage. La disparition de  $P_1$  ne saurait donc être reliée à la migration de l'hydrogène sur les dislocations selon le modèle proposé par SAVINO [50], modèle qui supposait que  $P_1$  était lié aux mouvements propres des dislocations selon le modèle de SEEGER (rappelons que cet auteur trouvait une énergie d'activation de l'ordre de 0,11 eV et par suite  $\nu_0 \sim 10^7$ ).

Si le mécanisme de  $P_1$  ne fait pas intervenir les dislocations, il doit néanmoins résulter de la présence de défauts intrinsèques du métal, puisque ce pic n'existe pas sans déformation. Dans cette optique on ne peut envisager qu'un phénomène de relaxation lié à la présence de défauts ponctuels. L'énergie d'activation, la valeur de  $\nu_0$  qui est de l'ordre de grandeur de la fréquence de DEBYE et le fait que le pic soit assimilable à deux composantes de DEBYE, suggère un mécanisme de relaxation résultant du saut des atomes interstitiels intrinsèques.

Un atome interstitiel créant une déformation sphérique dans la maille hexagonale, quelle que soit la direction de la sollicitation, aucun site ne sera favorisé, en particulier aucun site octaédrique. On ne peut donc pas concevoir un mécanisme de saut identique au mécanisme à l'origine du pic de SNOEK. L'existence d'un pic de relaxation implique l'existence de paires qui peuvent être des paires auto-interstitiels-interstitiels, auto-interstitiels substitutionnels ou bien bi-auto-interstitiels. Nos essais de frottement intérieur et le comportement mal connu et très discuté aujourd'hui du comportement des interstitiels intrinsèques ne permet pas de définir la nature exacte de ces paires ; notons cependant qu'il est généralement admis que ces interstitiels ont tendance à se grouper [76, 78].

Les mesures de résistivité de SWANSON [79] et de VIALARET [76] après écrouissage à basse température et les résultats de frottement intérieur de PICHON [78] obtenus après irradiation à - 196 °C viennent confirmer l'origine du pic  $P_1$ .

En effet SWANSON a montré dans le Zirconium déformé par traction de quelques pour cent à 4,2 °K l'existence d'un important stade de revenu vers 35 °K qui ne peut être attribué qu'à la présence d'un grand nombre d'interstitiels intrinsèques. De même VIALARET attribue les premiers stades de revenu de la résistivité après laminage à - 196 °C au mouvement puis à l'élimination des auto-interstitiels et la comparaison des résultats obtenus

après écrouissage et après irradiation confirme le rôle tenu par ce type de défauts.

Enfin PICHON signale après irradiation l'existence d'un pic de frottement intérieur assez stable culminant vers 110 °K (- 163°C) dont la largeur à mi-hauteur est de 10 à 12 °K ; l'énergie d'activation associée est de l'ordre de 0,27 ev et le facteur préexponentiel  $\nu_0$  de l'ordre de  $10^{-13}$ . La similitude de ce pic et de celui que nous avons observé suggère qu'ils ont la même origine.

La disparition du pic P1 entre 170 et 200 °C correspond à la fin du stade I de restauration et au début du stade II et coïncide avec un stade de revenu de la résistivité. Ce stade est généralement attribué à l'élimination des bi-interstitiels et des configurations plus complexes (triplets... ). En particulier les courbes de résistivité de SWANSON obtenues sur du Zr 4N de MRC sensiblement identique à la nuance que nous utilisons, et faiblement déformé par traction (0,7 % à 1,5 %) montre un stade de revenu de résistivité très net entre 160 et 200°K (fig. 121) et l'important stade de revenu à 35 °K. Cet auteur attribue ce second stade à la formation de paires oxygène-interstitiel ; cette interprétation mise en doute par VIALARET est infirmée

par l'expérience d'oxydation que nous avons faite et qui montre que l'apport de 600 ppm d'oxygène fait chuter le pic P1 (Fig. 119). Le fait que VIALARET mette en évidence d'autres stades de revenu, en particulier vers 110°K, que SWANSON n'observe pas, peut provenir des taux de déformation très important ( $\Delta e/e_0 = 95\%$ ) réalisés par cet auteur (fig. 122).

