

T H E S E

PRESENTEE

A L'UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Patrick DUBOTS

**PLASTICITE DES SOLUTIONS SOLIDES CUBIQUES CENTREES
SUBSTITUTIONNELLES FER-TITANE
AUX TEMPERATURES COMPRISES ENTRE 77 ET 900 K**

Soutenu le 11 mai 1976 , devant la Commission d'Examen

MM.	J. FRIEDEL	Président
	G. CIZERON	
	P. COULOMB	Examineurs
	J.P. POIRIER	
	Y. QUERE	

ORSAY
N° d'ordre :
1653

T H E S E

PRESENTEE

A L'UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Patrick DUBOTS

ST4 / 3917

**PLASTICITE DES SOLUTIONS SOLIDES CUBIQUES CENTREES
SUBSTITUTIONNELLES FER-TITANE
AUX TEMPERATURES COMPRISES ENTRE 77 ET 900 K**

Soutenue le 11 mai 1976 , devant la Commission d'Examen

MM. J. FRIEDEL	Président
G. CIZERON	
P. COULOMB	Examineurs
J.P. POIRIER	
Y. QUERE	

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

1

CHAPITRE I - MATERIAUX UTILISES ET CONDITIONS EXPERIMENTALES

I. Choix du matériau	7
A. Le titane "getter"	7
B. Le diagramme Fe-Ti	9
C. Alliages étudiés	11
II. Conditions expérimentales	15
A. Essais de traction	15
A.1. Appareillage utilisé	15
A.2. Conditions mises en oeuvre lors des essais de traction	17
A.3. Définitions et mesures des paramètres étudiés en traction	17
B. Mesure du module de Young	24
C. Dispositif de mesure du frottement intérieur	27
D. Mesure du paramètre cristallin	27
E. Observations au microscope électronique	28
E.1. Préparation des lames minces	28
E.2. Détermination du vecteur de Burgers	30

CHAPITRE II - PROPRIETES MECANIQUES AUX TEMPERATURES INFERIEURES A LA TEMPERATURE AMBIANTE

I. Résultats	35
A. Caractéristiques des courbes de traction	37
B. Caractéristiques de la déformation	37
C. Variations de la limite élastique	37
D. Sensibilité à la vitesse de déformation	40

E. Paramètre d'activation	40
F. Observations microscopiques	42
G. Comparaison avec les résultats antérieurs	48
II. Détermination du mécanisme contrôlant la déformation à basse température	49
A. Introduction	49
B. Modèle de dissociation	51
B.1. Théorie	51
B.2. Application du modèle de dissociation aux résultats expérimentaux	53
B.3. Discussion du modèle de dissociation	54
C. Modèle de PEIERLS	57
C.1. Modèle de DORN et RAJNAK	57
C.2. Modèle de SATO et MESHII	62
D. Conclusions	64
III. Détermination du mécanisme contrôlant la déformation aux températures intermédiaires	68
A. Introduction	68
B. Modèle de FRANK	68
C. Application	71
D. Discussion du modèle de FRANK	73
IV. Conclusion	74

CHAPITRE III - PROPRIETES MECANQUES AUX TEMPERATURES SUPERIEURES A LA TEMPERATURE AMBIANTE

1ère partie : L'EFFET PORTEVIN-LE CHATELIER
=====

A. Résultats obtenus aux températures supérieures à l'ambiante	81
A.1. Allure des courbes de traction	81

A.2. Caractéristiques des hachures observées	86
A.3. Comparaison entre le fer non allié et ses alliages	89
A.4. Essais complémentaires	89
B. Détermination du mécanisme responsable de l'effet PLC	94
B.1. Rappel bibliographique	95
B.2. Détermination de l'énergie d'activation du phénomène	106
B.3. Discussion	111
C. Détermination des mécanismes responsables des discontinuités	113
C.1. Rappel bibliographique	113
C.2. Mécanisme des hachures	114
C.3. Influence de la teneur en titane	116
D. Conclusion	

**2ème partie : CONSEQUENCE DE L'EFFET PORTEVIN-LE CHATELIER SUR
===== LES PROPRIETES MECANIQUES DES ALLIAGES Fe-Ti.**

A. Résultats	118
A.1. Limite élastique	118
A.2. Contrainte à la rupture	121
A.3. Taux de consolidation	121
A.4. Allongement uniformément réparti	121
A.5. Remarques	123
B. Comparaison avec les résultats antérieurs	124
C. Essai d'interprétation	126
C.1. Hypothèses de base	126
C.2. Modèle	127

D. Discussion 133

E. Conclusion 135

CHAPITRE IV - LE DURCISSEMENT DE LA SOLUTION SOLIDE Fe-Ti

1ère partie : LE DURCISSEMENT DE LA SOLUTION SOLIDE FER-TITANE 137
=====

A. Introduction 137

B. Rappel bibliographique 138

B.1. Les interactions d'origine élastique 138

B.2. Théories statistiques 142

B.3. Les interactions d'origine non élastique 144

C. Conclusion de l'étude bibliographique 146

D. Résultats expérimentaux 148

D.1. Variations du paramètre 148

D.2. Variations du module de cisaillement 150

D.3. Variations de la composante athermique 150

D.4. Comparaison avec les résultats antérieurs 152

E. Discussion 152

2ème partie : ANALYSE GLOBALE DU ROLE DU TITANE DANS LES SOLUTIONS
===== SOLIDES c.c Fe-Ti 155

CONCLUSIONS GENERALES 159

ANNEXES

1. Equation de Mifune A.I
2. Calcul du défaut de taille A.II
3. Modèle de FRANK A.V
4. Energie d'interaction maximale dislocation-coin-substitutionnel A.VII

INTRODUCTION.

La recherche actuelle est dominée par les moyens technologiques mis à sa disposition : ordinateur, automatisation, ... Des progrès considérables ont ainsi été réalisés dans la connaissance des phénomènes observés, et cependant des mécanismes apparemment simples n'ont pu être explicités de façon définitive. C'est ainsi que la déformation plastique des métaux reste un sujet d'étude très important car, malgré des techniques de pointe telles que la microscopie électronique, de nombreuses questions restent soulevées. Dans ce domaine particulier des propriétés mécaniques des métaux, les publications actuelles font état de nombreux travaux consacrés à des sujets souvent supposés "connus" :

- le durcissement lié à l'addition d'un élément en solution solide n'est plus un "fait" expérimental, mais son interprétation reste le sujet de controverses.

- de même, l'origine de la forte augmentation des propriétés mécaniques, qui est caractéristique du comportement des solutions solides de structure cubique centrée à basse température, est toujours très controversée.

Ces deux exemples illustrent bien le paradoxe et la disproportion existant entre les techniques mises en oeuvre et les résultats obtenus ; si, dans ces deux cas, l'observation et la caractérisation des phénomènes ont été améliorées, elles n'ont pas débouché sur l'identification des mécanismes mis en jeu. Ceci nous amène à considérer notre travail et nos connaissances avec modestie et humilité.

Une étude bibliographique des problèmes posés par la déformation plastique des matériaux de structure cubique fait apparaître une importante lacune : les solutions solides cubiques centrées substitutionnelles ont jusqu'ici été relativement peu considérées. Nous pensons que cela est lié à trois raisons principales :

- dans le cas des solutions solides cubiques à faces centrées substitutionnelles, l'étendue le plus souvent très notable du domaine d'existence des solutions solides considérées permet aux expérimentateurs de faire varier la composition en soluté dans une large mesure ; par suite les essais peuvent être multipliés sans difficulté. En outre, des éléments comme l'aluminium ou le cuivre, et leurs alliages sont facilement élaborés et ont été largement développés pour des applications industrielles.

- l'autre type de solutions solides très étudiées est celui des solutions interstitielles de structure cubique centrée. Là, c'est le développement des aciers et le rôle prépondérant des atomes en insertion, (comme le carbone ou l'azote) qui expliquent l'intérêt porté à ces alliages.

- au contraire, les éléments en substitution dans ce dernier type de solution solide ont le plus souvent une limite de solubilité faible, et leur influence est fréquemment masquée par celle des interstitiels présents. C'est pourquoi il a fallu attendre la dernière décennie pour voir se développer les travaux qui leur sont consacrés.

Par ailleurs, il n'est pas possible de transposer, a priori, les théories proposées pour l'interprétation des propriétés d'une catégorie d'alliages, à celles d'une autre catégorie. D'une part, les solutions solides interstitielles sont caractérisées par des distorsions de symétrie tétragonale introduites par la présence de soluté au sein d'un réseau cubique centré, alors qu'un atome en substitution crée des perturbations de symétrie sphérique. D'autre part, les deux types de réseau, cubique centré et cubique faces centrées, sont par définition différents et leurs propriétés peuvent n'avoir aucun lien entre elles.

L'étude qui nous a été confiée, avait donc pour but de déterminer les propriétés mécaniques des solutions solides substitutionnelles de structure cubique centrée fer-titane et de contribuer à leur interprétation.

L'analyse de ces propriétés a permis de mettre en évidence trois types de phénomènes ; l'addition au solvant fer du soluté titane se traduit en effet :

- aux températures inférieures à la température ambiante, par un "adoucissement".

- aux températures plus élevées par un "durcissement".

- par ailleurs, dans un certain intervalle de températures (supérieures à l'ambiante), un phénomène de "vieillessement dynamique" a été observé.

a) En ce qui concerne les propriétés mécaniques à basse température des matériaux de structure cubique centrée, le fait caractéristique généralement signalé est la forte augmentation de la composante thermique τ^* de la contrainte critique de cisaillement réduite τ lorsque la température devient sensiblement inférieure à une certaine température $T \sim 0,2 T_f$ (T_f , température de fusion). La limite élastique à 77 °K peut ainsi être 5 à 6 fois plus élevée qu'elle ne l'est à la température ambiante. De nombreux travaux ont été consacrés à ce sujet, apportant autant d'hypothèses bien souvent contradictoires. Trois modèles s'en dégagent cependant :

- l'un est basé sur les propriétés extrinsèques du matériau, les impuretés présentes au sein du réseau interagissent avec les dislocations et contrôlent leur déplacement.

- les deux autres font appel aux propriétés intrinsèques du réseau : d'une part, le déplacement des dislocations peut être traduit en termes de contrainte de PEIERLS ; d'autre part, les dislocations sont considérées comme dissociées, et leur mobilité est alors conditionnée par un processus de recombinaison.

Bien que toutes ces théories prévoient un durcissement lorsque la teneur en soluté croît, l'adoucissement observé (qui reflète en fait la diminution de τ^*) n'est pas contradictoire avec chacun de ces processus : soit que, dans le cas d'alliages substitutionnels, un mécanisme de piégeage des interstitiels par le soluté diminue l'influence de ces interstitiels, soit que le soluté abaisse la contrainte de PEIERLS du fait des distorsions introduites dans le réseau, soit encore que le soluté influe sur le processus de dissociation en le rendant plus difficile sinon impossible.

Autant d'hypothèses que nous avons envisagées à la lumière de nos résultats et de ceux relevés dans la littérature.

b) Pour ce qui est du durcissement observé quelle que soit la température d'essai, ce phénomène affecte la composante athermique τ_0 de la contrainte τ . Bien que de nombreuses recherches aient été effectuées, c'est essentiellement dans ce contexte que les interprétations et les modèles théoriques spécifiquement adaptés aux solutions solides cubiques centrées

substitutionnelles sont très limités. Nous avons cependant tenté de confronter nos résultats à ceux prévus par les modèles existants.

c) Lorsque la température croît, l'activation thermique favorise la diffusion des atomes de soluté et donne naissance aux phénomènes de vieillissement dynamique (effet PORTEVIN - LE CHATELIER) ou statique. C'est ce qui est classiquement observé dans le cas du fer- α et des aciers faiblement alliés avec pour conséquences caractéristiques une augmentation des propriétés mécaniques accompagnée d'une perte de ductilité. Cependant l'origine du phénomène reste imprécise ; s'il est admis que, dans l'exemple précité, les interstitiels sont responsables de l'effet PORTEVIN - LE CHATELIER, les mécanismes invoqués peuvent être remis en question par un certain nombre de résultats récents, dont ceux que nous avons obtenus : de fait, un effet semblable a été mis en évidence dans le cas des solutions "libres d'interstitiels", ce qui confirme que les interprétations "classiques" ne peuvent être retenues. Nous avons donc essayé de voir quelle pouvait être la part des substitutionnels dans les processus envisagés.

Nos expériences ont été effectuées sur des solutions solides fer-titane. Nous avons choisi le fer comme élément de base afin de bénéficier d'un maximum de données de référence, ce matériau étant par ailleurs fortement influencé par la présence d'interstitiels. Le choix du titane a été dicté par les raisons suivantes :

- le titane est l'un des éléments d'alliage du fer à fort effet "durcissant",

- les propriétés mécaniques des alliages fer-titane ont été très peu étudiées,

- le titane est couramment inclus dans la composition des aciers, et en particulier dans celle des aciers du type "maraging". Il était intéressant de connaître les caractéristiques mécaniques de l'alliage binaire Fe-Ti, pour tenter de distinguer ultérieurement entre les influences respectives exercées par chacun des éléments présents dans ces aciers où les constituants en faible teneur jouent un rôle important.

- enfin et surtout, le titane est le "getter" le plus efficace. Une faible teneur en cet élément sert généralement à piéger les éléments interstitiels tels que le carbone ou l'azote sous forme de composés complexes ; un excès de titane permet donc d'étudier l'effet spécifique de ce soluté. Ce fait même entraîne un inconvénient puisqu'une indétermination existe quant à la

teneur en titane susceptible d'être efficace, c'est-à-dire sur la fraction de soluté ne participant pas au piègeage. Nous avons vérifié à l'instar de nombreux auteurs, que la concentration nécessaire, et suffisante, à l'élimination de l'effet des interstitiels, était sensiblement de 0,15 % at Ti.

Nous exposerons notre travail en quatre parties. Dans une première partie, nous reviendrons sur le choix du titane et nous décrirons les caractéristiques des solutions solides fer-titane. Par ailleurs, chacune des méthodes expérimentales et les conditions dans lesquelles elles furent utilisées seront développées.

La deuxième partie sera consacrée aux propriétés des alliages considérés à basse température. L'exposé de nos résultats précèdera une discussion critique des diverses interprétations envisageables.

L'effet PORTEVIN-LE CHATELIER fera l'objet de la troisième partie. Après en avoir donné les diverses caractéristiques, nous tenterons d'analyser les différents mécanismes mis en jeu et leur répercussion sur les propriétés mécaniques aux températures supérieures à l'ambiante.

Enfin, dans une quatrième partie, nous nous attacherons à préciser l'origine du durcissement lié à l'addition du titane, et nous essayerons d'établir une relation entre les diverses propriétés observées à basse et à haute température.

CHAPITRE I.

MATERIAUX UTILISES ET CONDITIONS EXPERIMENTALES.

I - Choix du matériau.

La validité de notre étude repose sur l'absence d'éléments "libres" en insertion dans les alliages considérés. Le choix du titane comme soluté s'impose dès lors que celui-ci est très avide des éléments concernés, c'est-à-dire essentiellement le carbone ou l'azote. (On considère en effet généralement que l'oxygène n'intervient pas dans le phénomène de vieillissement dynamique du fer- α [1] ; en position substitutionnelle, il peut - sous certaines conditions - donner lieu à un écoulement plastique discontinu [2] ; cependant, cette hypothèse est rarement retenue). De plus, une étude comparative [3] de l'effet des différents solutés susceptibles d'être ajoutés au fer a montré que le titane était l'un des éléments les plus durcissants. Cependant, la teneur en titane doit être inférieure à celle délimitant le domaine de solubilité afin d'éviter tout phénomène de précipitation dont les effets pourraient perturber les mécanismes étudiés et, par la-même, rendre leur interprétation difficile.

A - Le titane "getter".

Les conséquences, dans certains cas, néfastes du carbone et de l'azote en solution dans le fer et les aciers (notamment la fragilité au bleu) ont incité à rechercher des "getters", éléments qui, en se combinant aux interstitiels éliminent les inconvénients dus à leur présence. Les divers travaux effectués dans ce domaine ont permis d'établir une "échelle" des éléments les plus actifs quant à la formation de carbures ou de nitrures. Dans l'ordre d'efficacité croissante, on peut citer d'après [4, 5] : Mn, Cr, Mo, V, Nb, Ti.

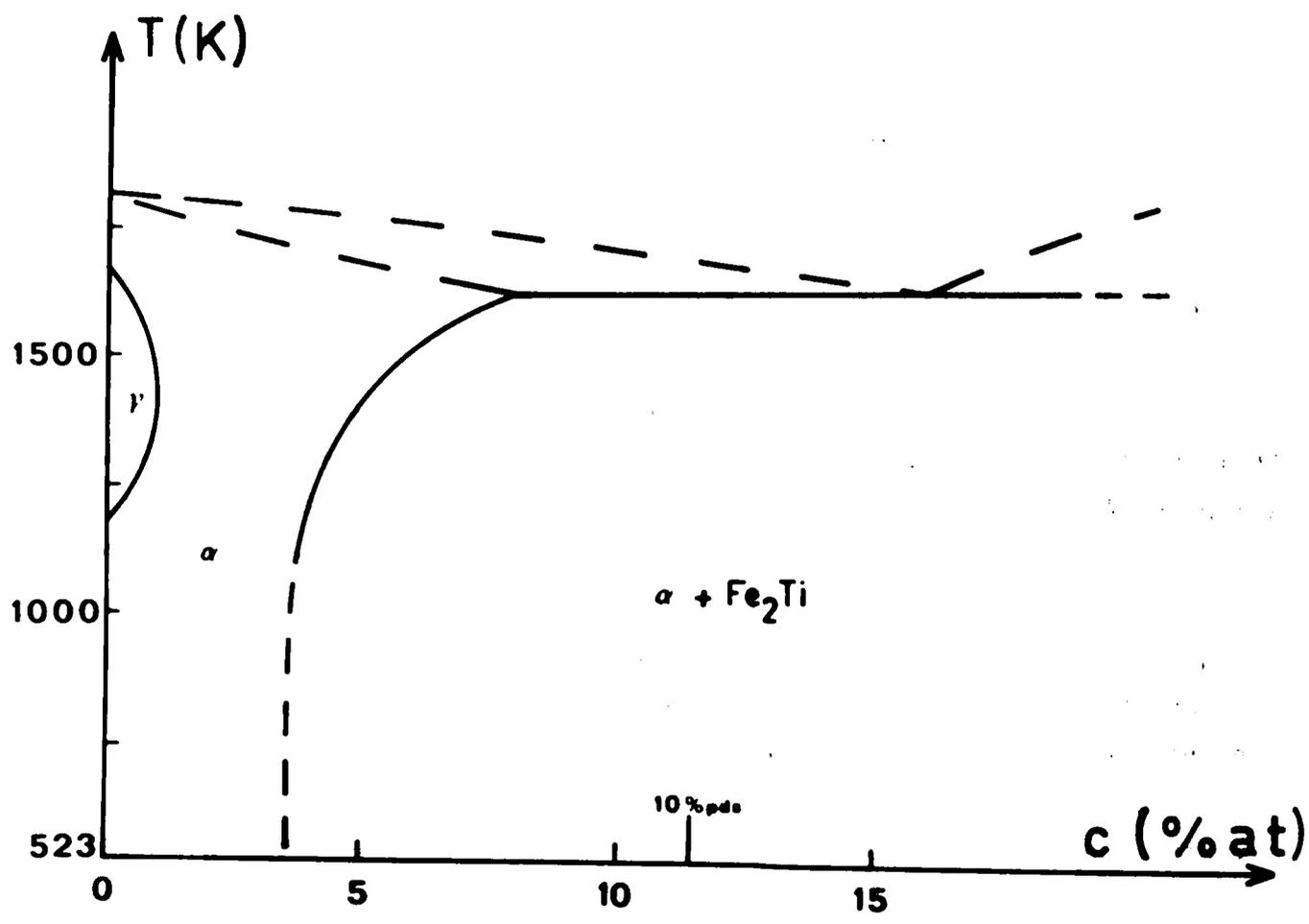


Fig. I.1 - Diagramme Fer - Titane
(d'après MANGEN [7]) :

Cependant, seuls le niobium et le titane interagissent à la fois avec le carbone et l'azote, les autres éléments ayant moins d'affinité pour le carbone.

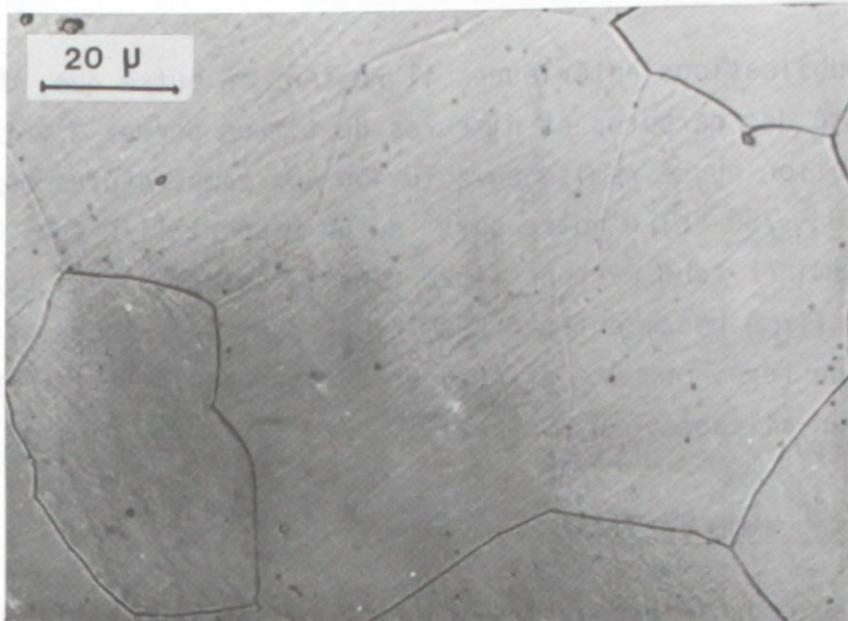
Des publications antérieures il ressort en outre que, d'une part la grande stabilité des carbures et nitrures de titane permet d'éviter tout risque de dissociation ou de remise en solution aux températures moyennes (c'est à-dire vers 600 - 750 °K), d'autre part qu'un rapport Ti/C égal à 4 est suffisant pour éliminer tout carbone libre dans la solution [4]. Ce dernier point a été confirmé notamment par LESLIE [6] dont les études sur les solutions solides de fer- α ont été effectuées sur la base d'un fer "purifié" qui était en fait un alliage Fe-0,15 % at Ti.

B - Le diagramme Fe-Ti.

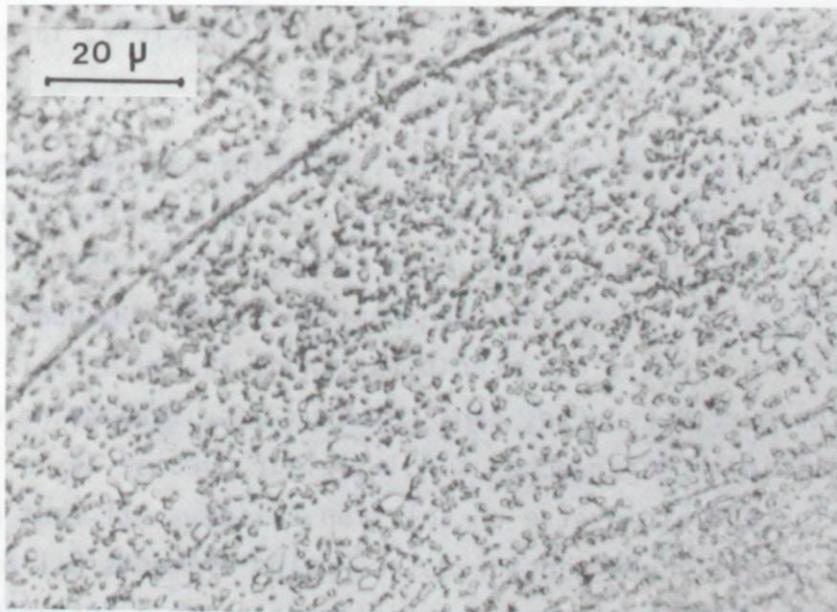
Nous ne nous intéresserons ici qu'à la solution solide α , donc à la partie du diagramme correspondant à des concentrations en titane inférieures à 10 % at, qui est reproduite dans la figure I-1, d'après HANSEN [7] ; les éditions ultérieures de ce diagramme n'ont pas apporté de sensibles modifications. Il semble en fait que la limite de solubilité du titane dans le fer- α soit connue avec assez peu de précision : à la température eutectique (~ 1613 K) elle est d'environ 7 % pds (8,07 % at), mais elle ne dépasserait pas 2,5 % pds (2,9 % at) à l'ambiante. Quant à la boucle γ , la teneur maximale se situerait vers 0,8 % pds (0,93 % at).

Cependant, quelques travaux ont conduit à des valeurs différentes. C'est ainsi que MOLL et al. situent la limite de la boucle γ à 0,65 % pds (0,76 % at) [8] - SPEICH [9] obtient, par trempe depuis 1553 K d'un alliage à 8,8 % pds (10,10 % at) de titane une solution solide homogène ; cette dernière est ensuite le siège d'une précipitation de la phase Fe_2Ti au cours d'un revenu ultérieur. Par suite, dans ces deux cas, le domaine α est "agrandi" et il est difficile de trancher sur la valeur précise de la teneur maximale en titane susceptible d'être en solution solide α . Il faut noter que, dans la plupart des alliages considérés, certains éléments à l'état de traces ne sont pas mentionnés et que leur influence reste à déterminer.

Nous avons donc été amené à procéder en deux étapes dans le choix de la concentration de nos alliages.



a) Fe - 3,14 % Ti



b) Fe - 3,74 % Ti

Fig. I. 2

C - Alliages étudiés.

Une première série d'alliages a été élaborée afin de réaliser les essais préliminaires de l'étude devant permettre de définir plus précisément, d'une part les problèmes envisagés, d'autre part les conditions expérimentales. Le tableau I-1 regroupe les analyses de ces différents alliages.

Référence	Composition Ti % pds	C	N	O
622	-	37	10	310
623	0,45	65	14	64
624	0,82	71	10	53
625	2	85	10	35
626	3,74	69	28	126

TABLEAU I-1.

Ces alliages ont été élaborés par simple fusion sous vide dans un four H.F.

Seul l'alliage le plus chargé s'est révélé biphasé : les précipités, visibles en microscopie optique (fig. I.2), ont été identifiés par diffractométrie X comme étant du type Fe_2Ti . Par ailleurs, nous avons pu constater l'effet de piégeage des interstitiels (fig. I.3) : à l'ambiante, la limite élastique de l'alliage à 0,45 % pds est nettement inférieure à celle du fer non allié. Ces premiers résultats [10] nous ont amené à poursuivre notre travail sur les matériaux suivants :

- un alliage à 0,12 % pds de titane pouvant être considéré comme un fer "pur", ou à défaut "épuré",
- un alliage contenant 3,14 % pds de titane, teneur proche de la limite de solubilité aux températures maximales envisagées pour nos essais à chaud.
- un alliage de composition intermédiaire se situant sensiblement au

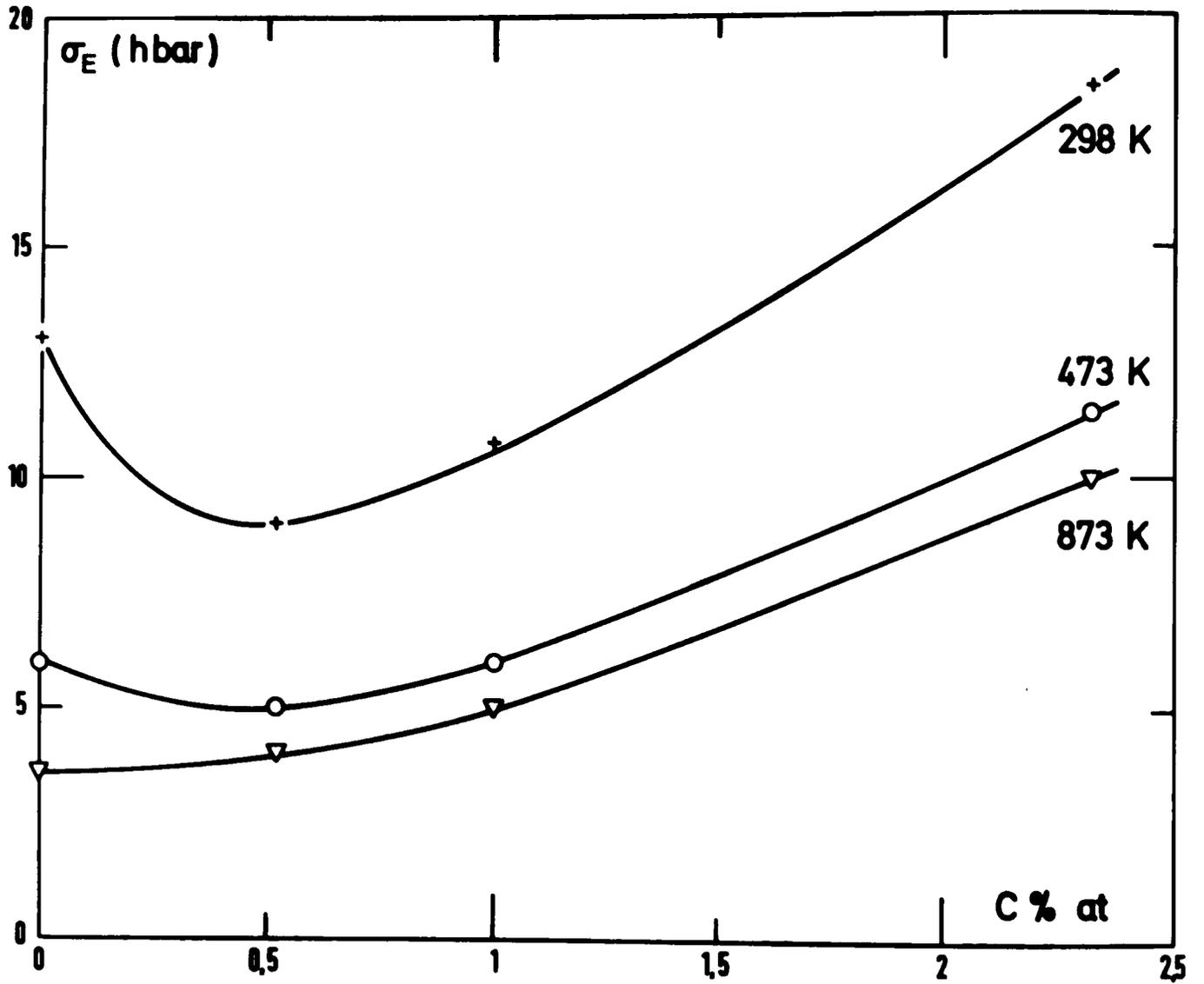


Fig. 1.3 - Variations de la limite élastique en fonction de la teneur en titane

milieu de cette gamme de concentrations contenant 1,86 % pds de titane.

Cette deuxième série a été élaborée par fusions multiples, sous vide, pour assurer une plus grande homogénéité des lingots. Le tableau I-2 regroupe l'analyse de ces matériaux.

Alliages (% pds Ti)	C	N ₂	O ₂
0,12	229 ± 20	14 ± 2	18 ± 2
1,86	200 ± 20	18 ± 2	25 ± 2
3,14	210 ± 20	16 ± 2	40 ± 4

(teneurs exprimées en ppm).

TABLEAU I-2.

Nous confirmerons par la suite que ces alliages répondaient bien aux conditions que nous nous étions fixé ; en effet :

- d'une part tous ces matériaux se sont comportés comme exempts d'interstitiels (absence de décrochement à la limite élastique à la température ambiante, et aucune trace de pic du type Snoek en frottement interne ; nous reviendrons plus en détail sur cet aspect du problème dans le 3ème chapitre).

- d'autre part, les observations en microscopie électronique n'ont révélé aucune précipitation dans l'alliage à 3,14 % pds de titane comme le montre la figure I-4. Aucun contraste pouvant être attribué à la présence de précipités n'est visible sur les images en fond clair. Ce fait est corroboré par l'absence de taches sur le diagramme de diffraction en dehors de celles correspondant au réseau du fer- α . Les clichés de la fig. I-4 ont été réalisés à partir d'échantillons déformés en traction, ce qui explique l'existence de nombreuses dislocations dont la configuration est étudiée au chapitre II.

Enfin, l'interprétation des résultats obtenus aux températures supérieures à l'ambiante nous a imposé des essais complémentaires qui ont porté sur un fer non allié ayant pour teneur en impuretés : C : 170 ppm, N : 30 ppm, O : 330 ppm.

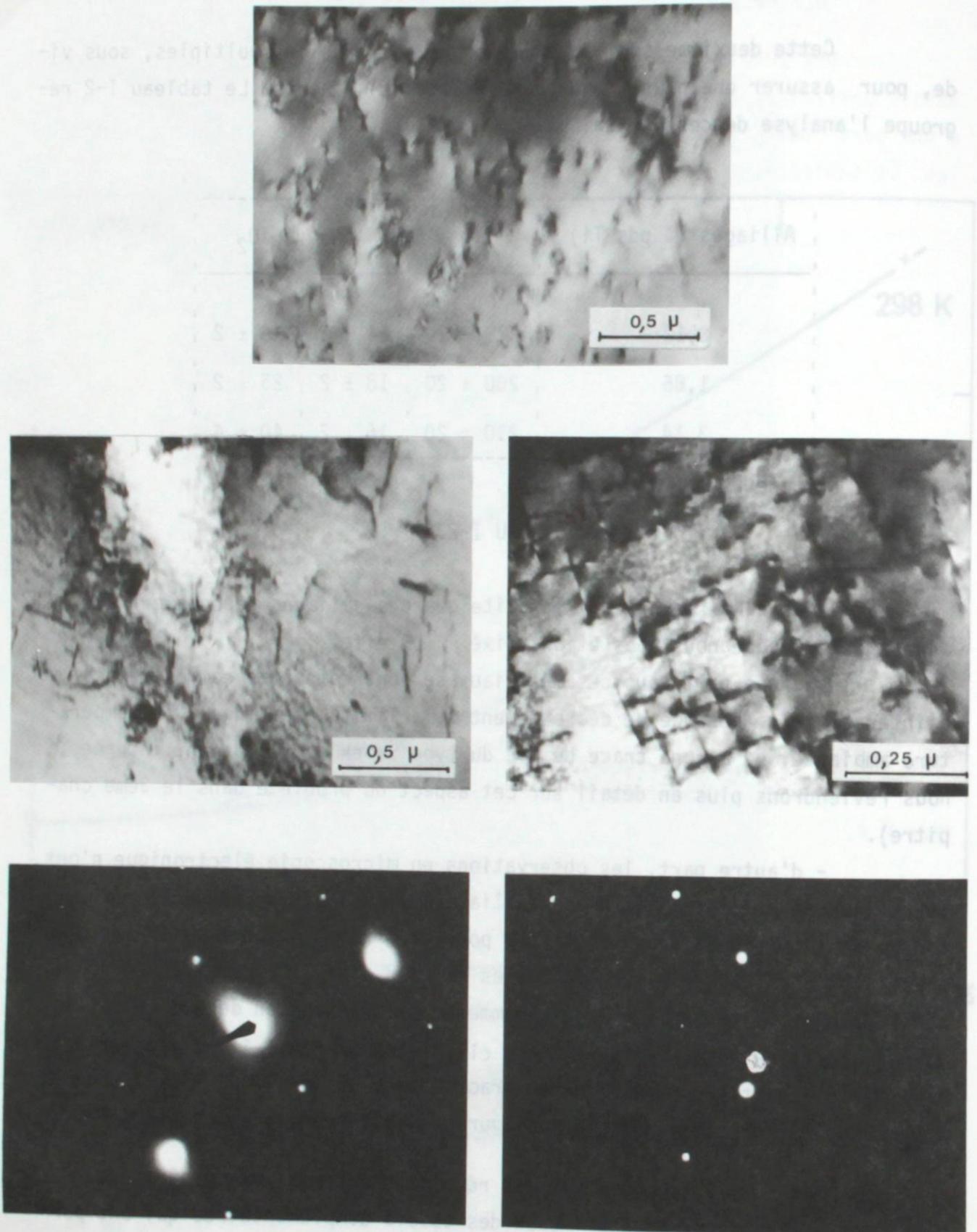


Fig. I . 4 _ Différents aspects de la solution solide

Fe - 3,14 % Ti

II - Conditions expérimentales.

