

# Etude de la restauration d'un pic de frottement interne du tungstène écroui

Autor(en): **Martinet, Bernard R.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Helvetica Physica Acta**

Band (Jahr): **37 (1964)**

Heft VII-VIII

PDF erstellt am: **27.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-113510>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

## Etude de la restauration d'un pic de frottement interne du tungstène écroui

Détermination de la migration des défauts ponctuels aux stades III et IV,  
par des mesures en pendule de torsion\*)

par **Bernard R. Martinet**

Laboratoire de Génie Atomique. Ecole Polytechnique de l'Université de Lausanne

(29 V 64)

*Résumé.* Le pendule de torsion inversé classique a été perfectionné et comporte 4 disques d'inertie. On peut ainsi mesurer le frottement interne à 4 fréquences différentes et déterminer l'énergie de relaxation du processus responsable du pic. Ce pendule est représenté schématiquement avec seulement 2 disques d'inertie. Les 2 couteaux permettent de coupler les 2 disques sans changer les conditions de vide et de température de l'enceinte.

Le pic de frottement interne du tungstène écroui se restaure dans le domaine de température où il est mesuré, ce qui rend son étude délicate. On a fait subir à différents échantillons, soit des recuits isochrones, soit des recuits isothermes, afin de déterminer les différents stades de restauration et l'énergie de migration  $E_m$ .

Des mesures du pic à 4 périodes différentes ont permis de trouver les énergies de relaxation du pic et de la montée exponentielle.

Les résultats suivent l'équation (3) où  $\alpha$  représente le coefficient d'élargissement du pic par rapport à un processus à 1 seul temps de relaxation.

L'ensemble des résultats permet de trouver l'interprétation physique la plus probable.

- a) Le pic de frottement interne est dû à l'interaction dislocations-lacunes.
- b) Au stade III A, les interstitiels migrent vers les dislocations et se recombinent avec les lacunes qui s'y trouvent déjà.
- c) Au stade III B, les interstitiels piégés par les impuretés sont libérés et migrent à leur tour vers les dislocations.
- d) Au stade III C, les lacunes migrent le long des dislocations en formant des amas.
- e) Au stade IV, les amas de lacunes migrent à leur tour le long des dislocations et drainent toutes les lacunes qui s'y trouvent encore.

### *Summary*

#### *The study of the recovery of an internal friction peak in cold-worked tungsten*

Determination, using a torsion pendulum, of the migration of point defects at stages III and IV.

The classical inverted torsion pendulum (figure 1) has been improved and comprises 4 inertial discs (figure 3). In this way it is possible to measure the internal friction at 4 different frequencies and to determine the relaxation energy  $E_R$  of the process responsible for the peak. This pendulum

---

\*) Recherche bénéficiant d'un subside du Fonds National Suisse de la Recherche Scientifique (Commission pour la Science Atomique, FN A176).

is schematically represented (figure 2) with only 2 inertial discs (2 and 3). The 2 knives (6) allow a connection between the two discs to be made without changing the vacuum or temperature conditions of the enclosure.

The internal friction peak (figure 4) of the cold-worked tungsten recovers in the neighbourhood of the temperature at which it is measured, which makes its study rather tricky. Different specimens were subjected either to isochronal annealing (measurement programme – figure 5, results – figure 8) or isothermal annealing (programme – figure 6, results – figure 9) in order to determine the different stages of recovery and the migration energy,  $E_m$  (figure 10).

Measurements of the peak for four different periods (figures 11 and 12) allowed one to find the relaxation energies  $E_R$  (equation 7),  $E'_R$  of the peak and the exponential climb (figure 13).

The results follow equation 3 in which  $\alpha$  represents the coefficient of expansion of the peak with respect to a process with only one relaxation time. It is found using (8).

All these results allow us to find the most probable physical interpretation.

- (a) The internal friction peak is due to the interaction between dislocations and vacancies.
- (b) At stage III A, the interstitial atoms migrate towards the dislocations and recombine with the existing vacancies there.
- (c) At stage III B, the interstitial atoms trapped by impurities become free and migrate in their turn towards the dislocations.
- (d) At stage III C, the vacancies migrate along the dislocations and accumulate there, forming heaps.
- (e) At stage IV the heaps of vacancies also migrate along the dislocations and collect all remaining vacancies.

## Chapitre I. L'installation de mesure

### § 1. Introduction

Depuis quelques années, un domaine important de la physique du solide s'oriente vers la connaissance des défauts de structure dans les métaux. Ces défauts sont créés par différents traitements métallurgiques: l'érouissage, l'irradiation et la trempe. Ils disparaissent de manière sélective, une espèce après l'autre, par une suite de recuits dont les températures sont de plus en plus élevées ou les durées de plus en plus longues. Le frottement interne est l'une des propriétés physiques les plus sensibles aux imperfections cristallines.

Ce travail consiste en l'étude, à l'aide d'un pendule de torsion, d'un pic de frottement interne du tungstène éroui.

### § 2. Description détaillée du pendule inversé

L'éprouvette se présente sous la forme d'un fil (1) de diamètre compris entre 0,1 mm et 1 mm, de 100 mm de longueur (figure 1). A ses extrémités sont fixés 2 mandrins. Le mandrin inférieur (2), solidaire d'une chape de cuivre (3) peut tourner par rapport à la platine de support grâce à un jeu de poulies et une traversée rotative (4), et permet de régler le zéro mécanique. Le mandrin supérieur (5) est solidaire d'un disque d'inertie (6) par l'intermédiaire d'un tube d'acier inoxydable mince (7) dont la conduction calorifique est faible.

Le disque d'inertie est mis en mouvement grâce à deux aimants (8) qui lui sont solidaires et qui peuvent être attirés par 2 bobines fixes (9). Ces 2 bobines sont montées sur une platine tournante, réglable de l'extérieur à l'aide d'une traversée rotative (10). 2 frotteurs (11) assurent le contact électrique. Le disque d'inertie et un contrepoids (13) qui l'équilibre sont suspendus au fléau d'une balance (12)<sup>1</sup>). Le fil de liaison (14) est assez fin pour ne pas perturber le mouvement de l'ensemble. Les

mouvements parasites sont diminués par une tige auxiliaire (15) ; le centre de «poussée» se trouve alors à 100 mm au-dessus du centre de gravité. Le calcul montre qu'une force de tension de 4 grammes provoque sur un fil de tungstène de 0,4 mm de diamètre, une déformation axiale de  $2 \cdot 10^{-6}$ , égale au dixième de la déformation maximum de torsion apparaissant au cours des mesures.

L'ensemble du dispositif est enfermé dans une enceinte à vide, comprenant une platine de base (16), un cylindre inoxydable (17) percé de deux fenêtres (18). La pression optimale, déterminée expérimentalement, est de  $3 \times 10^{-2}$  mm Hg; cette pression est assez basse pour ne pas perturber le mouvement et assez élevée pour faciliter les échanges thermiques.

