



HAL
open science

FROTTEMENT INTÉRIEUR À BASSE TEMPÉRATURE DANS LE FER DE HAUTE PURETÉ

J. San Juan, Gilbert Fantozzi, C. Esnouf, F. Vanoni, A. Bernalte

► **To cite this version:**

J. San Juan, Gilbert Fantozzi, C. Esnouf, F. Vanoni, A. Bernalte. FROTTEMENT INTÉRIEUR À BASSE TEMPÉRATURE DANS LE FER DE HAUTE PURETÉ. *Journal de Physique Colloques*, 1983, 44 (C9), pp.C9-685-C9-690. 10.1051/jphyscol:19839103 . jpa-00223337

HAL Id: jpa-00223337

<https://hal.science/jpa-00223337>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

FROTTEMENT INTÉRIEUR À BASSE TEMPÉRATURE DANS LE FER DE HAUTE PURETÉ

J. San Juan, G. Fantozzi, C. Esnouf, F. Vanoni* et A. Bernalte**

*Groupe d'Etudes de Métallurgie Physique et de Physique des Matériaux
(LA 341), I.N.S.A., Bât. 502, 69621 Villeurbanne Cedex, France*

**C.E.N. Grenoble, D.R.F., 85 X, 38041 Grenoble Cedex, France*

***Dpto Electricidad y Magnetismo U.N.E.D., Apdo 50487 Madrid, Espagne*

Résumé - A l'aide de mesures de frottement intérieur et de microfluage, nous avons étudié la sous-structure du pic $\alpha + \alpha'$. Il apparaît trois composantes dont les paramètres d'activation ont été déterminés. Les composantes sont attribuées aux dislocations non-vis dans les plans $\{110\}$ et $\{112\}$.

Abstract - The structure of the $\alpha + \alpha'$ peak has been studied by internal friction and micro-creep experiments. Three components appear, and the activation parameters have been determined. These components are attributed to non-screw dislocations on $\{110\}$ and $\{112\}$ planes.

I - INTRODUCTION

L'interprétation des spectres de frottement intérieur basse température des métaux c.c. est toujours controversée (1). Par déformation à température ambiante le spectre de frottement intérieur du Fer- α comprend un large pic α vers 28 K (1 Hz) avec un épaulement α' autour de 12 K qui ont été mis en évidence par frottement intérieur (2-5) et microdéformation (6). Le pic α est généralement attribué à la création thermiquement activée des doubles décrochements sur les dislocations non-vis (71°) (3-8), tandis que diverses interprétations ont été proposées pour le pic α' , le plus souvent reliées au mouvement des décrochements géométriques sur les dislocations vis (8-9). Néanmoins, la grande largeur du pic α (5 à 7 fois la largeur d'un pic de Debye (2-3)) qui ne peut être attribuée à une distribution des longueurs des dislocations et des contraintes internes (5) indique qu'il existe probablement une sous-structure plus complexe.

II - METHODE EXPERIMENTALE

Les expériences sont réalisées sur des plaquettes (0,5 x 5 x 40 mm) de Fer de haute pureté obtenu au C.E.N.G., recuit 10 h à 400°C sous hydrogène purifié (10). Un champ magnétique axial de 200 Oe est appliqué de façon à éliminer les effets du couplage magnéto-élastique. Les échantillons sont d'abord pré-déformés de 3% en traction à température ambiante afin d'éliminer le pic β_α de frottement intérieur (11) et sont ensuite déformés par torsion in situ à différentes températures.

Les mesures de frottement intérieur sont réalisées à l'aide d'un pendule de torsion inversé équipé d'un microordinateur de table du type C.B.M. Commodore 4032 (12). La fréquence d'oscillation est de l'ordre de 3 Hz.

Les mesures de microfluage sont réalisées en appliquant une contrainte statique de torsion (temps d'application ≈ 3 sec.) ; afin de minimiser le lancement du pendule, la fréquence d'oscillation est réglée au maximum ($\approx 4,5$ Hz). La courbe de fluage est enregistrée en fonction du temps pendant 200 sec., la température étant maintenue constante à $\pm 0,1$ K. Les courbes de fluage ainsi obtenues à différentes températures ont été lissées par une méthode d'addition exponentielles.

III - RESULTATS EXPERIMENTAUX

Fer déformé à température ambiante : La fig. 1 montre les spectres de frottement intérieur, pour diverses amplitudes de sollicitation, d'un échantillon de fer pré-déformé de 3% en traction à température ambiante et déformé de $\pm 4\%$ par torsion à

T = 300 K.