Une des méthodes les plus classiques de caractérisation des propriétés mécaniques consiste à solliciter en traction les matériaux à étudier. La mise en oeuvre de ce type d'essais est relativement simple, dès l'instant où l'on dispose d'un appareillage suffisamment élaboré, donc relativement coûteux; il est alors possible de couvrir un très large intervalle de températures et des expériences ont pu être réalisées dès la température de 4,2 K [11] jusqu'au-delà de 1200 K [12].

Les problèmes d'isolation thermique inhérents aux températures les plus basses sont bien connus et sont résolus sans trop de difficultés. Aux températures élevées, la contamination éventuelle de l'échantillon est évitée en plaçant le dispositif expérimental dans une enceinte étanche au vide, ce qui est facilement réalisé sur les machines de traction.

L'essentiel des résultats expérimentaux a donc été déduit d'essais de traction. Bien que le nombre d'informations recueillies par ce moyen d'investigation soit très important, nous avons complété notre étude par des expériences de frottement interne, et par des mesures du module d'Young. Enfin, nous avons précisé les caractéristiques structurales des matériaux mis en oeuvre par des mesures de paramètres et des observations en microscopie électronique.

Nous présenterons donc successivement ces différentes techniques, en précisant dans chaque cas les grandeurs mesurées et par là-même la signification des symboles utilisés dans la suite de notre exposé.

A - Essais de traction.

A.1 - Appareillage utilisé

Nous disposons de deux machines INSTRON. La première de type TT - CM - L, était équipée du montage permettant de réaliser les essais "à chaud". Sur la seconde, de type H 1223, ont été effectués les essais "à froid"

A.1.1. Dispositif "à froid"

Le dispositif a été conçu [13] afin d'éviter les inconvénients des procédés basés sur l'immersion des échantillons dans un bain (alcool, acétone, isopentane) refroidi par une circulation d'hélium ou d'azote liquides: d'une part, la régulation de la température du bain est alors assez imprécise - et il en est donc de même de la température de l'éprouvette - ; d'autre part, certaines réactions peuvent affecter la surface de l'échantillon et modifier les propriétés mécaniques.

Nous avons donc préféré utiliser un cryostat à atmosphère gazeuse d'azote ; l'admission d'azote liquide dans une préchambre de détente s'opère depuis une bouteille classique, par l'intermédiaire d'une canne de transfert isolée ; à l'extrémité de cette canne se trouve une électrovanne qui s'ouvre lorsque la température de la sonde de régulation est inférieure à la température affichée sur le régulateur. La gamme des températures disponibles s'étend de 293 K à 77 K. Des expériences ont été réalisées à 20 K sous hydrogène liquide [14] , mais les conditions de sécurité draconiennes nécessaires dans ce cas (moteurs de la machine de traction non équipés de dispositifs anti-déflagrants) ne nous ont pas permis de renouveler ces essais.

A.1.2. Dispositif "à chaud".

Un groupe de vide est adapté au dispositif de traction [15]. Les pressions obtenues, inférieures à $2 \cdot 10^{-6}$ torr, assurent une excellente protection contre les risques de contamination (particulièrement sensibles pour le fer) dans l'intervalle des températures comprises entre 293 et 1200 K, où nous avons utilisé cet appareillage.

A.1.3. Précision des mesures de températures.

"A froid", les températures visées sont atteintes après un maintien de l'ordre de une heure à la température désirée afin d'assurer une bonne homogénéité de ce paramètre dans l'ensemble de l'enceinte. La température de l'essai est alors assurée à ± 2 K.

"A chaud", le maintien préliminaire en température est d'environ 3 h, car l'inertie thermique de l'équipage est très importante. Le gradient de température le long de l'éprouvette est alors pratiquement nul, et la précision de

la mesure est aussi de ± 2 K. Ces mesures ont été effectuées à l'aide d'un thermocouple placé au contact de l'éprouvette.

A.2. Conditions mises en oeuvre lors des essais de traction.

A.2.1. Echantillons.

Nous avons utilisé des éprouvettes plates de section égale à 2 mm^2 environ pour une longueur utile de 1,5 mm (fig. I.5). Elles ont été découpées dans une tôle de 1 mm d'épaisseur. Les conditions de recristallisation ont été déterminées afin d'assurer une taille moyenne de grains sensiblement identique d'un type d'échantillon à l'autre : pour cela, les alliages ont été maintenus 4 heures à 1123 K sous un vide inférieur à $3 \cdot 10^{-6}$ torr, tandis que pour le fer non allié considéré, le traitement a été de 3 heures à 973 K, également sous vide. Après ces traitements, les matériaux considérés présentaient uniformément une taille de grains moyenne de 40 microns environ.

L'homogénéité de l'état de surface des éprouvettes a été assurée au moyen d'un polissage mécanique préliminaire au papier 600. Un soin particulier a été pris pour que ne subsiste aucune rayure dans une direction différente de l'axe de traction susceptible de constituer une amorce précoce de fissure.

A.2.2. Vitesses de déformation.

Les essais ont été réalisés à une vitesse de traction de 0,1 cm/min ce qui correspond à une vitesse de déformation moyenne de $1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Le choix de cette vitesse a été dicté par les valeurs couramment trouvées dans la littérature et qui sont voisines de ce chiffre ; de plus, elle se situe au milieu de la gamme des vitesses disponibles sur la machine INSTRON.

A.3. Définitions et mesures des paramètres étudiés en traction.

A.3.1. La courbe de traction.

Les courbes effort-déformation obtenues lors de nos essais sont de deux types :

- les premières, schématisées sur la fig. I.6 (a), sont caractéristiques du comportement des matériaux étudiés à basse température : elles comportent notamment une nette discontinuité à la limite élastique suivie d'un

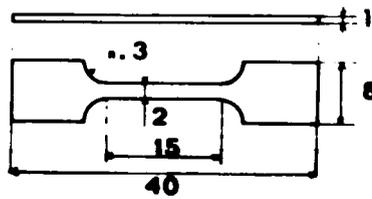


Fig. I. 5 - Epreuve de traction

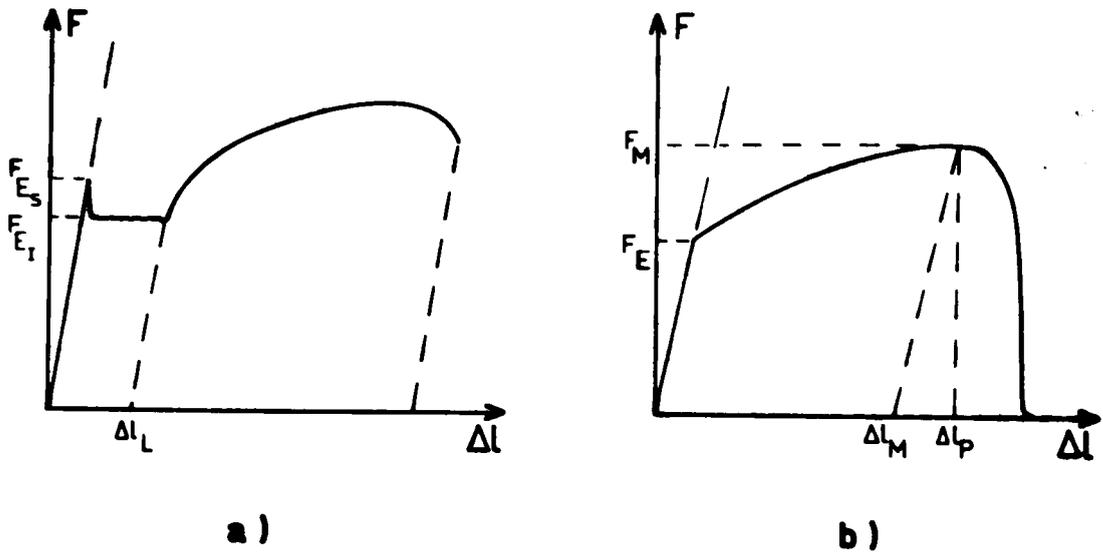


Fig. I. 6 - Aspect des courbes de traction obtenues

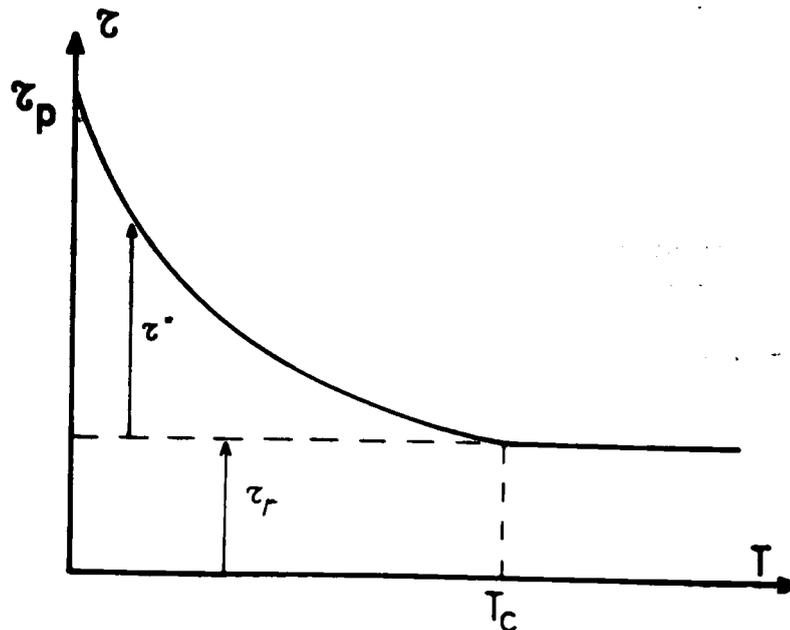


Fig. I. 7 - Schéma des variations de la contrainte critique de cisaillement réduite avec la température

palier,

- les secondes (fig. I.6 (b)) observées aux températures supérieures à la température ambiante (abstraction faite des discontinuités éventuelles liées au vieillissement dynamique, Cf. ch. III) ne présentent aucun "yield point" et traduisent une striction totale de l'éprouvette avant la rupture.

Ces courbes permettent la détermination des grandeurs vraies suivantes :

$$\sigma_E = F_E/S_0 \quad \text{limite élastique}$$

$$\sigma_M = \frac{F_M}{S_0} \left(1 + \frac{\Delta l_P}{l_0}\right) \quad \text{contrainte à la rupture, où } \Delta l_P$$

est l'allongement total de l'éprouvette correspondant à la charge maximale ;

$$\epsilon_M = \text{Log} \left(1 + \frac{\Delta l_M}{l_0}\right) \quad \text{allongement uniformément réparti,}$$

où Δl_M est l'allongement plastique correspondant à la charge maximale ;

$$\epsilon_R = \text{Log} \left(1 + \frac{\Delta l_R}{l_0}\right) \quad \text{allongement à la rupture}$$

l_0 et S_0 sont respectivement la longueur et la section initiale de l'éprouvette.

Nous avons également évalué la contrainte d'écoulement correspondant à un allongement de 5 % : $\sigma_{5\%} = \frac{F_{5\%}}{S_0} \left(1 + \frac{\Delta l_{5\%}}{l_0}\right)$. Nous avons, par ailleurs, caractérisé la consolidation de chaque matériau par le taux de consolidation $h = \left(\frac{d\sigma}{d\epsilon}\right)_\epsilon$, défini pour un allongement donné ϵ ; ce taux est évalué directement

sur les courbes expérimentales en utilisant la formule suivante :

$$h = \left(\frac{d\sigma_V}{d\epsilon_V}\right)_\epsilon = \left(\frac{d\sigma_A}{d\epsilon_A}\right) (1 + \epsilon_A)^2 + \sigma_V \quad (I.1)$$

où les indices V et A se rapportent respectivement aux valeurs vraies et apparentes de chaque grandeur considérée.

Dans le cas où il existe un "yield point", il est possible de définir deux limites élastiques (fig. I.6 (a)) :

$$\sigma_{E_S} = \frac{F_{E_S}}{S_0} \quad \text{limite élastique supérieure}$$
$$\sigma_{E_I} = \frac{F_{E_I}}{S_0} \quad \text{limite élastique inférieure}$$

Au chapitre III, nous serons amené à comparer les amplitudes des décrochements à la limite élastique observés. Pour cela, nous définissons $\Delta\sigma_L = \sigma_{E_S} - \sigma_{E_I}$. En outre, le palier qui fait suite au "yield point", appelé généralement palier de Lüders, a été caractérisé par l'allongement correspondant à la déformation maximale hétérogène $\epsilon_L = \text{Log} \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right)$.

A.3.2. Les composantes de la contrainte critique de cisaillement réduite.

L'interprétation des propriétés mécaniques à basse température nécessite de ne considérer que la composante thermique τ^* de la contrainte critique de cisaillement réduite τ (c.c.c.r.).

Nous verrons en effet que les solutions solides de structure cubique centrée se caractérisent par une forte augmentation de la limite élastique lorsque la température est abaissée. La figure I.7 représente cette variation fréquemment observée expérimentalement. La c.c.c.r. τ peut être décomposée en une composante thermique τ^* (fonction de la température et de la vitesse de déformation) et en une composante athermique τ_μ évoluant très peu avec la température (et ce parallèlement aux variations du module de cisaillement μ , d'où la signification de l'indice utilisé).

Cette décomposition se justifie a posteriori en considérant la nature des obstacles au mouvement des dislocations. En effet, lorsque la température est supérieure à T_c (fig. I.7) les fluctuations thermiques auxquelles sont soumises les dislocations sont suffisantes pour leur permettre de surmonter les obstacles à courte distance ; seuls restent actifs les champs de contrainte s'exerçant à longue distance : la contrainte appliquée est alors égale à τ_μ . Lorsque la température est abaissée ($T < T_c$), l'agitation thermique est diminuée, et une contrainte τ^* est nécessaire pour surmonter les obstacles à courte distance ; on peut alors écrire :

$$\tau = \tau^*(T, \dot{\epsilon}) + \tau_{\mu} \quad (I.2)$$

T_c est la température à laquelle τ^* s'annule et $\tau = \tau_{\mu}$. τ_{μ} correspond donc à la partie linéaire, de pente d'ailleurs faible, de la courbe $\tau = f(T)$. Nous remarquerons que T_c peut éventuellement se situer au-dessus de la température de fusion du matériau utilisé et dès lors, cette partie linéaire peut ne pas exister.

Nous avons considéré la c.c.c.r. comme étant égale à la moitié de la limite élastique inférieure. Cette valeur nous semble mieux rendre compte des propriétés élastiques de l'éprouvette ; par contre, la limite élastique supérieure est plus aléatoire, puisque sensible à divers types d'hétérogénéités de contrainte (état de surface, forme de l'éprouvette ...).

D'après ces définitions de la c.c.c.r. et de ses composantes, nous avons adopté pour valeur de $(2\tau_{\mu})$, la valeur à l'ordonnée du palier observé sur les courbes représentant les variations de la limite élastique en fonction de la température. Nous avons de plus négligé, dans l'intervalle considéré ($0 < T < 750$ K) l'influence de la température sur le module de cisaillement et, par conséquent, admis que la composante τ_{μ} y était constante.

A.3.3. Les paramètres d'activation.

Au paragraphe précédent, nous avons souligné le caractère thermiquement activé de la déformation plastique. Il est donc théoriquement possible de décrire le phénomène par une relation de type Arrhenius :

$$\dot{\epsilon} = v \exp(-H^*(\tau^*)/kT) \quad (I.3)$$

où l'enthalpie d'activation $H^*(\tau^*)$ diminue avec la contrainte appliquée [16].

La variation de H^* avec la contrainte est appelée volume d'activation :

$$v^* \# - \frac{dH^*(\tau^*)}{d\tau^*} \quad (I.4)$$

H^* et v^* diffèrent respectivement selon le mécanisme responsable de la déformation, et leur évaluation expérimentale peut permettre de différencier le mécanisme mis en jeu parmi les divers mécanismes possibles.

Nous avons reproduit dans le tableau I.3 les valeurs de v^* données par CONRAD [17] pour quelques processus classiques.

Mécanisme	v^*/b^3
Contrainte de Peierls	$10 - 10^2$
Glissement dévié	$10 - 10^2$
Intersection des dislocations de la Forêt	$10^2 - 10^4$
Mouvement non conservatif des crans	$10^2 - 10^4$
Montées des dislocations	1

TABLEAU I.3.

L'expression (I.3) permet d'écrire :

$$H^*(\tau^*) = -k \left[\frac{\partial (\text{Log } \dot{\epsilon})}{\partial (1/T)} \right] \quad (I.5)$$

soit, pour des essais à vitesse de déformation constante :

$$H^* = -kT^2 \left(\frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}{\partial \tau^*} \right)_T \left(\frac{\partial \tau^*}{\partial T} \right)_{\dot{\epsilon}} \quad (I.6)$$

Le volume d'activation correspondant est égal à :

$$v^* = + kT \left(\frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}{\partial \tau^*} \right)_T \quad (I.7)$$

La détermination expérimentale de ces paramètres repose donc sur la connaissance des grandeurs :

$$\left(\frac{\partial \tau^*}{\partial T} \right)_{\dot{\epsilon}} \quad \text{et} \quad \left(\frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}{\partial \tau^*} \right)$$

Les variations de τ^* avec la température donnent immédiatement $\left(\frac{\partial \tau^*}{\partial T} \right)_{\dot{\epsilon}}$. Le second facteur $\left(\frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}{\partial \tau^*} \right)$ a été déterminé en l'assimilant au rapport $\left(\frac{2 \Delta \text{Log } \dot{\epsilon}}{\Delta \sigma} \right)$

Par ailleurs, le coefficient de sensibilité à la vitesse de

déformation est défini conventionnellement de la façon suivante :

$$m = \frac{\partial(\text{Log } \sigma)}{\partial(\text{Log } \dot{\epsilon})}, \text{ soit } m \approx \frac{1}{\sigma} \frac{d\sigma}{d(\text{Log } \dot{\epsilon})}$$

De la même façon, nous avons assimilé m à $\frac{1}{\sigma} \frac{\Delta\sigma}{\Delta(\text{Log } \dot{\epsilon})}$ où apparaît la possibilité d'évaluer la valeur numérique du rapport cherché.

Le coefficient m a été calculé à partir des valeurs de $\Delta\sigma$ observées lorsqu'une variation brutale de la vitesse de déformation (d'un facteur 10 par rapport à la vitesse de base choisie $\dot{\epsilon}_0 = 1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, c'est-à-dire $\dot{\epsilon}_1 = 1,1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ou $\dot{\epsilon}_2 = 1,1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) est imposée.

Les paramètres d'activation peuvent donc être facilement déterminés, mais il nous faut cependant souligner que leur définition repose sur les hypothèses suivantes :

- le mécanisme contrôlant la déformation est supposé unique,
- de plus, si l'énergie d'activation du processus mis en jeu varie peu, les différentes valeurs susceptibles d'être prises, peuvent être remplacées par une valeur unique équivalente.

REMARQUE : Les définitions de CONRAD des paramètres d'activation rappelées ci-dessus sont celles retenues par la majorité des auteurs. Cependant d'autres approches, peut-être plus rigoureuses, du problème ont été proposées sans pour autant changer le formalisme obtenu ; nous n'en donnerons ici qu'un seul exemple.

LI [18] a basé son raisonnement sur la variation de la vitesse des dislocations v en fonction de la contrainte effective τ^* , la température T et la pression P (c'est-à-dire la composante hydrostatique de la contrainte). Il a défini l'enthalpie d'activation ΔH et le volume d'activation ΔV du processus par les relations suivantes :

$$\Delta H = -kT^2 \left[\frac{\partial(\text{Log } v)}{\partial T} \right]_{\tau^*, P} \quad (1.8)$$

et

$$\Delta V = +kT \left[\frac{\partial(\text{Log } v)}{\partial \tau^*} \right]_{T, P} \quad (1.9)$$

Ces relations sont en fait équivalentes à celles de CONRAD, si on

introduit les relations d'OROWAN :

$$\dot{\epsilon} = \alpha b \rho v \quad (I.10)$$

et de JOHNSTON et al. :

$$v = B(\tau^*)^{m^*} \quad (I.11)$$

où b est le vecteur de Burgers des dislocations, ρ la densité de dislocations mobiles et α un facteur géométrique.

B - Mesure du module de YOUNG.

Les données relatives aux variations du module de cisaillement μ , tant avec la température, qu'en fonction de l'addition d'un élément en solution solide sont très rares. En particulier, nous n'avons trouvé aucune publication faisant état de mesures, directes ou dérivées de μ dans les alliages Fe-Ti.

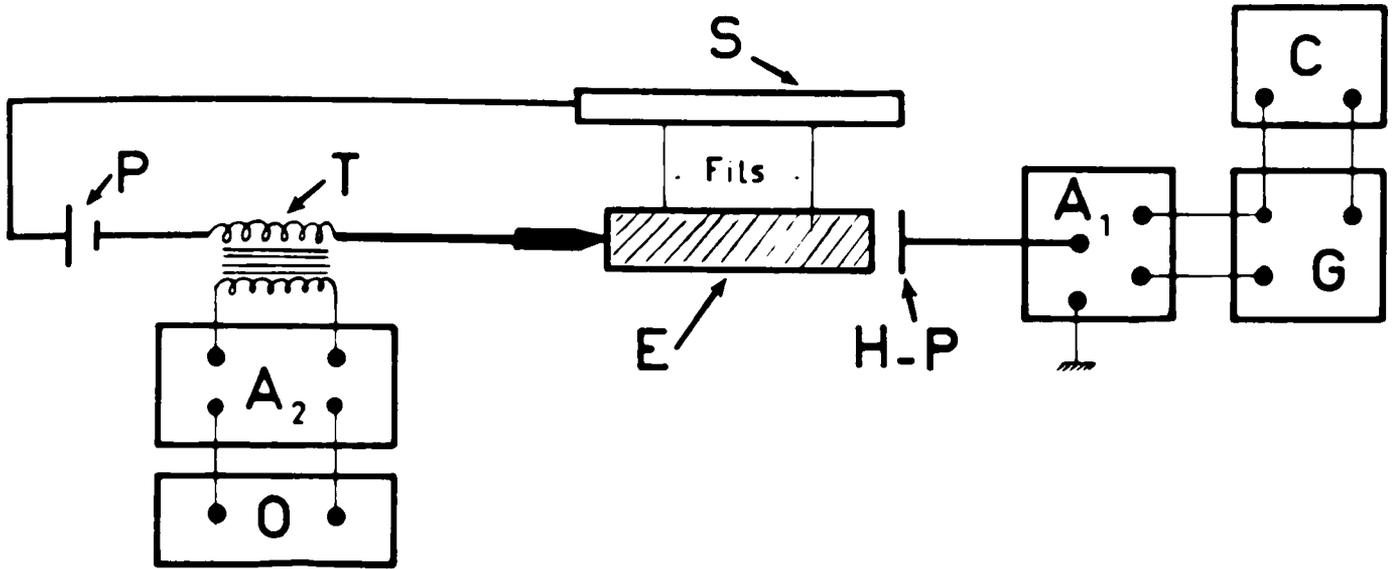
Nous avons donc évalué μ en mesurant le module de YOUNG E de nos échantillons, et en utilisant la relation classique existant entre μ et E , tirée de la théorie de l'élasticité, soit :

$$E = 2\mu (1 + \nu) \quad (I.12)$$

(où ν est le coefficient de POISSON), car E est plus facilement accessible expérimentalement. Une première méthode consiste à déduire E de la pente de la droite représentant le domaine élastique, puisque l'effort σ et la déformation ϵ sont liés dans ce domaine par la relation de HOOKE : $\sigma = E\epsilon$. Cependant, les facteurs d'erreur sont très nombreux : rigidité de la machine, défaut d'axiabilité des mors, faible précision sur des échantillons polycristallins, etc... Nous avons donc choisi une seconde méthode, faisant appel aux propriétés de transmission acoustique au sein des échantillons.

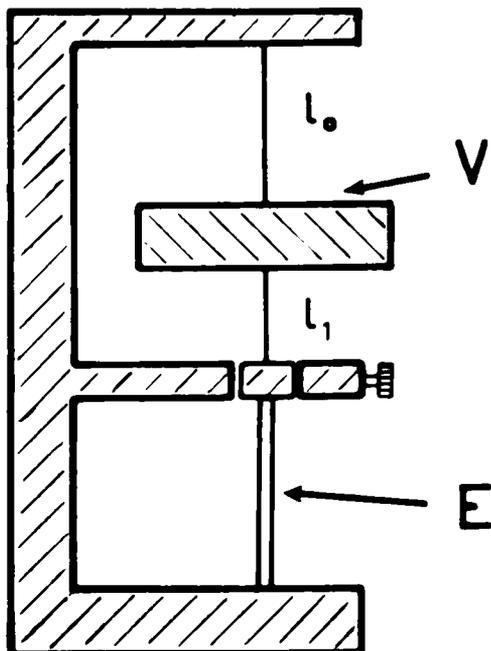
B.1. Principe.

La méthode est basée sur la mise en résonance d'une éprouvette cylindrique, sollicitée par des vibrations longitudinales. Si l'éprouvette, de longueur l , vibre en demi-onde à la fréquence N_0 , la longueur d'onde λ est égale à $\lambda = 2l = \frac{V}{N_0}$. La vitesse V de propagation d'une onde longitudinale dans le matériau, est liée au module d'élasticité E de ce matériau et à sa masse volumique ρ par la relation :



- | | |
|---------------------------------|----------------------|
| A ₁) Amplificateurs | O - Oscilloscope |
| A ₂ | P - Pile |
| C - Compteur | S - Support |
| E - Echantillon | T - Transformateur |
| G - Générateur | H-P - Haut - Parleur |

Fig. I . 8 - Schéma du montage de mesure du module de YOUNG



- | |
|----------------------|
| V - Volant d'inertie |
| E - Eprouvette |

Fig. I . 9 - Schéma du pendule type inversé

$$v = (E/\rho)^{1/2} \quad (I.13)$$

On obtient donc :

$$E = 4\rho l^2 N_0^2 \quad (I.14)$$

Cette équation ne tient pas compte des vibrations transversales auxquelles est également soumis l'échantillon.

Le calcul exact donne :

$$E = 4\rho l^2 N_0^2 \left(1 + \frac{2\pi^2 v^2 r^2}{\lambda^2}\right)$$

où r est le rayon de la section circulaire de l'éprouvette et v le coefficient de POISSON.

Nous avons choisi les dimensions de nos échantillons afin de pouvoir négliger le terme correctif, c'est-à-dire en rendant le rapport $\frac{r}{l}$ suffisamment petit, soit : $l \sim 80$ mm et $r \sim 5$ mm.

B.2. Appareillage.

L'appareillage a été mis au point par MOUTURAT [19]. Nous reproduisons le schéma de montage sur la figure I.8. L'éprouvette E est soumise à des vibrations longitudinales par l'action d'ondes ultra-sonores émises par un générateur G. Lorsque l'éprouvette vibre en demi-onde, les extrémités sont des ventres de vibration détectés par le crayon en graphite. Le signal recueilli est renvoyé sur un oscilloscope O. La recherche de la résonance correspond à celle de l'amplitude maximale du signal recueilli et visualisé sur l'oscilloscope.

Un four permet de réaliser ces mesures entre la température ambiante et 800 K environ, sous atmosphère d'argon.

A partir des valeurs de ce module de YOUNG "expérimentales", nous avons donc calculé le module de cisaillement μ par la formule (I.14), où nous avons considéré v constant et égal à 0,28 [20].

C - Dispositif de mesure du frottement intérieur.

Les mesures de frottement intérieur ont été effectuées sur un pendule de type inversé, dit pendule de COLLETTE (schématisé sur la fig. I.9). Le dispositif permet de solliciter les éprouvettes en torsion à une fréquence de l'ordre de 1 Hz. Les éprouvettes sont plates (parallépipédiques) de dimensions 50 x 5 x 0,5 mm. Un groupe de pompage assure un bon vide primaire dans l'enceinte, autorisant les expériences entre 300 K et 800 K. Les oscillations, enregistrées par un suiveur de spot, sont traitées par une baie électronique qui fournit conjointement les valeurs de la température, de la période et des amplitudes A_1 et A_n de la première et de la $n^{\text{ième}}$ oscillation, (n ayant été préfixé) [21]. Le dépouillement de ces données a été effectué, selon les indications de COLLETTE [22] par la formule :

$$\delta_1 = K [\delta_{f+1} - \delta_f] + \delta_f \quad (I.15)$$

avec :

$$K = \frac{1}{(T_0/T_2)^2 - 1} + \frac{1}{1 - (T_1/T_2)^2}$$

où : δ_{1+f} et T_2 sont respectivement le décrément et la période des oscillations de l'ensemble fil + lame,

δ_f et T_1 sont respectivement le décrément et la période des oscillations du fil de longueur $(l_0 + l_1)$ pincé aux deux extrémités,

T_0 est la période des oscillations du volant d'inertie, le fil inférieur l_1 étant libre.

D - Mesure du paramètre cristallin.

Notre but n'était pas de réaliser une mesure absolue du paramètre de chaque alliage. Tout en nous attachant à travailler avec soin, nous avons essentiellement cherché à évaluer les variations du paramètre a en fonction de la teneur en titane. Ainsi, bien que disposant de diverses anticathodes (Co, Mo, Cr) dont la plus adaptée est l'anticathode de cobalt - car elle permet d'éviter au mieux le phénomène de fluorescence - nous avons choisi d'utiliser une anticathode de cuivre pour laquelle un monochromateur était disponible. L'ensemble de l'appareillage employé (monochromateur et montage diffractométrique)

était placé sur un générateur SIEMENS, utilisé dans les conditions suivantes :

tension : 40 kV intensité : 24 mA

Les échantillons sont à l'état recristallisé. Après un polissage mécanique terminé à l'alumine, ils ont été polis électrolytiquement dans le bain utilisé pour la précipitation des lames minces et décrit ci-dessous.

La prise en compte des erreurs systématiques affectant la mesure du paramètre conduit à une variation linéaire du rapport $\sin^2\theta/N^2$ en fonction de $\cos^2\theta/\sin\theta$. Le paramètre exact a été calculé en extrapolant la droite obtenue pour $\theta = \pi/2$

E - Observations au microscope électronique.

E.1. Préparation des lames minces.

La technique la plus récente utilisée pour la préparation des lames minces observables au microscope électronique est la technique du double jet. Une pastille de 3 mm de diamètre est découpée dans l'échantillon dont l'épaisseur est de l'ordre de 1/10 mm. Elle est ensuite placée dans un porte-échantillon, et l'ensemble est plongé dans un électrolyte, entre deux buses portées à un potentiel négatif, la pastille étant en position d'anode. Les buses assurent une projection symétrique de l'électrolyte sur chacune des deux faces. La formation d'un "micro-trou" lorsque la pastille est assez mince est détectée par un système optique, et le courant est instantanément interrompu.

Les nombreux avantages de cette méthode sont notamment la rapidité de l'amincissement (de l'ordre de 1 à 2 minutes) et la reproductibilité des essais. Elle a cependant présenté dans notre cas un inconvénient majeur, inhérent à la nature du matériau examiné ; en effet, nos alliages sont ferromagnétiques et la masse magnétique, que constitue la lame mince obtenue, provoque la déviation du faisceau et par là-même un décentrage du microscope en fonction de la position de l'échantillon. Ce fait a constitué un handicap important à l'observation fine des défauts linéaires en limitant notamment les possibilités de "tilt" de la platine porte-objet.

Nous avons donc adopté la méthode dite "de la fenêtre". L'éprouvette de départ est une languette de 70 mm de long sur 8 à 10 mm de large et 1/10 mm

d'épaisseur. Ces cotes nous étaient imposées par le dispositif de traction adapté à ces échantillons. La lame est polie électrolytiquement après que ses côtés aient été vernis, afin d'éviter les effets de bord. Elle est sortie périodiquement du bain pour contrôler le polissage et l'amincissement. Dès qu'un trou est formé, il est "bouché" par du vernis. Cette opération est répétée jusqu'à ce que l'ensemble de la surface ait été utilisé. Il suffit alors de récupérer au fond du bain les "débris", généralement suffisamment minces pour l'observation.

Cette méthode permet d'obtenir des lames de petites tailles ne dépassant pas quelques dixièmes de millimètres qui n'ont pratiquement aucune influence sur le faisceau électronique.

Cependant, son utilisation s'est révélée fastidieuse car l'amincissement de la languette est très long (de l'ordre de 2 à 3 heures). De plus, nous n'avons pu éviter la formation d'une couche d'oxyde qui a considérablement gêné nos observations.

Les deux méthodes présentent donc conjointement avantages et défauts. Nous les avons utilisées parallèlement, la première pour la possibilité de multiplication des échantillons, la seconde pour l'exploitation de ceux-ci, en particulier la détermination du vecteur de Burgers des dislocations observées.

Pour la technique du double-jet, la composition de l'électrolyte employé était la suivante :

- 950 cc d'acide acétique
- 50 cc d'acide perchlorique

Les conditions d'utilisation étaient les suivantes : température : ~ 17 °C, tension : 70 V, intensité : $\sim 0,9$ A, débit de l'électrolyte : lent. Le rinçage est effectué au méthanol. (Les clichés réalisés sur les échantillons obtenus par ce procédé sont repérés par la lettre S).

Dans le cas de la méthode de la fenêtre la composition de l'électrolyte employé était la suivante :

- 100 g d'anhydride chromique
- 540 cc d'acide acétique
- 100 cc d'eau

Les conditions d'utilisation étaient les suivantes : température : ~ 10 °C,

tension : 17 V, densité de courant : $\sim 0,2 \text{ A/cm}^2$. Le rinçage final est effectué dans l'acide acétique, puis dans du méthanol.

Les observations ont été faites à l'aide d'un microscope électronique JEOL, type 100 C.