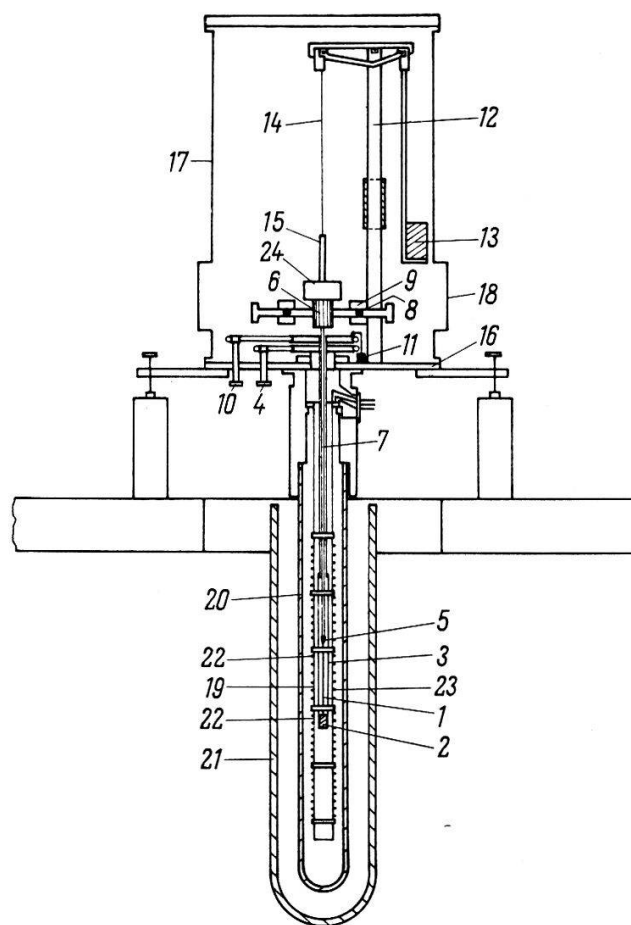


Figure 1  
Le pendule inversé.

Un four (19) bobiné en 5 parties de manière à réduire autant que possible le gradient de température, entouré d'une canne de quartz (20) et d'un Dewar (21), permet de faire des mesures de  $-200^{\circ}\text{C}$  à  $+600^{\circ}\text{C}$ . La température est ajustée à  $\pm 1^{\circ}$  près par 2 régulations, travaillant indépendamment, selon les indications de 2 thermocouples (22) placés près du fil, à l'intérieur de la chape de cuivre. Un 3<sup>e</sup> thermocouple (23) mesure la température au centre de la chape.

Un montage optique – constitué d'une lampe, d'un condenseur, d'une fente, d'une lentille, d'un miroir (24) solidaire du disque d'inertie et d'un suiveur de spot – permet

d'enregistrer le mouvement de rotation du disque d'inertie. En régime d'oscillation libre, on définit le frottement interne par la relation<sup>2)3)</sup>

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{1}{n \pi} \ln \frac{A_i}{A_{n+i}} \quad (1)$$

$A_i$  amplitude du mouvement d'une oscillation quelconque,  
 $A_{n+i}$  amplitude du mouvement  $n$  oscillations après l'amplitude  $A_i$ .

Dans le domaine de nos mesures, le frottement interne est indépendant de l'amplitude des oscillations.

Le pendule inversé et les dispositifs annexes ont été entièrement construits au laboratoire de Génie Atomique.

### § 3. Performances du pendule inversé

La déformation maximum  $\varepsilon_{max}$  exercée sur le fil par le mouvement de torsion est calculée par l'allongement relatif de la fibre extérieure inclinée à  $45^\circ$  et vaut :

$$\varepsilon_{max} = \frac{\varphi d}{4 l} \quad (2)$$

$\varphi$  angle de rotation du disque d'inertie,  
 $d$  diamètre du fil,  
 $l$  longueur du fil.

L'amplitude maximum du mouvement enregistré est de 100 mm à l'extrémité d'un bras optique de 5 mètres. La déformation maximum est alors de  $\varepsilon_{max} = 2 \cdot 10^{-5}$  pour un fil de 0,4 mm de diamètre et de 100 mm de longueur.

Le frottement interne est mesuré à 2% près par la pente de la meilleure droite passant par les points d'un graphique  $\ln A_n$  en fonction de  $n$ .

### § 4. Pendule à 4 disques d'inertie

L'énergie de relaxation qui caractérise le pic de frottement interne étudié est de l'ordre de 1,5 eV. Cette énergie de relaxation implique que la température du maximum du pic se déplace d'une quarantaine de degrés lorsque la période varie d'un facteur dix. Pour déterminer cette énergie de relaxation avec précision, la mesure doit être faite sur un échantillon unique, en modifiant l'inertie du disque sans écrouir le fil.

Nous avons construit un dispositif spécial, comprenant 4 disques d'inertie, mis en place lors du montage du fil, que nous pouvons coupler l'un après l'autre par un système de verrouillage commandé de l'extérieur de l'enceinte. Ce système permet de mesurer le frottement interne pour 4 périodes différentes à chaque niveau de température. Trente secondes après le couplage ou le découplage d'un disque, tout mouvement parasite ayant disparu, une nouvelle mesure est possible.

Le principe du dispositif est schématisé à la figure 2 (2 disques seulement sont représentés). Le premier disque d'inertie (2) est suspendu au fléau de la balance par un fil fin (4) qui ne participe au mouvement que lorsque ce disque d'inertie est employé seul. Le deuxième disque d'inertie (3) est équilibré par un 2ème fil fin (5) qui participe au mouvement lorsque les 2 disques sont couplés. 2 couteaux (6), déplacés de l'extérieur grâce à une traversée à vide, permettent de verrouiller les disques l'un à l'autre. La figure 3 donne le plan de construction du pendule à 4 disques d'inertie.

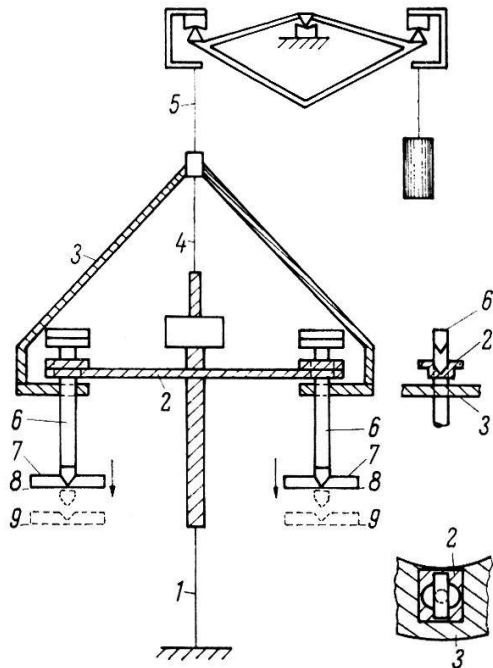


Figure 2

Schéma de principe du pendule à disques multiples.

1. Echantillon,
2. Premier disque d'inertie,
3. Deuxième disque d'inertie,
4. Premier fil fin. Ne participe au mouvement que lorsque le premier disque oscille seul,
5. Deuxième fil fin. Ne participe au mouvement que lorsque les 2 disques oscillent,
6. 2 couteaux pouvant coupler rigidement les 2 disques ou les libérer complètement,
7. 2 contre-couteaux permettant de déplacer les couteaux à l'aide de 2 traversées à vide,
8. Position libérée. Le premier disque d'inertie seul participe au mouvement,
9. Position couplée. Les deux disques d'inertie participent au mouvement.