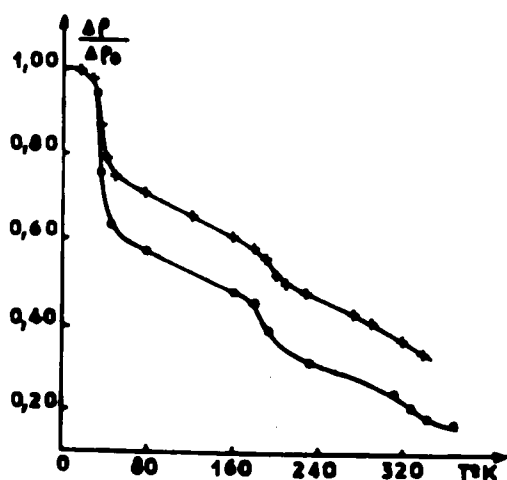


Fig. 121 -

b/ le pic P3

Les essais à différentes fréquences ont montré l'existence d'un maximum de frottement

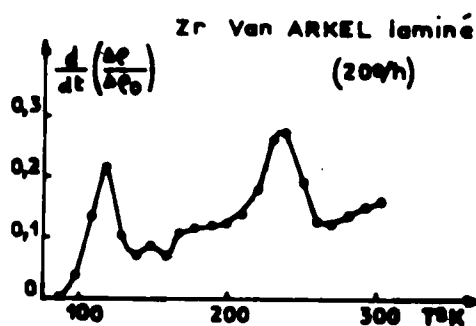


Fig. 122 -

intérieur vers  $-55^{\circ}\text{C}$ . A 350 Hz (Fig. 92) ce maximum est peu accusé, mais à 16,6 Hz et plus encore à 1.05 Hz on observe un pic de forte amplitude. Nos mesures ont montré l'existence d'une montée approximativement exponentielle, pouvant être le fond continu d'amortissement ou le flanc d'un pic, dont l'énergie d'activation estimée par le déplacement en fréquence est de l'ordre de 0,52 ev. Ce phénomène commence à décroître dès que l'on réchauffe au-dessus de  $-60^{\circ}\text{C}$  et disparaît quand on atteint environ  $-20^{\circ}\text{C}$ . SAVINO [50] a montré que si l'on effectue, après réchauffage à l'ambiante une légère déformation ( $\epsilon_p = 0,1\%$ ) à  $-196^{\circ}\text{C}$  on fait réapparaître ce pic.

Le fait que ce pic disparaisse avant que le phénomène soit totalement développé ne permet pas de le définir avec précision. Seules des mesures à très basses fréquences pourraient le permettre (0,01 à 0,1 Hz).

La disparition de  $P_3$  est associée à une légère diminution du module à basse température et à une augmentation du fond continu ; la nature de ces effets est inverse de ce que l'on observe pour un épinglage et ils correspondent à une augmentation de la longueur des boucles à basse température.

La disparition de  $P_3$  correspond à un important stade de revenu de résistivité sur le métal laminé (Fig.122) mais il est indiscernable sur la courbe de SWANSON (Fig.121,  $\epsilon_p = 0,6\%$ ). VIALARET considère que ce phénomène se produit au stade III de la restauration attribuée à l'élimination ou bien des lacunes absorbées par les dislocations et les joints de grains, ou bien d'un second type d'interstitiels.

L'état actuel des connaissances ne permet pas de déterminer de façon probante l'origine du phénomène correspondant au pic  $P_3$ . La valeur estimée de l'énergie d'activation associée, de l'ordre de 0,5 ev suggère que les lacunes en sursaturation jouent un rôle à ce stade du revenu du métal.

#### VII-2-2- Le pic $P_2$

Nous avons vu que l'existence du pic  $P_2$  est liée à la présence d'hydrogène dans le champ de la dislocation. A  $-196^{\circ}\text{C}$  l'hydrogène est un interstitiel immobile. Les dislocations créées par la déformation n'ont donc pas une atmosphère d'hydrogène identique à celle des dislocations créées par écrouissage à  $20^{\circ}\text{C}$ . La diffusion de l'hydrogène au cours du réchauffa-

ge se manifeste par l'apparition de  $P_2$ , la chute du fond continu d'amortissement et l'augmentation du module résultant de l'épinglage des dislocations (à basse température l'hydrogène joue le rôle de point d'ancrage).