E.2. Détermination du vecteur de Burgers.

On montre théoriquement [23, 24] par le calcul de l'intensité diffractée que le contraste d'un défaut en microscopie électronique dépend d'un facteur de déphasage, $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$ (I.16), où \vec{R} est le vecteur déplacement dû à la présence du défaut, et \vec{g} le vecteur réciproque de la famille de plan diffractant. Il est clair que lorsque ce facteur α est nul (notamment lorsque \vec{g} et \vec{R} sont perpendiculaires) il n'y a aucun contraste et le défaut est invisible.

Le vecteur déplacement \vec{R} associé à une dislocation-vis est parallèle au vecteur de Burgers \vec{b} ; la relation (I.16) devient $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{b}$ (I.17). Donc, lorsque le plan diffractant est tel que $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ (I.18), il n'y a aucun contraste et le défaut est invisible. Par ailleurs, le vecteur \vec{R} associé à une dislocation-coin peut se décomposer en deux termes : \vec{R}_1 parallèle à \vec{b} , et \vec{R}_2 perpendiculaire au plan de glissement. Dans ce cas, lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, il subsiste un contraste résiduel dû à \vec{R}_2 . C'est là un critère de distinction entre le caractère vis ou coin des dislocations.

En pratique, la détermination du vecteur \vec{b} est réalisée en recherchant, à partir d'une image en fond clair, révélant la présence de dislocations, les plans diffractants correspondants pour lesquels les dislocations sont invisibles (ou très peu visibles, s'il s'agit de dislocations "coin"); c'est-à-dire en réalisant une série de micrographies en fond noir en utilisant successivement les différentes taches du cliché de diffraction les plus proches de la tache centrale. Les vecteurs \vec{g} correspondant à ces taches permettent de déterminer le vecteur \vec{b} en calculant le produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$, compte-tenu également que \vec{b} est essentiellement de trois types dans le cas des solutions solides de structure cubique centrée, soit $1/2 [111]$, $[100]$ et $[110]$ [23].

Nous donnons sur la figure I.10 deux exemples de cette détermination :

a) dans le

On peut con

sur le fond noir ca

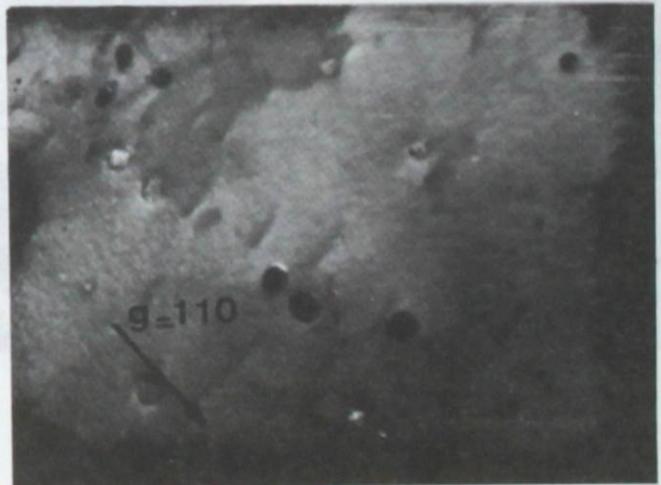
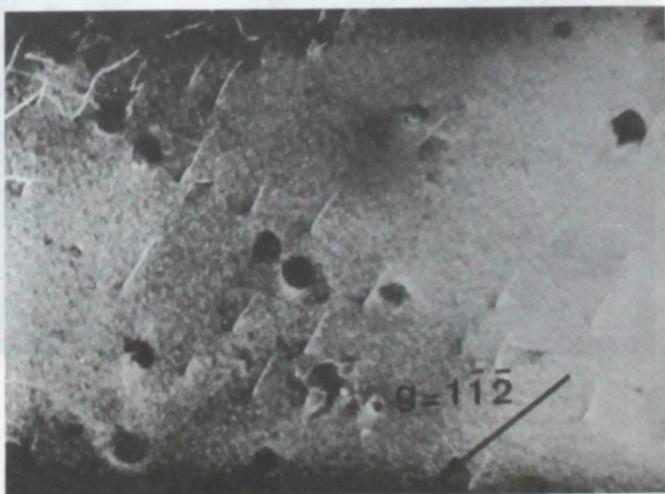
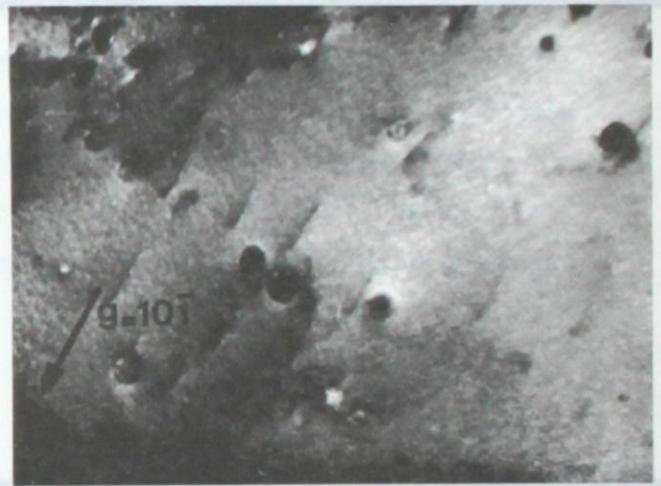
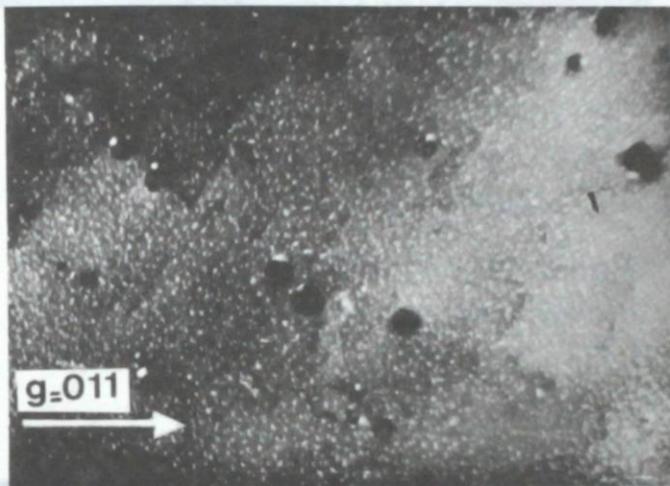
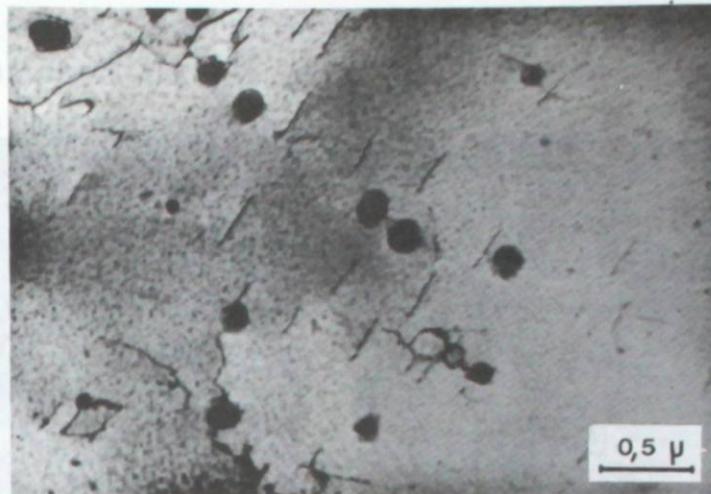


Fig. I - 10 a

Fe - 0,12 % Ti

$\vec{b} = 1/2 [11\bar{1}]$

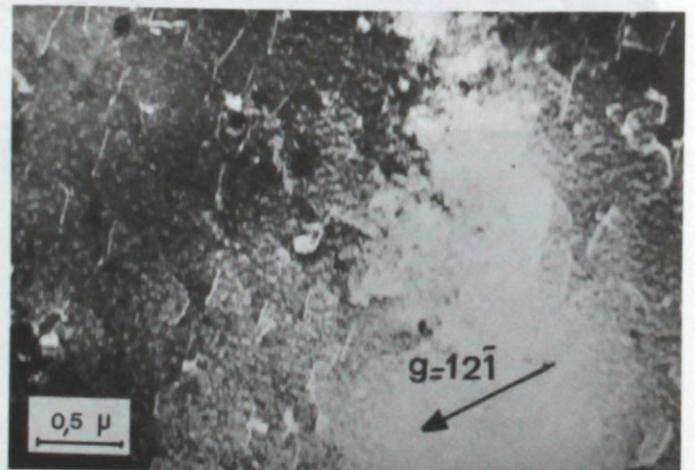
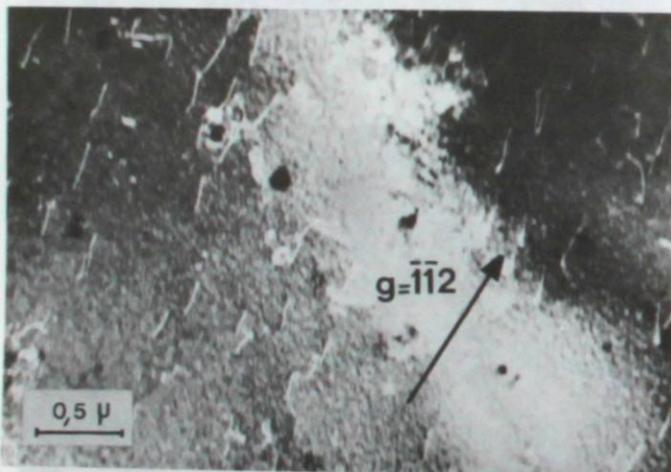
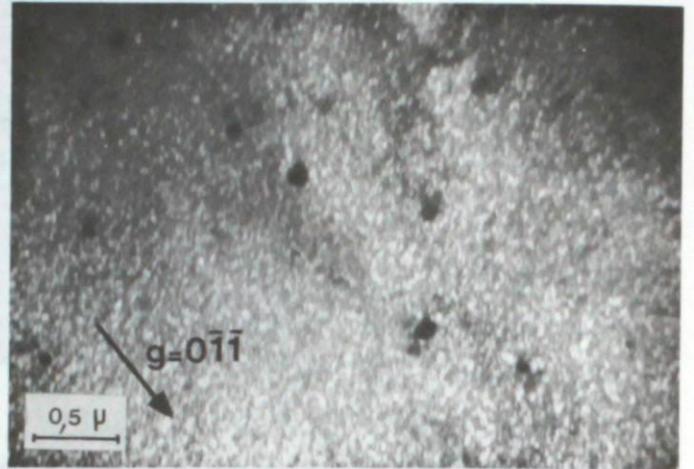
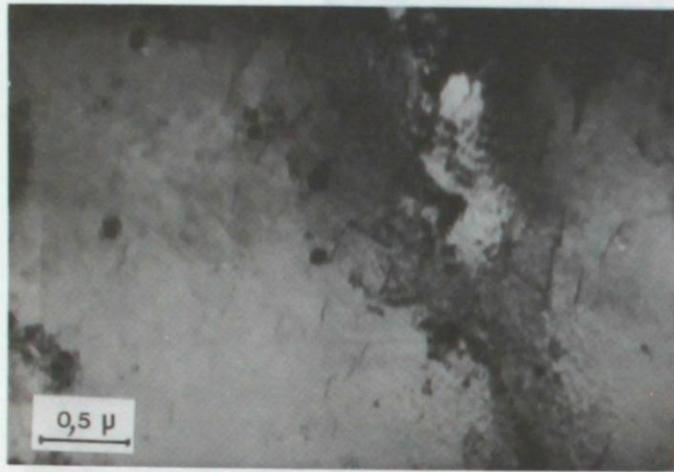


Fig. 1 . 10b

Fe - 3,14 % Ti

$\vec{b} = 1/2 [1\bar{1}1]$

a) dans le cas de l'alliage Fe-0,12 Ti (Fig. I.10 (a)).

On peut considérer que les dislocations sont invisibles uniquement sur le fond noir correspondant à $\vec{g} = [011]$. Ceci nous a permis de déduire le vecteur $\vec{b} = 1/2 [1\bar{1}\bar{1}]$.

b) dans le cas de l'alliage Fe-3,14 Ti (Fig. I.10 (b)).

L'invisibilité totale des dislocations est obtenue sur le fond noir réalisé à partir de la tache de diffraction $\vec{g} = [0\bar{1}\bar{1}]$; \vec{b} est alors égal à $1/2 [1\bar{1}\bar{1}]$.

Ceci correspond bien aux résultats de DINGLEY et al. [23] qui ont noté la prépondérance des dislocations de vecteur \vec{b} du type $1/2 [111]$.

La figure I.10 illustre de plus la difficulté moyenne à laquelle nous nous sommes heurté. Comme nous l'avons évoqué ci-dessus, nous n'avons pas pu éviter une légère oxydation de nos échantillons et la couche d'oxyde formée, si mince fut-elle, diminuait notablement le contraste des défauts ; de ce fait, la distinction entre le caractère vis ou coin des dislocations devient plutôt aléatoire. Il semble malgré tout que la plupart des dislocations observées aient un caractère vis.

CHAPITRE II.

PROPRIETES MECANIQUES AUX TEMPERATURES INFERIEURES A LA TEMPERATURE AMBIANTE.

I - Résultats.

A - Caractéristiques des courbes de traction.

Alors que, pour la vitesse de déformation de base choisie, ($\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-3} s^{-1}$), les courbes effort-déformation ne présentent pas d'anomalie à la température ambiante, il apparaît une discontinuité à la limite élastique, suivie d'un palier, dès que la température d'essai devient inférieure à 273 K (fig. II.1). Les amplitudes respectives du crochet de traction $\Delta\sigma_L$ et du palier Δ_L , reportées dans le tableau 1, diminuent d'autant plus que la concentration en titane, ou la température, augmente.

T K	Fe-0,12 Ti		Fe-1,86 Ti		Fe-3,14 Ti	
	$\Delta\sigma_L^*$	ϵ_L^*	$\Delta\sigma_L$	ϵ_L	$\Delta\sigma_L$	ϵ_L
298						
273	0,6	0,5		0,2		
248	2	0,6	0,4	0,35		0,25
203	3	1,3	1	0,6	0,7	0,5
163	7,5	3,6	2,5	1,2	1,8	0,9
123	12 ^{**}	**	4	1,5	3,9	1,3
77	14 ^{**}	**	6		4,1	2

* $\Delta\sigma_L$ est exprimé en hbar, ϵ_L en %.

** Les valeurs de $\Delta\sigma_L$ sont des valeurs extrêmes précédant une rupture prématurée de l'éprouvette ($\epsilon_R < \epsilon_L$)

TABLEAU II-1.

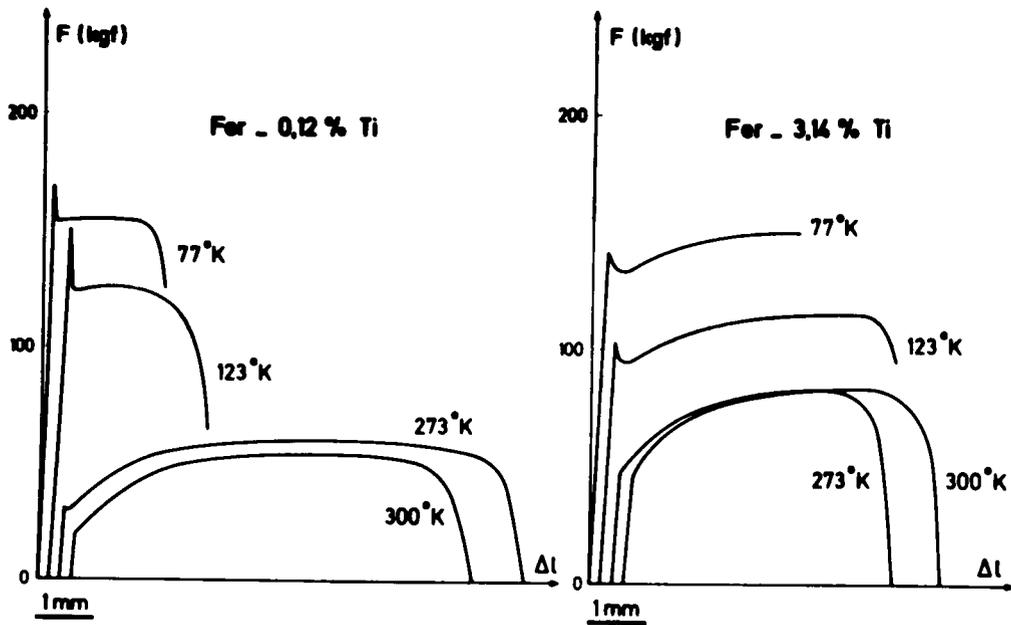


Fig. II. 1 - Courbes de traction enregistrées à différentes températures

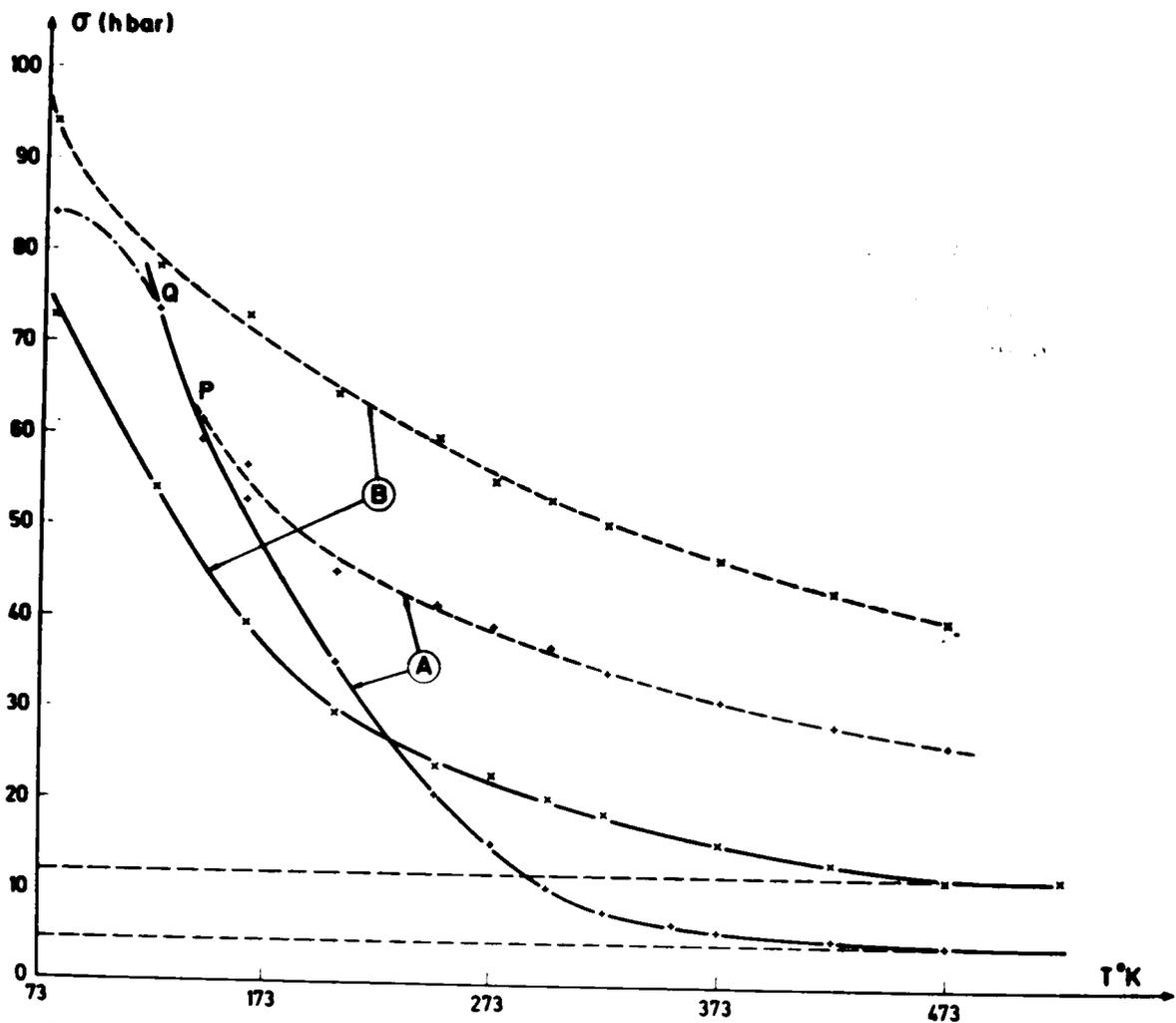


Fig. II. 2 - Variation de la limite élastique supérieure σ_{ES} (trait plein) et de la charge à la rupture σ_M (trait discontinu) en fonction de la température

A) Fe - 0,12 % Ti , B) Fe - 3,14 % Ti

B - Caractéristiques de la déformation.

Lorsque la température décroît, il se produit, d'une part une forte diminution du coefficient de consolidation, d'autre part une évolution du type de rupture dont le faciès, primitivement ductile, devient fragile. Alors que la striction est pratiquement totale à l'ambiante, la valeur de cette caractéristique diminue d'autant plus que la température est basse, et que la concentration en titane est élevée.

La déformation s'opère essentiellement par glissement ; en effet, à 77 K, nous n'avons pu observer que de façon très limitée le déclenchement de macles (faibles décrochements sur les courbes relatives à l'alliage le moins chargé) ; parallèlement, on constate que la courbe traduisant l'évolution de la limite élastique supérieure σ_{ES} en fonction de la température présente une nette inflexion en-dessous de 123 K : point Q (fig. II.2).

Les observations en microscopie optique ne font apparaître qu'un seul système de glissement, sauf peut-être aux températures voisines de l'ambiante et pour de fortes déformations ($\epsilon > 5\%$) (Cf. paragraphe I.F).

C - Variations de la limite élastique.

La figure II.2, dans laquelle sont représentées les variations de la limite élastique σ_{ES} et de la contrainte à la rupture σ_M en fonction de la température, met en évidence que :

a) la limite élastique augmente nettement lorsque la température décroît ; conjointement, l'aptitude à la consolidation décroît. En effet, on peut remarquer que la courbe $\sigma_M = f(T)$ tend vers la courbe $\sigma_{ES} = f(T)$ lorsque la température s'abaisse (point P, par exemple, pour l'alliage à 0,12 %)

b) l'addition de titane exerce deux effets : d'une part, le changement de pente traduisant l'accélération de l'accroissement de σ_{ES} se produit à des températures plus basses lorsque la teneur en titane est plus élevée ; d'autre part, à température donnée ($T < 300$ K), la valeur absolue $\left(\frac{d\sigma_{ES}}{dT}\right)$ de la pente de la courbe $\sigma_{ES} = f(T)$ est plus faible lorsque l'alliage est plus chargé. En fait, le phénomène d'adoucissement ainsi décrit affecte uniquement la composante τ^* de la contrainte critique de cisaillement réduite τ .

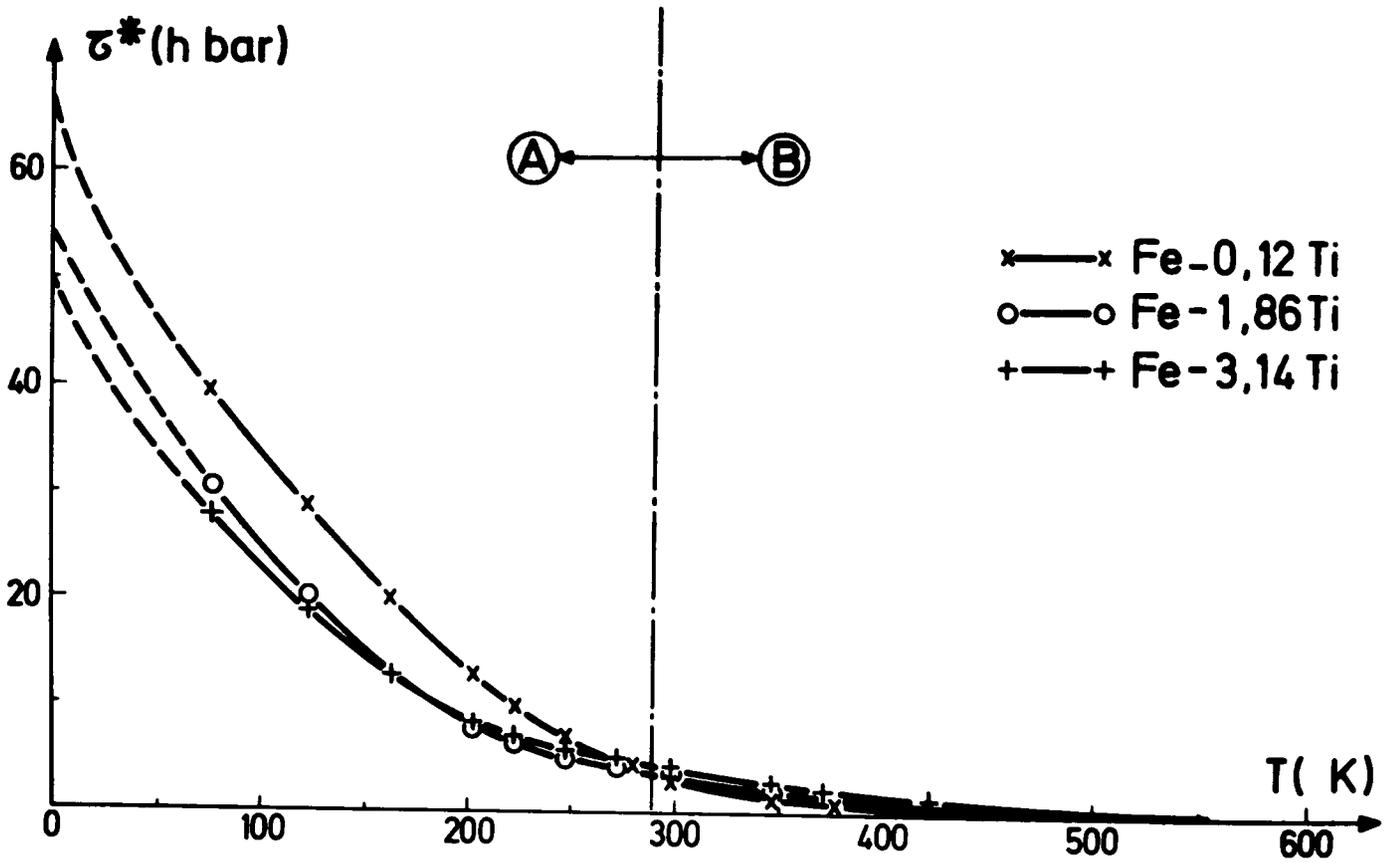
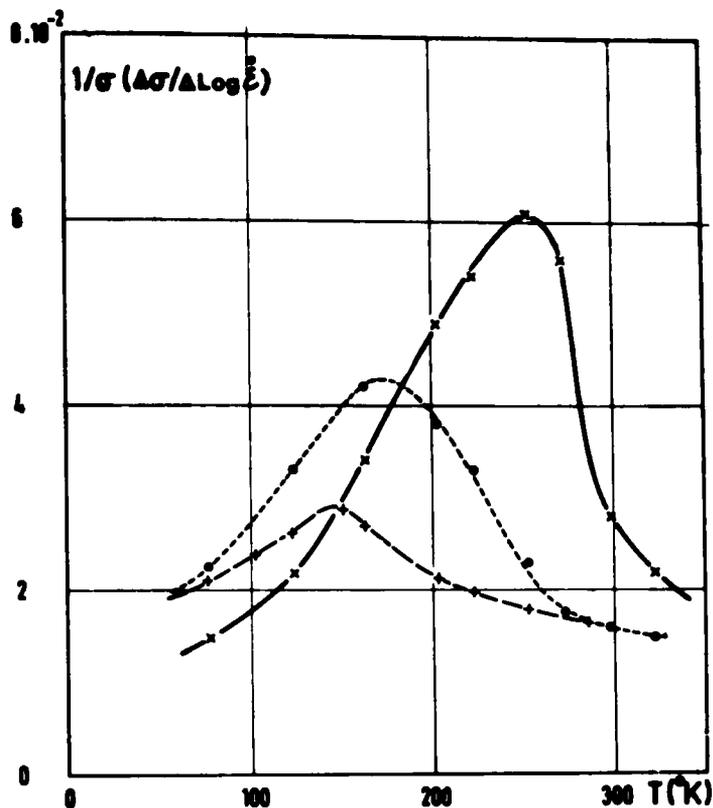
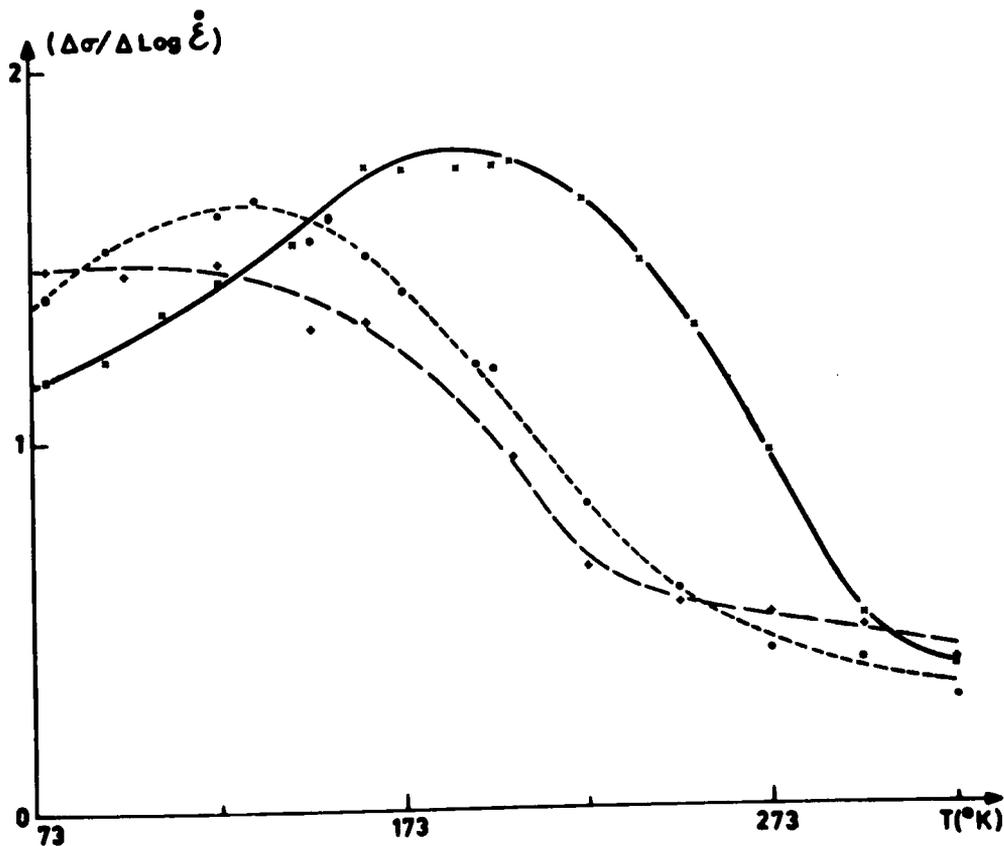


Fig. II.3 - Variations de la contrainte effective τ^* en fonction de la température



a) Variation du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la température



b) Variations du rapport $(\Delta \sigma / \Delta \log \dot{\epsilon})$ en fonction de T

x Fe - 0,12 % Ti .

o Fe - 1,86 % Ti .

+ Fe - 3,14 % Ti

Fig. II . 4

Des essais de traction à chaud ($T < 900 \text{ K}$) nous ont permis de déterminer les valeurs suivantes de τ_{μ} (tableau II.2) (Cf. chapitre III).

C % pds Ti	0,12	1,86	3,14
τ_{μ} (hbar)	2,3	4,1	6

TABLEAU II.2

Le tableau II.2 montre que l'augmentation de la teneur en soluté provoque aux températures supérieures à l'ambiante, un durcissement de la solution solide. L'adoucissement observé aux températures inférieures à l'ambiante (évoqué ci-dessus) est mieux mis en évidence en traçant les courbes $\tau^* = f(T)$ (fig. II.3, partie A) : compte tenu du fait que $\tau^* = \tau - \tau_{\mu}$, l'abaissement de τ est accentué par l'augmentation parallèle de τ_{μ} en fonction de la teneur en titane.

Remarquons cependant qu'aux températures voisines de l'ambiante, la composante τ^* est au contraire accrue par l'addition de titane (fig. II.3, partie B).

D - Sensibilité à la vitesse de déformation.

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation conserve une valeur très faible dans le domaine de température envisagé ($m < 0,1$) ; on peut malgré cela noter que la courbe obtenue présente un maximum (fig. II.4 (a)) : les valeurs des coordonnées définissant cet extrênum sont d'autant plus notables que le métal solvant est moins allié. Sur la fig. II.4 (b) ont été représentées, à titre indicatif, les variations du rapport $[\Delta\sigma/\Delta(\text{Log } \dot{\epsilon})]_T$ intervenant dans le calcul du volume d'activation qui va maintenant être considéré.

E - Paramètre d'activation.

a) Volume d'activation.