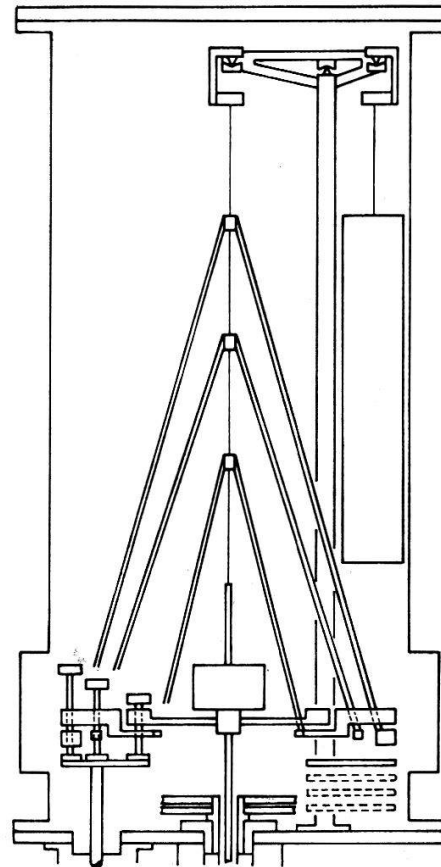


Figure 3

Le pendule à 4 disques d'inertie.

## Chapitre II. Résultats expérimentaux

### § 1. Pic de frottement interne après écrouissage

Les éprouvettes utilisées pour nos mesures ont été tirées de fils de tungstène de diamètres de 0,2 et 0,4 mm. Une analyse de ce tungstène a révélé une pureté de 99,993%.

Les impuretés sont les suivantes:

Mo 30 ppm, Al 8 ppm, Fe 5 ppm, Si 3 ppm,  
Mg 1 ppm, O 15 ppm, H 4 ppm, N < 5 ppm, C < 4 ppm.  
Concentration totale: < 75 ppm.

Une série de mesures d'approche, effectuées de la température ambiante à 500°C, par pas de 25°C, à raison d'une mesure toutes les 30 minutes, a mis en évidence un pic de frottement interne dans le domaine 200°C à 400°C. Ce pic apparaît après écrouissage et disparaît complètement après un recuit de 24 heures à 575°C. Il réappa-

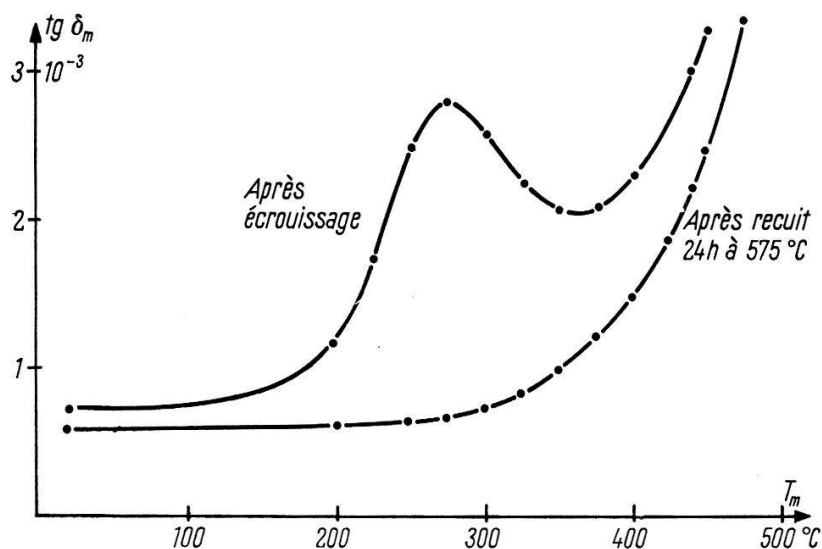


Figure 4

Frottement interne en fonction de la température.

raît après un nouvel écrouissage<sup>4</sup>). La figure 4 montre le frottement interne en fonction de la température après écrouissage et après recuit.

Ces mesures d'approche ont révélé en outre que le frottement interne évolue au cours du temps dans le domaine de température du pic.

## § 2. Définition des recuits isochrones et isothermes détaillés

*Recuit isochrone:* La figure 5 donne un exemple du programme d'un recuit isochrone, caractérisé par :

temps de recuit: 30 min

températures de recuit: s'étageant de 25° en 25°C de 250°C à 550°C

température de mesure du frottement interne après chaque recuit: de 200°C à 50°C en dessous de la température du dernier recuit.

Le premier recuit s'effectue à 250°C pendant 30 min puis la température est abaissée à 200°C, pour la mesure du frottement interne.

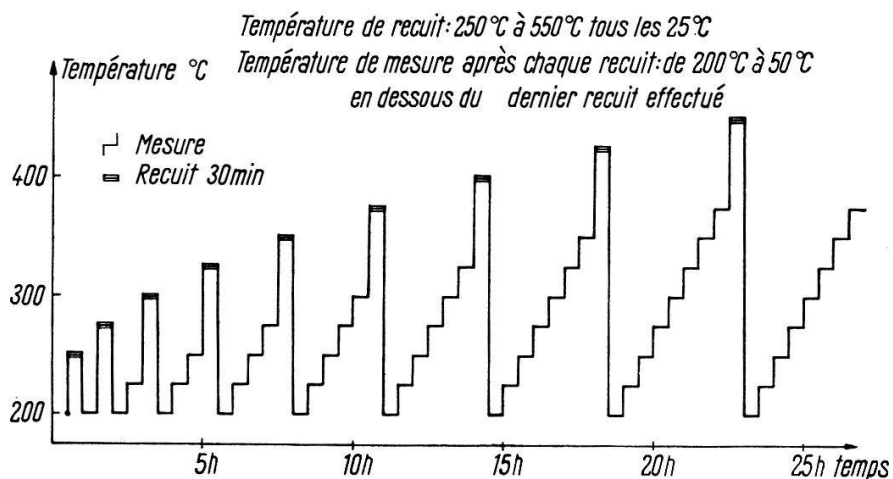


Figure 5

Programme d'un recuit isochrone.

Le deuxième recuit s'effectue à 275°C (température dépassant de 25°C celle du précédent recuit) pendant 30 min et la mesure se fait à 200°C et 225°C, et ainsi de suite (figure 5).

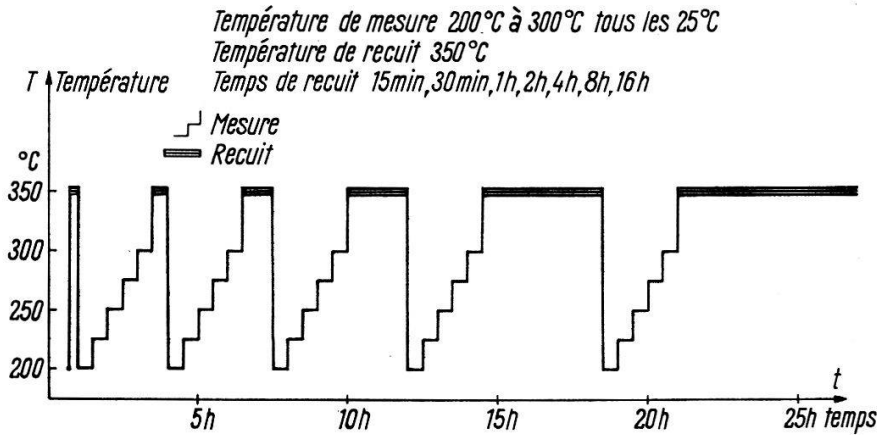


Figure 6  
Programme du recuit isotherme à 350°C.