Le spectre présente un pic vers 28 K très élargi du côté basse température (cet élargissement se met bien en évidence lorsque l'on représente le spectre en $1/T$) semblable à l'ensemble $\alpha + \alpha'$ observé par d'autres auteurs (2-4). La hauteur du pic augmente légèrement, et celui-ci se décale vers les basses températures quand on augmente l'amplitude de sollicitation. Il faut remarquer néanmoins, la présence d'un plateau au maximum du pic (surtout pour le spectre à faible amplitude) qui suggère l'existence de deux composantes faiblement écartées dans le domaine du spectre couramment attribué à la composante α .

La décomposition du spectre de frottement intérieur a été réalisée avec les hypothèses suivantes : a) les pics sont symétriques en $1/T$, b) leur facteur d'élargissement est ≥ 1 . Cette décomposition fait apparaître trois composantes entre 10 K et 45 K et un fond continu qui décroît lentement en-dessous de 10 K. Ces trois composantes dont le maximum est situé respectivement vers 28 K, 20 K et ≈ 15 K sont appelées α_1 , α_2 et α_3 . Le facteur d'élargissement est égal à 2 pour la composante α_1 et de l'ordre de 1 pour les composantes α_2 et α_3 .

Pour mieux préciser la sous-structure trouvée dans l'ensemble α , on a également réalisé des expériences de microfluage sur l'échantillon correspondant aux spectres de la Fig. 1, selon la méthode décrite en II. La Fig. 2 montre les courbes de fluage obtenues à différentes températures pour une contrainte statique appliquée de $\sigma_s = 10^{-4} \mu_0$ (μ_0 étant le module élastique de cisaillement à 4,2 K).

Fer déformé à 95 K : Après déformation à température ambiante, l'échantillon a été déformé de $\pm 4\%$ en torsion à 95 K. Les spectres de frottement intérieur obtenus après déformation et recuits à différentes températures sont présentés sur la Fig. 3, (tous les spectres sont déterminés à une amplitude de sollicitation égale à 5×10^{-6}).

Les courbes 1 et 2 Fig. 3a montrent les spectres de frottement intérieur immédiatement avant et après déformation à basse température. Après déformation à basse température on peut observer, mise à part une augmentation du fond continu, une chute de l'ensemble du pic α accompagnée d'une augmentation du frottement intérieur entre 40 K et 60 K, due à l'apparition de la composante β_1 (13).

Les spectres de frottement intérieur après déformation basse température et recuit à 220 K, 245 K, 270 K et 300 K sont donnés par les courbes 1 à 4 de la Fig. 3b. La composante β_1 se décale vers les basses températures quand la température de recuit augmente et atteint son maximum après recuit entre 220 K et 245 K (courbes 2 et 4), puis disparaît après recuit à 300 K.

D'autre part, en comparant les spectres obtenus avant déformation basse température et après déformation et recuit à 300 K, on peut remarquer que la déformation basse température et le recuit à 300 K développent préférentiellement la composante basse température de l'ensemble α .

IV - DISCUSSION

A partir des courbes de microfluage de la Fig. 2 on mesure la différence de déformation $\Delta \epsilon = \epsilon(t_2) - \epsilon(t_1)$ correspondant aux temps t_1 et t_2 . Cette différence présente un maximum en fonction de la température pour chacun des processus de relaxation, Fig. 4. A ce maximum, le temps de relaxation est donné par :

$$\tau = (t_2 - t_1) / \ln(t_2/T_1)$$

Ainsi, en faisant varier t_1 et t_2 , on peut obtenir la variation de τ avec T et à l'aide d'un diagramme d'Arrhenius (Fig. 5) obtenir les paramètres d'activation du processus. Dans tous les cas, les courbes $\Delta \epsilon = f(T)$ présentent trois composantes α_1 , α_2 et α_3 situées vers 17 K, 11 K et 8 K pour $\tau \approx 100$ sec. Les énergies d'activation de chacune des trois composantes sont données dans le tableau I.

Les valeurs sont plus faibles que celles obtenues par frottement intérieur (2), (7-8), mais la différence des énergies trouvées par frottement intérieur (0,044 eV) et par microfluage (0,018 eV) est parfaitement justifiable étant donné que les contraintes mises en jeu dans les deux types d'expériences diffèrent de deux ordres de grandeur.