Les variations du volume d'activation ont été représentées sur la

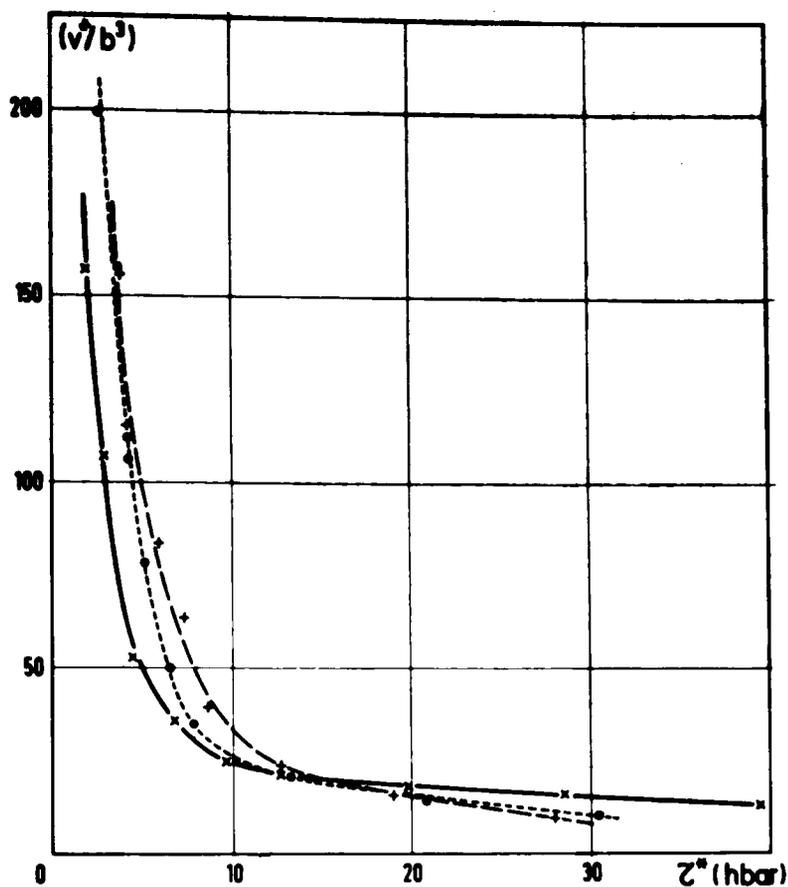


Fig. II . 5 - Variations du volume d'activation en fonction de la composante thermique Z^*

x Fe - 0,12 % Ti , o Fe - 1,86 % Ti , + Fe - 3,14 % Ti

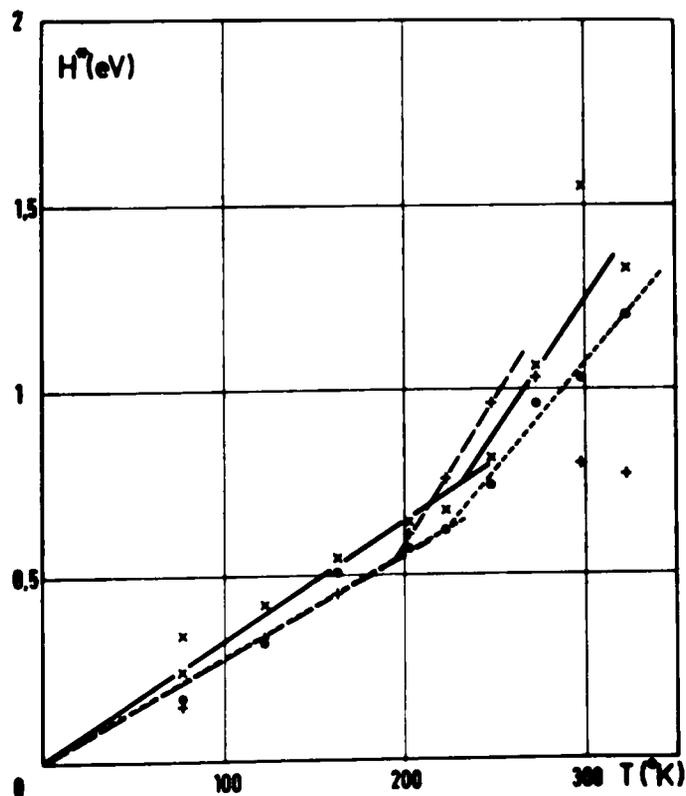


Fig. II . 6 - Variations de l'enthalpie d'activation en fonction de la température

x Fe - 0,12% Ti , o Fe - 1,86 % Ti , + Fe - 3,14 % Ti

fig. II.5. Deux faits sont à noter :

- aux faibles valeurs de la contrainte effective appliquée ($\tau^* < 10 \text{ hbar}$) le volume d'activation v^* est élevé ($v^* > 50 \text{ b}^3$), d'autre part, ce paramètre augmente lorsque la teneur en soluté croît.

- au contraire, aux valeurs plus élevées de τ^* , soit $\tau^* > 10 \text{ hbar}$, v^* est faible ($v^* < 20 \text{ b}^3$) ; par ailleurs, v^* a tendance à diminuer lorsque la teneur en titane augmente.

b) Enthalpie d'activation.

Les courbes représentatives de l'évolution de l'enthalpie d'activation H^* en fonction de la température (fig. II.6) montrent qu'il y a lieu de distinguer deux domaines :

- de 0 K à une température T_{t_1} , variable selon la teneur en soluté, l'enthalpie d'activation suit une loi linéaire $H^* = C.T$. La valeur de la pente C est d'autant plus faible que la teneur en soluté est élevée.

- de T_{t_1} à l'ambiante, la loi de variation reste linéaire, mais la pente des droites obtenues est sensiblement plus élevée. Il est cependant difficile de préciser l'influence de l'addition de titane dans ce domaine de température. Cette rupture de pente est probablement l'indice de l'intervention d'un second mécanisme contrôlant la déformation.

Lorsque la température devient supérieure à l'ambiante, l'enthalpie diminue brusquement, ceci est particulièrement net pour l'alliage le plus chargé en soluté.

F - Observations microscopiques.

Les résultats obtenus en microscopie optique sont illustrés par la figure II.7. Après une déformation en traction, les échantillons présentent un fin réseau de lignes, sensiblement parallèles et plus ou moins sinueuses (fig. II.7 (a)). Lorsqu'un second système de glissement est sollicité, ce réseau peut être traversé par d'autres lignes (fig. II.7 (b)).

Deux facteurs peuvent être caractérisés par ces observations : la teneur en soluté et la température. L'influence de la température est particulièrement nette si l'on compare les figures II.7 (b) et II.7 (c), ou II.7(d) et II.7(e) : lorsque la température est abaissée, les lignes de glissement sont plus grossières, moins denses et plus rectilignes. De la même façon,

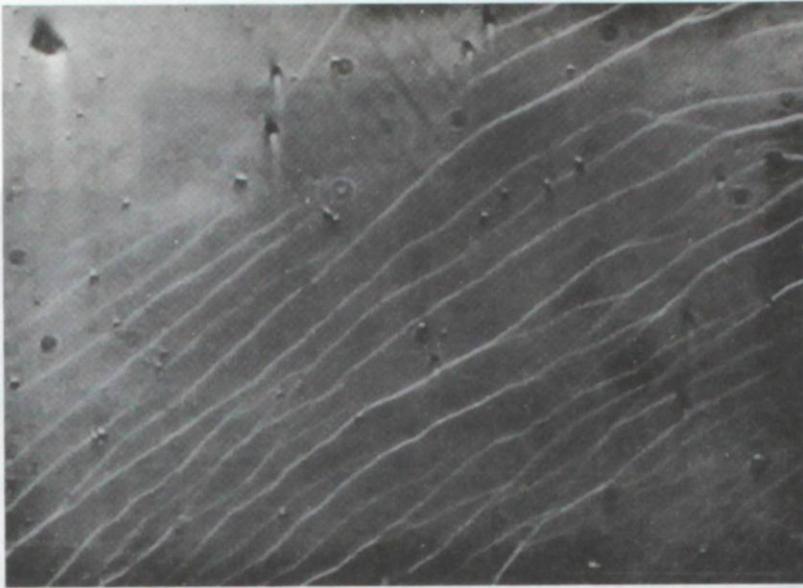


Fig. II . 7a

Fe - 3,14 % Ti
 $\epsilon = 2 \%$
T = 298 K

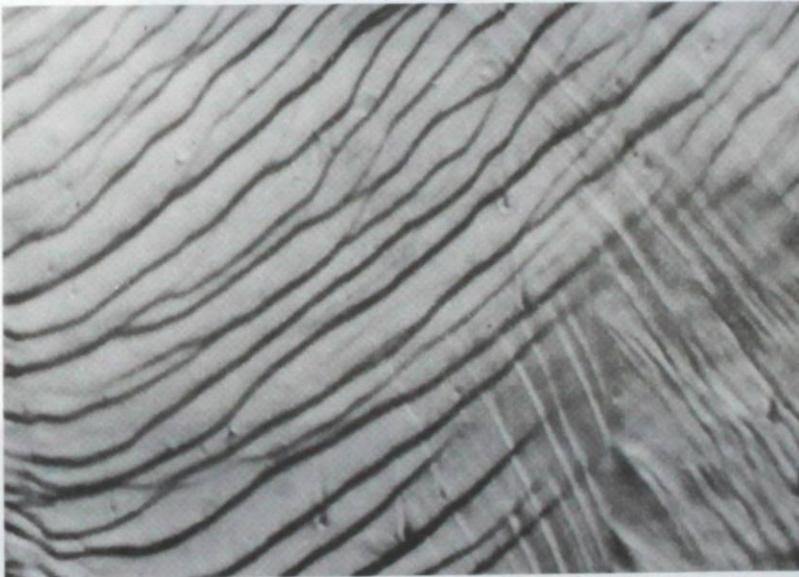


Fig. II . 7b

Fe - 3,14 % Ti
 $\epsilon = 10 \%$
T = 298 K

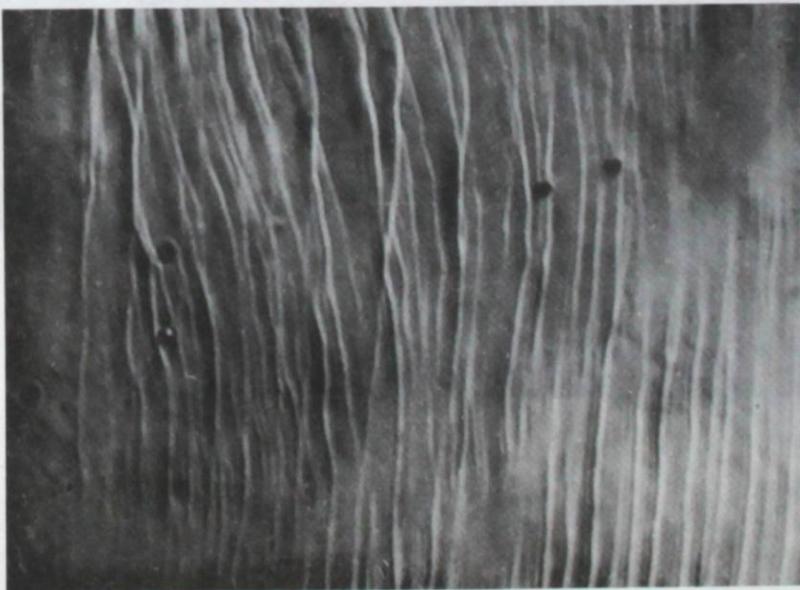


Fig. II . 7c

Fe - 3,14 % Ti
 $\epsilon = 10 \%$
T = 103 K



Fig. II . 7d

Fe - 0,12 % Ti

$\epsilon = 10 \%$

T = 298 K



Fig. II . 7e

Fe - 0,12 % Ti

$\epsilon = 10 \%$

T = 103 K

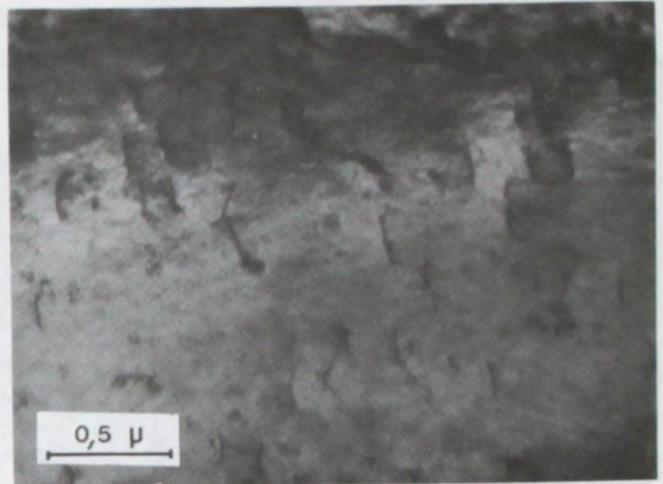
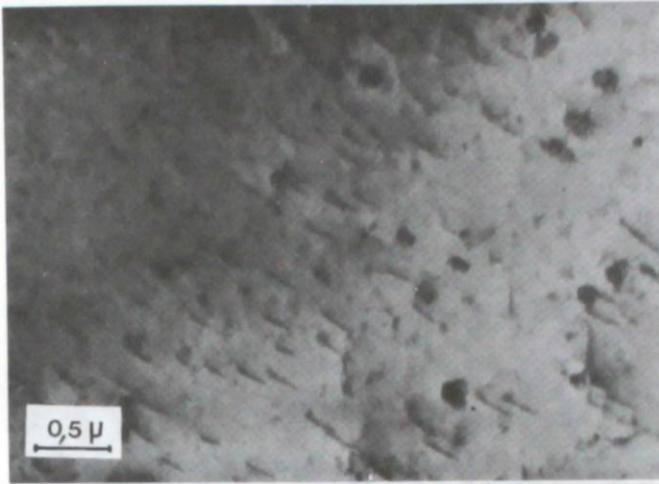


Fig. II . 8 a

Fe - 0,12 % Ti

ϵ = 2 %

T = 298 K

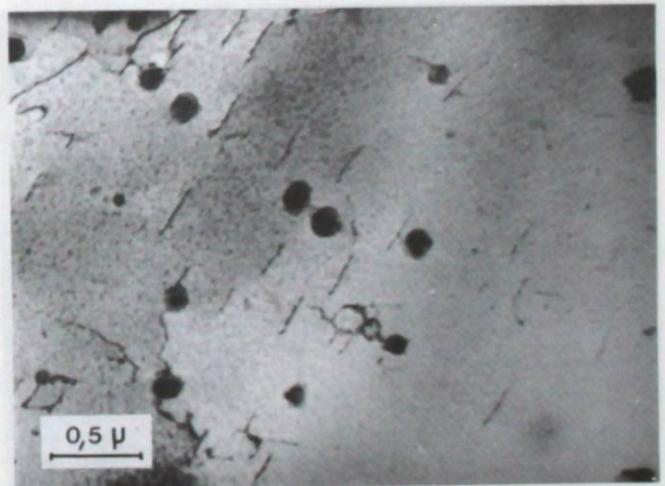
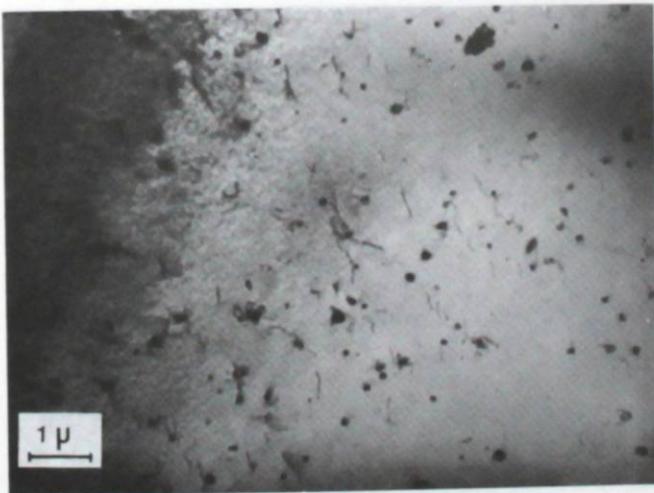


Fig. II . 8 b

Fe - 0,12 % Ti

ϵ = 2 %

T = 123 K

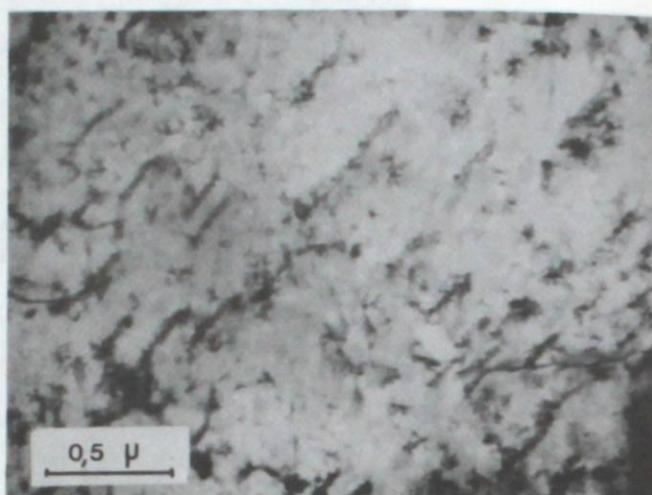


Fig. II . 8 c

Fe - 3,14 % Ti

$\epsilon = 2 \%$

T = 298 K

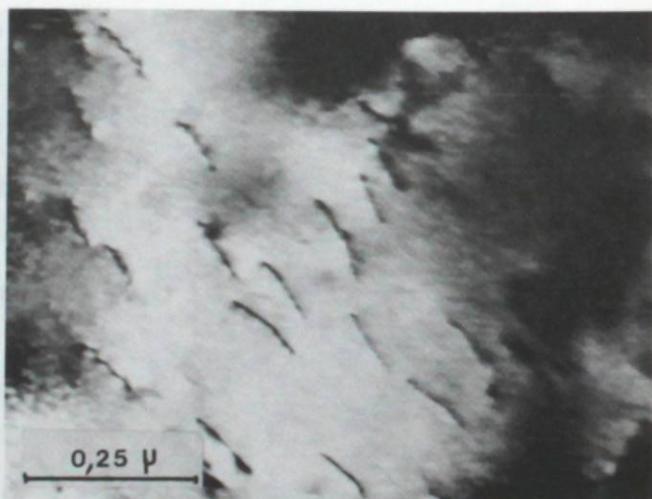
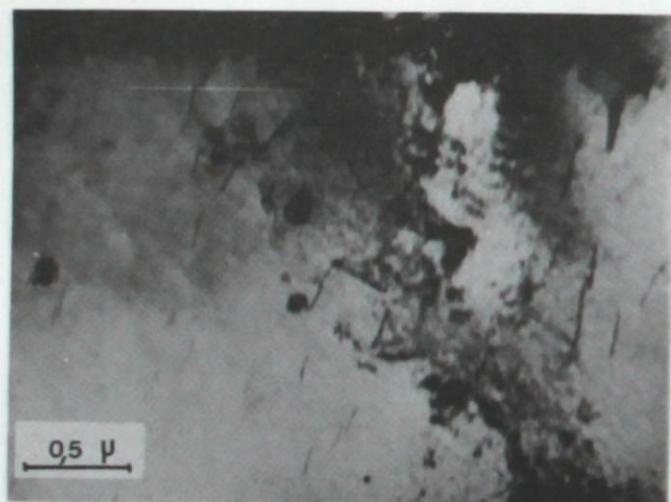
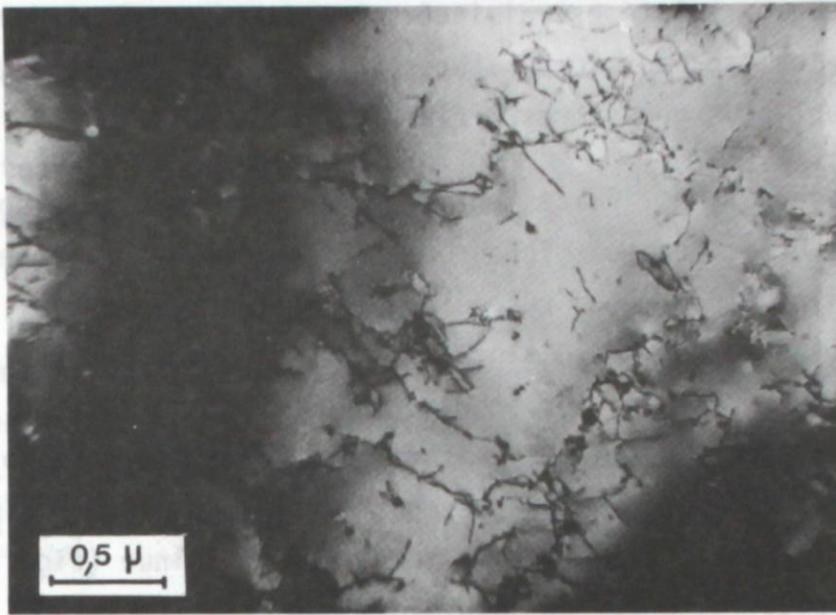


Fig. II . 8 d

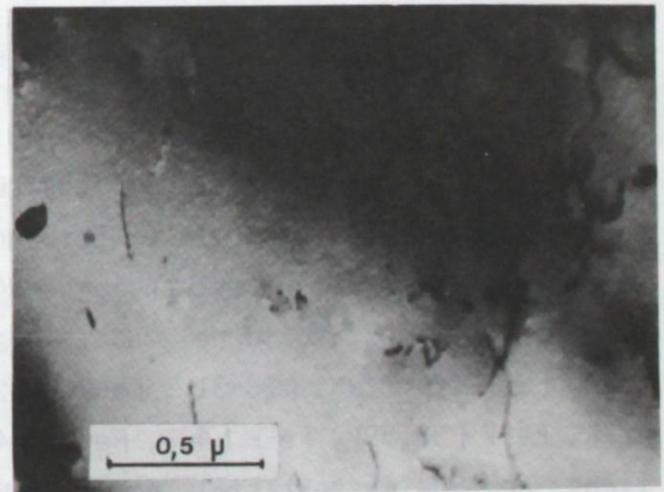
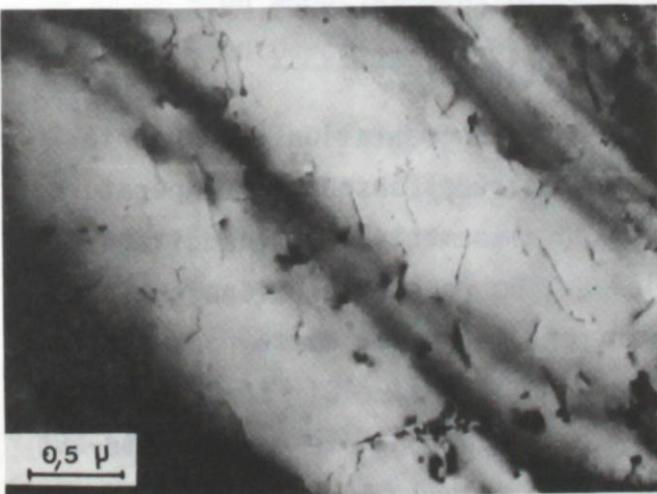
Fe - 3,14 % Ti

$\epsilon = 3 \%$

T = 123 K



T = 298 K



T = 223 K

Fig. II.9 - Fer non "gettered"

lorsque la teneur en soluté est diminuée, le nombre de plans de glissement activés semble abaissé, aux températures voisines de l'ambiante, puisque les lignes deviennent plus grossières. (fig. II.7(b) et II.7(d)).

Les observations faites en microscopie électronique sont moins typées que celles effectuées en microscopie optique et l'influence des divers facteurs est moins visible. Le réseau de dislocations apparaît, dans tous les cas, constitué de courtes dislocations rectilignes et parallèles (fig. II.8) contrairement au cas d'un fer "non-gettered" donné à titre d'exemple (fig. II.9). Les effets de la température, ou du soluté, sont moins marqués qu'en microscopie optique. On peut cependant noter une légère diminution de la densité de dislocations lorsque la température diminue (fig. II.8(a) et II.8(b)), ou lorsque la teneur en soluté diminue (fig. II.8(b) et II.8(d)). Nous avons également pu noter une augmentation légère de la longueur des segments de dislocation lorsque la température est abaissée (fig. II.8(c) et II.8(d)). Enfin, nous avons déterminé le vecteur de Burgers des dislocations prenant part à la déformation.

Le vecteur \vec{b} est du type $1/2[111]$ dans la quasi-totalité des cas. Pour quelques rares exceptions, nous avons pu noter conjointement un deuxième vecteur \vec{b} du type $[100]$.

G - Comparaison avec les résultats antérieurs.

Outre le phénomène bien connu de la forte augmentation des propriétés mécaniques des solutions solides cubiques centrées lorsque la température est abaissée, nous avons mis en évidence un adoucissement lié à l'addition de titane. Ce comportement est analogue à celui de nombreuses solutions solides c.c. de type substitutionnel, dont le solvant est le fer- α , comme notamment : Fe-Mo [25-27], Fe-Ni [28-31], Fe-Pt [32], Fe-Cr [33,34], Fe-Si [35-37], Fe-Re [27], Fe-V [38,39], Fe-P [40], Fe-Ti [41] . C'est également le cas de solutions de type interstitiel, comme Fe-N [42, 43] ou Fe-C [44] . Cette énumération, non exhaustive, montre bien que le fer a été très étudié malgré les difficultés que présentent de telles études dans le cas des alliages de type substitutionnel où l'influence des interstitiels est très néfaste, quand elle n'est pas prépondérante. Cependant, d'autres solutions c.c. ont été retenues et présentent le même comportement : Ta-Re [45-47], V-Ti [28-48] , Nb-Ta [49, 50] , Mo-Ta et Mo-W [51] et même un alliage ternaire Nb-Mo-W [52] .

Quelques travaux faisant état d'observations en microscopie optique [38, 42, 46] ou électronique [53-56] sont en plein accord avec nos propres investigations. Dans certains cas, les auteurs semblent avoir affronté les mêmes difficultés que nous-même pour l'élaboration de lames minces et présentent des clichés de qualité moyenne [53-57]. Toutes ces études ont apporté de nombreux éléments positifs pour la compréhension et la détermination du (ou des) processus impliqué(s) dans la déformation à basse température. Cependant, leur nombre même suffit pour montrer que de nombreuses divergences subsistent et restent à éclaircir. Sans prétendre aplanir tous les problèmes subsistants, nous les avons abordés en considérant les différents types d'interprétation proposés jusqu'ici, et en tendant de les appliquer à nos résultats.

II - Détermination du mécanisme contrôlant la déformation à basse température.

A - Introduction.

Les divers résultats expérimentaux conduisent à trois principales conclusions, à savoir qu'il se produit :

- une forte augmentation de la limite élastique lorsque la température d'essai diminue, et, lorsque la teneur en soluté croît,
- un adoucissement du matériau aux températures les plus basses,
- un durcissement aux températures voisines de la température ambiante.

Nous avons dégagé des travaux antérieurs deux types de modèle proposés pour l'interprétation de résultats similaires :

- ceux dits extrinsèques, fondés sur les interactions entre impuretés et dislocations [58]. Ils sont la base des interprétations de l'adoucissement, liés au "piègeage" des interstitiels par le soluté, explication retenue après les premières observations de ce phénomène [49].

- ceux dits intrinsèques, considérant la résistance propre du réseau au déplacement des dislocations, reliée, soit aux variations de l'énergie de ligne de ces défauts (forces de Peierls) [59] soit à la transformation sessile - glissile des dislocations-vis [60].

Les modèles dits extrinsèques ont été maintes fois évoqués, car la logique veut que, si des impuretés interstitielles contrôlent le mécanisme de

déformation du fer non allié, l'addition d'un "getter" diminue cette influence, sinon l'annule : ce qui se traduit par un adoucissement. Or, d'une part, cette hypothèse n'est plus valable dans le cas de l'adoucissement observé sur des alliages de type substitutionnel très propres, ou dans le cas d'alliages de type interstitiel ; d'autre part, ces modèles concernent des défauts de symétrie quadratique, c'est-à-dire essentiellement les interstitiels dans le cas d'une matrice de structure cubique centrée.

De plus, comme nous l'avons déjà indiqué, nous avons été amené à négliger l'influence des interstitiels en considérant que ceux-ci étaient piégés, sous forme de composés complexes, par une fraction des atomes du soluté titane ne dépassant pas 0,15 %.

Nous avons donc envisagé les modèles faisant intervenir certaines propriétés intrinsèques du réseau.

Le plus ancien modèle et le plus classique est celui de PEIERLS [61]. Il a été largement invoqué pour justifier de nombreux résultats expérimentaux [62, 66] et il a fait l'objet de nombreux aménagements successifs. DORN et RAJNAK [59] ont reconsidéré les bases de ce modèle en déterminant l'influence de la contrainte appliquée sur l'énergie de nucléation d'une paire de kinks. ARSENAULT [67] a complété ce travail en tenant compte de la longueur de la dislocation, et de l'interaction entre les deux kinks qui tend à les rapprocher et qui doit être surmontée pour que leur propagation se produise ; cet auteur a également montré que l'énergie de nucléation était indépendante de la longueur et que l'énergie d'interaction était négligeable. GUYOT et DORN [68] ont amélioré la formulation du modèle en considérant divers profils de la colline de PEIERLS. D'autres approches [69-71] ont également été tentées qui n'ont pas apporté de modification notable : ainsi le modèle de DORN et RAJNAK rend compte du comportement mécanique de nombreux alliages étudiés, mais il ne prévoit pas l'allure dissymétrique des variations de la limite élastique des monocristaux de structure cubique centrée, en fonction de leur orientation, dissymétrie observée expérimentalement [72-74].

De ce fait, d'autres modèles ont été proposés, qui sont basés sur la dissociation des dislocations-vis, une telle configuration leur conférant un état sessile. Un accord satisfaisant entre les observations expérimentales et les prévisions théoriques a pu être mis en évidence dans le cas de métaux

purs ; cependant, même dans ce cas des objections subsistent. Nous considérons donc successivement ces deux modèles en dégagant leurs qualités et leurs failles.

B - Modèle de dissociation.

B.1. Théorie.

Il a été montré que la limite élastique macroscopique σ_E est précédée d'une limite élastique microscopique σ_E' [60]. Récemment, SOLOMON et al [36] ont confirmé qu'une prédéformation, mettant en jeu une contrainte comprise entre σ_E et σ_E' , a pour effet d'uniformiser la nature des dislocations présentes qui tendent alors à acquérir essentiellement un caractère vis.

ESCAIG [60] a donc cherché à relier les variations de σ_E en fonction de la température, au blocage des dislocations-vis au cours de la microdéformation qui se produit avant d'atteindre σ_E ; à cet effet, il a supposé que, pour des contraintes inférieures à cette valeur, les dislocations-vis se dissociaient, ce qui les plaçait dans un état d'énergie minimale et les rendaient sessiles. Pour que ces dislocations puissent redevenir mobiles, il est donc nécessaire qu'elles subissent ultérieurement une recombinaison au moins partielle. Si cette hypothèse est fondée, l'énergie d'activation de ce processus de recombinaison (qui a été évaluée théoriquement par ESCAIG) doit être similaire à celle du mécanisme mis en jeu lors de la déformation, laquelle peut par ailleurs être calculée d'après les mesures expérimentales.

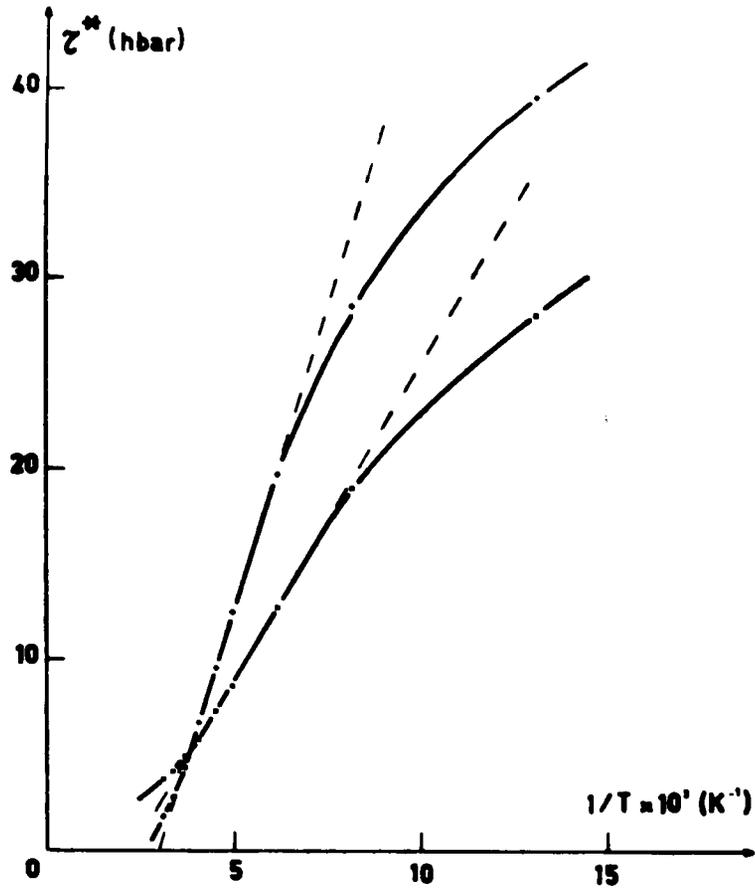
Les relations $U(\tau^*)$ et $\tau^*(T)$ établies par ESCAIG, sont les suivantes :

$$U(\tau^*) = \left(\frac{\mu^2 b^3 u^{3/2}}{100 \pi} \right) \cdot \frac{1}{\tau^*} = \frac{A}{\tau^*} \quad (II.1)$$

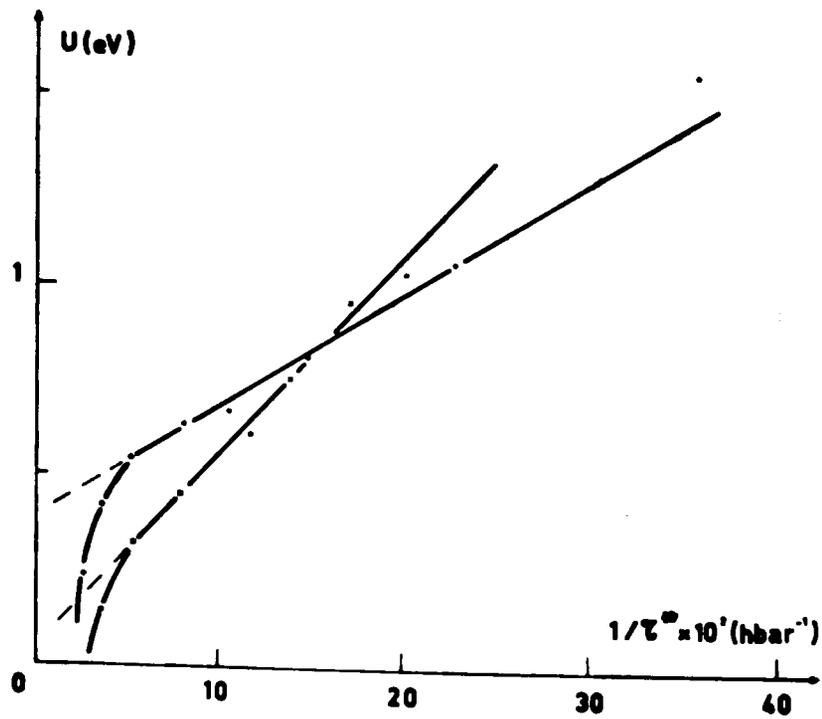
$$\tau^*(T) = \left(\frac{\mu^2 b^3}{100 \pi} \right) \cdot \left(\frac{u^{3/2}}{C \cdot k} \right) \cdot \left(\frac{1}{T} \right) = \frac{B}{T} \quad (II.2)$$

$$\text{où} \quad u = \left[- \left(25 \frac{\tau_0}{\mu} + \text{Log} \left(1 - 25 \frac{\tau_0}{\mu} \right) \right) \right] \quad (II.3)$$

(les autres paramètres ayant les significations antérieurement définies). De plus dans la relation (II.3), τ_0 est la valeur prise par τ^* à 0 K. Par ailleurs, ESCAIG a montré que le facteur C demeure sensiblement constant et égal à 45. Ces formules sont approximatives et valables seulement si $T > 10$ K.



a) Variations de la composante thermique z^{**} en fonction de $1/T$



b) Variations de l'enthalpie d'activation en fonction de $1/z^{**}$

Fig. II . 10 - Modèle d'ESCAIG

Fe - 0,12 % Ti +

Fe - 3,14 % Ti x

B.2. Application du modèle de dissociation aux résultats expérimentaux.

Les courbes des figures II.10 (a et b) font apparaître la possibilité de trouver un domaine de température dans lequel les relations linéaires $\tau^* = f(1/T)$ et $U = f(1/\tau^*)$ semblent satisfaites. Cependant, on constate un écart à la linéarité très net aux faibles températures, alors que c'est essentiellement dans ce domaine de température que l'on devrait s'attendre à observer le meilleur accord ; en effet, lorsque la température s'élève, les dislocations ont toutes chances de se recombinaison simplement par activation thermique.