*Recuit isotherme:* La figure 6 donne un exemple détaillé du programme d'un recuit isotherme, caractérisé par:  
température de recuit: 350°C.  
température de mesure après chaque recuit: 200°C, 225°C, 250°C, 275°C et 300°C,  
temps des recuits successifs: 15 min, 30 min, 1 h, 2 h,....  
Avec ces techniques de recuit, le frottement interne n'évolue pas au cours des mesures.

§ 3. Premier recuit isochrone

Afin de mettre en évidence tous les phénomènes de restauration pouvant être étudiés sur notre installation, nous avons procédé à un recuit isochrone couvrant le domaine de température le plus vaste possible, soit - 200°C à + 600°C.

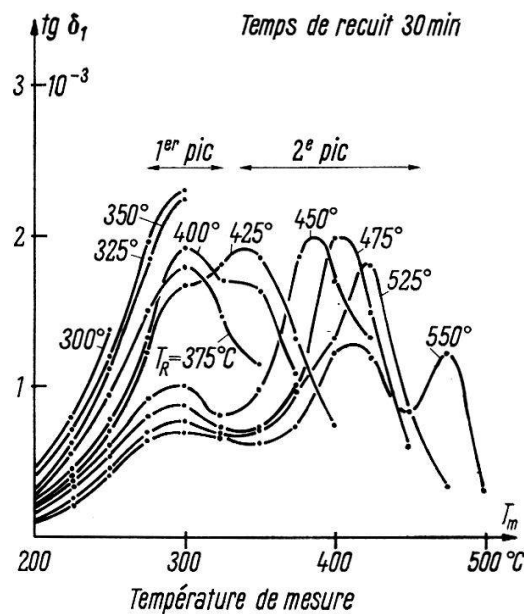


Figure 7  
Premier recuit isochrone

Mise en évidence d'un deuxième pic de frottement interne  
 $tg \delta_1$  frottement interne dû aux pics,  $T_R$  température de recuit



Les caractéristiques de ce recuit sont :

température de l'écroissage :  $-190^{\circ}\text{C}$

temps de recuit : 30 min

température de recuit variant par saut de  $25^{\circ}\text{C}$  de  $-150^{\circ}\text{C}$  à  $+550^{\circ}\text{C}$

température de mesure :  $-150^{\circ}\text{C}$  à  $50^{\circ}\text{C}$  en dessous de la température du dernier recuit effectué.

Nous n'avons observé aucun phénomène caractéristique dans le domaine  $-200^{\circ}\text{C}$  à  $+200^{\circ}\text{C}$ . Il apparaît ensuite le pic de frottement interne signalé plus haut, puis un deuxième pic dans le domaine de température de  $350^{\circ}\text{C}$  à  $500^{\circ}\text{C}$ , pic dont les caractéristiques varient après chaque recuit (figure 7). Ce pic se comportant de manière trop complexe pour conduire à une interprétation sûre des résultats, nous avons décidé de ne pas l'étudier, et de nous restreindre au pic de  $300^{\circ}\text{C}$ .

#### § 4. *Écroissage standard*

Chaque série de mesure est faite sur un nouveau fil, ayant subi le traitement standard suivant :

A. Un écroissage de  $2^0/00$  en traction et  $8^0/00$  en torsion pour redresser le fil.

B. Un recuit de 24 heures à  $575^{\circ}\text{C}$  sous vide dynamique ( $10^{-5}$  mm Hg).

C. Un écroissage de  $2^0/00$  en traction et  $12^0/00$  en torsion (2 tours par 100 mm de longueur pour le fil de diamètre de 0,4 mm).

Les écroissages ont été réalisés sur un tour d'atelier, à température ambiante.

On supposera par la suite que tout fil ayant subi ce traitement contient la même concentration initiale de défauts. Cette hypothèse est vérifiée expérimentalement par la reproductibilité des mesures et la possibilité de la détermination des cinétiques de restauration.

#### § 5. *Equation générale de la courbe expérimentale*

Nous chercherons les valeurs des paramètres pour lesquelles la courbe théorique suivante est en bon accord avec les résultats expérimentaux.

$$\text{tg } \delta(T_m) = \text{tg } \delta_0 + \text{tg } \delta_p \operatorname{sech} \left[ \frac{E_R}{\alpha k} \left( \frac{1}{T_p} - \frac{1}{T_m} \right) \right] + \text{tg } \delta_l \exp \left[ \frac{-E'_R}{\alpha' k T_m} \right]. \quad (3)$$

Le deuxième terme de cette équation est donné par la théorie des spectres de relaxation<sup>5)6)7)</sup>

$\text{tg } \delta_0$ : frottement interne indépendant de la température de mesure (fond).

$\text{tg } \delta_p$ : hauteur du pic de frottement interne fonction des recuits.

$E_R$ : énergie de relaxation du processus physique responsable du pic.

$\alpha$ : facteur d'élargissement du pic par rapport à un pic à un seul temps de relaxation.

$T_p$ : température du pic de frottement interne (fonction de la période  $P$ ).

$\text{tg } \delta_l$ : frottement interne « limite » (fonction de la période  $P$ ).

$E'_R$ : énergie de relaxation du processus physique responsable de la croissance du frottement interne à haute température.

$\alpha'$ : paramètre du spectre de temps de relaxation du processus responsable de la croissance du frottement interne à haute température.

$k = 8,61 \cdot 10^{-5}$  eV/ $^{\circ}\text{K}$  constante de BOLTZMANN.

### § 6. Deuxième recuit isochrone

Nous avons procédé à un 2<sup>e</sup> recuit isochrone pour étudier en détail la restauration du pic. Les caractéristiques de ce second recuit isochrone sont les suivantes:

écrouissage standard,

température de recuit  $T_R$ , variant par sauts de 12,5°C de 200°C à 600°C,

temps de recuit:  $t_R = 2$  heures,

température de mesure après chaque recuit:  $T_m = 200^\circ\text{C}$ ,  $225^\circ\text{C}$ ,  $250^\circ\text{C}$ ,  $275^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$  avec  $T_m \leq T_R - 50^\circ\text{C}$ .