T	- 196	-163	-103	-48
$\bar{X}$ Zr	$3 \cdot 10^{-13}$		$25 \cdot 10^{-8}$	$3 \cdot 10^{-5}$
$\bar{X}$ Ti	$6 \cdot 10^{-10}$	$40 \cdot 10^{-8}$	$3 \cdot 10^{-5}$	

Si l'on admet que l'hydrogène doit parcourir une distance moyenne  $\bar{X}$  de l'ordre de 1000 b, avec les valeurs que nous avons obtenues pour l'énergie de diffusion en prenant  $D_0 \sim 10^{-3}$  et en utilisant la relation  $\bar{X}^2 = 2 Dt$ , on voit qu'il est nécessaire d'atteindre - 103 °C (Titane) ou - 48 °C (Zirconium) pour que cette distance soit franchie. Si l'apparition du pic correspond à  $\bar{X} \sim 10$  b  $P_2$  doit croître à partir de - 165 °C sur le Titane et -100°C sur le Zirconium. Ces valeurs sont cohérentes avec les observations faites pour le Zirconium (fig.100). Le développement du pic  $P_2$  au delà de - 20°C dans ces deux métaux peut s'expliquer par une mise en solution progressive des précipités. L'augmentation de l'amplitude globale du pic, son déplacement vers les hautes températures, la diminution du fond continu et l'augmentation du module à basse température vont dans ce sens.

A partir de 80 °C, la diminution du pic  $P_2$  correspond au premier stade de restauration défini pour les recuits après déformation à la température ambiante.

### VII-2-3- Comparaison des deux métaux.

Nous avons vu que les spectres de frottement intérieur obtenus après écrouissage à la température ambiante sur le Zirconium et le Titane sont très proches et se prêtent à une même interprétation.

Après déformation à - 196 °C le spectre du Zirconium se distingue par l'existence des pics  $P_1$  et  $P_3$  toutes choses demeurant sensiblement identiques par ailleurs, en particulier le comportement du pic  $P_2$ .

Le pic  $P_1$  étant attribué à la présence de défauts ponctuels interstitiels créés au cours de la déformation, le fait qu'on ne l'observe pas sur le Titane incite à penser que la déformation de ce métal à - 196 °C crée

beaucoup moins de défauts ponctuels que dans le cas du Zirconium. On aurait pu penser que le pic P<sub>1</sub> du Titane possède une énergie d'activation telle que les conditions expérimentales utilisées (1 Hz à 350 Hz et - 196 °C à l'ambiante) ne permettent pas de l'observer. Les résultats de PICHON [78] obtenus à 1 Hz sur du Titane irradié ont montré l'existence vers 115 °K d'un pic analogue au pic signalé sur le Zirconium après irradiation vers + 110 °K. Or une déformation par torsion de  $\gamma_M = 14\%$  à - 186 °C ne nous permet pas d'observer un pic analogue au pic P<sub>1</sub> du Zirconium vers cette température pour une même fréquence de mesure de 1 Hz. Par ailleurs, dans la mesure où le pic P<sub>3</sub> est associé à la présence de lacunes en sursaturation dans le Zirconium, son inexistence dans le Titane tend à confirmer notre hypothèse.

### VII-3- MODELE DE RESTAURATION APRES DEFORMATION A - 196 °C

En conclusion, l'ensemble de ces résultats nous permet de proposer un modèle de restauration pour ces deux métaux après déformation à la température de l'azote liquide. La littérature nous ayant fourni un bien plus grand nombre de données expérimentales, dans le cas du Zirconium, en particulier celles qui ont été obtenues par résistivité, nous présentons en premier lieu l'évolution de ce métal :

- de - 180 à - 105 °C : Stade I avec migration des interstitiels intrinsèques dans des puits (essentiellement les dislocations) ou sur des agglomérats. L'épinglage des dislocations correspondant est mis en évidence par la diminution du fond continu et l'augmentation du module à basse température; En outre les mesures de résistivité présentent un maximum de variation vers - 160 °C.

- de - 105 à - 65 °C : Stade II. La disparition du pic P<sub>1</sub>, attribuée à l'existence de configuration d'interstitiels, témoigne de l'élimination de ce type de défauts. D'autre part, l'apparition du pic P<sub>2</sub> indique le début de la diffusion de l'hydrogène.

- de - 65 à - 20 °C : Ce stade de restauration correspond au pic P<sub>3</sub>. Il peut être attribué à l'élimination des lacunes en sursaturation, ou bien à un réarrangement à courte distance dans le voisinage de la dislocation par diffusion des interstitiels piégés au stade II. Ce stade conduit à une augmentation de la longueur moyenne des boucles, ce que traduisent la baisse du module et l'augmentation du fond continu à basse température.

- de - 20 à + 300 °C : Stade III.