Le tableau II.3 regroupe les valeurs théoriques et expérimentales correspondant aux pentes des droites prévues par les relations (II.1) et (II.2) ; les calculs ont été effectués en utilisant les données suivantes :

- pour l'alliage à 0,12 % pds de titane :
 $\tau_0 = 67 \text{ hbar}$ $\mu = 8,54 \cdot 10^3 \text{ hbar} (*)$ $b = 2,48 \cdot 10^{-7} \text{ mm}$.
- pour l'alliage à 3,14 % pds de titane :
 $\tau_0 = 50 \text{ hbar}$ $\mu = 7,89 \cdot 10^3 \text{ hbar} (*)$ $b = 2,48 \cdot 10^{-7} \text{ mm}$

C % pds Ti	A _{th}	A _{exp}	B _{th}	B _{exp}
0,12	0,717	2,92	0,185 · 10 ³	6,35 · 10 ³
3,14	0,309	5,10	0,079 · 10 ³	3,325 · 10 ³

A est exprimé en (eV · hbar) ; B est exprimé en (hbar · K)

TABEAU II.3.

Il n'y a pas accord entre les deux groupes de valeurs, même à un ordre de grandeur près. Ce modèle n'est pas satisfaisant et ne semble pas adapté à nos résultats expérimentaux.

(*) Les valeurs de μ utilisées sont celles déterminées au chapitre IV.

B.3. Discussion du modèle de dissociation.

Le modèle de dissociation rend compte de quelques résultats obtenus sur le fer- α [75]. Des modifications [76] ont été apportées pour tenir compte des écarts observés aux températures supérieures de l'intervalle de température considéré (intervalle où nous avons au contraire une correspondance acceptable entre les valeurs expérimentales et théoriques, ainsi que l'avaient également constaté GUYOT et al [68]). En outre, plusieurs schémas de dissociation ont été proposés permettant de multiplier les applications du modèle. Cependant, deux objections peuvent être formulées :

- l'énergie de faute d'empilement dans les matériaux cubiques centrés est élevée, notamment par rapport aux valeurs trouvées pour les matériaux cubiques à faces centrées (tableau II.4) ; de ce fait, si les dislocations sont dissociées, d'une part la largeur de la faute est faible, d'autre part les dislocations partielles se recombinent facilement, et par suite la longueur de la faute est limitée. Dans ce cas, le modèle ne donne qu'une description approximative de la structure du coeur de la dislocation.

Matériau	Au	Inox	Laiton	Cu	Nb	Fe
γ erg/cm ²	10	20	30	50	100	140
référence	77	77	77	60	78	60

TABLEAU II.4

Valeurs de l'énergie de faute d'empilement dans divers matériaux.

- la variation de la limite élastique en fonction de la teneur en addition (qu'elle soit de nature interstitielle ou substitutionnelle), n'est que très rarement considérée. De plus, les conséquences déduites théoriquement de la présence éventuelle d'impuretés sont inverses de celles observées. En effet, WUTHRICH et al [79] prévoient un durcissement aux très basses températures où le facteur prépondérant est la contrainte appliquée, et un adoucissement lorsque l'activation thermique devient importante, c'est-à-dire

pour les températures proches de la température ambiante.

Il faut donc admettre que cette théorie n'est valable que dans de rares cas où l'énergie de faute est relativement faible. Pourtant, les modèles basés sur cette théorie expliquent la dissymétrie des variations de la limite élastique évoquée ci-dessus. Sur ce point, pour lever l'objection formulée à l'égard des modèles traduits en termes de forces de PEIERLS, DORN et al [80] ont proposé une généralisation du mécanisme de PEIERLS qui suppose une asymétrie du coeur de la dislocation, par suite d'une "tendance" à une dissociation asymétrique de la dislocation-vis. DORN et al parlent alors de "pseudo-dissociation" qui se traduit par une légère variation de la colline de PEIERLS. Cette modification n'affecte pas sensiblement le formalisme mathématique du phénomène, établi dans une première publication de DORN et RAJNAK [59].

Les deux types de théories, d'une part celles basées sur la dissociation des dislocations-vis, d'autre part celles fondées sur le mécanisme de PEIERLS, sont donc très proches, puisque la limite entre la "pseudo-dissociation" du modèle de PEIERLS généralisé, et le type de dissociation considéré par ESCAIG reste assez floue. Comme le soulignent CONTE et al [75], il s'agit d'une nouvelle façon d'exprimer le même effet du réseau. Ces théories conduisent d'ailleurs à des variations parallèles de l'énergie d'activation en fonction de la contrainte.

Le "pseudo-mécanisme" de PEIERLS, proposé par DORN et MUKHERJEE [80] nous semble cependant mieux adapté au cas des métaux cubiques centrés, qui ont donc une énergie de faute élevée. De plus, dans le cadre du mécanisme de PEIERLS, l'action spécifique d'un soluté sur la germination et la propagation des décrochements a été envisagée et développée par SATO et MESHII [81]. Nous allons donc montrer que le modèle de DORN et RAJNAK (puisque la modification ultérieure de DORN et al n'en change pas le formalisme mathématique) est applicable aux alliages, comme l'avaient fait GUYOT et DORN sur des alliages Fe-Mn, mais qu'il reste incomplet ; au contraire, le modèle de SATO est susceptible de rendre compte de nos résultats expérimentaux de façon satisfaisante.

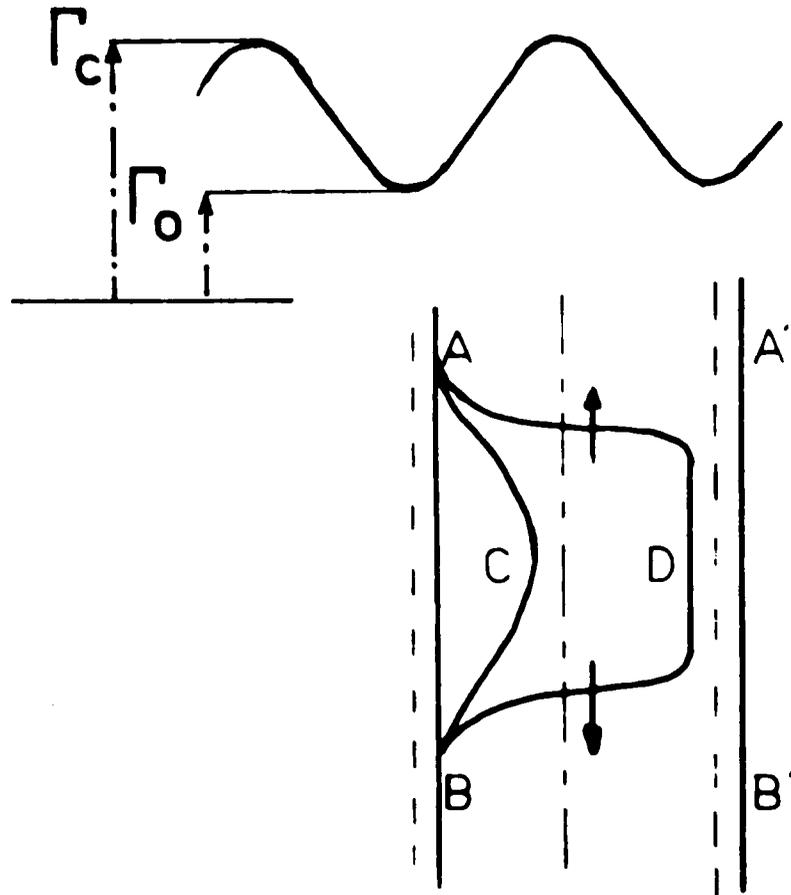


Fig. II . 11 - Mécanisme de PEIERLS
- Schéma de principe -

C - Modèle de PEIERLS.

C.1. Modèle de DORN et RAJNAK.

C.1.1. Théorie.

Ce modèle est basé sur l'hypothèse suivante [61] : lors de son déplacement dans un plan de glissement, une dislocation doit surmonter des "cols" énergétiques ($\Gamma_c - \Gamma_0$) (fig. II.11), correspondant aux rangées atomiques les plus compactes. Ce déplacement n'est possible que si la contrainte appliquée permet la formation d'un élément de boucle stable ADB. Les segments AD et BD ainsi formés (kinks ou décrochements) se propagent ensuite latéralement le long de la colline et la dislocation atteint une nouvelle position d'équilibre A'B'. La contrainte critique pour que ce déplacement se produise à 0 K est appelée contrainte de PEIERLS : τ_p . Dans la plupart des matériaux cristallins, τ_p est faible ; au contraire, dans le cas des matériaux de symétrie cubique centrée, τ_p peut devenir suffisamment grande et contrôler le mécanisme de la déformation aux basses températures.

Après avoir analysé et discuté divers profils de la colline de PEIERLS, GUYOT et DORN [68] ont souligné que le rapport $U_n/2U_k$ (de l'énergie U_n d'une paire de décrochements, à l'énergie U_k du décrochement isolé) ne dépend que du rapport τ^*/τ_p . De plus, le calcul de la fonction $U_n = f(T)$ montre que, pour une vitesse de déformation constante, et en supposant une variation négligeable du module de cisaillement en fonction de la température, on a sensiblement :

$$\frac{U_n}{2U_k} \approx \frac{T}{T_p} = f\left(\frac{T^*}{T_p}\right) \quad (\text{II.4})$$

T_p étant la température pour laquelle τ^* s'annule.

Les courbes théoriques traduisant la variation de $U_n/2U_k$ en fonction du rapport T/T_p , tracées par DORN et RAJNAK peuvent donc s'appliquer à tous les matériaux métalliques monophasés, le comportement de chaque matériau étant simplement caractérisé par des valeurs propres de $2U_k$ et de T_p .

C.1.2. Application aux résultats expérimentaux.

Nous avons évalué la contrainte de PEIERLS τ_p par extrapolation

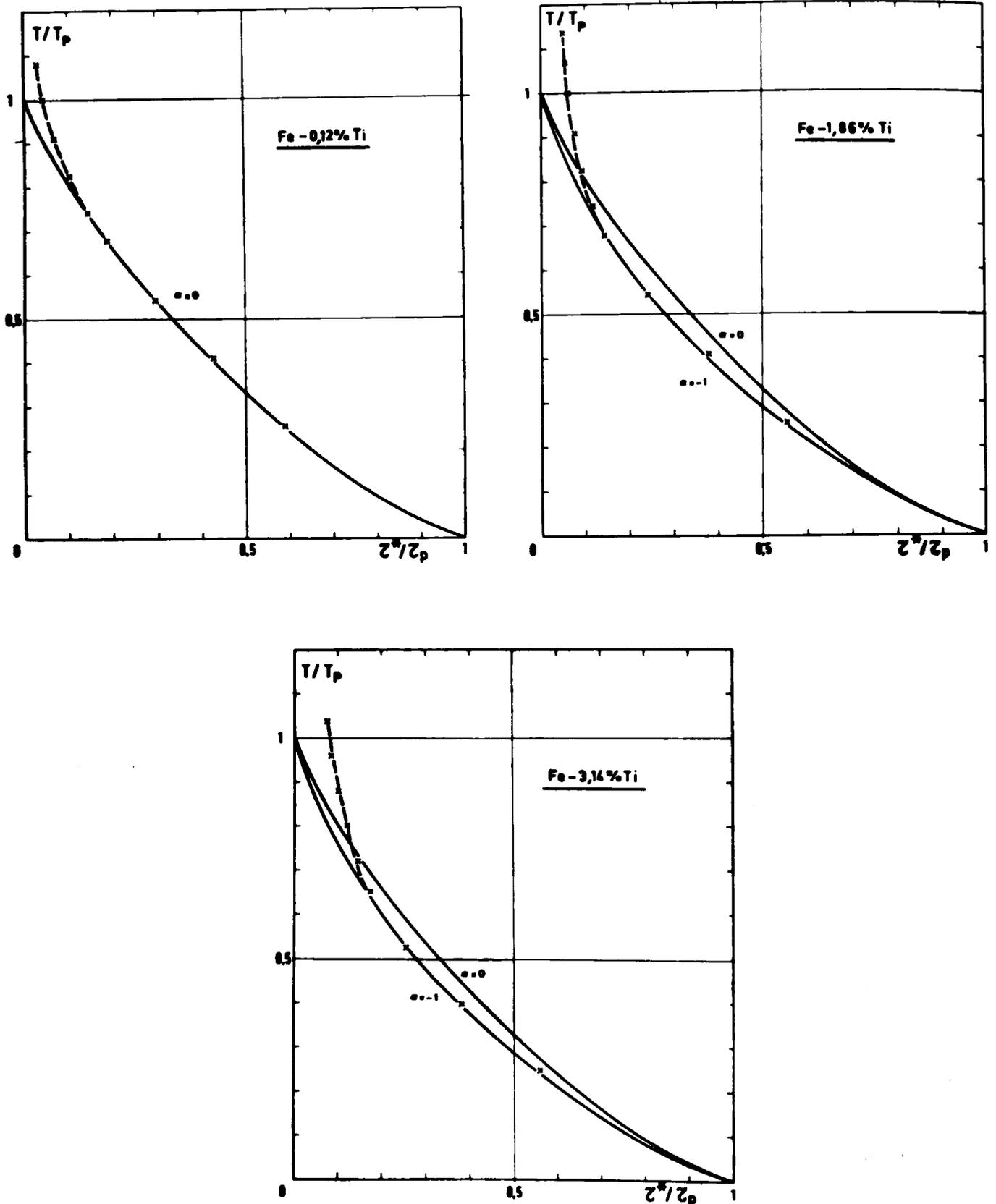


Fig. II.12 - Modèle de DORN et RAJNAK

Comparaison entre les valeurs expérimentales et les courbes théoriques

graphique des courbes $\tau^* = f(T)$ représentées sur la fig.(II.3). Nous avons ensuite estimé empiriquement la valeur de T_p permettant d'obtenir le meilleur accord entre les points expérimentaux déterminés et les courbes théoriques $T/T_p = f(\tau^*/\tau_p)$. On peut constater (fig. II.12 a, b, c) que, pour les trois alliages considérés, les courbes théoriques et expérimentales sont respectivement confondues, sauf aux températures élevées ($T_{t_2}/T_p > 0,75$ environ) : les températures de transition T_{t_2} ainsi trouvées correspondant sensiblement aux températures T_{t_1} observées sur les courbes $H^* = f(T)$ (fig. II.6 et tableau II.5).

Alliage	τ_p hbar	T_p (K)	$2U_k$ (eV)	T_{t_1} (K)	T_{t_2} (K)
Fe-0,12 Ti	67	300	0,98	230	230
Fe-1,86 Ti	55	300	0,84	220	210
Fe-3,14 Ti	50	310	0,86	195	200

TABLEAU II.5

Valeurs déduites de l'application du modèle de DORN et RAJNAK.

Il faut toutefois noter que, dans le cas des alliages à 1,86 et 3,14 % de titane, l'accord n'a été possible qu'en considérant une valeur $\alpha = -1$ (alors que la valeur $\alpha = 0$ a été utilisée pour l'alliage contenant 0,12 % de titane). Ce facteur α caractérise en fait le profil de la colline de PEIERLS dans l'expression :

$$\Gamma(y) = \frac{(\Gamma_c + \Gamma_0)}{2} + \frac{(\Gamma_c - \Gamma_0)}{2} \left[\frac{\alpha}{4} + \cos \frac{2 \pi y}{a} - \left(\frac{\alpha}{4} \cdot \cos \frac{4 \pi y}{a} \right) \right] \quad (II.5)$$

a étant la période du réseau

Γ_c et Γ_0 , les valeurs maximale et minimale de l'énergie de ligne de la dislocation (fig. II.11).

Les courbes théoriques de DORN ayant été tracées pour différentes valeurs de α , à savoir -1, 0 et +1.

Par ailleurs, la relation (II.4) définit la valeur de la pente de la droite traduisant la variation de U_n en fonction de la température, soit

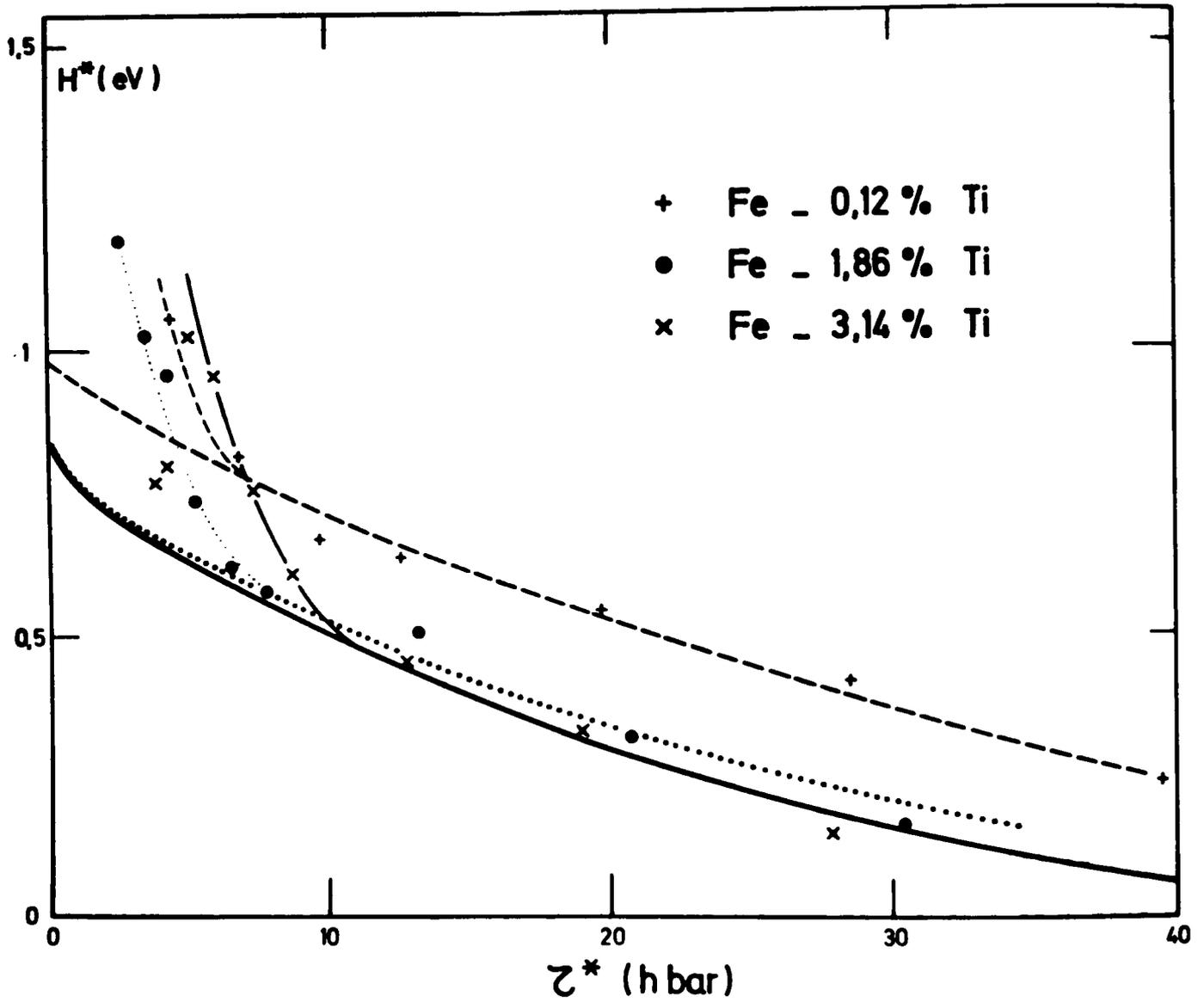


Fig. II .13 - Modèle de DORN et RAJNAK

Variations de l'enthalpie d'activation en fonction de la composante thermique τ^* comparée aux courbes théoriques

$C = 2U_k/T_p$. En adoptant pour U_n , les valeurs H^* de l'énergie d'activation déterminées expérimentalement (fig. II.6), nous avons estimé la valeur de ($2U_k$). Le tableau II.5 regroupe les valeurs successivement déterminées :

- τ_p : contrainte de PEIERLS
- T_p : température critique correspondant à $\tau^* = 0$.
- U_k : énergie d'un décrochement
- T_{t1} et T_{t2} : températures de transition observées respectivement sur les courbes $H^* = f(T)$ et $\tau^*/p = f(T/T_p)$.

Les valeurs de U_k et τ_p étant connues, il est possible de tracer la courbe $U_n = f(\tau^*)$, qui n'est autre que la représentation graphique de l'expression (II.4) et de la comparer à la courbe définie par les points expérimentaux que l'on peut déduire des graphiques respectifs $\tau^* = f(T)$ (fig. II. 3) et $H^* = f(T)$ (fig. II.6) : cette comparaison est représentée sur la figure II.13. Pour les valeurs de α considérées, l'accord n'est satisfaisant que si la contrainte τ^* est suffisamment élevée ($\tau^* \geq 8$ hbar) ; en outre, les calculs théoriques prévoient une valeur du volume d'activation comprise entre 5 et 50 b³ [13], une telle valeur a été effectivement trouvée aux basses températures ($T \leq 200$ K) (voir figures II.3 et II.5).

Le modèle considéré reflète donc de façon satisfaisante :

- l'évolution de la composante thermique τ^* de la contrainte critique de cisaillement réduite en fonction de la température,
- la variation de l'enthalpie d'activation en fonction de la contrainte τ^* ,

(du moins tant que la température d'essai n'est pas trop proche de l'ambiante).

Il ne faut cependant pas oublier que l'effet spécifique d'un soluté n'est absolument pas pris en compte dans le modèle. C'est pourquoi, lorsque les auteurs interprètent leurs résultats en terme de forces de PEIERLS, ils associent l'adoucissement observé à une diminution de la contrainte de PEIERLS, sans pour autant expliciter le mécanisme de cette diminution [67].

Compte tenu de cette lacune, nous avons été amené à considérer le modèle suggéré par SATO et MESHII [81] qui est le seul à envisager cette influence.

C.2. Modèle de SATO et MESHII.

C.2.1. Théorie.

Un atome de soluté, introduit dans le réseau du solvant, perturbe un certain volume avoisinant et cette distorsion influe de deux façons sur le double décrochement considéré dans le modèle de PEIERLS:

- d'une part, l'interaction qui se produit entre une dislocation-vis et le champ de contraintes associé à la zone déformée par les atomes de soluté se traduit par une force agissant sur la dislocation, laquelle favorise la germination de la boucle donc d'un double décrochement : il en résulte alors un adoucissement de la solution solide par rapport au solvant pur,

- d'autre part, la zone déformée par les atomes de soluté offre une plus grande résistance au déplacement des deux kinks formés.

L'importance relative de ces deux mécanismes (germination plus aisée des décrochements et difficulté accrue de leur déplacement) a permis aux auteurs du modèle d'interpréter à la fois l'adoucissement observé aux basses températures et le durcissement constaté aux températures plus élevées.

SATO et MESHII ont en effet considéré, en fonction de la température, les variations respectives de la contrainte τ_N nécessaire à la germination d'un double décrochement, et de celle τ_S suffisante pour qu'un décrochement surmonte l'obstacle constitué par un atome de soluté ; ils ont ainsi montré que τ_N varie davantage que τ_S en fonction de la température. Ainsi, comme aux basses températures, la déformation est contrôlée par la valeur de τ_N ($\tau_N > \tau_S$) - laquelle est abaissée lorsque les atomes de soluté sont présents - il en résulte que l'on doit observer un adoucissement de la solution solide comparée au solvant pur. Inversement, aux températures plus élevées, la contrainte τ_S est supérieure à τ_N et elle est augmentée lorsque des atomes de soluté sont présents : dès lors, il doit en résulter un durcissement de la solution solide par rapport au solvant pur.

SATO et al ont calculé l'énergie d'activation nécessaire pour que s'effectue la déformation ; leur calcul les a conduits à une relation similaire à celle trouvée par MIFUNE [82] dans un modèle décrivant le mouvement des dislocations dans les réseaux de symétrie cubique à faces centrées. L'équation proposée :

$$E(\tau^*) = E_0 [1 - (\tau^*/\tau_c)^\alpha]^\beta \quad (II.6)$$

est d'ailleurs compatible avec celle dérivant du modèle de DORN et RAJNAK. (voir annexe 1). Les valeurs de E_0 , τ_c , α et β correspondant à différents défauts de taille ϵ ont également été évaluées par SATO et al.

C.2.2. Application du modèle.

Nous avons calculé en annexe 2, le défaut de taille correspondant à 1 atome de titane en substitution dans le fer, soit $\epsilon = 0,097^{(*)}$. En choisissant les valeurs de α et τ_c données par SATO et MESHII correspondant à un défaut de taille $\epsilon = 0,05$, valeur la plus proche de la valeur calculée, ou en l'absence de défaut $\epsilon = 0$, nous avons déterminé les valeurs de E_0 et de β et nous les avons comparées aux valeurs théoriques.

Un bon accord a été obtenu pour β , tandis que les valeurs trouvées pour E_0 sont assez différentes de celles prévues théoriquement (tableau II.6).

Alliage.	$\epsilon = 0$				$\epsilon = 0,05$			
	β_{th}	β_{exp}	E_{0th}	E_{0exp}	β_{th}	β_{exp}	E_{0th}	E_{0exp}
Fe-0,12 Ti	<u>1,24</u>	<u>1,29</u>	<u>0,64</u>	<u>0,99</u>	1,37	0,86	0,45	0,85
Fe-1,86 Ti	1,24	1,67	0,64	0,88	<u>1,37</u>	<u>1,40</u>	<u>0,45</u>	<u>0,83</u>
Fe-3,14 Ti	1,24	2	0,64	1,1	<u>1,37</u>	<u>1,55</u>	<u>0,45</u>	<u>0,95</u>

TABLEAU II.6

Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques déduites du modèle de SATO.

De plus, l'accord sur β correspond, d'une part à $\epsilon = 0$ pour l'alliage à 0,12 % Ti, d'autre part à $\epsilon = 0,05$ pour les deux autres alliages. La concordance pour $\epsilon = 0$ corrobore le fait que, pour l'alliage le moins chargé en

(*) Il est apparu qu'il existait plusieurs définitions de ce défaut de taille ϵ ainsi que du rayon atomique des éléments (rayon de Goldschmidt et rayon de Friedel). Nous avons envisagé les différents cas et leurs conséquences en annexe 2.

titane, il y a vraisemblablement très peu (sinon pas) d'atomes de solutés libres dans la solution solide, ces atomes étant essentiellement combinés aux interstitiels présents.

D - Conclusions.

Comme nous l'avons déjà indiqué, nous avons été amené à négliger l'influence des interstitiels en considérant que ceux-ci étaient piégés, sous forme de composés complexes, par une fraction des atomes du soluté titane.

Le fait que nous ayons considéré le modèle de PEIERLS pour tenter d'interpréter nos résultats s'est révélé justifié en ce sens qu'un accord satisfaisant a été trouvé entre les courbes théoriquement prévues par le modèle de DORN et RAJNAK et celles déduites de nos valeurs expérimentales, sauf aux températures les plus élevées du domaine exploré. D'autre part, l'application du modèle de SATO et al a montré que les valeurs expérimentales des paramètres β et E_0 sont de l'ordre de grandeur des valeurs théoriquement prévues.

Par ailleurs, le modèle de SATO et al, qui est en réalité une extension du modèle de PEIERLS prévoit que l'addition d'un soluté dans un réseau de symétrie cubique centrée doit entraîner un adoucissement aux basses températures et un durcissement à partir d'une température voisine de T_p ; nos observations expérimentales corroborent précisément ces prévisions, T_p étant de l'ordre de 210 K.

L'ensemble de ces observations inciterait donc à conclure que la déformation aux basses températures dans les alliages de fer- α est bien contrôlée par la contrainte de PEIERLS étendue au sens large du terme, c'est-à-dire compte tenu des différents types d'atomes présents dans un alliage donné. Il nous semble cependant nécessaire de faire quelques réserves sur les points suivants :

- la contrainte de PEIERLS dans l'alliage contenant 0,12 % de titane est élevée (67 hbar), si on la compare aux valeurs publiées par divers auteurs aussi bien pour le fer pur que pour certains de ses alliages, valeurs que nous avons regroupées dans le tableau II.7. De même la valeur de $2U_k \approx 0,9$ eV trouvée pour l'énergie d'une paire de décrochements est également supérieure à celles antérieurement déterminées, qui se situent vers 0,6 eV (tableau II.7).

Alliage	τ_p (hbar)	T_p (K)	$2U_k$ (eV)	Réf.
Fe-Ti	67	300	0,98	
	55	300	0,84	
	50	310	0,86	
Fe	55		0,55	[59]
	55		0,55 - 0,6	[83]
	59,2			[63]
Fe-Mn	45		0,62	[68]
Fe-Mo	49		0,58	[68]
Fe-Cr	60			[67]
Fe-P			0,87 à 0,62	[40]
Fe-P-0,15 Ti			0,81 à 0,68	
Fe	46	210	0,72	[75]
Fe-Ti*	34		0,75	[84]

* monocristaux.

TABLEAU II.7

Comparaison des valeurs de τ_p et U_k déterminées dans le cas de divers alliages de symétrie cubique centrée.

- par ailleurs, nous n'avons obtenu un accord satisfaisant entre nos résultats expérimentaux et le modèle de PEIERLS qu'en considérant différentes valeurs du paramètre α . Nous n'avons relevé cette variation de α que dans 3 publications :

- dans l'une [62], les auteurs obtiennent un accord dans le cas d'alliages Fe-Mo en considérant $\alpha = +1$;

- dans les deux autres, au contraire, un résultat analogue au nôtre a été obtenu pour des alliages Fe-P et Fe-P-Ti [40] et pour des monocristaux de Fe-0,15 Ti [84]. On peut cependant supposer que cette variation de α (qui traduit une modification du profil de la colline de PEIERLS (équation II.5)) est la conséquence de la présence des atomes en substitution, et par là-même, on peut s'étonner de ne pas observer plus souvent cette variation de α . On peut d'ailleurs constater que la courbe théorique correspondant à $\alpha = -1$

donne des valeurs de τ^*/τ_p inférieures à ce qu'elles sont lorsque $\alpha = 0$: on peut ainsi prévoir l'adoucissement. C'est ce fait même qui (à notre sens) est implicitement pris en compte dans la théorie de SATO et MESHII ;

- enfin, si le modèle de SATO et al n'est pas pleinement vérifié expérimentalement, il est le seul rendant actuellement compte de l'effet spécifique d'un soluté substitutionnel dans un solvant de symétrie cubique centrée.

Notre interprétation est au contraire confirmée par nos observations en microscopie électronique :

- la présence de dislocations rectilignes, sensiblement parallèles entre elles, dans les échantillons déformés à basse température est la conséquence de l'existence des vallées de PEIERLS : le déplacement de la dislocation est alors contrôlée par la nucléation d'une paire de kink, donc une dislocation quittera une "vallée" pour retomber dans la suivante.

- par contre, à température moyenne, la nucléation est aisée, tandis que les substitutionnels gênent la propagation des kinks ; plusieurs nucléations peuvent alors se produire avant que les décrochements puissent se déplacer ; ce fait confère aux dislocations un aspect plus sinueux ou, tout au moins, des portions rectilignes moins importantes. Toutefois, aussi bien l'influence de la température que celle du soluté sont plus évidentes en microscopie optique, comme nous l'avons souligné au paragraphe I.F. C'est ainsi que lorsque la nucléation est difficile le nombre de plans de glissement activés est plus faible : les lignes de glissement apparaissent alors plus grossières et plus rectilignes (fig. II.7e). Au contraire, à température plus élevée, la nucléation est aisée et un nombre plus grand de plans de glissement est activé : les lignes sont plus fines et plus nombreuses ; parallèlement la propagation des kinks ou le déplacement des dislocations-coin est altéré par la présence du soluté, les lignes sont plus sinueuses (fig. II.7(a et b)). Ces résultats ont été confirmés récemment par des observations in situ pendant la déformation [85].

Pour nous résumer, notre étude nous a conduit aux résultats suivants:

● L'addition de titane au fer, dans la limite de la solution solide α , provoque non seulement une diminution de la composante thermique τ^* de la contrainte réduite τ de cisaillement critique, mais aussi, aux températures les plus basses, une baisse conjointe du coefficient de sensibilité à la

vitesse de déformation et de l'énergie d'activation.

● Après avoir écarté la possibilité d'un adoucissement simplement dû à un phénomène de piégeage des interstitiels, nous avons d'abord considéré, parmi les modèles proposés pour rendre compte des propriétés mécaniques à basse température des métaux cubiques centrés, ceux basés sur la dissociation des dislocations-vis. Aucun accord satisfaisant n'a pu être obtenu entre nos résultats et ceux prévisibles théoriquement. Nous avons ensuite appliqué les modèles basés sur l'influence d'une contrainte de PEIERLS : l'accord entre l'expérience et la théorie ne s'est avéré satisfaisant qu'aux températures suffisamment basses.

● Enfin, le modèle plus élaboré de SATO et al a permis de rendre compte de l'influence spécifique des atomes de soluté présents. Dans ce cas, la confrontation des valeurs trouvées expérimentalement avec les valeurs de certains paramètres caractéristiques théoriquement estimés, conduit à un accord raisonnable, mais non parfait.

Il paraît donc plausible de suggérer que le comportement mécanique des solutions solides de symétrie cubique centrée de fer- α , à basse température ($\theta < 210$ K) est vraisemblablement contrôlé par une force de PEIERLS, modifiée par la présence des atomes de soluté, modification se traduisant par un adoucissement.

En ce point de notre analyse, nous avons rapproché trois faits :

- nos résultats ne concordent pas avec le modèle de DORN et RAJNAK au-delà d'environ 210 K;

- cette température correspond par ailleurs à une modification de la variation de l'enthalpie d'activation pouvant signifier un changement de mécanisme ;

- enfin, et surtout, SATO et MESHII considèrent qu'aux températures les plus élevées du domaine considéré, il y a interaction entre les atomes de soluté et les dislocations (ces atomes jouant le rôle d'obstacle) · dès lors, cette interaction se traduit par un durcissement. Ce raisonnement implique donc un processus de base semblable à celui retenu dans le cas des modèles extrinsèques évoqués dans l'introduction de ce chapitre.

Nous nous sommes donc attaché à reconsidérer les résultats que nous avons obtenus entre 200 K et la température à laquelle τ^* s'annule, et à envisager la possibilité d'un mécanisme contrôlant la déformation basé sur l'interaction entre le soluté et les dislocations.

III - Détermination du mécanisme contrôlant la déformation aux températures intermédiaires.

A - Introduction.

L'étude de l'interaction impuretés-dislocations a été maintes fois abordée dans le but d'interpréter le durcissement d'un métal lié à l'addition d'un élément d'alliage. C'est aussi dans cette optique que nous analyserons dans le dernier chapitre toutes les hypothèses proposées et nous verrons qu'il s'agit alors d'interactions à longue ou moyenne distance. Pour le moment, il suffit de nous limiter au fait qu'à une température assez basse, une dislocation mobile voit son déplacement gêné par un obstacle ponctuel, dans le cas présent un atome en substitution : il y a alors interaction à courte distance.