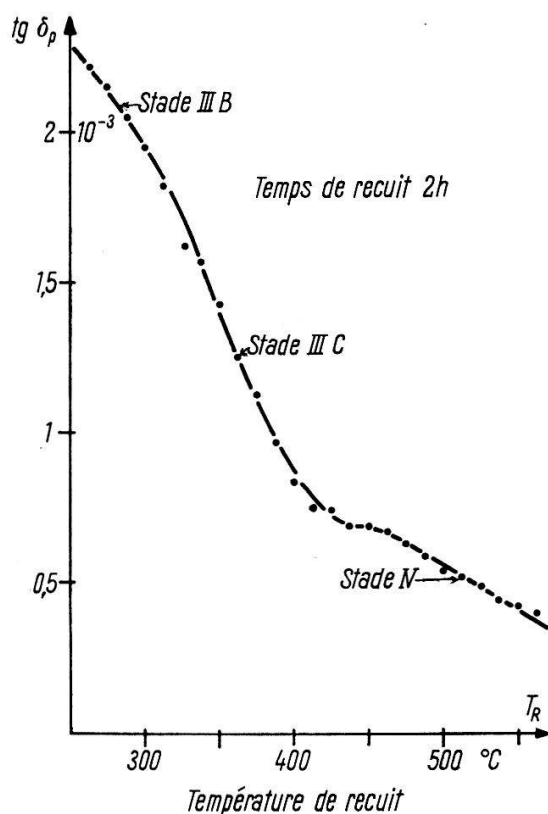


Figure 8

Hauteur du pic de frottement interne  $\text{tg } \delta_p$  en fonction de la température du recuit isochrone.

Les résultats expérimentaux sont reportés sur la figure 8; en abscisse la température de recuit  $T_R$ ; en ordonnée, la hauteur du pic  $\text{tg } \delta_p$ . La courbe présente les caractéristiques de 3 stades de restauration numérotés IIIB, IIIC et IV (voir paragraphe suivant).

### § 7. Recuits isothermes

Nous avons entrepris une série de recuits isothermes à des températures de recuit s'élevant par pas de 25°C, de 200°C à 425°C. (Chaque recuit isotherme a été effectué sur un nouveau fil ayant subi le traitement standard.)

Pour les recuits isothermes dont la température de recuit dépasse 325°C, nous avons suivi un programme analogue à celui décrit sur la figure 5 et nous avons déterminé pour chaque recuit la hauteur du pic  $\text{tg } \delta_p$  par l'équation 3.

Pour les recuits isothermes dont la température de recuit est inférieure à 325°C, nous avons mesuré l'évolution du frottement interne  $\text{tg } \delta_m$  ( $t_R$ ;  $T_m = T_R = \text{cte}$ ) en

fonction du temps de recuit  $t_R$ , la température de mesure  $T_m$  étant alors identique à la température de recuit  $T_R$ . La valeur du fond  $\text{tg} \delta_0$ , indépendant du recuit, est

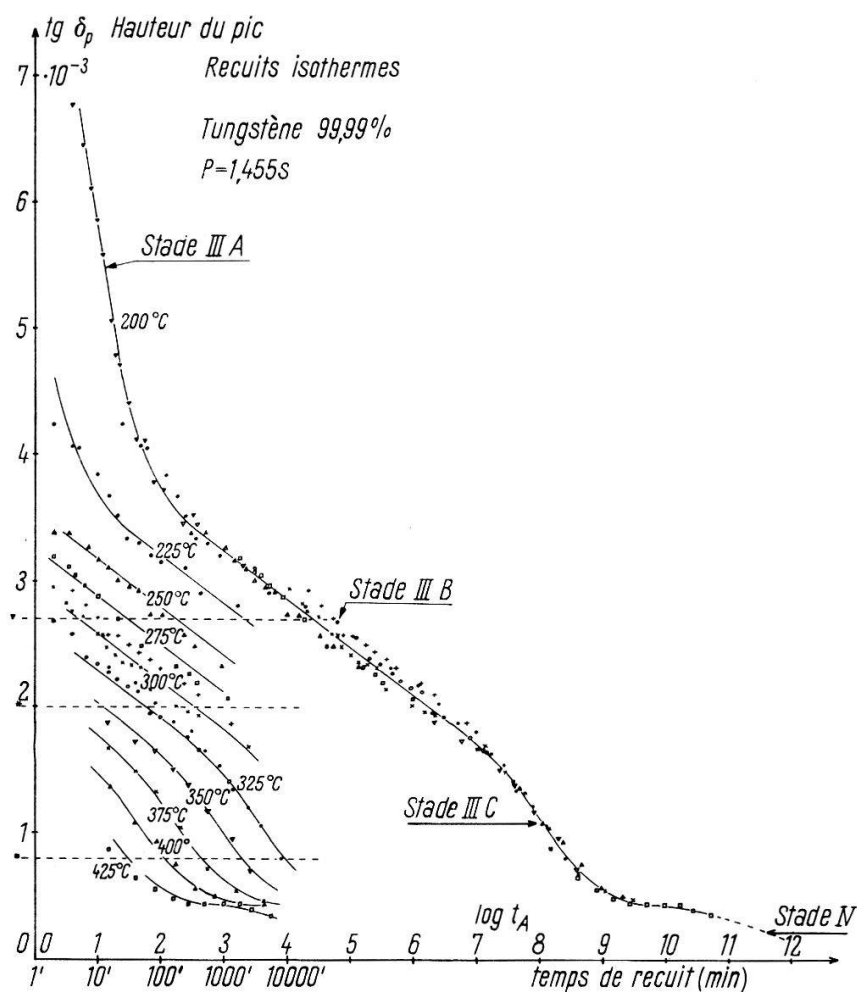


Figure 9

Etude de la restauration d'un pic de frottement interne créé par écrouissage et mesuré en pendule inversé.

mesurée pour chaque fil à la fin du recuit isotherme. Pour cela l'échantillon subit un recuit supplémentaire de 2 heures à 350°C et le frottement interne est mesuré entre 200°C et 300°C. La hauteur du pic  $\text{tg} \delta_p(t_R; T_R = \text{cte})$ , déterminée par l'équation 3, est reportée sur la figure 9.

Selon l'équation d'ARRHÉNIUS

$$t_{R1} \exp \left[ \frac{-E_m}{k T_{R1}} \right] = t_{R2} \exp \left[ \frac{-E_m}{k T_{R2}} \right] \quad (4)$$

le temps de recuit  $t_{R1}$  à la température  $T_{R1}$  produit le même effet que le temps de recuit  $t_{R2}$  à la température  $T_{R2}$ , et l'énergie de migration  $E_m$  est donnée par la pente des droites  $\ln t_R (1/T_R)$  à  $\text{tg} \delta_p$  constant. La figure 10 montre les deux droites  $\ln t_R (1/T_R)$  tracées pour des valeurs de  $\text{tg} \delta_p$  correspondant aux stades IIIB et IIIC dont la pente donne l'énergie de migration de ces stades:

$$\begin{aligned} E_{m\text{IIIB}} &= 1,7 \pm 0,3 \text{ eV (39 Kcal),} \\ E_{m\text{IIIC}} &= 2,07 \pm 0,05 \text{ eV (47,6 Kcal).} \end{aligned} \quad (5)$$

Connaissant ces énergies de migration, on a calculé le temps équivalent  $t_{R\ 200^\circ\text{C}}$  de chaque recuit, relatif à la température  $200^\circ\text{C}$  prise comme référence, et reporté les points expérimentaux des différents recuits en fonction de ce temps équivalent. La meilleure courbe passant par ces points est la cinétique de restauration (figure 9).