	α_1	α_2	α_3
$E_{F.I.}$ (eV)	0.044	-	-
$E_{\text{Micro. Fluage}}$ (eV)	0.018	0.011	0.008
σ_p ($10^{-3}\mu$)	2.3	1.6	1.3
Syst. glissement	(112) antimaclage	(112) maclage	(110)

Tableau I

En effet, si on considère l'énergie d'activation apparente donnée par :

$$E = E'_0 - v \cdot \sigma_i - v \cdot \sigma_a = E'_0 - v \cdot \sigma_a$$

(avec v = volume d'activation, σ_i = contraintes internes, σ_a = contrainte appliquée) l'énergie d'activation qu'on peut attendre en frottement intérieur est de l'ordre de E'_0 , σ_a étant $\ll \sigma_i$. Par contre, dans le cas des expériences de microfluage, en prenant un volume d'activation $v \approx 10 \text{ b}^3$ (6) et une contrainte appliquée $\sigma_a = 10^{-4} \mu_0$, on aboutit à une valeur non négligeable de $v \cdot \sigma_a \approx 0,010 \text{ eV}$.

D'autre part, il faut également tenir compte de l'interaction entre les décrochements donnée par (14) :

$$E = E'_0 - (\mu \cdot \sigma \cdot b^6 / 2\pi)^{1/2}$$

Cette interaction conduit à un terme supplémentaire d'environ 0,04 eV probablement surestimé. En considérant une valeur moyenne (0,025 eV) du terme dû à σ_a entre les deux extrêmes avec et sans interaction, on aboutit ainsi à une énergie d'activation E'_0 de l'ordre :

$$E'_0 = E_{\text{mic.}} + E(\sigma_a) = 0,018 \text{ eV} + 0,025 \text{ eV} = 0,043 \text{ eV}$$

tout à fait compatible avec la valeur obtenue par frottement intérieur. Le même type de raisonnements peut être appliqué aux composantes α_2 et α_3 .

La sous-structure du pic α est généralement interprétée de la manière suivante (3-9) : Création thermiquement activée des doubles décrochements sur les dislocations non-vis (71°) pour la composante α et migration des décrochements géométriques sur les dislocations vis pour la composante α' .

L'hypothèse de la migration des décrochements géométriques sur les dislocations vis n'est pas confirmée par les résultats expérimentaux. En effet, aucune des composantes du pic α n'est développée préférentiellement par une déformation basse température, qui favorise pourtant la création de dislocations vis. De plus, l'application d'une contrainte statique importante devrait provoquer une diminution (ou disparition) du frottement intérieur due à l'empilement des décrochements géométriques. Expérimentalement, il est observé qu'une contrainte statique n'a aucun effet sur le spectre de frottement intérieur. Enfin, les trois composantes α_1, α_2 et α_3 sont toujours observées dans les expériences de microfluage, quelles que soient les conditions de déformation et de recuit. Par conséquent, il semble tout à fait improbable que la migration des décrochements géométriques puisse être responsable de l'une des composantes observées.

Ainsi, les trois composantes du pic α peuvent être attribuées à la création thermiquement activée des doubles décrochements sur les dislocations non-vis. Deux hypothèses permettent d'expliquer la présence des trois composantes :

1) L'existence d'une distribution des contraintes internes autour des 3 valeurs moyennes. Cette hypothèse est toutefois peu plausible car les trois composantes apparaissent quelles que soient les conditions de déformation.

2) L'activation de deux systèmes de glissement.

En effet, les dislocations $\langle 111 \rangle$ peuvent glisser soit dans le plan (110), soit dans le plan de maillage (112), les deux systèmes étant observés macroscopiquement (15). Les contraintes de Peierls dans chacun des systèmes calculées par Yamaguchi et Vitek (16) sont données dans le tableau I. Les dislocations glissant dans le système $\langle 111 \rangle$ (110) (mixtes 71°) ont une contrainte de Peierls inférieure à celle des dislocations glissant dans le système $\langle 111 \rangle$ (112) (coins). Ces dislocations, du fait de la dissymétrie de la barrière de Peierls dans le sens maillage ou antimaillage (15-16), présentent deux contraintes de Peierls.