FRANK [58] a développé un modèle, basé sur les interactions élastiques à courte distance se produisant entre les dislocations et les distorsions de symétrie tétragonale créées autour des interstitiels pour rendre compte de la forte augmentation des propriétés mécaniques à basse température : il a obtenu un bon accord entre les prévisions théoriques de son modèle et les résultats expérimentaux observés dans le cas du fer- α chargé en interstitiels [86]. Toutefois il est certain que les distorsions introduites par la substitution d'un atome - qui ont alors une symétrie sphérique - sont beaucoup plus faibles que celles liées à la présence d'atomes interstitiels. Compte tenu de ces réserves, nous avons cependant tenté d'interpréter nos résultats sur la base de ce modèle en considérant que dans notre cas les distorsions - notamment celles dues à l'effet de taille - peuvent être suffisamment importantes.

B - Modèle de FRANK.

Le calcul de FRANK [58] est basé sur l'évaluation de l'énergie d'interaction entre le défaut et la dislocation pour en déduire la contrainte s'opposant au déplacement de la dislocation. Dans le cas de l'interaction entre une dislocation-vis de vecteur b et un défaut ponctuel introduisant des distorsions de symétrie tétragonale, FLEISCHER [87] exprime l'énergie d'interaction

W par la relation :

$$W(r, \varphi) = -\mu b^4 \Delta \epsilon f(\varphi)/r$$

où r et φ sont les coordonnées polaires du défaut dans le plan perpendiculaire au plan de glissement et le facteur $\Delta \epsilon$ représente la distorsion introduite par le défaut ; μ est le module de cisaillement. La force maximum résultante est du type $F_{\max} = \frac{\mu b^2 \Delta \epsilon}{\alpha}$, α étant une constante introduite dans le calcul.

A partir des variations de l'énergie ainsi définie en fonction de la température et de la vitesse de déformation, FRANK traduit l'influence de la température sur la contrainte nécessaire pour surmonter l'obstacle par les équations suivantes :

$$T = T_F - B \chi(\tau^*) \quad (\text{II.7})$$

$$\chi(\tau^*) = \tau^* (C \tau^{*-1/3} - 1) \quad (\text{II.8})$$

avec
$$B = b^3 D/C_{\text{eff}}^{1/2} k \text{Log} \frac{Nb^2 \nu_D}{\epsilon} \quad (\text{II.9})$$

et
$$C = 1,89 \left(\frac{T_F}{B}\right)^{1/3} \quad (\text{II.10})$$

où D est une constante dépendant du type d'interaction mis en jeu, C_{eff} est la concentration efficace de soluté, c'est-à-dire prenant part activement au durcissement, N la densité de dislocations mobiles, ν_D est la fréquence de Debye. L'enthalpie libre d'activation ΔG_0 qui caractérise l'interaction entre les distorsions de symétrie tétragonale et les dislocations, est liée à la température T_F à laquelle τ^* s'annule par la relation :

$$\Delta G_0 = k T_F \text{Log} \frac{Nb^2 \nu_D}{\epsilon} \quad (\text{II.11})$$

A partir de ces équations, FRANK choisit la valeur de C de sorte que l'on ait une droite dans un diagramme $T - \chi(\tau^*)$. La concordance entre cette valeur de C et celle calculée par la relation (II.10) constitue une preuve de la plausibilité du raisonnement.

C - Application.

Nous avons en premier lieu cherché à rendre ces équations plus explicites. En nous basant sur le formalisme de DORN et al, c'est-à-dire en définissant une "contrainte de FRANK" τ_F , contrainte maximum s'opposant au mouvement de la dislocation à 0 K, nous avons abouti à l'expression suivante :

$$\frac{T}{T_F} = 1 - 2,953 \left(\frac{\tau^*}{\tau_F}\right)^{2/3} + 1,953 \left(\frac{\tau^*}{\tau_F}\right) \quad (II.12)$$

$$\text{avec} \quad \tau_F = (1,25)^3 \frac{T_F}{B} \quad (II.13)$$

Le détail de notre calcul est reporté en annexe 3. Nous noterons que la comparaison entre l'équation (II.12) et l'équation donnant les variations de l'énergie d'activation avec la contrainte appliquée déterminée par FRANK [58], soit :

$$\Delta G = \Delta G_0 \left[1 - \left(\sqrt[3]{2} + \frac{1}{\sqrt[3]{4}} \right) \left(\frac{\tau^* b^2 l d}{\Delta G_0} \right)^{2/3} + \frac{\tau^* b^2 l d}{\Delta G_0} \right] \quad (II.14)$$

permet d'écrire $\Delta G/\Delta G_0 = T/T_F$ (cf. annexe 3). Ce résultat est analogue à celui obtenu dans le cas du modèle de DORN et al (cf. paragraphe II.C.1).

L'équation (II.12) permet de tracer la courbe représentée sur la figure II.14 en coordonnées réduites, à l'image des courbes théoriques de DORN et al [59]. On peut remarquer une certaine analogie dans l'allure de ces courbes. Or, les modèles traduits par ces courbes sont conçus selon le même raisonnement : dans un premier temps, la contrainte nécessaire au déplacement de la dislocation est déterminée en fonction des caractéristiques propres du mécanisme mis en jeu (énergie de nucléation du double décrochement - énergie d'interaction dislocation - défaut ponctuel), qui sont à l'origine de l'écart observé selon un axe parallèle à l'axe des abscisses ; dans un deuxième temps, le processus est thermiquement activé et donc, une différence d'énergie d'activation implique l'écart existant sur l'axe parallèle à l'axe des températures, sans modifier substantiellement le profil des courbes obtenues. L'analogie évoquée ci-dessus nous semble donc logique. Par similitude aux calculs de T_p dans le cas du modèle de DORN et al, nous avons déterminé la contrainte τ_F , permettant d'obtenir le meilleur accord entre les valeurs expérimentales et la courbe théorique déduite de l'équation (II.12), tout en adoptant

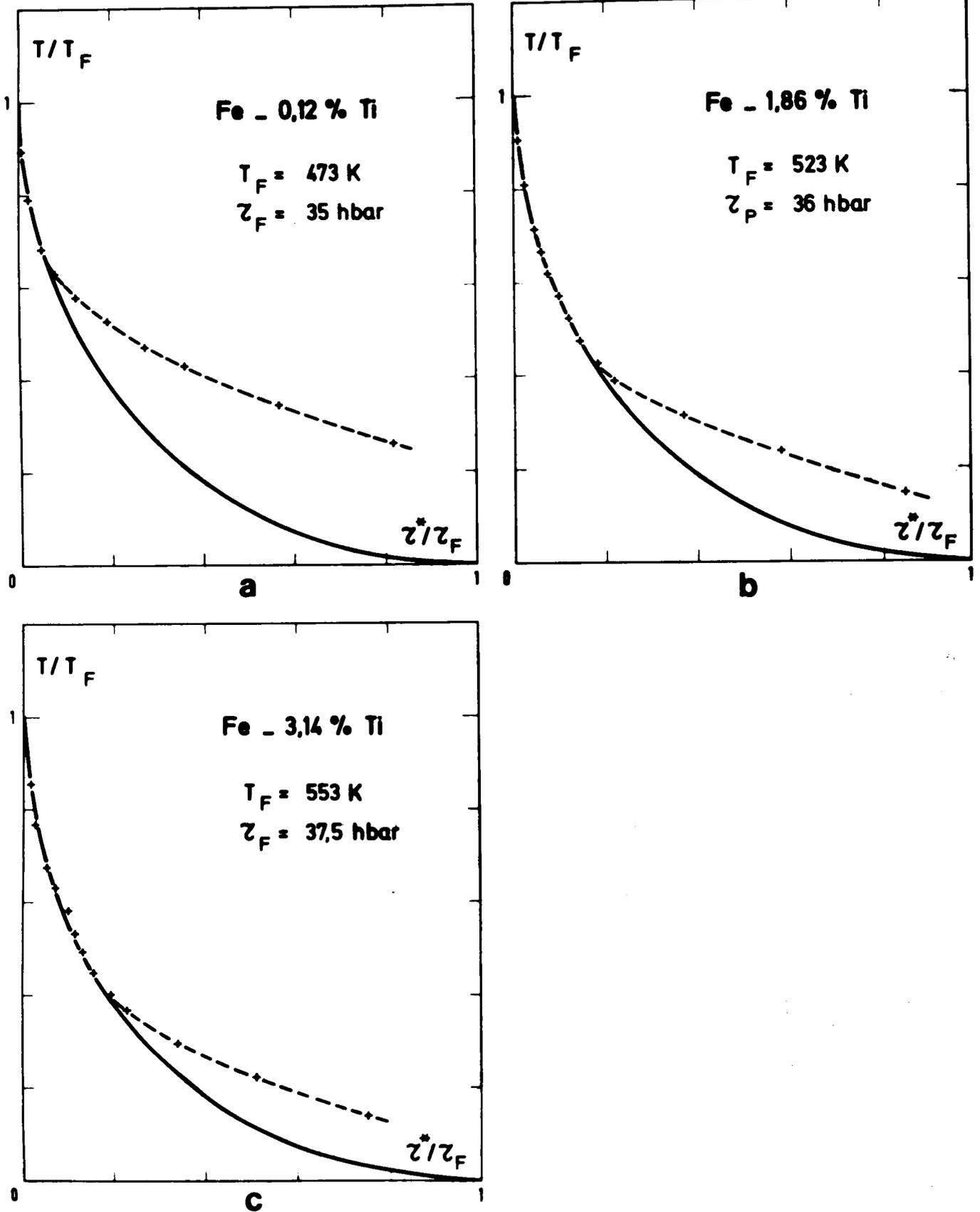


Fig. II.15 - Modèle de FRANK

Comparaison entre les valeurs expérimentales de $\tau^*/\tau_F = f(T/T_F)$ et les courbes théoriques

pour T_F , la température à laquelle la composante thermique τ^* s'annule. Les courbes théoriques calculées, sur lesquelles nous avons fait figurer les valeurs expérimentales trouvées pour chacun des alliages : 0,12 % (fig. II.15 a), 1,86 % (fig. II.15 b), et 3,14 % (fig. II.15 c) ont été tracées sur la figure II.15.

Une bonne correspondance n'est obtenue qu'*au-dessus* d'une température T_{t_F} qui correspond par ailleurs sensiblement aux températures T_{t_2} relevées sur la figure II.12. Le tableau II.8 regroupe les valeurs de τ_F , T_F , T_{t_F} et T_{t_2} obtenues pour chacun des alliages. On remarque en particulier que τ_F est inférieure à τ_p : ce point sera repris ultérieurement.

C % Ti	τ_F	T_F	T_{t_F}	T_{t_2}
0,12	35	473	300	230
1,86	36	523	220	210
3,14	37,5	553	220	200

TABLEAU II-8.

D - Discussion du modèle de FRANK.

Malgré les nombreuses hypothèses que nous avons été amené à faire, l'accord obtenu entre les prévisions du modèle de FRANK étendu aux alliages c.c. substitutionnels et les résultats expérimentaux est très satisfaisant. Nous avons donc examiné la validité de nos résultats avec un maximum de rigueur.

L'interaction dislocation-vis-défaut sphérique est faible si l'on se réfère à toutes les recherches effectuées sur le sujet : seul un effet du second ordre peut résulter de la présence d'un tel défaut et se traduire par une légère interaction [88]. En se basant sur les calculs de STEHLE et al [89] qui montrent que la présence de la dislocation-vis se traduit, pour un élément de volume V situé à une distance r de la dislocation de vecteur \vec{b} par une dilatation relative de volume égale à $\frac{\Delta V}{V} = \frac{K}{4\pi^2} \left(\frac{b}{r}\right)^2$, FLEISCHER [88]

a montré qu'il pouvait exister une interaction très limitée. Il nous paraît peu probable que cet effet puisse gêner substantiellement le déplacement d'une dislocation-vis.

Dans le domaine de température considéré, SATO et al soulignent que le mécanisme contrôlant la déformation est le déplacement des décrochements, leur nucléation étant aisée. Or le kink a une composante coin : l'interaction peut alors être effective. Si d'autre part, toujours selon SATO, il se produit deux ou trois, voire quatre nucléations avant la propagation du décrochement, le caractère coin de l'élément de dislocation en sera d'autant plus accentué.

De plus, aux températures supérieures à 300 K, la contrainte de PEIERLS peut être considérée comme nulle, et nous pouvons supposer que la déformation se trouve contrôlée par le déplacement des dislocations-coin. Un mécanisme purement extrinsèque devient alors plausible.

La connaissance de T_F permet de déterminer une valeur de ΔG_0 puisque ces deux grandeurs sont liées par l'équation (II.11). Toutefois, si T_F est connue avec une assez bonne précision, la densité de dislocations N entrant dans le calcul de ΔG_0 est difficile à évaluer et la valeur de ΔG_0 peut être entachée d'une imprécision importante. Nous avons choisi $N = 10^7 \text{ cm}^{-2}$, valeur utilisée par FRANK dans ses investigations [76]. Nos calculs conduisent aux valeurs de ΔG_0 regroupées dans le tableau II.9

C % Ti	$N = 10^7 \text{ cm}^{-2}$	$N = 10^8 \text{ cm}^{-2}$	$N = 10^{10} \text{ cm}^{-2}$
0,12	0,72	0,82	1,01
1,86	0,80	0,90	1,11
3,14	0,85	0,96	1,18

TABLEAU II.9

L'influence importante exercée par la valeur de N sur le résultat trouvé est illustrée dans ce tableau (les valeurs $N = 10^8 \text{ cm}^{-2}$ et $N = 10^{10} \text{ cm}^{-2}$

ayant été parallèlement considérées).

Malgré tout, les valeurs ΔG_0 obtenues semblent élevées et il paraît a priori difficile de les relier à un phénomène simple mettant en jeu les substitutionnels. En effet, l'évaluation de l'énergie d'interaction dislocation-coin - distorsion sphérique est particulièrement délicate ; elle peut avoir principalement deux origines : un effet de taille et un effet de module.

Nous avons retenu deux formalismes du calcul de cette énergie [88,89] dont nous donnons les détails en annexe 4. Les deux approches considérées conduisent à des valeurs différentes de E_{taille} et E_{module} , (respectivement énergies d'interaction dues à l'effet de taille et à l'effet de module) et ce d'autant plus que leurs auteurs donnent pour la distance d'interaction maximale deux valeurs différentes, soit $r_{\text{max}} = \frac{2b}{3}$ pour FRIEDEL [90] et $r_{\text{max}} = b$ pour BULLOUGH et al [91]. Enfin, nous avons tenu compte des deux définitions possibles du rayon atomique (déjà évoquées au paragraphe II.C.2.2). Les divers résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 10.

r_{max}	FRIEDEL		BULLOUGH		
	$2b/3$	b	$2b/3$	b	
E_{taille} (eV)	F(*)	0,771	0,514	0,676	0,451
	G(*)	0,641	0,427	0,544	0,363
E_{module} (eV)	F	0,052	0,023	0,051	0,023
	G	0,035	0,016	0,035	0,015
E_{total} (eV)	F	0,823	0,537	0,727	0,474
	G	0,676	0,443	0,579	0,378

* les indices F et G réfèrent respectivement aux rayons atomiques de FRIEDEL et de GOLDSCHMIDT.

TABLEAU II.10.

L'examen de ce tableau nous amène à formuler trois remarques :

- en premier lieu, l'énergie d'interaction due à l'effet de module est pratiquement négligeable ;

- en deuxième lieu, les résultats auxquels conduisent respectivement les deux modèles présentent un écart important ;

- en troisième lieu, la valeur de la distance r_{\max} retenue influe notablement.

Nous serions tenté de choisir la valeur de $r_{\max} = \frac{2b}{3}$, pour laquelle les énergies d'interaction obtenues sont du même ordre que celle déterminée expérimentalement. Cette hypothèse serait d'ailleurs étayée par le fait que le décrochement envisagé ayant été nucléé au voisinage immédiat de l'atome, la distance d'interaction doit être très faible.

Nous nous bornerons cependant à constater la difficulté de la détermination de E , et nous retiendrons que le modèle de FRANK (étendu au cas d'un défaut de symétrie sphérique créé par un soluté à fort effet de taille) nous paraît plausible ; en effet :

- d'une part, déjà dans le cas du modèle de DORN et al, les valeurs des énergies d'activation calculées étaient élevées,
- d'autre part, un accord très satisfaisant a été obtenu entre les valeurs théoriques déduites de l'équation (II.12) et les valeurs expérimentales.

IV - Conclusion.

Les propriétés mécaniques à basse température des solutions solides cubiques centrées Fe-Ti, caractérisées par les variations de la composante thermique τ^* de la contrainte critique de cisaillement réduite τ , présentent trois caractéristiques essentielles :

- une forte augmentation de τ^* , lorsque la température est significativement abaissée,
- un adoucissement qui résulte de l'addition du soluté aux très basses températures,
- un durcissement qui est, au contraire, observé aux températures voisines de l'ambiante quand des atomes substitutionnels sont introduits.

Notre étude nous a permis de distinguer trois comportements possibles des alliages considérés, illustrés par la figure II.16, qui permettent de rendre compte des variations évoquées ci-dessus :

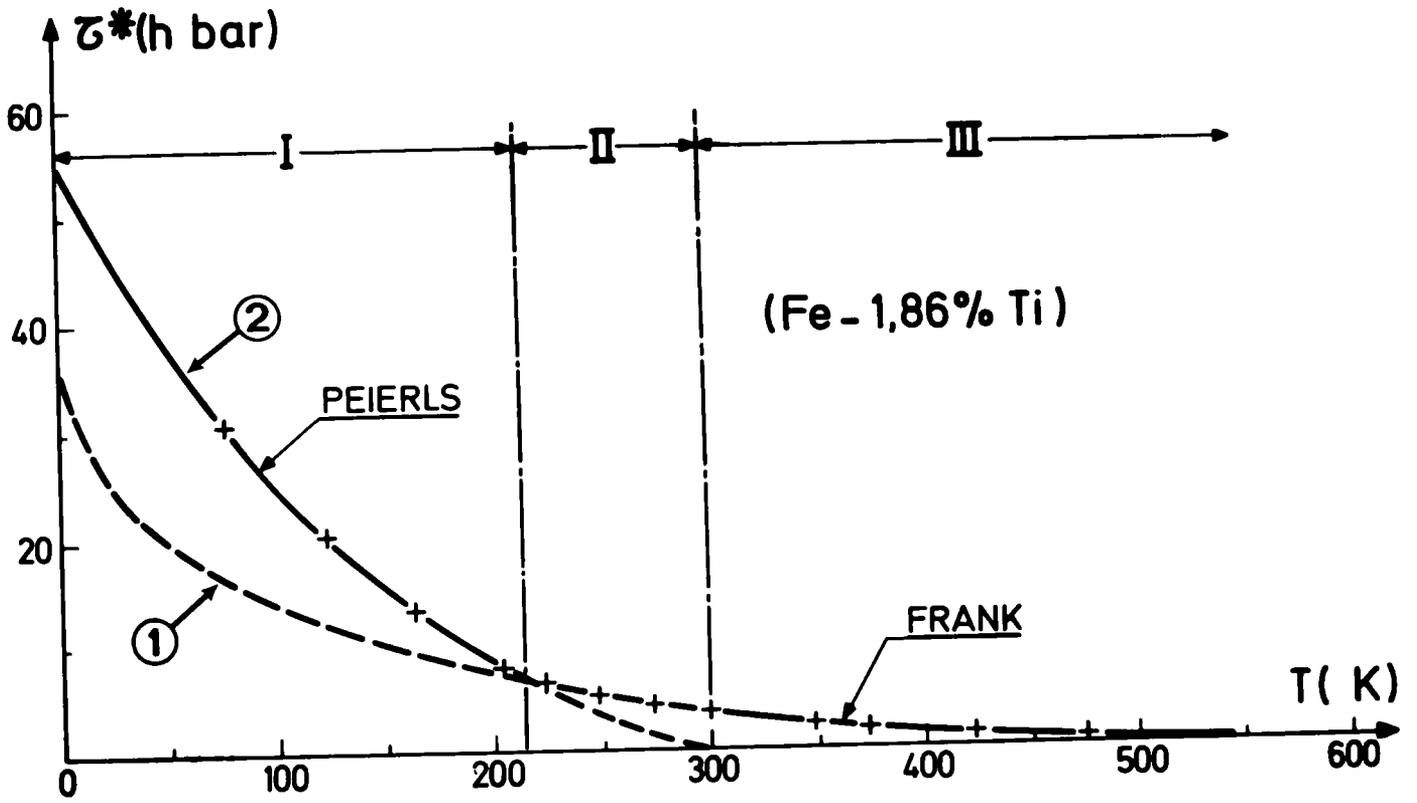


Fig. II.16 - Courbe théorique $\tau^* = f(T)$

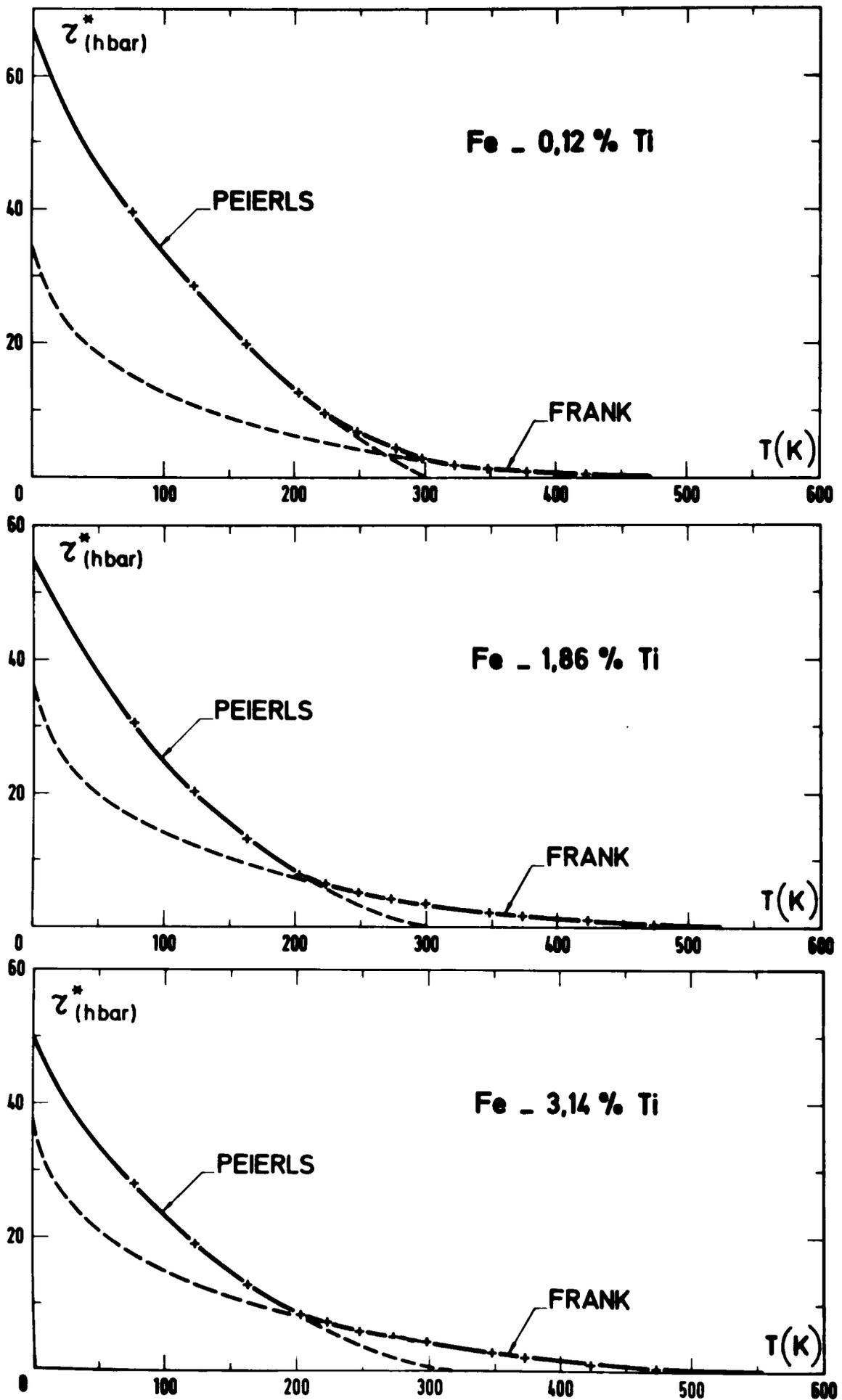


Fig. II . 17

● dans le domaine III, la déformation est contrôlée par le déplacement des dislocations-coin qui interagissent fortement avec les atomes de soluté ; lorsque la température est abaissée, la part de l'activation thermique diminue et la composante τ^* croît ; par ailleurs, lorsque la concentration en soluté augmente, le nombre d'obstacles croît, et τ^* est accrue : il y a *durcissement*.

● dans le domaine II, les forces de PEIERLS deviennent plus notables, la nucléation des décrochements est aisée, et le déplacement des dislocations-vis est alors contrôlé par la contrainte nécessaire à la propagation latérale des décrochements, ces décrochements étant en fait des composantes-coin ; c'est donc toujours le mécanisme de FRANK qui est prépondérant.

● dans le domaine I, la contrainte nécessaire à la nucléation d'un décrochement devient notable et sa valeur excède celle nécessaire pour franchir l'obstacle représenté par un atome de soluté (ainsi à 0 K, on a $\tau_F < \tau_P$) ; par suite, dès que la nucléation se produit, le décrochement se propage aussitôt. Là aussi, lorsque la température s'abaisse, la part de l'activation thermique décroît et la contrainte τ^* augmente ; au contraire, lorsque la concentration croît, la contrainte τ^* diminue car la présence d'un atome de soluté favorise la nucléation : il y a alors *adoucissement*.

Les propriétés mécaniques des solutions solides cubiques centrées apparaissent donc comme relevant de la compétition entre deux mécanismes, comme le propose la méthode de SATO et MESHII :

● d'une part, le mécanisme de PEIERLS, dans lequel SATO et al ont introduit l'effet spécifique d'un soluté ;

● d'autre part, le mécanisme de FRANK, qui traduit l'interaction dislocation-soluté, celui-ci jouant le rôle d'obstacle.

Le premier de ces mécanismes est prépondérant aux températures les plus basses.

Le comportement théorique de nos alliages ainsi défini reflète de façon très satisfaisante les résultats expérimentaux obtenus. Cet accord est illustré par la figure II.17 (a, b, c).

CHAPITRE III.

PROPRIETES MECANIQUES AUX TEMPERATURES SUPERIEURES A LA TEMPERATURE AMBIANTE.

1ère partie.

L'effet PORTEVIN - LE CHATELIER.

A - Résultats obtenus aux températures supérieures à l'ambiante.

Les essais de traction réalisés dans les conditions définies au chapitre I ont mis en évidence l'existence d'un vieillissement dynamique se traduisant par la présence de décrochements réguliers et périodiques sur les courbes effort-déformation.

A.1. Allure des courbes de traction.

Nous avons regroupé sur la figure III.1 quelques exemples de courbes expérimentales effort-déformation caractéristiques du comportement mécanique des matériaux étudiés. Elles correspondent à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Nous avons observé trois types de comportements au cours de ces essais : ils correspondent respectivement au fer non allié, à l'alliage à 0,12 % de titane et aux alliages plus chargés.

A.1.1. Fer non allié.

Les courbes (F, Δl) obtenues sur le fer non allié présentent un décrochement à la limite élastique, suivi d'un palier, aux températures inférieures

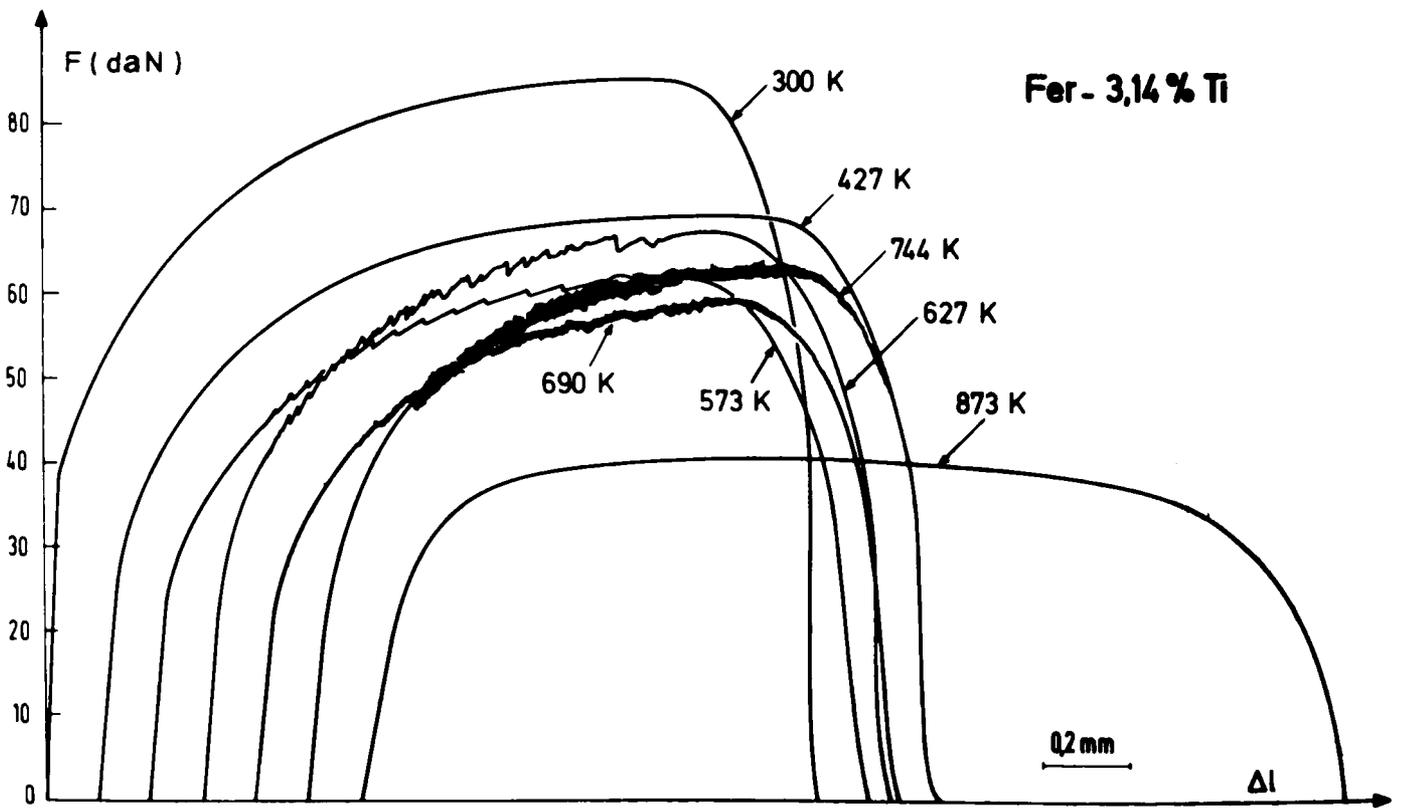
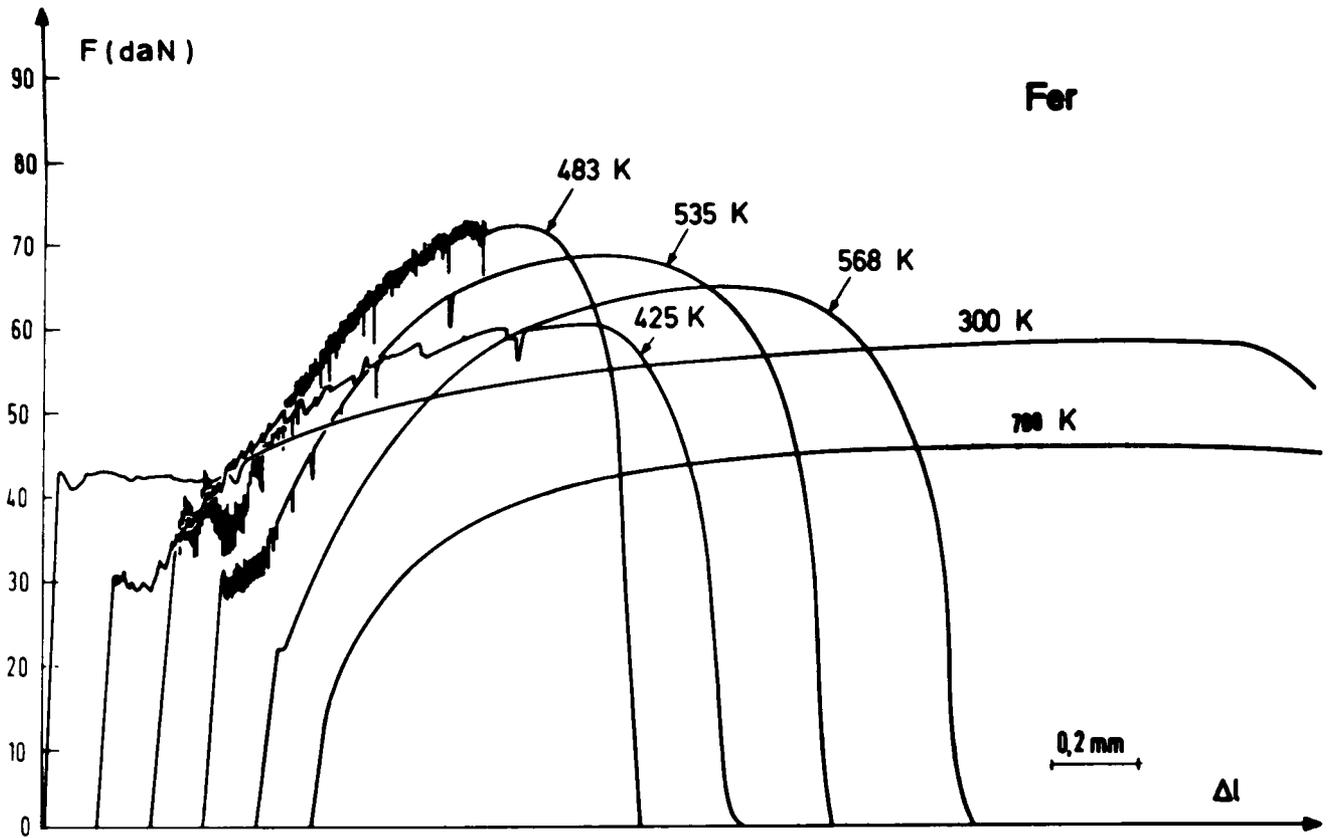


FIG. III.1 - Aspect des différentes courbes de traction obtenues en fonction de la température.

à 573 K. Ce comportement n'a rien de particulier en soi et il traduit des faits bien connus [92] :

- d'une part, le piégeage des dislocations pré-existantes par les solutés interstitiels, qui se produit lors des différents traitements thermiques subis par le matériau au cours de sa mise en oeuvre. La densité de dislocations mobiles nécessaire pour que la déformation puisse se produire est alors insuffisante ; la création de nouvelles dislocations demande une contrainte plus importante, d'où une limite élastique supérieure [93] .