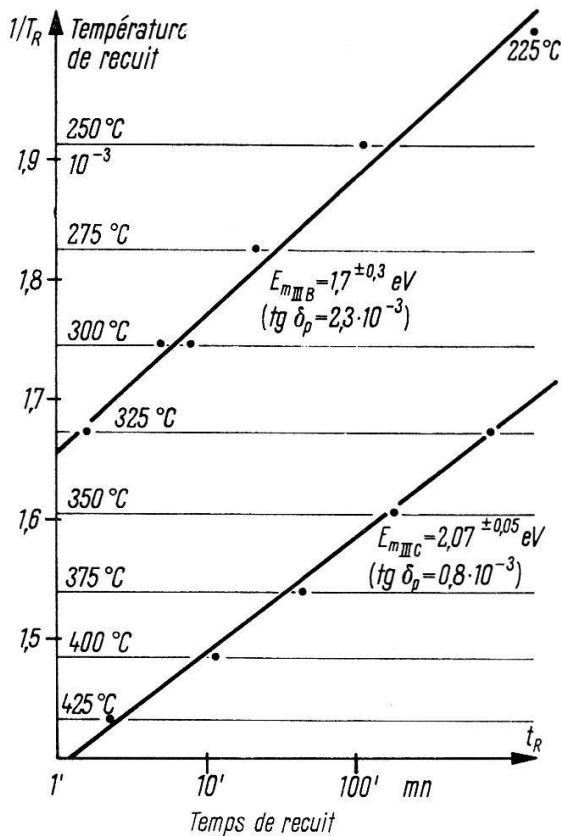


Figure 10

Calcul graphique des énergies de migration.

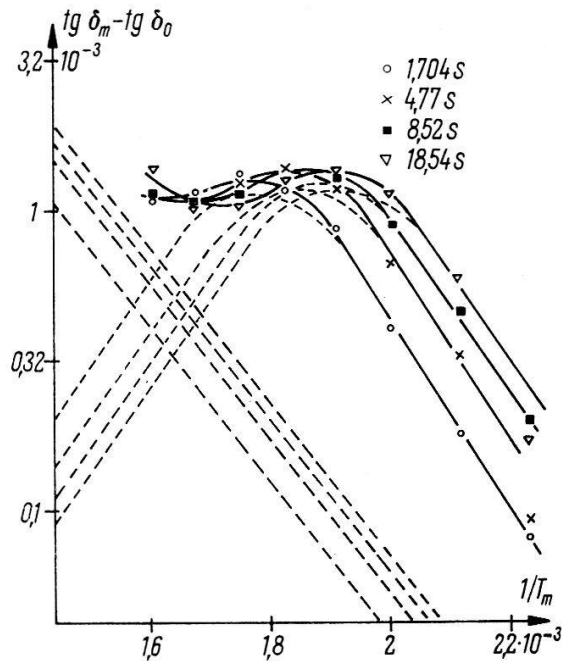


Figure 11

Déplacement du pic de frottement interne en fonction de la période.

Par analogie aux stades de restauration trouvés par des mesures de résistivité<sup>8)9)10)</sup>, on définit 4 stades de restauration en fonction des temps de recuit équivalents à  $200^\circ\text{C}$

- Stade IIIA  $t_{R\ 200^\circ\text{C}} < 100 \text{ min}$
  - Stade IIIB  $100 \text{ min} < t_{R\ 200^\circ\text{C}} < 10 \cdot 10^6 \text{ min}$
  - Stade IIIC  $10 \cdot 10^6 \text{ min} < t_{R\ 200^\circ\text{C}} < 10^9 \text{ min}$
  - Stade IV  $t_{R\ 200^\circ\text{C}} > 10^9 \text{ min}$ .
- (6)

Le stade IV est très bien mis en évidence par le recuit isochrone (figure 8).

Le stade IIIB, couvrant 5 décades de temps de recuit, peut être expliqué par une distribution d'énergie de migration d'environ  $\Delta E_{m\text{IIIB}} = 0,5 \text{ eV}$ .

### § 8. Détermination des énergies de relaxation $E_R$ et $E'_R$ et de la largeur des spectres de temps de relaxation

La détermination des énergies de relaxation exige la variation d'un paramètre supplémentaire: la fréquence.

Nous avons donc effectué des mesures de frottement interne du pic et de la montée exponentielle au moyen du pendule à 4 disques d'inertie. Avec les éprouvettes de

0,4 mm de diamètre et 100 mm de longueur, le pendule oscille avec les périodes suivantes:

$$P_1 = 1,70 \text{ s}; P_2 = 4,77 \text{ s}; P_3 = 8,52 \text{ s}; P_4 = 18,54 \text{ s}.$$

Pour la mesure du pic, l'échantillon a subi, après le traitement standard un recuit de 2 heures à 350°C (début du stade III C). Le frottement interne a été mesuré de 100°C à 325°C, tous les 25°C pour les 4 périodes de vibration. Les valeurs expérimentales obtenues sont reportées sur la figure 11, sous la forme  $\log(\text{tg} \delta_m - \text{tg} \delta_0)$  en fonction de  $1/T_m$ , inverse de la température absolue de mesure. Cette représentation présente en effet plusieurs avantages:

- 1° le pic de frottement interne  $\text{tg} \delta_p \text{ sech} [E_R/\alpha k (1/T_p - 1/T_m)]$  reste identique à une translation près, quelles que soient la période  $P$  et la hauteur du pic  $\text{tg} \delta_p$ ;
- 2° la montée exponentielle est représentée par une droite.

La mesure de la montée exponentielle a été effectuée sur le même échantillon après un recuit de 12 heures à 575°C. Les résultats expérimentaux sont reportés sur la figure 12. A haute température, le frottement interne suit bien la loi exponentielle, c'est-à-dire des droites dans la représentation  $\log(\text{tg} \delta_m - \text{tg} \delta_0)$  en fonction de  $1/T_m$ . A plus basse température, les points expérimentaux s'écartent de ces droites, le pic n'étant pas complètement restauré.

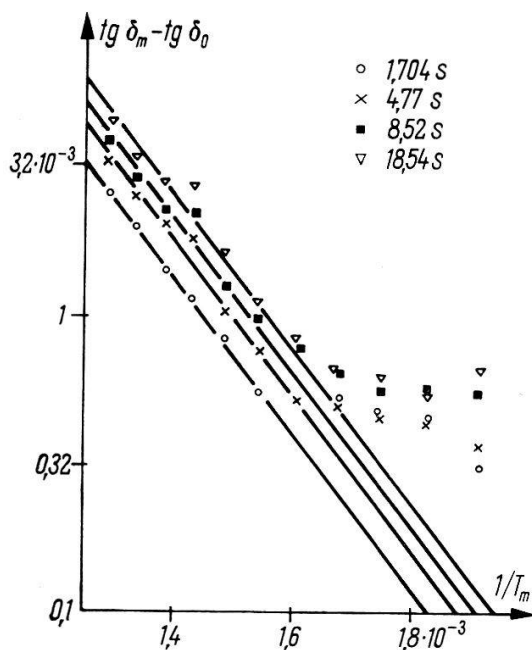


Figure 12

Déplacement de l'exponentielle en fonction de la période.