Dans un premier temps, de - 20 °C à + 80 °C, augmentation du pic  $P_2$  liée à la diffusion de l'hydrogène sur les dislocations ; puis jusqu'à 190 °C décroissance du pic résultant d'un mécanisme d'épinglage des dislocations par des défauts ou impuretés dont l'énergie de diffusion est de l'ordre de grandeur de l'énergie d'auto-diffusion du métal. Ce défaut pourrait être du type lacunaire. Au delà de 190 °C restauration du réseau et perfectionnement par formation de cellules pour les fortes déformations.

A partir de 290 °C environ (cette température dépend sensiblement du taux de déformation) : recristallisation in-situ pour les faibles taux d'écroutissage, par germination pour les taux élevés. La recristallisation secondaire se traduit au dessus de 450 °C par la diffusion des joints et le grossissement des grains.

Malgré l'absence dans la littérature de résultats identiques à ceux du Zirconium en résistivité, un schéma comparable de l'évolution du Titane peut être présenté en soulignant l'inexistence du pic  $P_1$  et du stade de restauration correspondant à  $P_3$ . On peut aussi noter que la croissance du pic  $P_2$  commence à plus basse température (< - 150 °C) tandis que l'évolution au dessus de la température ambiante est sensiblement analogue à celle du Zirconium.

## CONCLUSION

Les pics de relaxation observés après écrouissage, dans le domaine des basses températures, ont fait l'objet de nombreuses études dans le cas des métaux de structures cubique à faces centrées et cubique centrée. Par contre les études relatives aux métaux de structure hexagonale compacte sont très peu nombreuses ; dans le cas du Zirconium nous avons signalé l'étude faite parallèlement à notre travail par SAVINO et qui a conduit à la mise en évidence à basse fréquence d'un pic  $P_1$  après écrouissage à  $-196\text{ }^\circ\text{C}$  ; dans le cas du Titane, l'existence d'un pic similaire au pic  $P_2$  du Zirconium observé après écrouissage à l'ambiante, a été mentionnée par HASIGUTI.

L'objet de notre travail était double :

- d'une part établir de façon précise les spectres de frottement intérieur du Zirconium écroui à  $-196\text{ }^\circ\text{C}$  et à l'ambiante, en utilisant une gamme de fréquence de mesure aussi large que possible afin de définir avec exactitude les énergies d'activations et les facteurs de fréquence des différents pics, et leur évolution en fonction de différents paramètres ;

- d'autre part étendre cette analyse au cas du Titane afin de confronter les résultats obtenus sur ces deux métaux qui présentent des comportements très analogues vis à vis de nombreux phénomènes physiques et chimiques.

Les écrouissages effectués à la température ambiante nous ont permis de montrer sur les deux métaux, l'existence d'un large pic, le pic  $P_2$ , résultant de la superposition de deux phénomènes de relaxation faisant intervenir les dislocations :

- les différents recuits isothermes et isochrones de ces deux métaux jusqu'à la recristallisation complète, ont montré que  $P_2$  était effectivement lié à la présence des dislocations introduites par écrouissage ;

- l'évolution de  $P_2$  en fonction du taux de déformation, de la pureté et de la fréquence de mesure, nous a conduit à retenir l'hypothèse d'un désépinglement thermique des dislocations, assimilable au mécanisme proposé par KOIWA pour les pics d'HASIGUTI dans les métaux CFC,



puis à plus haute température, d'un drainage des interstitiels responsable de l'épinglage (en l'occurrence des atomes d'hydrogène) selon un mécanisme analogue à celui que propose SCHOECK pour les pics d'écrouissage (CWP).

La confrontation entre le comportement du pic au cours des recuits, les variations de la dureté, et l'évolution de la structure analysée par micrographie et radiocristallographie, a permis de préciser les différents stades de la restauration et de la recristallisation.