- d'autre part, la propagation des bandes de déformation créées s'opère tout au long de l'éprouvette pour une contrainte sensiblement constante, d'où une limite élastique inférieure [94]. On peut noter que les amplitudes respectives de ce décrochement, $\Delta\sigma_L$, et du palier ϵ_L , définis au chapitre I, décroissent lorsque la température croît (tableau III.1), l'activation thermique rendant alors le piégeage moins efficace.

T °K	298	332	380*	396*	442*	483*	535*	565	675
$\Delta\sigma_L$ hbar	1	1	5,4	2,25	2	3,5	2,2		
ϵ_L %	6,45	4,25	1,8	2,05	3,15	1,85	1,7	0,2	

* températures auxquelles il existe un vieillissement dynamique.

TABLEAU III.1.

Amplitudes du décrochement à la limite élastique et du palier de Lüders en fonction de la température - Cas du fer non allié.

Les discontinuités, dont les caractéristiques seront évoquées dans le paragraphe A.2, apparaissent dès 350 K et disparaissent vers 550 K.

A.1.2. Fe - 0,12 % Ti.

Dans le cas de l'alliage à 0,12 % de titane, les courbes ($F, \Delta l$) ne présentent aucune discontinuité, tant à la limite élastique que dans le domaine plastique. Seul, un très faible pseudo yield-point peut-il être mis en évidence à l'ambiante, mais sans doute faut-il le relier au décrochement observé à basse température et évoqué dans les chapitres précédents.

A.1.3. Alliages de teneurs supérieures à 0,12 % Ti.

Il existe une différence fondamentale entre les courbes relatives aux alliages de teneur supérieure à 0,12 % de titane et celles relatives au fer non allié : les premières sont exemptes de tout décrochement à la limite élastique dans le domaine de température considéré, notamment entre environ 550 K et 790 K, intervalle où sont, par contre, visibles des hachures caractéristiques d'un vieillissement dynamique.

Nous avons regroupé dans le tableau III.2 les températures d'apparition T_{app} et de disparition T_{disp} des hachures pour les différents matériaux considérés et pour une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

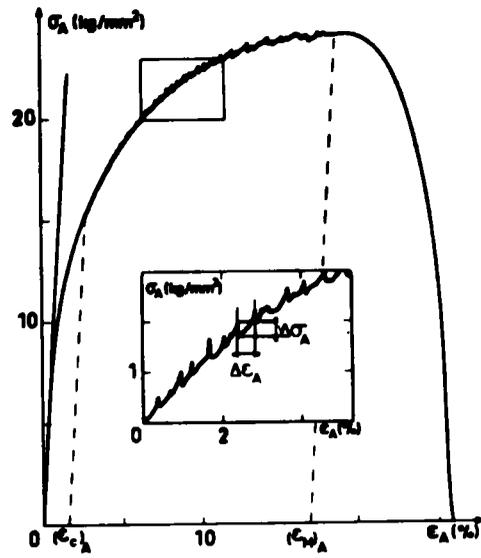
C % pds	0,45	0,84	1,86	2	3,14	fer non allié
T_{app} K	653	583	560	563	550	360
T_{disp} K	723	788	790	783	770	550

TABLEAU III.2

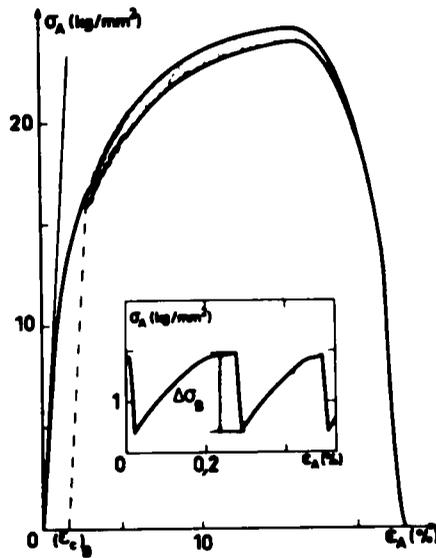
Températures d'apparition et de disparition des hachures en fonction de la concentration en titane.

Il apparaît que l'effet Portevin - Le Chatelier existe à des températures plus élevées dans le cas des alliages (le fer non allié étant pris comme base de comparaison). De plus, pour ces alliages la température d'apparition tend à diminuer lorsque la teneur en soluté croît, alors que la température de disparition semble passer par un maximum.

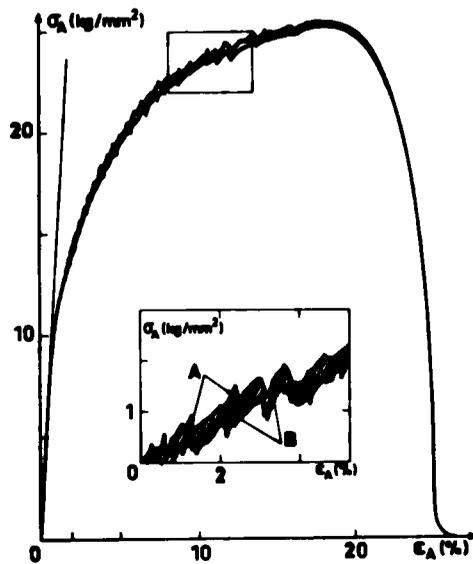
Par ailleurs, lorsque la vitesse de déformation augmente, l'intervalle de température d'existence des hachures est reporté vers les hautes températures, et ce quelle que soit la concentration de titane de l'alliage (tableau III.3).



a) Type A



b) Type B



c) Type A + Type B

FIG III.2_ Aspect des différents types de discontinuité sur les courbes de traction.

$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	1,1 . 10 ⁻⁴	1,1 . 10 ⁻³	1,1 . 10 ⁻²
Fer	330 - 535	360 - 550	395 - 570
Fe - 1,86 % Ti	520 - 760	560 - 790	600 - 840
Fe - 3,14 % Ti	510 - 750	550 - 770	590 - 810

(températures expérimentées en K)

TABLEAU III.3.

Domaines d'existence de l'effet P.LC en fonction de la vitesse de déformation utilisée.

Enfin, tous les matériaux se déforment par glissement ; la rupture est ductile et intervient après une striction pratiquement totale de l'éprouvette.

A.2. Caractéristiques des hachures observées.

Nous avons distingué deux types de hachures que nous dénommerons A et B. Ils se caractérisent comme suit :

- les hachures de type A (fig. III.2 (a)) sont régulières, espacées et situées *au-dessus* de la courbe de consolidation normale ; elles deviennent irrégulières au voisinage du maximum de la courbe. Un écrouissage minimal $(\epsilon_C)_A$ est nécessaire au déclenchement du premier crochet. L'amplitude de la chute de contrainte $\Delta\sigma_A$, et l'espacement entre crochets $\Delta\epsilon_A$, augmentent lorsque la déformation croît. Quand la température d'essai s'élève, $(\epsilon_C)_A$ diminue, $\Delta\sigma_A$ augmente et $\Delta\epsilon_A$ diminue. Enfin les hachures *disparaissent avant la striction* pour un allongement (ϵ_M) d'autant plus important que la température est élevée.

- Les hachures de type B (fig. III.2(b)) sont plus rapprochées et régulières, et se situent *au-dessous* de la courbe de consolidation moyenne. Un écrouissage minimal $(\epsilon_C)_B$ est également nécessaire à l'apparition du premier crochet. L'amplitude $\Delta\sigma_B$ et la période des décrochements varient peu avec la déformation. Par contre, $\Delta\sigma_B$ et $(\epsilon_C)_B$ augmentent avec la température. Ces hachures *se poursuivent pendant la striction*.

Lorsque la température augmente, nous avons noté une évolution

continue des décrochements d'un type à l'autre. Nous avons ainsi été amené à distinguer trois domaines :

- le premier correspond à un intervalle de températures de valeur assez basse, où n'existent que les hachures de type A (fig. III.2 (a)) ;

- de même, aux températures les plus élevées du domaine d'existence des hachures, seules celles de type B sont observées (fig. III.2 (b)) ;

- au contraire, entre les deux domaines extrêmes, les deux types de hachures existent (fig. III.2 (c)). Entre les crochets du type A, apparaissent des décrochements du type B, de très faible amplitude $\Delta\sigma_B$, laquelle augmente avec la déformation ; ces décrochements persistent pendant la striction. Aux températures les plus élevées de ce domaine $\Delta\sigma_B$ augmente, alors que les crochets du type A deviennent moins réguliers et sont progressivement masqués par ceux du type B. Finalement, on n'observe plus qu'une "modulation" de la courbe (qui est le fait des discontinuités de type A), cette dernière continuant pour autant de présenter les décrochements de type B.

Le tableau III.4 regroupe les températures limites approximatives des différents domaines pour $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Alliage	Domaine 1	Domaine 2	Domaine 3
Fer-1,86 % en poids de Ti	560-650	650-745	745-790
Fer-3,14 % en poids de Ti	550-635	635-720	720-770

(températures exprimées en K)

TABLEAU III.4.

Températures-limites des domaines d'existence des différents types de hachures.

D'une façon générale, l'augmentation de la teneur en titane se traduit par une amplification des hachures. A peine visible lorsque la teneur est de 0,5 %, la chute de contrainte $\Delta\sigma_B$ atteint environ 2 hbar pour $c = 3,14 \%$. Par ailleurs, lorsque la vitesse de déformation est égale à $1,1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, les différents caractères évoqués ci-dessus sont amplifiés ; par contre pour $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, les hachures sont très irrégulières et difficiles à caractériser.

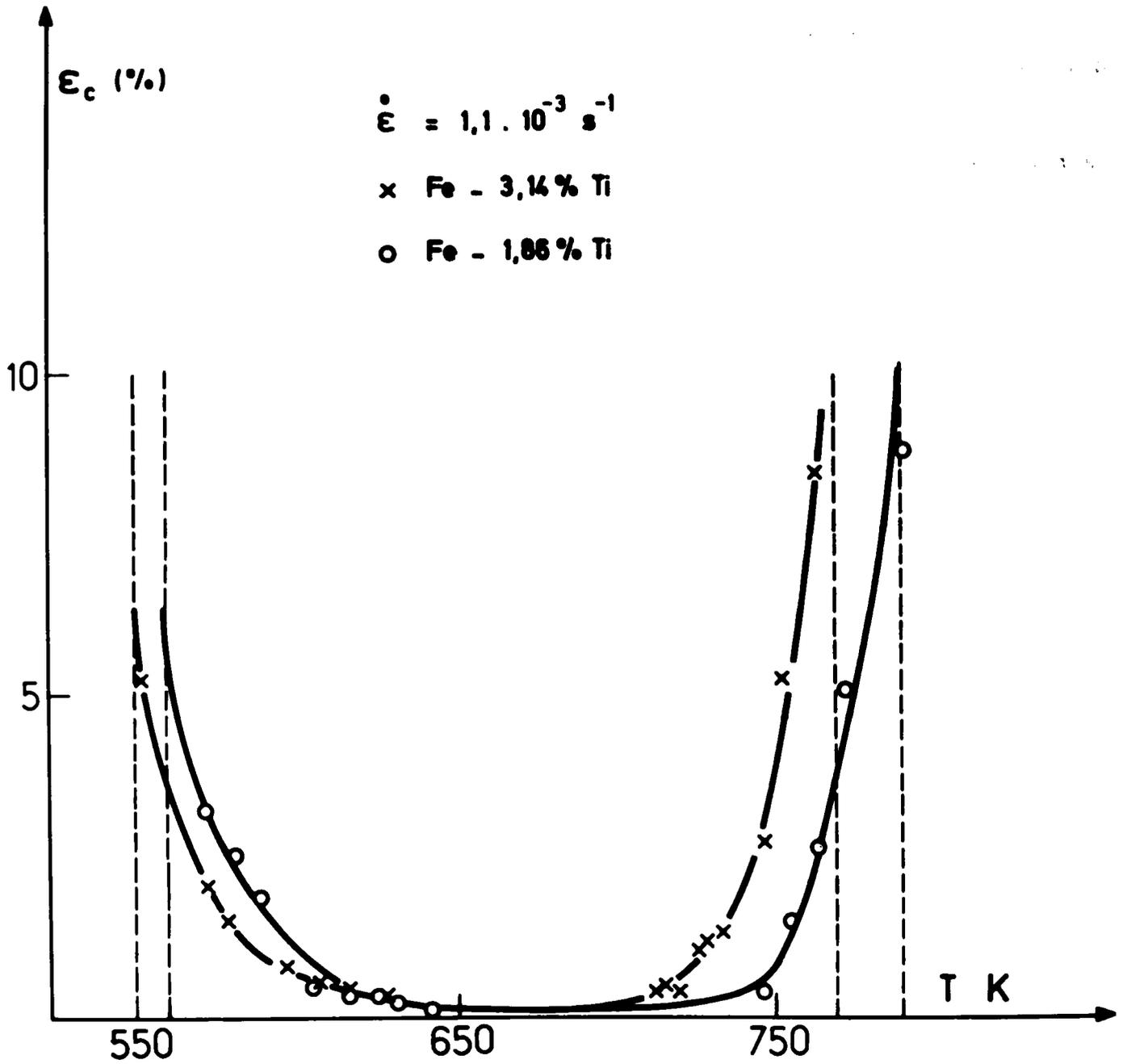


FIG. III. 3 - Variations de l'érouissage critique ϵ_c en fonction de la température.

A.3. Comparaison entre le fer non allié et ses alliages.

Le fer non allié et les alliages de teneurs supérieures à 0,12 % présentent un effet P.L.C. Cependant l'exposé précédent des divers résultats expérimentaux fait apparaître des divergences notables dans le comportement en traction de ces deux types de matériau :

- les courbes $(F, \Delta l)$ relatives aux alliages considérés ne présentent aucune discontinuité à la limite élastique ;

- les températures d'existence des hachures sont très différentes dans les deux cas (tableau III.2). Toutefois, il est toujours possible de distinguer deux modes de décrochement. Par ailleurs, dans le cas du fer non allié, aucune hachure n'a été observée dans le domaine de striction ;

- enfin, exclusivement dans le cas des alliages le premier décrochement est précédé d'une déformation homogène. Cet "écrouissage critique" ϵ_c varie en fonction de la température, selon les courbes représentées sur la figure III.3. Cette figure met par ailleurs en évidence, d'une part les trois intervalles de température évoqués ci-dessus, d'autre part l'influence de la concentration en soluté.

Il apparaît donc déjà au vu de ces observations, que l'origine du phénomène est différente dans le cas des alliages et dans celui du fer non allié ; pour ce dernier, il est maintenant établi que les atomes responsables de l'effet Portevin-Le Chatelier sont les interstitiels (carbone et azote). Les divergences relevées ci-dessus corroborent notre hypothèse de travail qui est que les alliages sont "libres" d'interstitiels et que les phénomènes alors observés doivent être liés à la présence des atomes de soluté substitutionnel. Nous avons d'abord cherché à nous assurer, par des essais complémentaires, de cet effet de piégeage.

A.4. Essais complémentaires.

A.4.1. Frottement intérieur.

Les essais correspondants ont été réalisés sur des échantillons préalablement trempés à l'eau glacée après un maintien de 1 heure à environ 1100 K, sous atmosphère d'argon. Les principaux résultats obtenus sont regroupés sur

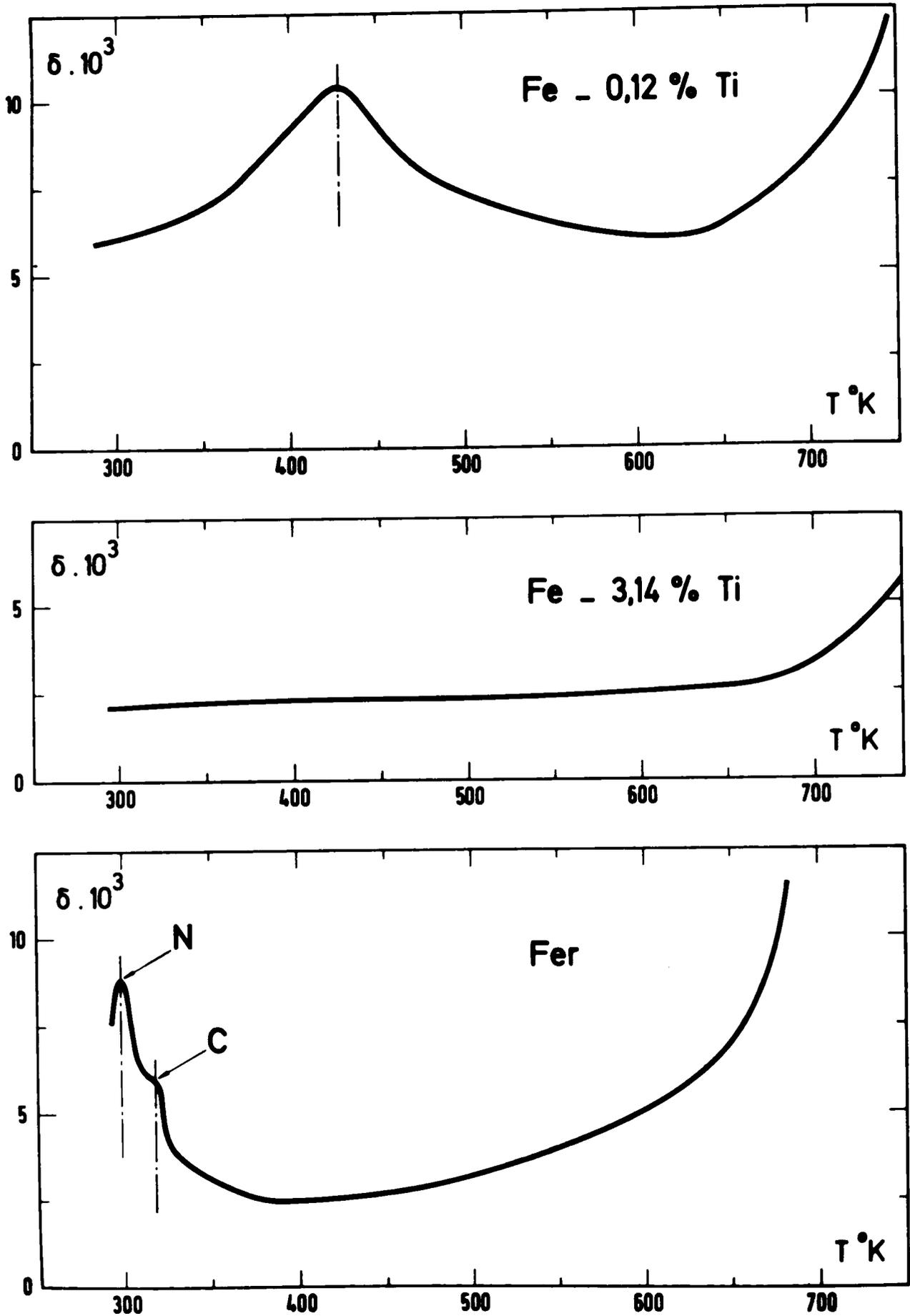


FIG. III.4 - Résultats obtenus en frottement intérieur.

la figure III.4. On peut noter qu'aucun pic de SNOEK n'a pu être mis en évidence sur les alliages (fig. III.4 (a,b)), alors que pour le fer non allié (fig. III.4 (c)), un pic observé vers 313 K dénote la présence d'éléments en insertion. Nous n'avons pas poursuivi ces expériences, le sujet ayant été amplement traité antérieurement ; on peut cependant souligner que les deux pics correspondant respectivement à l'azote (vers 298 K) et au carbone (vers 315 K) confirment les résultats indiqués dans la bibliographie. Il résulte de ces essais que les alliages sont bien dépourvus d'interstitiels libres, et ce dès que la teneur en titane dépasse 0,12 % pds.

Nous pouvons ici revenir sur l'adoucissement observé aux basses températures et traité au chapitre II. Il est clair que si le phénomène de piégeage est total dès que la teneur en titane atteint 0,12 % pds, une addition supplémentaire de titane ne saurait contribuer à accentuer le processus de "scavenging", et donc, rendre compte du fait que, parallèlement, l'adoucissement s'accuse.

Il nous faut par ailleurs signaler la présence sur la courbe d'un maximum vers 430 K dans le cas de l'alliage à 0,12 % de titane, ce dernier étant très certainement lié à un déplacement des parois des domaines magnétiques [96]. En effet, le four utilisé est à enroulement simple et le champ magnétique induit par la mise sous tension de l'élément chauffant favorise l'orientation des domaines. La régulation de la température se traduit donc par l'existence (four sous tension) ou la non-existence (four coupé) d'un champ magnétique. Nous supposons qu'un phénomène de résonance entre les oscillations des dislocations et celles des parois des domaines magnétiques se produit vers 430 K et donne alors naissance au pic observé. Il faut souligner que l'amplitude de ce pic diminue lorsque la teneur en titane augmente, traduisant un blocage des parois des domaines par le titane en substitution et la disparition du pic. Nous avons parallèlement observé sur les courbes (F, Δl) du même alliage (à 0,12 % de titane) des "marches" coïncidant avec la régulation de température ; nous relierons ceci à l'influence du champ magnétique induit sur les propriétés mécaniques, phénomène qui a été étudié par ailleurs [97].

A.4.2. Recuit sous hydrogène.

Dans le but de nous assurer de la présence éventuelle d'interstitiels

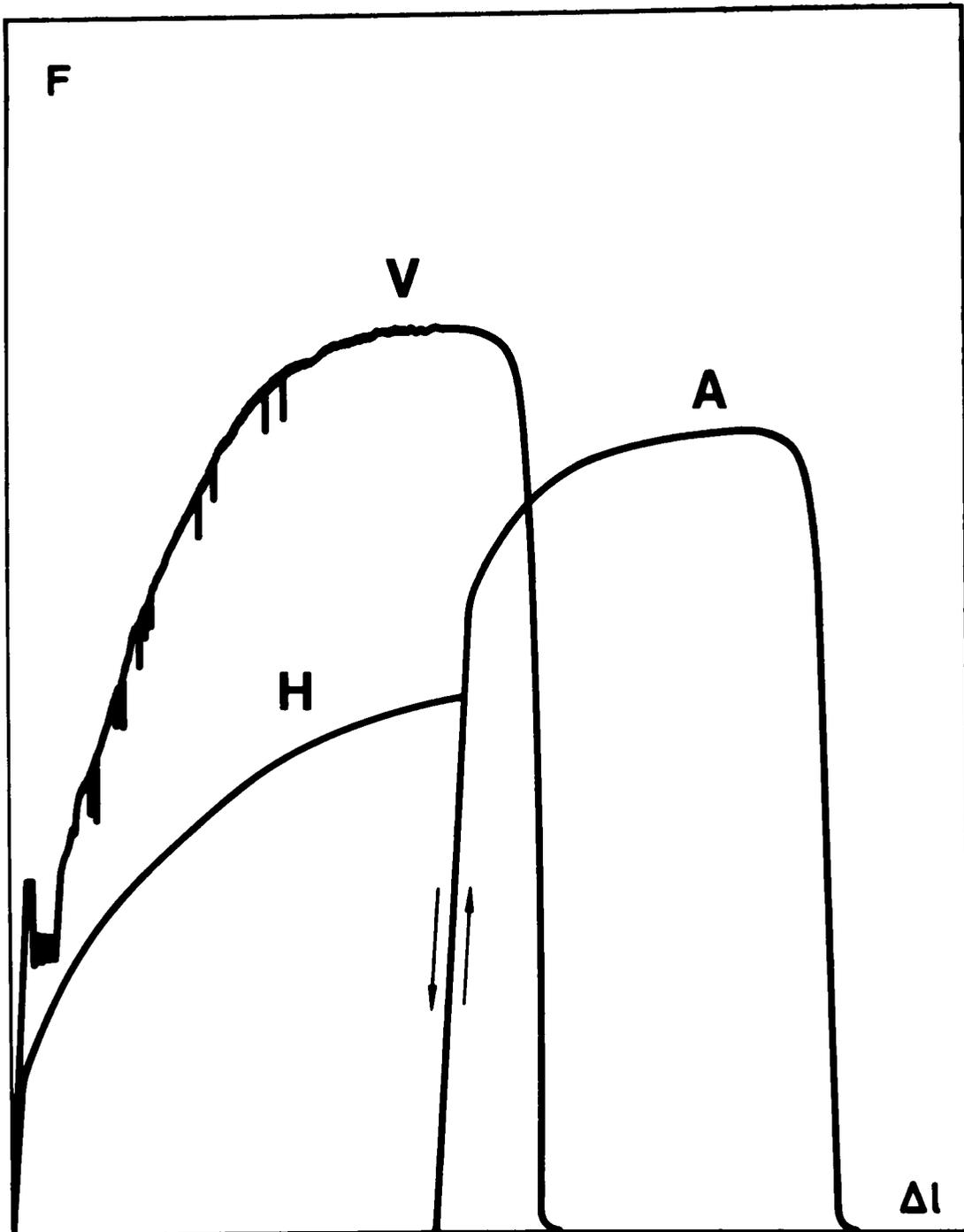


FIG. III. 5 _ Influence d'un recuit sous hydrogène cas du fer non allié

Courbe V _ Recuit 24h à 1020K sous vide

Traction à 450K sous vide

Courbe H _ Recuit 24h à 1020K sous hydrogène

Traction à 450K sous vide

afotitje931

Courbe A _ Echantillon "H" déchargé puis tractionné à l'ambiante.

libres dans les éprouvettes préalablement normalisées, nous avons effectué des recuits sous hydrogène dynamique ; dans une telle atmosphère, il est en effet possible d'éliminer tout ou partie des atomes de carbone non combinés et par conséquent de faire disparaître les effets qu'ils provoquaient.

Après un maintien de 24 heures à 1020 K sous hydrogène, le fer non allié ne présente plus de décrochement à la limite élastique, ni de vieillissement dynamique (figure III.5) ; les caractéristiques mécaniques sont en outre diminuées. Le même traitement appliqué aux alliages à teneur supérieure ou égale à 0,45 % pds Ti n'entraîne pas de modification en ce qui concerne le vieillissement dynamique. On peut donc en conclure que pour une teneur en titane suffisante il n'y a effectivement plus d'interstitiels libres.

Par ailleurs, si l'on tient compte du fait qu'un traitement sous vide ne modifie en rien, ni le comportement du fer, ni surtout celui des alliages (pas d'amplification des hachures), on en déduit en outre que ce type d'atmosphère n'entraîne aucune pollution supplémentaire en interstitiels (susceptibles d'intervenir).

A.4.3. Essais de vieillissement.

Il est possible de déterminer les cinétiques de formation des atmosphères en suivant l'évolution de l'amplitude du "yield point" consécutif à un vieillissement sous ou sans contrainte [98] . Tel n'était pas notre propos, mais la comparaison entre le comportement du fer non allié et celui des alliages était susceptible de nous permettre de mieux comprendre le phénomène observé.

Deux types d'essais ont été mis en oeuvre :

- déformation d'environ 3 % à la température ambiante, suivie d'un recuit à une température où se produit un vieillissement dynamique ; après quoi l'échantillon est à nouveau déformé à l'ambiante ;

- déformation de l'éprouvette chauffée préalablement à température donnée, puis maintien entre quelques secondes et 5 heures (avec ou sans contrainte) à cette température ; après quoi la déformation est reprise.

● Dans le premier cas, le fer non allié présente un net crochet lors de la reprise de la déformation. L'amplitude de ce crochet est important :

elle croît avec la température et le temps de maintien [99]. Nous rappelons que ce vieillissement se produit dès la température ambiante. L'alliage à 0,12 % se caractérise, pour sa part, par l'absence de tout phénomène de "strain-ageing". On observe, au contraire, aux températures de traitement supérieures à 470 K, une contrainte d'écoulement (lors de la remise en charge) inférieure à ce qu'elle était avant la décharge : cet adoucissement traduit un début de restauration.

Pour l'alliage à 3,14 % de titane, un vieillissement se produit au-dessus de 560 K environ. Il reste très limité ; on observe même, malgré le "yield point", un léger adoucissement au-dessus de 680 K lorsque le temps de maintien a été assez long (environ 5 heures). En outre, le décrochement n'est visible que si l'échantillon a été prédéformé : un échantillon recristallisé n'est le siège d'aucun phénomène de ce type.

● Dans le second cas, nous avons opéré essentiellement sous contrainte afin d'amplifier les phénomènes observés. Les résultats corroborent ceux obtenus à partir du premier type d'expérience : on n'observe aucune modification pour l'alliage à 0,12 % de titane, tandis qu'un vieillissement intervient dans le cas du fer non allié et pour le fer à 3,14 % de titane (moins important cependant pour ce dernier alliage). Ces essais permettent de faire une remarque supplémentaire : dans le cas de l'alliage à 3,14 % Ti, lorsque le maintien en charge et en température est effectué dans le domaine d'existence des hachures de type A, il s'ensuit un "yield point" très important. Par contre, lorsque la courbe présente des hachures de type B, il n'y a pas de modification sensible de la courbe. On peut en déduire, qu'alors les dislocations sont saturées.

Comme principal résultat de ces essais nous retiendrons qu'il n'y a donc pas d'interstitiels libres en solution dans la matrice ferritique, dès que la teneur en soluté titane excède 0,12 % pds. Pour interpréter ces observations, nous avons été amené à considérer les diverses hypothèses suggérées dans la bibliographie et à voir si elles se révélaient ou non satisfaisantes.

B - Détermination du mécanisme responsable de l'effet PORTEVIN-LE CHATELIER.

C'est en 1923 que PORTEVIN et LE CHATELIER [100] mirent en évidence le phénomène auquel leurs noms restent attachés. Au cours d'un essai de traction sur un alliage Al-Mg, ces auteurs ont constaté que la courbe effort-

déformation présentait, dans le domaine plastique, des discontinuités périodiques, d'amplitude notable, fonction de la vitesse de déformation et de la température : c'est l'effet PORTEVIN - LE CHATELIER (en abrégé : effet PLC).

L'effet PLC a fait l'objet d'un grand nombre d'études mais les synthèses successives tentées par différents auteurs n'ont pas établi de façon précise et exhaustive une interprétation du phénomène. Il faut certainement attribuer les raisons de ces échecs à la grande complexité des mécanismes mis en jeu, et au grand nombre de paramètres susceptibles d'intervenir. En effet, s'il est communément admis que ces discontinuités de l'écoulement plastique traduisent les interactions se produisant entre les atomes de soluté et les dislocations, il est difficile - pour l'expérimentateur soucieux de caractériser chacune des variables régissant ces interactions - de séparer les différentes contributions. Ainsi, la température - facteur prépondérant - augmente la mobilité des solutés, mais parallèlement diminue l'effet d'ancrage. De même, la teneur en soluté augmente la force d'interaction, mais par ailleurs accroît la contrainte interne, ce qui a pour effet de diminuer relativement cette interaction.

Nous nous proposons donc d'exposer les travaux les plus marquants, afin d'en dégager les résultats les plus intéressants et de les confronter à nos propres observations.

B.1. Rappel bibliographique.

B.1.1. Théorie de COTTRELL.

Après avoir montré que le champ de contraintes entourant une dislocation provoquait une ségrégation des atomes en solution dans une matrice de base et la formation d'une "atmosphère" de concentration

$$c = c_0 \exp \left(\frac{U_m}{kT} \right) \quad (\text{III.1})$$

c_0 étant la concentration en soluté de la matrice et U_m l'énergie d'interaction soluté-dislocation [101],

COTTRELL [102] a démontré que la compétition entre les mobilités respectives du soluté et des dislocations pouvait justifier les discontinuités observées en traction

En effet, si les atomes de soluté sont suffisamment mobiles (facteur température), et les dislocations assez lentes (facteur vitesse de déformation), ces atomes peuvent ségréger et former des atmosphères autour des dislocations de sorte que ces dernières se trouvent freinées, puis bloquées. Il est alors nécessaire d'appliquer une contrainte supérieure pour débloquer les dislocations et poursuivre la déformation. COTTRELL définit la condition d'apparition du phénomène par la relation suivante, liant les deux facteurs évoqués ci-dessus :

$$\dot{\epsilon} = C \exp \left[-\frac{Q}{kT} \right] \quad (\text{III.2})$$

où Q est l'énergie d'activation du phénomène, $\dot{\epsilon}$ la vitesse de déformation et C un facteur préexponentiel.

Seuls les atomes en position interstitielle dans les métaux cubiques centrés satisfont la relation précédente. C'est ainsi que dans le cas du fer, l'application de la relation (III.2) donne une température d'apparition des hachures fixée par l'expression $\dot{\epsilon} = 10^9 D$ (III. 2(a)), où D est le coefficient de diffusion de l'azote dans le fer [102]. L'expression (III.2a) a été quelquefois utilisée pour déterminer l'énergie d'activation du phénomène PLC observé dans le cas de solutions solides autres que Fe-N ; il est clair, d'après la définition de D , que ce procédé est incorrect.

Le phénomène ayant été observé non seulement avec les solutions solides cubiques centrées interstitielles, mais aussi dans le cas de certaines solutions solides cubiques faces centrées substitutionnelles, il est clair que, dans le second cas, les coefficients de diffusion du soluté sont incompatibles avec la relation (III.2). Pour autant, sur les courbes $(F, \Delta l)$ expérimentales correspondant aux solutions solides substitutionnelles, le déclenchement de la première hachure est toujours précédé d'une zone de déformation homogène. COTTRELL a alors relié cet "écrouissage critique" ϵ_c à la création du taux de lacunes nécessaires à l'accélération de la diffusion du soluté en substitution [102]. La condition d'apparition de l'effet PLC s'écrit alors :

$$\dot{\epsilon} = A c_L \exp \left[-\frac{Q_1}{kT} \right] \quad (\text{III.3 (a)})$$

où c_L est la teneur en lacunes créées par l'écrouissage et Q_1 est l'énergie d'activation de diffusion des lacunes. En supposant que c_L est proportionnelle

à ϵ^m , soit $c_L = K \epsilon^m$, l'expression (III.3(a)) devient :

$$\dot{\epsilon} = A' \epsilon_c^m \exp [-Q_1/kT] \quad (\text{III.3 (b)})$$

L'interprétation de l'effet PORTEVIN-LE CHATELIER paraissait donc simple :

- les interstitiels créent des distorsions importantes dans les solutions cubiques centrées, où ils sont très mobiles ; ils peuvent donc migrer vers les dislocations et les bloquer : ce sont bien les conditions à remplir pour observer un vieillissement dynamique ;

- dans le cas des alliages cubiques faces centrées, au contraire, ce sont les substitutionnels qui perturbent le réseau de façon importante ; les lacunes d'écrouissage sont nécessaires pour faciliter leur déplacement et provoquer aussi bien un vieillissement dynamique.

Cependant ce schéma s'est révélé incomplet car de nombreux résultats expérimentaux ont contraint à rechercher des explications plus approfondies. C'est ainsi que se sont développés deux types de théories s'appliquant respectivement à chacun des deux cas évoqués ci-dessus.

B.1.2. L'effet PLC dans les solutions solides substitutionnelles c.f.c.