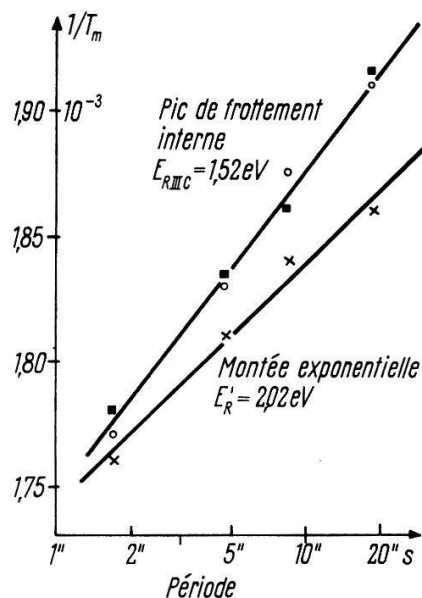


Figure 13

Calcul graphique des énergies de relaxation.

$T_m$  Température absolue de mesure

Des courbes de la figure 11 englobant pic et montée exponentielle, on a soustrait la contribution de la montée exponentielle, selon les résultats de la figure 12 et obtenu des pics expérimentaux dont les maxima ont été déterminés avec précision en les comparant aux pics théoriques d'équation

$$\text{tg} \delta_p \text{ sech} \left[ \frac{E_R}{\alpha k} \left( \frac{1}{T_p(P)} - \frac{1}{T_m} \right) \right].$$

L'énergie de relaxation  $E_R$  est déduite de l'équation d'ARRHÉNIUS:

$$E_R = \frac{k \ln P_2/P_1}{1/T_{p_1} - 1/T_{p_2}} \quad (7)$$

donc par la pente de la droite dans un graphique représentant l'inverse de la température absolue du maximum en fonction du logarithme de la période (figure 13).

Le coefficient d'élargissement  $\alpha$  du pic se déduit de la largeur du pic  $\Delta(1/T)$  par l'équation:

$$\alpha = \frac{\Delta(1/T) E_R}{2,633 k} \quad (8)$$

$$\Delta(1/T) = 1/T_1 - 1/T_2$$

$T_1$  et  $T_2$  températures absolues pour lesquelles le frottement interne vaut la moitié de la valeur du maximum.

La largeur  $\tau_2/\tau_1$  d'un spectre rectangulaire de temps de relaxation<sup>5)</sup> donnant un pic de frottement interne de même largeur se déduit de l'équation

$$ch(1/2) \ln \tau_2/\tau_1 = ch(1,317 \alpha) - 1 \quad (9)$$

où la largeur  $\Delta E_R$  d'un spectre rectangulaire d'énergie de relaxation est donnée par l'équation:

$$\Delta E_R = k T \ln \tau_2/\tau_1. \quad (10)$$

On obtient les résultats suivants pour le pic de frottement interne:

$$\begin{aligned} E_{R\text{IIIc}} &= 1,52 \text{ eV} \pm 0,06 \quad (35 \text{ kcal}) \\ \alpha &= 2,38 \\ \tau_2/\tau_1 &= 460 \\ \Delta E_R &= 0,3 \text{ eV} \quad (7 \text{ kcal}) \end{aligned}$$

et pour la montée exponentielle:

$$\begin{aligned} E'_R &= 2,02 \text{ eV} \pm 0,1 \quad (46,6 \text{ kcal}) \\ \alpha' &= 3,95 \\ \tau'_2/\tau'_1 &= 31000. \end{aligned}$$

### § 9. Stade IIIA

Le stade IIIA, mis en évidence par le recuit isotherme à 200°C ( $P = 1,45$  s), est particulièrement délicat à étudier. La figure 9 montre en effet que ce stade est restauré au bout de 20 minutes seulement à 200°C. Cette température étant très inférieure à celle du maximum du pic lorsque la période vaut 1,45 s ( $T_p = 300^\circ\text{C}$ ), il s'avère pratiquement impossible de procéder à des mesures au cours desquelles le frottement interne reste stable.

Nous avons choisi une période d'oscillation de 60 secondes ( $T_p = 233^\circ\text{C}$  par la figure 13) et procédé à un recuit isochrone caractérisé par un temps de recuit très court. Les caractéristiques de ce recuit sont:

températures de recuit: 150°C, 175°C, 200°C, 225°C,  
 temps de recuit: 16 minutes,  
 temps de passage de la température à la suivante: 4 min.

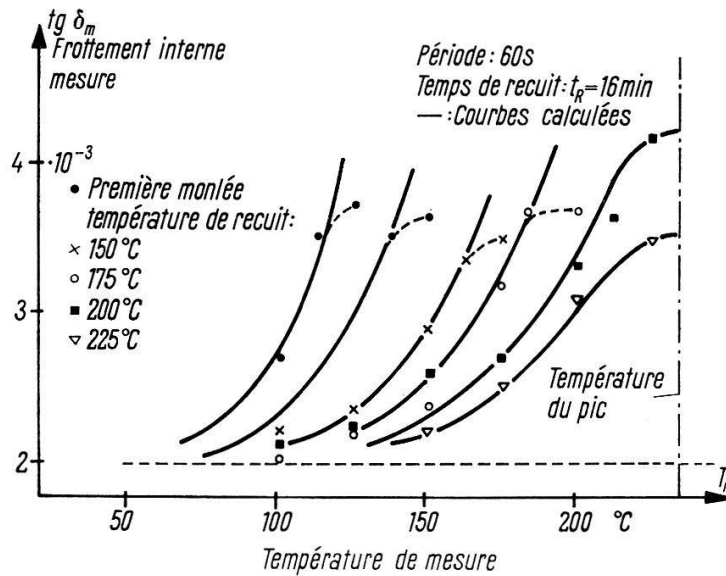


Figure 14

Recuit isochrone dans le domaine du stade III A.

Le temps de recuit – correspondant à 16 oscillations de 60 secondes – a été intégralement utilisé pour la mesure du frottement interne, qui se restaure ainsi au cours de la mesure.

Les valeurs obtenues sont donc des moyennes prises au cours du temps de recuit. Ces valeurs, reportées sur la figure 14, montrent que le stade IIIA commence à 125°C. Par les points expérimentaux, on a fait passer des courbes calculées à partir des caractéristiques du pic déjà établies, soit largeur et température du maximum.

De par la nature même des mesures, les caractéristiques du pic du stade IIIA ne peuvent pas être déduites de façon précise. Toutefois, l'accord est assez bon pour que l'on puisse dire que le pic mesuré au stade IIIA est le même que celui des autres stades.

### Chapitre III. Interprétation des résultats

#### § 1. Recherche de l'interprétation physique la plus probable

Les résultats expérimentaux mettent en évidence huit caractéristiques du pic de frottement interne. Ces caractéristiques seront reprises, dans ce paragraphe, l'une après l'autre, et nous chercherons quels sont les mécanismes pouvant les expliquer.

1° Les caractéristiques du pic (largeur et température du maximum) sont identiques pour les 4 stades IIIA, IIIB, IIIC et IV. (Aux erreurs de mesures près.) On peut poser comme hypothèse qu'il existe un seul et même phénomène responsable du pic.

2° Le pic se restaure dans le domaine des stades III et IV. On admet actuellement que ces stades sont dus à la migration de défauts ponctuels<sup>11)12)</sup>.