Le pic  $P_1$  observé après déformation à basse température seulement dans le cas du Zirconium a été attribué à la relaxation de paires d'auto-interstitiels en raison des valeurs obtenues pour l'énergie d'activation et le facteur de fréquence, contrairement aux interprétations antérieures. La comparaison entre les spectres de frottement intérieur observés après irradiation et nos résultats, suggère en effet que la densité des défauts ponctuels créés au cours de la déformation est beaucoup plus élevée dans le Zirconium que dans le Titane. Il serait néanmoins souhaitable que ce résultat puisse être confirmé par des mesures de résistivité analogues à celles qu'ont effectuées VIALARET et SWANSON dans le cas du Zirconium.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] ZENER C.M.  
Elasticité et Anélasticité des métaux. Dunod. Paris (1969)
- [2] FAST J.D.  
Métaux et Corrosion 435 et 436 (1961).
- [3] RENUCCI L.  
Ann. Chim. 3 (1968) 425.
- [4] NOWICK A.S., BERRY B.S.  
I.B.M. Journal (1961) 297
- [5] KOEHLER J.S.  
Imperfection in nearly perfect crystals. J. Wiley. New-York (1952)
- [6] GRANATO A., LUCKE K.J.  
Appl. Phys. 27 (1956) 583
- [7] BECKER R. KORNETZKI M.  
Zeit. Phys. 88 (1934) 634
- [8] SNOEK J.L.  
Physica 8 (1941) 711
- [9] KE T.S.  
Phys. Rev. 71 (1947) 533
- [10] COLETTE G.  
C.R.A.S. 246 (1958) 275
- [11] CABARAT R.  
Rev. Met. 46 (1949) 321
- [12] BORDONI P.G.  
Ricerca Sci. 19 (1949) 851
- [13] HASIGUTI R.R.  
J. Phys. Soc. Japan 18 suppl. 1 (1963) 114
- [14] SCHOECK G.  
Acta Met. 11 (1963) 617
- [15] KOSTER W.  
Z. Metalik 32 (1940) 282
- [16] BRUNER L.  
J. Phys. Rev. 118 (1960) 399
- [17] GILMAN J.J.  
Phil. Mag. (8) 7 (1962) 1775.

- [18] FELTHAM P.  
Phil. Mag. (8) 6 (1961) 1301
- [19] BRAILSFORD A.D.  
Phys. Rev. 122 (1961) 778
- [20] SEEGER A.  
Phil. Mag. (8) 1 (1956) 651
- [21] SHOCKLEY W.  
Trans. AIME 194 (1952) 829
- [22] PEIERLS  
R. Proc. Phys. Soc. 52 (1940) 34
- [23] DEHLINGER U.  
Ann. Phys. 2 (1929) 749
- [24] MOTT N.F. NABARRO F.R.N.  
Report on Conference on Strength of Solids The Physical Society  
(1948) London. J. Acoust. Soc. Ann. 27 (1955) 643
- [25] MASON W.P.  
Phys. Rev. 97 (1955) 557
- [26] SEEGER A. DONT H. PEAFF F.  
Disc. Far. Soc. 23 (1957) 19
- [27] NIBLETT D.H. Phys. Acoust. Vol. III, Academic Press. New York 1966
- [28] SEEGER A. SCHILLER P.  
Acta Met. 10 (1962) 348
- [29] PARE V.K.  
J. Of Appl. Phys. 32 (1961) 332
- [30] ALEFELD G.  
Phys. Rev. 140 (1965) 1771
- [31] ALEFELD G.  
Jal. of Appl. Phys. 36 (1965) 2633
- [32] ALEFELD G.  
J. of Appl. Phys. 36 (1965) 2642
- [33] KOIWA M. HASIGUTI R.R.  
Acta Met. 13 (1965) 1219
- [34] LANDAU L.D. LIFSHITZ E.M.  
Statistical Physics. Pergamon Press Ltd London 1958
- [35] RIEU G.  
Thèse Doc. ès Sciences (1970) POITIERS.
- [36] MAZZOLAI F.M. NUOVO M.  
Solid Stat. Comm. 7 (1969) 103