Si l'on compare les valeurs des contraintes de Peierls calculées pour les trois systèmes de glissement avec les énergies d'activation de chacune des composantes (Tableau I), nous pouvons observer une bonne corrélation si l'on attribue la composante α_3 au système (110), la composante α_2 au système (112) maillage et la composante α_1 au système (112) antimaillage.

REFERENCES

- (1) FANTOZZI G., RITCHIE I.G. : ICIFUAS-7, Journal de Physique C5, 42, p. 3 (1981).
- (2) TAKITA K., SAKAMOTO K. : Scrip. Met. 4, p. 403 (1970).
- (3) RITCHIE I.G., DUFRESNE J.F., MOSER P. : ICIFUAS-6, ed. par R. Hasiguti, University of TOKIO Press (1977) p. 701
- (4) ASTIE P., PEYRADE J.P., GROH P. : ICIFUAS-7, Journal de Physique C5, 42, p. 91 (1981).
- (5) DUFRESNE J.F. : Thèse Université de Grenoble, Juin (1982)
- (6) SAN JUAN J., NO L., FANTOZZI G., ESMOUF C., VANONI F. : ICIFUAS-7, Journal de Physique C5, 42, p. 43 (1981).
- (7) KRONMÜLLER A., STEEB H., KONIG N. : ECIFUAS-2, Il Nuovo Cimento 33B p. 205 (1976)
- (8) HIVERT V., GROH P., FRANK W., RITCHIE I., MOSER P. : Phys. Stat. Sol. (a), 46, p. 89 (1978).
- (9) ASTIE P., PEYRADE J.P., GROH P. : Scrip. Met. 14, p. 611 (1980).
- (10) VANONI F. : Thèse Université de Grenoble (1973)
- (11) SAN JUAN J., NO L., REMON A., ESMOUF C., FANTOZZI G., BERNALTE A. Anales de Fisica (A) 79, p. 34 (1983).
- (12) BOUVIER-VOLATILE J.L., SAN JUAN J. : Cette conférence
- (13) RITCHIE J.G., DUFRESNE J.F., MOSER P. : Phys. Stat. Sol. (a), 61, p. 591 (1980)
- (14) HIRTH J.P., LOIHE J. : Theory of Dislocations, Mc Graw-Hill (1968).
- (15) TAOKA T., TAKEUCHI S., FURUBAYASI E. : Journal of the Physical Society of Japan 19, p. 701 (1964).
- (16) YAMAGUCHI M., VITEK V. : J. Phys. F : Metal Phys. 5, p. 11 (1975).

REMERCIEMENTS

J. San Juan remercie le Dpto de Fisica del Estado Solido de la Universidad del Pais Vasco pour son soutien financier.

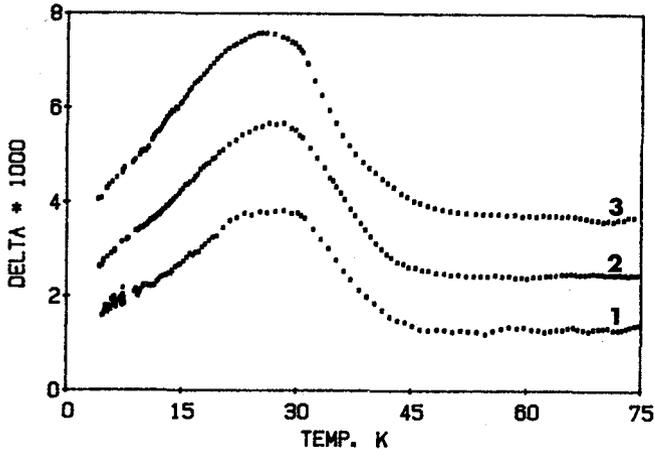


Fig.1.- Spectres de frottement interne du Fer pur déformé à température ambiante pour différentes amplitudes de sollicitation

- (1) $\epsilon_m = 5 \times 10^{-6}$
- (2) $\epsilon_m = 1.5 \times 10^{-5}$
- (3) $\epsilon_m = 3.5 \times 10^{-5}$