3° Le pic est deux fois et demi plus large que le pic théorique à 1 seul temps de relaxation. Le pic ne peut pas être expliqué par l'orientation d'un défaut ponctuel anisotrope ou d'une impureté en position interstitielle qui donnent lieu à un pic à 1 seul temps de relaxation. Un tel pic peut être expliqué par l'interaction des dislocations et des défauts ponctuels.

4° La restauration du pic, dans un temps de recuit comparable à la période, commence 100°C au-dessous de la température du maximum (stade IIIA). Le défaut migrant

dans un temps comparable à la période à une certaine température ne peut être rendu responsable d'un pic de relaxation dont la température du maximum est de 100°C supérieure à la température de migration. Le défaut qui migre au stade IIIA n'est donc pas directement responsable du pic, mais interagit avec le défaut responsable du pic.

- 5° Si la hauteur du pic  $tg\delta_p$  est une fonction croissante de la concentration des défauts responsables du pic, les défauts responsables du pic sont annihilés au stade IIIA. Nous supposons que le défaut qui devient mobile au stade IIIA migre vers les dislocations et s'y recombine avec le défaut responsable du pic (recombinaison d'un défaut du type lacune avec un défaut du type interstitiel).
- 6° Le stade IIIB s'étale sur 5 décades de temps équivalent (figure 9). Il ne peut être expliqué que par une cinétique faisant intervenir un spectre d'énergies de migration.
- 7° L'énergie de migration du stade IIIC est plus grande que l'énergie de relaxation du stade IIIC ( $E_{mIIIC} \gg E_{RIIC}$ ) (figure 10 et 13).
- 8° Apparitions de pics peu stables à plus hautes températures de mesure dans le domaine de restauration du stade IIIC et IV (figure 13).

Le défaut responsable du pic peut migrer le long des dislocations, et former des défauts ponctuels complexes qui donnent lieu, par interaction avec les dislocations, à des pics à plus haute température. La formation d'amas de lacunes est plus probable que la formation d'amas d'interstitiels.

Nous supposons donc que le défaut responsable du pic est du type lacune et que, par conséquent, ce sont les interstitiels qui migrent au stade IIIA.

### *Interprétation physique la plus probable*

L'interprétation physique des résultats expérimentaux que nous donnons comme la plus probable est la suivante:

- a) Le pic de frottement interne est dû à l'interaction dislocations-lacunes.
- b) Au stade IIIA, les interstitiels migrent vers les dislocations et se recombinent avec les lacunes qui s'y trouvent déjà.
- c) Au stade IIIB, les interstitiels piégés par les impuretés sont libérés et migrent à leur tour vers les dislocations.
- d) Au stade IIIC, les lacunes migrent le long des dislocations en formant des amas.
- e) Au stade IV, les amas de lacunes migrent à leur tour le long des dislocations et drainent toutes les lacunes qui s'y trouvent encore.

### *§ 2. Modèle physique de l'interaction lacune-dislocation*

Il existe plusieurs modèles d'interaction défaut ponctuel-dislocation pouvant donner lieu à un pic de frottement interne<sup>14)15)16)</sup>.

Un modèle très simple<sup>17)</sup> suppose que le mouvement de la dislocation sous l'effet d'une contrainte périodique est gêné par les défauts ponctuels:

- A basse température, le défaut ponctuel, parfaitement immobile épingle complètement la dislocation. La perte d'énergie due uniquement au mouvement des arcs de dislocation compris entre 2 épingleages, est négligeable à basse fréquence.
- A la température du pic, le défaut ponctuel n'est plus immobile; il est entraîné par la dislocation, mais ne suit son mouvement qu'avec un certain retard. Il dissipe ainsi de l'énergie dans le réseau.



– A haute température, le défaut ponctuel est très mobile; il suit la dislocation sans retard, et la dissipation d'énergie redevient négligeable.

### § 3. Conclusions

Pour expliquer la restauration de ce pic de frottement interne dans le domaine des stades III et IV, nous avons fait appel à tous les genres de défauts connus: lacune, interstitiel, impuretés, dislocation. L'interprétation physique a exploité les 8 caractéristiques expérimentales sans recouplement.

Les mesures sélectives (par exemple de frottement interne ou de trainage magnétique<sup>18</sup>) caractérisées par le fait qu'un type de défauts est responsable d'un pic ou d'une bande, donnent beaucoup plus d'informations que les autres mesures (résistivité, énergie stockée) et conduisent à des interprétations plus détaillées des phénomènes.

### Remerciements

Au terme de ce travail, j'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur le Professeur B. VITTOZ, Directeur du Laboratoire de Génie Atomique EPUL qui a dirigé ma thèse. L'intérêt qu'il n'a cessé de porter à mes travaux, le temps qu'il m'a généreusement consacré, les conseils et encouragements qu'il m'a prodigués m'ont été d'un précieux secours.

Je remercie également les ingénieurs-physiciens qui collaborent au sein du groupe de recherches dont je fais partie des discussions profitables que nous avons eues: Messieurs B. SECRÉTAN, R. C. FORNEROD et W. BENOIT.

Mes remerciements vont enfin à Messieurs B. GRUBER et A. CAVIN, mécaniciens de ce groupe de recherches, qui ont construit tout le dispositif expérimental et ses nombreux accessoires.

### Bibliographie

- 1) B. SECRÉTAN, B. MARTINET et B. VITTOZ, *Z. angew. Math. Phys.* 13, 96–99 (1962).
- 2) C. ZENER, (Dunod éd. 1955).
- 3) D. H. NIBLELTT et J. WILKS, *Phil. Mag.* 9, N° 33, 1–88 (1960).
- 4) B. MARTINET et J. J. GOËL, *Helv. Phys. Acta* 35, 528–531 (1962).
- 5) P. G. BORDONI, *Métaux et Corrosion*, 427, 101–106, Mars 1961.
- 6) P. G. BORDONI, *Nuovo Cimento* 17, série X, 43–91 (1960).
- 7) P. G. BORDONI, M. NUOVO et L. VERDINI, *Nuovo Cimento* 14, 273 (1959).
- 8) M. W. THOMPSON, *Phil. Mag.* 5, 278 (1960).
- 9) H. SCHULTZ, *Acta metall.* 12, 550 (1964).
- 10) G. PERRIOT et A. P. SCHMITT, *Rapport CEA N° 2206*.
- 11) A. SEEGER, *Symposium on radiation damage in solids*, Venice May, 1962. IAEA.
- 12) H. G. VAN BUEREN, *Imperfections in crystals* (North-Holland Publishing Company, Amsterdam 1961).
- 13) S. OKUDA et R. R. HASIGUTI, *Acta metall.* 11, 257 (1963).
- 14) R. KAMEL et E. A. ATTIA, *Acta metall.* 9, 1047 (1961).
- 15) K. KAMBER, D. KEEFER et C. WERT, *Acta metall.* 9, 403 (1961).
- 16) D. O. THOMPSON, *Acta metall.* 10, 327 (1962).
- 17) R. KAMEL, *Acta metall.* 9, 65 (1961).
- 18) P. MOSER et D. DAUTREPPE, *J. Phys. Radium* 24, 516 (1963).