- [37] NIBLETT D.H. WILKS J.  
Phil Mag. (8) 1 (1956)  
Phil. Mag. (8) 2 (1957)  
Pros. Phys. Soc. (London) 73, 95 (1959)
- [38] CASWELL H.L.  
Jal. Appl. Phys. 29 (1958) 1210
- [39] TUNG P.P., SOMMER A.W. Acta Met. 2 (1974) 191
- [40] SACK H.S.  
Acta Met. 10 (1962) 455
- [41] THOMSON D.O., HOLMES D.K.  
J. Appl. Phys. 30 (1959) 1034
- [42] BAXTER W.J., WILKS J.  
Acta Met. 10 (1962) 175  
Acta Met. 11 (1963) 979
- [43] ALERS G.A., THOMSON D.O. Bul. Am. Phys. Soc.  
(2) 5 (1960) 25  
J. Appl. Phys. 32 (1961) 283
- [44] CHAMBERS R.H.  
J. Appl. Phys. Letters 2 (1963) 165
- [45] CHAMBERS R.H., SHULTZ J.  
Acta Met. 8 (1960)  
Phys. Rev. Letters 6 (1961) 273  
Acta Met. 10 (1962) 466
- [46] De BATIST R.  
Phys. St. Sol. 3 (1963) 1475
- [47] BOCH P.  
Thèse Doc. es Sc. (1968) Poitiers
- [48] BOCH, MALLETT J.M., de FOUQUET, J.  
J. Mem. Sc. Rev. Met. 6 (1967) 507
- [49] POVOLO F. BISOGNI E.A.  
J. of Nucl. Mat. 29 (1969) 82
- [50] SAVINO E.J.  
Thèse Doc. ès-Sc. (1971) Buenos Aires
- [51] HASIGUTI R.R. IGATA N., KAMOSHITA A.  
Acta Met. 10 (1962) 442
- [52] GACOUGNOLLE J.L., SARRAZIN S.  
Int. <sup>al</sup> Conf. on Internal friction ( août 1973) RWTH AACHEN  
W. Germany - à paraître.

- [53] PETIT J., QUINTARD., MAZOT.P., de FOUQUET J.,  
Int<sup>al</sup> Conférence on Int.<sup>al</sup> Friction (Août 1973) RWTH  
AACHEN - W.GERMANY - à Paraître.
- [54] RAPPERPORT E.J.  
Acta Met. 3 (1955) 208
- [55] AKHTAR A. TEGHTSOONIAN A.,  
Acta Met. 19 (1971) 655
- [56] ROSI F.D., DUBE C.A., ALEXANDER B.H.  
Trans. AIME 197 (1953) 257
- [57] CHURCHMANN A.T.  
Jal. Inst. Met. 83 ( 1955) 39
- [58] PETIT J. QUINTARD M. SOULET R. de FOUQUET J.  
Jal de Phys. C<sub>2</sub> 32 (1971) 21
- [59] BOCH. P., PETIT J., GASC C., de FOUQUET J.,  
C.R.A.S. 266 ( 1968) 603
- [60] MALLET M.W., ALBRECHT W.M.  
Jal Electrochem. Soc. (3) 1957) 142
- [61] GULBRASEN F.A., ANDREW K.F.  
Jal Electrochem. Soc (11) 101 (1954) 560
- [62] MISHIMA Y. ISHINO S., NAKAJIMA S.  
Jal. Mat. Nucl. 27 (1968) 335
- [63] HALMAN W.R, CRAWFORD.R.W. PAREDES F.  
Trans. A.I.M.E. 233 (1965) 1836
- [64] BREHM.C., LEHR P. M  
Mem. Sci. Rev. Met. 3 (1968) 275
- [65] RENUCCI L. LANGERON J.P.  
C.R.A.S. 264 (1967)
- [66] FRIEDEL  
"Dislocations" Pergamon Press (1964) 405
- [67] GRUZIN P.L., PAVLINOV L.V. TYUTYUNNIKA.D.  
Izvest.Akad. Nauk (SSSR) 5 (1959) 187
- [68] BORISOV E.V. GRUZIN P.L., PAVLINOV L.V. FEDOROV G.B.  
Metal. Metallovd.Chist. Met. 1(1959) 213
- [69] NAIK A.C. , AGARWALA R.P.  
Acta Met. 15 (1967) 1521
- [70] LIBANATI C.M., DYMENT F.  
Acta Met. 11 (1963) 1293
- [71] PEMSLER J.P.  
Jal. Electrochem. Soc. (6) 105 (1958) 315

- [72] BERANGER G.  
C.R.A.S. 259 (1964) 4663  
Jal Nucl. Mat. 16 (1965) 190
- [73] DEBUIGNE J.  
J.Met.Cor.et Ind.501 (1967) 186
- [74] REVIKINE A.V.  
Fz Akad. Nauk.(SSSR) 5 (1961) 113
- [75] GUPTA D. WEINIG S. Acta Met.10 (1962) 292
- [76] VIALARET P.  
Thèse doc. ès Sciences 1973 -PARIS VI
- [77] FRIEDEL  
"Dislocations" Pergamon Press (1964) 278
- [78] PICHON R. BISOGNI E, MOSER P.  
Radiation effects (à paraître)
- [79] SWANSON M.L.  
Radiation Jal Phys. 44 (1966) 3241.