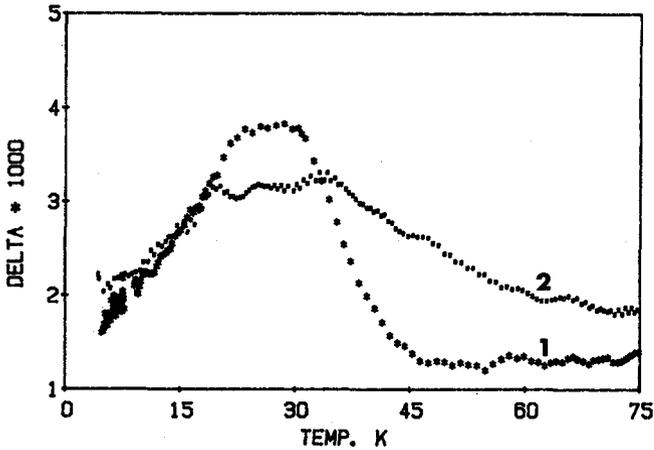


Fig.3a.- Spectres de frottement interne du Fer pur:

- (1) après déformation de +4% en torsion à température ambiante,
- (2) après une deuxième déformation en torsion de ϵ_6 +4% à 95K. ($\epsilon_m = 5 \times 10^{-5}$)

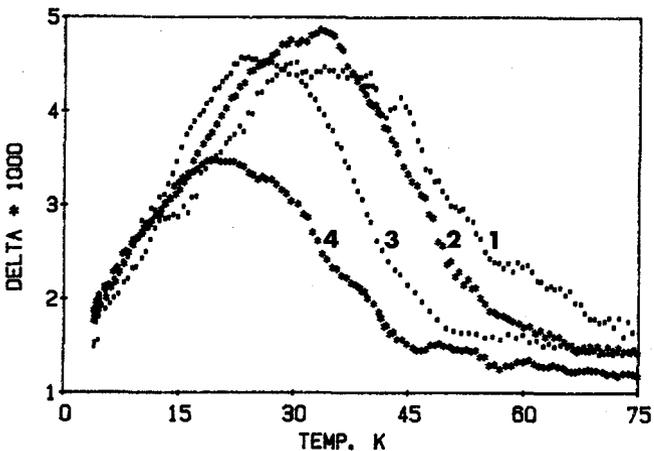


Fig.3b.- Spectres de frottement interne après déformation basse température (fig.3a) et recuit à diverses températures:

- (1) 220K; (2) 245K; (3) 270K
- (4) 300K

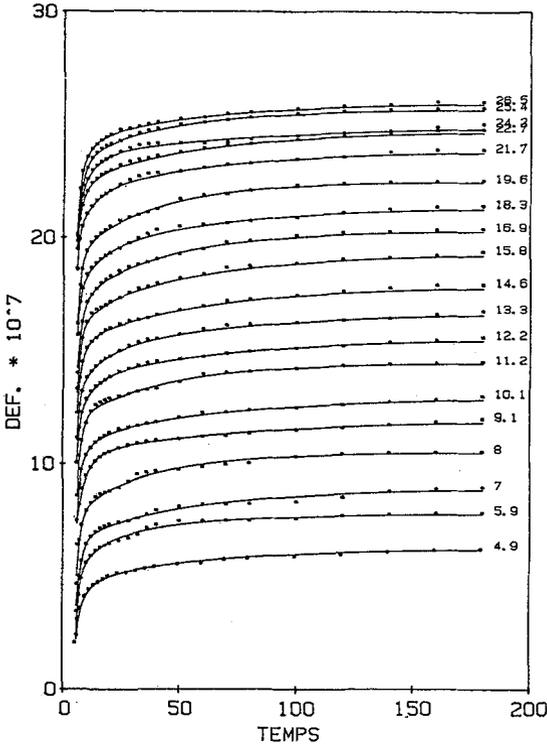


Fig. 2- Courbes de microfluage obtenues à différentes températures avec une contrainte statique égale à : $\sigma_s = 10^{-4} \mu_0$

• points expérimentaux
— courbe lissée

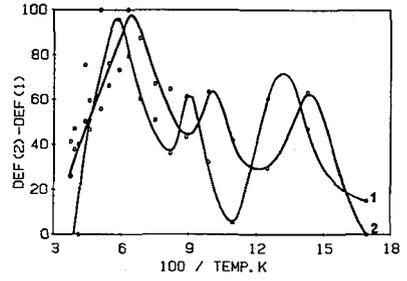


Fig. 4 - Courbes $\Delta \epsilon = \epsilon(t_2) - \epsilon(t_1)$ correspondant aux temps de relaxation $\tau = 46.6s$ et $\tau = 104.8s$

Fig. 5.- Diagramme d'Arrhenius pour les composantes α_1 , α_2 et α_3 .

◆ Résultats de microfluage
● Résultats de frottement intérieur