C'est dans les alliages c.f.c. que l'effet PLC a été le plus étudié ainsi que nous l'avons rappelé dans notre introduction. Le facteur essentiel de cet intérêt étant la possibilité pour l'expérimentateur de ne pas se soucier de l'action d'un autre soluté, pour autant que celui-ci reste à l'état de traces. Nous verrons ultérieurement que ce n'est pas le cas des solutions c.c. substitutionnelles, où il est important de s'affranchir de l'influence des interstitiels.

Comme nous venons de l'évoquer, c'est COTTRELL qui dans ce cas a le premier proposé une interprétation du phénomène, et en justifiant en particulier l'existence d'un écrouissage critique ϵ_c sur les courbes $(F, \Delta l)$ obtenues à partir d'alliages Al-Cu. Ce n'est que beaucoup plus tard que la théorie de COTTRELL fut modifiée.

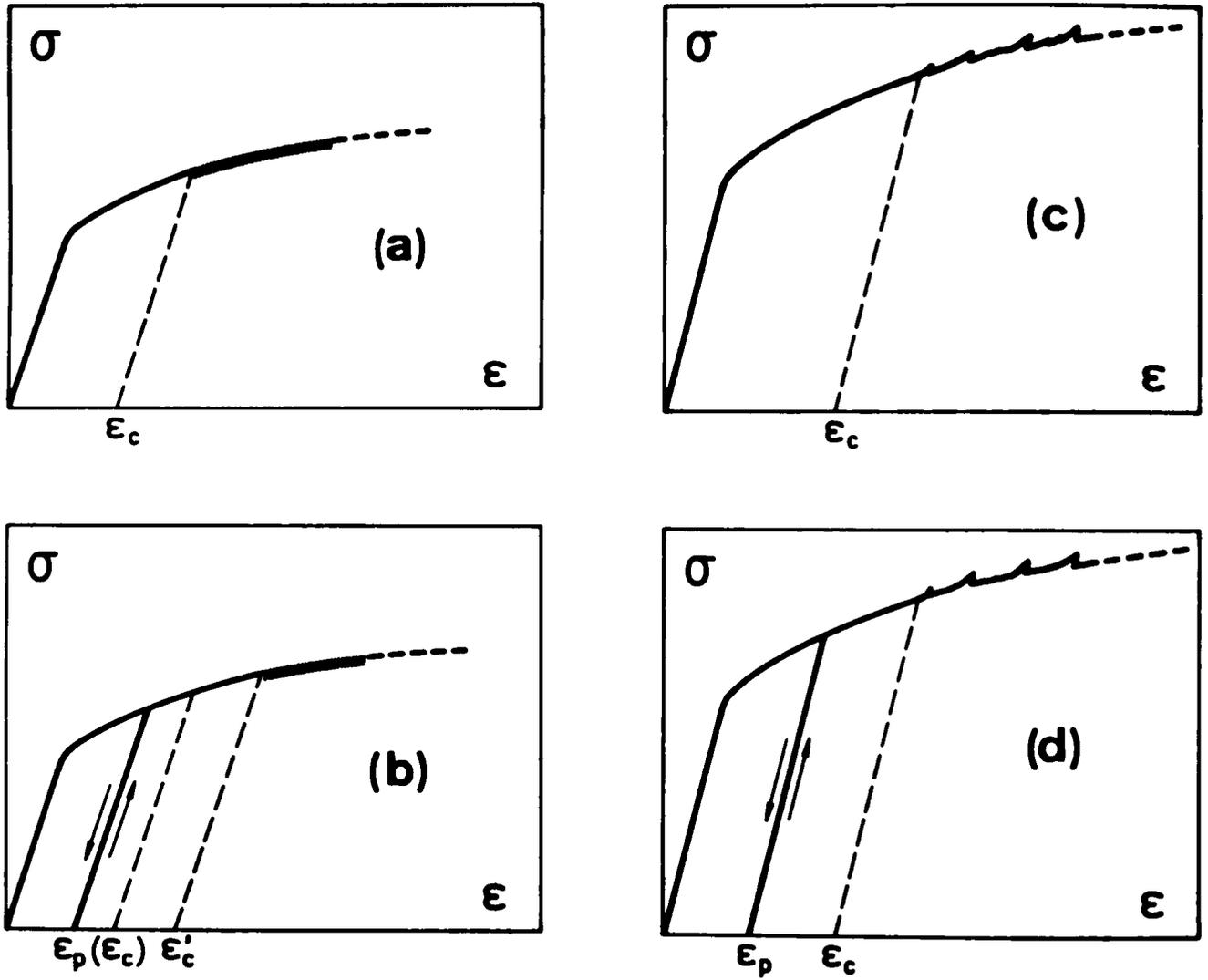


FIG.III.6 _ Schéma des expériences de précrouissage.

a) Influence de la variation de la densité de dislocation.

En plus des lacunes introduites par COTTRELL, HAM et JAFFREY [103] ont considéré l'incidence de la variation de la densité des dislocations en fonction de la déformation croissante. L'écroutissage critique correspond alors, d'une part à la création du taux de lacunes, d'autre part au fait que la densité de dislocations ρ nécessaires à l'apparition des décrochements doit être atteinte. L'équation de COTTRELL (III.3 (b)) devient en explicitant le facteur A' et en posant $\rho = N\epsilon^\beta$:

$$\dot{\epsilon} = K \cdot \epsilon_C^{(m+\beta)} \cdot \exp(-Q_1/kT) \quad (\text{III.4})$$

Cette hypothèse a été vérifiée par ses auteurs sur des alliages Cu-Sn. En effet, après une prédéformation ϵ_p , inférieure à ϵ_C , un recuit permet d'annihiler les lacunes introduites par l'écroutissage (fig. III.6 a, b) ; la remise en charge consécutive à un tel recuit fait apparaître un nouvel allongement critique ϵ'_C supérieur à ce qu'aurait été l'allongement critique ϵ_C en l'absence de recuit (les allongements étant toujours mesurés par rapport à la même origine). Par ailleurs, si, seules les lacunes étaient à l'origine de cet écroutissage critique, la quantité $(\epsilon'_C - \epsilon_p)$ devrait être égale à ϵ_C ; en fait, les essais de HAM et al ont montré que la différence $(\epsilon'_C - \epsilon_p)$ est inférieure à ϵ_C . Ceci justifie l'introduction du facteur densité de dislocations ϵ^β .

Les travaux des auteurs précités [103] ont été corroborés par les résultats de SOLER - GOMEZ et Mc TEGART [104] sur des alliages Au-In, par GUILLOT et al [105] sur Al-Mg, DANKOU et al [106] sur Al-Cu, Mc CORMICK [107] sur Al-Mg-Si, WIJLER et al [108] sur Au-Cu, MOHAMED et al [109] sur Cu_3Au . Malgré ces nombreuses justifications expérimentales, une modification fondamentale a été apportée à ce modèle : c'est l'introduction par Mc CORMICK de l'hypothèse du blocage de dislocations temporairement immobilisées.

b) Hypothèse d'un déplacement discontinu des dislocations.

Après avoir rendu compte de façon satisfaisante de ses résultats expérimentaux par le modèle de HAM et al, Mc CORMICK [110] constate que celui-ci ne lui permet cependant pas d'expliquer l'écart existant entre, d'une part

le taux de lacunes et la densité de dislocations respectivement requis pour satisfaire les conditions de température et de vitesse de déformation exprimées par la condition (III.4), d'autre part les valeurs de ces mêmes facteurs déterminées expérimentalement. Il est ainsi amené à expliciter la constante B de la relation (III.4).

Se basant sur le fait que, lors de la déformation du matériau, le déplacement des dislocations s'opère de façon discontinue - notamment à cause de la répartition hétérogène des contraintes - Mc CORMICK suggère que, seules, les dislocations temporairement immobilisées peuvent être bloquées. Il n'est alors plus nécessaire d'imaginer la diffusion des atomes vers les dislocations *en mouvement* et la formation d'une atmosphère freinant puis bloquant la dislocation ; il y a au contraire diffusion vers un défaut *fixe*. La condition d'apparition des décrochements dépend alors en fait de l'égalité possible entre le temps d'arrêt moyen des dislocations et le temps de vieillissement nécessaire à leur blocage.

Soit t_a le temps d'arrêt moyen et t_d le temps de déplacement d'une dislocation ; la vitesse moyenne v_d de celle-ci s'exprime donc par :

$$v_d = \frac{L}{t_a + t_d}$$

où L est l'espacement moyen entre obstacles.

La vitesse v_d est donc fortement conditionnée par t_a qui est très supérieure à t_d . On peut donc écrire $v_d \approx \frac{L}{t_a}$ soit, en terme de vitesse de déformation :

$$\dot{\epsilon} = b \cdot \rho \cdot v_d = \frac{b \cdot \rho \cdot L}{t_a}, \text{ d'où } t_a = \frac{b \cdot \rho \cdot L}{\dot{\epsilon}}$$

Par ailleurs, d'après FRIEDEL [111], le temps de vieillissement nécessaire pour que la concentration c_1 nécessaire au blocage de la dislocation soit atteinte est :

$$t_v = \left(\frac{c_1}{\alpha c_0} \right)^{3/2} \frac{k T b^2}{3 D U_m}$$

où α est une constante égale à 3, b le vecteur de Burgers de la dislocation et U_m l'énergie d'interaction soluté-dislocation.

L'égalité $t_a = t_v$ conduit à la relation :

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{\alpha c_0}{c_1} \right)^{3/2} \frac{3LNK}{kTb} \epsilon_c^{m+\beta} U_m D_0 \exp(-Q_m/kT) \quad (\text{III.5})$$

L'intérêt principal de cette théorie est de ne pas remettre en question les résultats acquis. En effet, à température constante, on retrouve bien une expression du type de celle donnée par la relation (III.4) en considérant l'identité de Q_m et de Q_1 dans un mécanisme lacunaire. Cependant, si la prise en compte de la formation de l'atmosphère elle-même (par le terme U_m/kT) modifie quelque peu l'influence du paramètre température, cette différence est insuffisante pour nous permettre de trancher entre l'une et l'autre des théories en nous basant uniquement sur le formalisme mathématique. Toutefois, comme nous le verrons dans le paragraphe consacré aux solutions c.c. interstitielles, d'autres auteurs ont proposé indépendamment un modèle reposant sur la même hypothèse de base que Mc CORMICK et traduisant convenablement les phénomènes observés. De plus, contrairement aux résultats de HAM et al évoqués ci-dessus, les travaux de DECERF et al [112] et de LLOYD et al [113] ont montré que dans leurs expériences un recuit consécutif à un précrouissage ne modifiait pas la valeur de ϵ_c . Ce fait soulignerait donc le rôle prépondérant des dislocations aux dépens de celui des lacunes.

Toutes les théories que nous venons d'évoquer, ainsi que celles qui peuvent en dériver, n'explicitent pour autant pas un résultat que nous développerons dans la deuxième partie de ce chapitre, à savoir que la contrainte d'écoulement augmente avec la température ($\frac{d\sigma}{dT} > 0$), tandis qu'elle décroît lorsqu'on augmente la vitesse de déformation ($\frac{d\sigma}{d\dot{\epsilon}} < 0$). Ces faits ont amené quelques auteurs à proposer des modèles différents susceptibles de justifier ces observations.

c) Autres modèles.

- DECERF et BAUWENS [114] ont considéré que la déformation plastique est due au déplacement simultané de dislocations libres et de dislocations ancrées par une atmosphère d'atomes de soluté. Ces auteurs ont proposé une relation reliant les contraintes nécessaires au déplacement de ces deux types de dislocations. De plus, en supposant que ces déplacements sont

thermiquement activés, ces auteurs prévoient l'instabilité de la déformation (c'est-à-dire l'existence des décrochements) et la variation concomitante de la contrainte d'écoulement qui, dans le domaine, où les décrochements se produisent, diminue lorsque la vitesse de déformation augmente. Ce modèle apparaît cependant incomplet car il précise les conséquences de l'effet PLC en postulant a priori son existence au lieu de tenter de le justifier.

● AUBRUN [115] présente un modèle qui a l'avantage de ne faire intervenir aucun paramètre spécifique : structure, type de soluté... etc.. La généralisation de la théorie de CAHN et de LÜCKE et STÜWE sur la recristallisation permet à AUBRUN [116] de définir une zone d'instabilité mécanique caractérisée par $\frac{d\sigma}{d\epsilon} < 0$ et $\frac{d\sigma}{dT} > 0$, relations existant lorsque se manifeste l'effet PLC. Cependant, nous considérons que ces relations sont des *conséquences* et non des *conditions* de l'effet PLC. Nous verrons pour preuve de cela, dans la deuxième partie du chapitre, que ces inégalités peuvent être satisfaites sans pour autant observer de discontinuités sur les courbes effort-déformation.

Parallèlement à ces études sur les solutions solides c.f.c. substitutionnelles, les travaux consacrés aux solutions solides c.c. interstitielles ont suscité des interprétations qui, bien qu'élaborées indépendamment, rejoignent celles évoquées ci-dessus.

B.1.3. L'effet PLC dans les alliages c.c. à soluté de nature interstitielle.

Les solutés interstitiels dans les alliages de structure c.c. se caractérisent par des coefficients de diffusion élevés et une énergie d'interaction importante avec les dislocations. L'effet PLC résultant revêt, dans ce cas, un caractère pratique très conséquent, car il a permis d'aborder tous les problèmes liés au vieillissement, en particulier, la "fragilité au bleu" des aciers [117] : cette dernière se traduit par une forte augmentation des propriétés mécaniques concomitante d'une perte de ductilité. Il a ainsi été montré que le carbone et l'azote provoquent un vieillissement dynamique dans le fer- α , qui reste très étudié pour ses applications technologiques, alors que dans les métaux comme le vanadium et le niobium, l'oxygène peut également intervenir [118, 119].

Malgré le très bon accord constaté entre les résultats expérimentaux et la théorie de COTTRELL, il est possible de trouver des approches différentes ayant pour but de justifier les comportements observés. C'est notamment le cas du travail de BERGSTRÖM et al [120] ; de même Mc CORMICK [110] a appliqué son modèle (décrit au paragraphe B.1.2. b)) au cas considéré ici.

a) Modèle de BERGSTRÖM et ROBERTS.

Ce modèle repose sur les variations de la densité totale de dislocations en fonction du taux de déformation. BERGSTRÖM [121] considère que ces variations peuvent intervenir dans quatre processus différents : la création, l'ancrage, la remise en mouvement et l'annihilation des dislocations. A partir de ce schéma et de l'observation par microscopie électronique de l'augmentation de la densité totale des dislocations dans le domaine d'existence des hachures, BERGSTRÖM et al [120] ont été amenés à retenir, sur la base de l'étude de BERGSTRÖM, l'hypothèse d'un blocage des dislocations temporairement immobilisées.

Lorsqu'une dislocation est momentanément stoppée (par un précipité, une inclusion, ou un joint de grains), la formation d'une atmosphère de COTTRELL diminue la probabilité de son "redémarrage". La poursuite de la déformation est alors assurée par la création de nouvelles dislocations.

Ce modèle permet à ses auteurs d'établir les résultats suivants :

- le processus de vieillissement dynamique dans le fer- α se déroule en deux phases ; tout d'abord, la diminution de la probabilité de remobilisation des dislocations, ensuite le blocage des dislocations mobiles. Cependant, le formalisme mathématique de ce modèle est très empirique. Son application repose sur de nombreuses hypothèses (densité de dislocations, contrainte interne, probabilité de remobilisation...) très aléatoires et par ailleurs peu accessibles expérimentalement. La même hypothèse de base est utilisée par Mc CORMICK, qui aboutit à une formulation plus classique.

b) Modèle de Mc CORMICK.

Bien qu'étant plus spécifiquement destiné aux solutions solides c.f.c., l'hypothèse de Mc CORMICK est valable dans le cas des solutions c.c.. Nous avons montré au paragraphe B.1.2. b) que, selon cet auteur, les hachures

apparaissent lorsque le temps d'arrêt moyen de la dislocation est égal à la durée nécessaire à la formation d'une atmosphère. Le développement du calcul aboutit à la relation (III.5).

Mc CORMICK a appliqué avec succès son modèle au cas d'un acier à bas carbone ($C < 0,08 \%$) "pressurisé" [122]. En effet, la "pressurisation" crée une densité de dislocations mobiles initiales suffisante et permet de supprimer la discontinuité à la limite élastique. Il est intéressant de noter que, dans ce cas, il existe un écrouissage minimal ϵ_c nécessaire à l'apparition de la première hachure. De plus, ϵ_c vérifie la relation (III.5).

Le modèle de Mc CORMICK nous semble donc convenir à une généralisation de l'interprétation du phénomène.

B.1.4. L'effet PLC dans les autres types de solutions solides.

a) Les solutions solides c.f.c. interstitielles.

Ces solutions offrent peu d'intérêt. Les interstitiels y sont très mobiles et les énergies d'interaction entre défauts assez faibles. Nous n'avons relevé que quelques études concernant la phase γ d'alliages ferreux, du type Fe-Ni-C [123].

b) Les solutions solides c.c. substitutionnelles.

Celles-ci sont très difficiles à étudier, car l'influence des éléments en insertion est telle qu'elle perturbe fortement les mécanismes mettant en jeu le soluté substitutionnel et les dislocations [124]. Néanmoins, les travaux consacrés à ce type de solutions se sont développés sur la base d'un alliage Fe-0,15 % Ti "libre d'interstitiels" ("gettered") [125]. Ils ont permis de mettre en évidence un effet PLC quand divers solutés sont ajoutés : Ni [126], Si [126]. CUDDY et al [127] font état d'un vieillissement dynamique dans les alliages "gettered" présentant un durcissement important, l'amplitude maximale des hachures étant proportionnelle au durcissement. Cependant, des discontinuités ont été également observées sur des alliages "non-gettered". C'est le cas des alliages Fe-Al [128], Fe-Mo [129], Fe-Nb [130]. L'interprétation de tous ces résultats est le plus souvent basée sur la théorie de HAM et al [103] et fait intervenir l'interaction des atomes de soluté et des dislocations. Mais elle n'est jamais pleinement satisfaisante et les auteurs restent prudents.

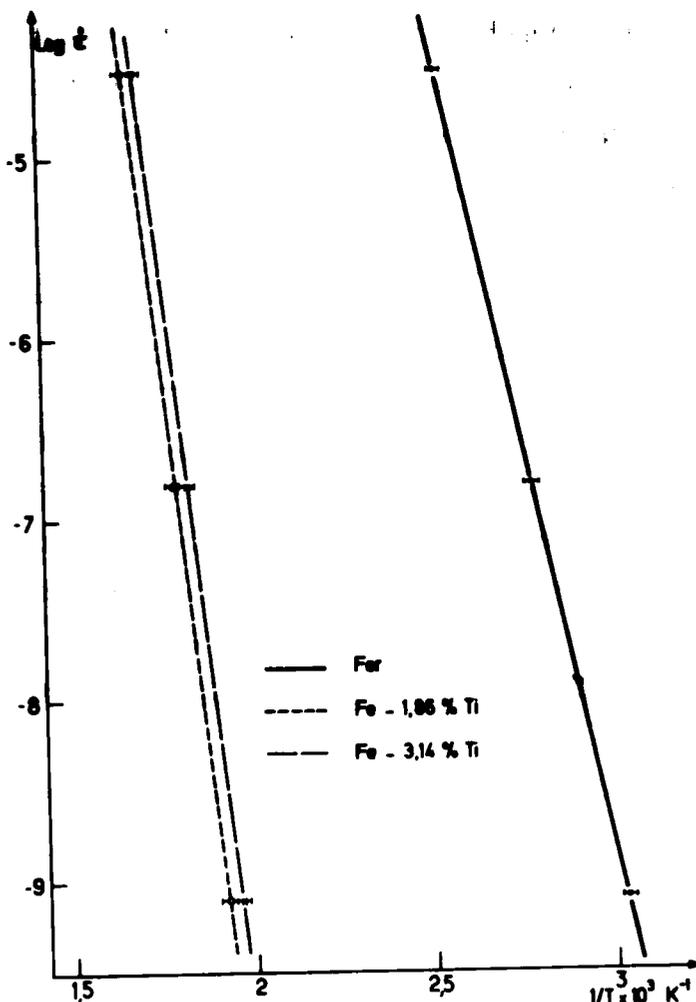


FIG. III - 7 - Influence de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ sur la température d'apparition des hachures.

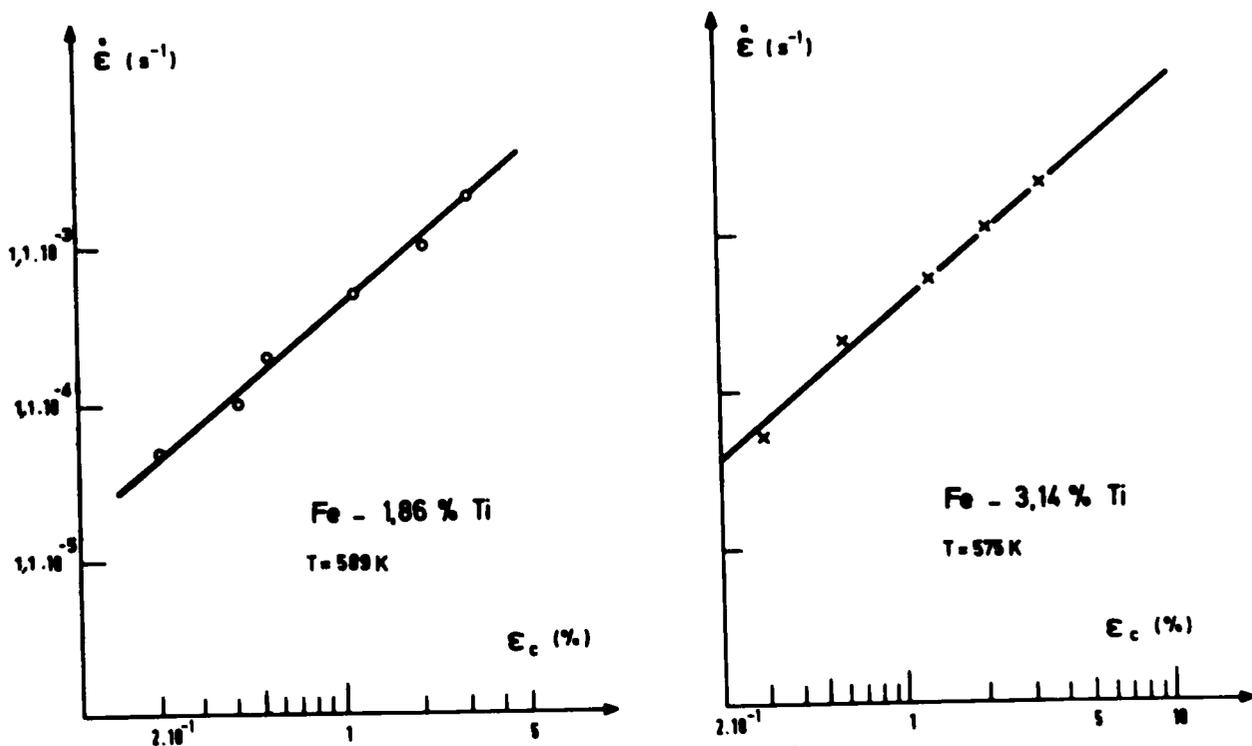


FIG. III - 8 - Influence de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ sur l'écroutissage critique ϵ_c .

Nous avons donc cherché à appliquer les différents modèles retenus afin de préciser le mécanisme qui est à l'origine des hachures observées, essentiellement en appliquant les relations déterminées dans chaque cas, c'est-à-dire les relations (III.2), (III.4) et (III.5).

B.2. Détermination de l'énergie d'activation du phénomène.

B.2.1. Application des relations théoriques.

Les énergies d'activation apparentes Q_{app} ont été évaluées à partir de l'équation (III.2) en considérant les températures d'apparition du phénomène, mesurées respectivement dans le cas du solvant de base puis avec deux alliages (fig. III.7). Dans le cas du fer de base, le résultat trouvé $Q_{app} = 0,79$ eV est tout à fait comparable à la valeur couramment admise de l'énergie de diffusion du carbone et de l'azote dans le fer qui est de l'ordre de 0,8 eV [131]. Au contraire, pour les alliages à 1,86 % et 3,14 % de titane, les valeurs de Q_{app} , respectivement égales à 1,54 et 1,49 eV sont très supérieures.

L'évolution de l'écroutissage critique ϵ_c en fonction de la vitesse de déformation à température constante permet de déterminer la valeur de l'exposant de l'équation (III.4). Les droites obtenues, reportées sur la figure III.8, donnent une valeur commune $m + \beta = 1,40 \pm 0,01$. Cet exposant étant connu, les variations de $\text{Log } \dot{\epsilon}$ en fonction de $1/T$ devraient permettre d'évaluer Q_1 à partir de la même relation ; en fait, dans notre cas l'application de cette méthode n'a pas conduit à des résultats cohérents.

Au contraire, l'équation (III.5) a permis de calculer Q_m en reportant les variations de l'expression $[(m + \beta) \text{Log } \epsilon_c - \text{Log } T]$ en fonction de $1/T$. Les droites obtenues pour les quatre alliages considérés (fig. III.9) ont des pentes très voisines, dont la valeur conduit sensiblement à $Q_1 = (1,40 \pm 0,05)$ eV, chiffre par ailleurs voisin de ceux obtenus à partir de l'équation (III.2). Par suite, si l'on considère que l'énergie d'activation du phénomène est sensiblement égale à 1,4 eV, quelle que soit la teneur en soluté (pourvu que $0,12 < Co < 3,14$ % Ti), on peut en déduire que les *interstitiels ne sont probablement pas à l'origine du PLC* dans les alliages étudiés, et s'interroger sur le rôle du titane dans le mécanisme impliqué.

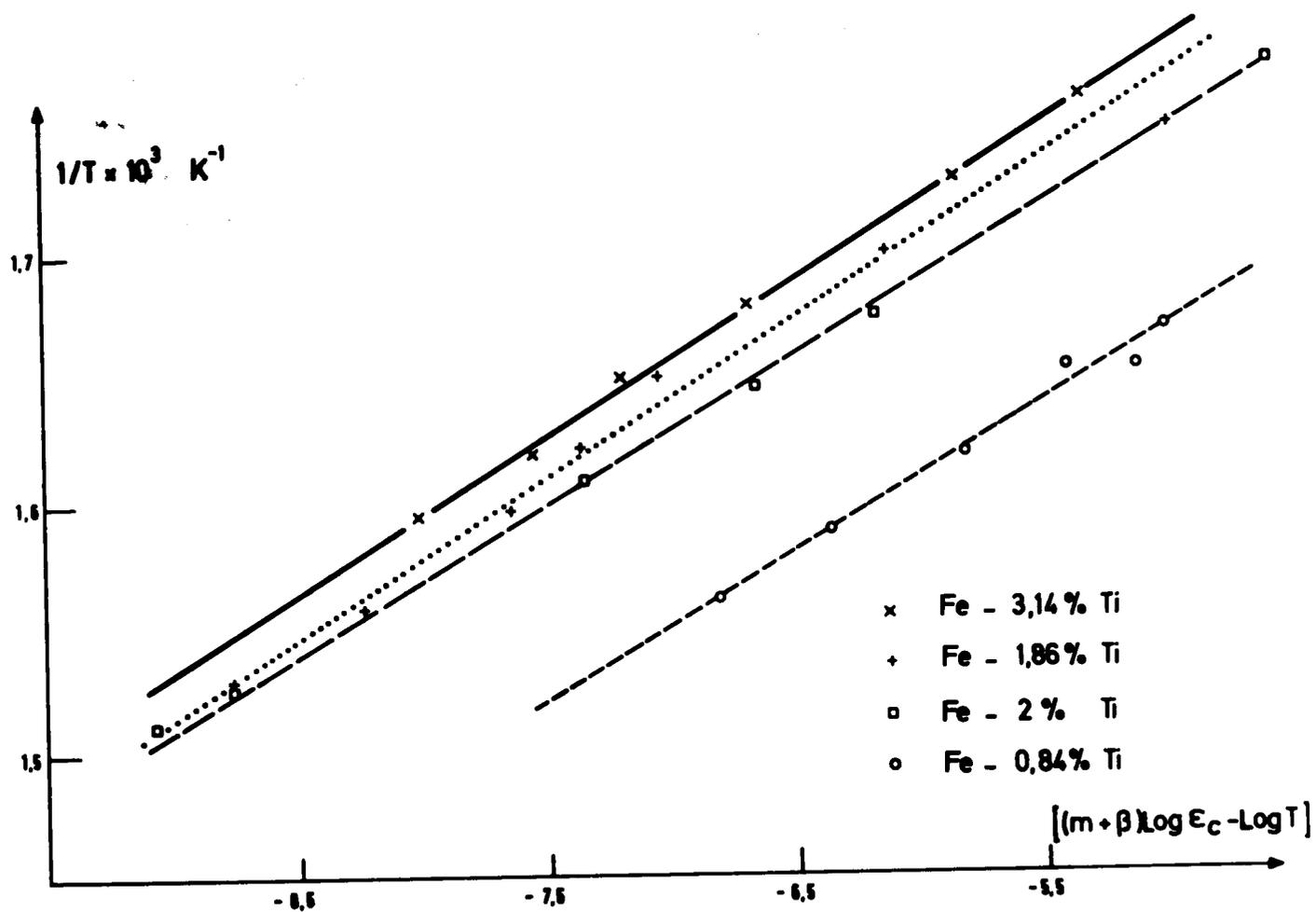


FIG. III.9 - Variations de l'expression $[(m + \beta) \text{Log } \epsilon_c - \text{Log } T]$ en fonction de l'inverse de la température.

B.2.2. Signification de Q_1 .

Bien que la valeur de l'énergie de diffusion du titane dans le fer soit connue avec une précision toute relative, elle semble être assez élevée et se situer aux environs de 2,6 eV [132]. Il est donc tentant d'extrapoler le modèle établi pour les alliages c.f.c. substitutionnels, au cas des c.c. substitutionnels : les atomes de soluté en substitution bloqueraient les dislocations sous réserve de considérer que la diffusion de ces atomes soit sensiblement accélérée par la présence de lacunes excédentaires créées par l'écroutissage ; toutefois, comme nous l'avons vu ci-avant, l'énergie déterminée expérimentalement devrait alors être celle caractérisant l'énergie de migration des lacunes.

Il est hélas difficile de trouver une valeur précise de cette énergie de migration E_m des lacunes au sein des alliages considérés. Nous avons pu relever quelques valeurs qui sont regroupées dans le tableau III.5. Celui-ci illustre bien l'incertitude liée à la détermination de E_m et par là-même de E_f (énergie de formation des lacunes), liées par la relation :

$$Q_{Fe} \approx E_f + E_m$$

où Q_{Fe} est l'énergie d'autodiffusion du fer.

	E_m	E_f	Q_{Fe}	Réf.
Fer	0,68			131
Fe-Al	$1 \pm 0,15$			128
Fer- α	1,2		2,8	133
Fer	$< 0,95$	$> 1,7$		134
Fer	1,1	1,5	2,6	135
Fe-Cr		$1,1 < E_f < 1,4$		136
Fe-Mo	$1 < E_m < 1,5$			137
Fe-Ti			$3 < Q_{Fe} < 3,2$	138

TABEAU III.5

Valeurs (exprimées en eV) des énergies de formation E_f et de migration E_m des lacunes dans le fer, et d'autodiffusion du fer.

Cependant, il est bien connu que E_f est diminuée par l'addition, au métal considéré, d'un élément de rayon atomique plus élevé. Parallèlement, l'énergie d'autodiffusion augmente si l'interaction lacune-soluté est forte [138]. Ainsi, Q_{Fe} varie de 3 eV à environ 3,2 eV dans les alliages Fe-Ti, lorsque la teneur en titane croît de 0,13 à 1,36 % at [138]. Donc, si d'une part E_f est diminuée, si d'autre part Q_{Fe} est augmentée, $E_m = Q_{Fe} - E_f$ doit croître au delà de 1 eV. Il ne nous est pas possible, compte tenu des maigres données numériques, d'évaluer les différentes variations de ces énergies. Cependant les considérations précédentes rendent possible un mécanisme de diffusion lacunaire.

Nous avons tenté de fournir une preuve expérimentale directe du rôle exercé par les lacunes. En effet, en maintenant des lacunes en sursaturation par trempe depuis des températures suffisamment élevées, il est théoriquement possible de diminuer la valeur de l'écrouissage critique ϵ_c [104]. Or des essais de traction effectués après de telles trempes se sont avérés inopérants, fait déjà constaté antérieurement par d'autres auteurs [139]. De tels essais ne nous semblent cependant pas décisifs en ce sens que :

- d'une part la température maximale de trempe pouvant expérimentalement être considérée doit rester inférieure à 1200 K environ en raison de la proximité de la boucle γ (dans le cas des faibles teneurs en titane).

- d'autre part, que la nature de l'atmosphère d'argon du dispositif de trempe entraîne une contamination aux températures supérieures.

Pour ces raisons, l'excès de lacunes susceptible d'être maintenu à l'ambiante risque d'être trop limité ; sur un autre plan, le phénomène PLC ne se manifeste qu'au-delà de 550 K et l'excès éventuel de lacunes peut être au moins partiellement résorbé au cours de la mise en température de l'échantillon. Ce point nous paraît d'ailleurs important, alors qu'il est ignoré dans la majorité des cas. Notre dispositif de traction sous vide nécessite un maintien préalable dans le four chaud, d'environ deux heures, au cours duquel la teneur en lacunes doit atteindre l'équilibre thermique (à la température considérée).

Par ailleurs, nous avons effectué des expériences de pré-écrouissage schématisées sur la figure III.6. Un recuit consécutif à ce pré-écrouissage ϵ_p devrait permettre d'annihiler la majorité des lacunes d'origine mécanique

et se traduire par une augmentation de ϵ_c [103] (fig. III.6 a et b) : c'est du moins ce qui est observé avec les solutions solides c.f.c. substitutionnelles par exemple (pour lesquelles le rôle des lacunes est reconnu comme essentiel) ; le recuit effectué après la déformation ϵ_p accroît alors nettement l'écrouissage minimal ϵ_c jusqu'en ϵ'_c . Dans le cas des solutions solides Fe-Ti ici considérées, aucune modification significative de la valeur de ϵ_c n'a été constatée (fig. III.6 c et d), résultat également obtenu par [112] et [113].

Pour autant, si ce résultat est contraire à celui observé dans les solutions solides c.f.c., il peut également traduire le rôle prépondérant exercé par les lacunes. En effet, nous avons signalé au paragraphe A.4.3 qu'aucun vieillissement statique ne peut se produire sans qu'une déformation ait été imposée, donc que la concentration de lacunes à l'équilibre thermique n'est pas suffisante pour créer des atmosphères efficaces. Par contre, une prédéformation doit créer un excès suffisant de lacunes pour qu'un vieillissement statique puisse ultérieurement se développer, sous réserve que ces lacunes ne soient pas éliminées ; deux raisons rendent cette hypothèse plausible :

- nous avons montré au début de ce paragraphe que dans les solutions solides de fer- α et en particulier dans nos alliages fer-titane, l'énergie de migration des lacunes est élevée : il en résulte que - les températures considérées se situant vers 550 K - l'élimination des lacunes doit être faible.

- en outre, la concentration de lacunes à l'équilibre thermique, bien qu'insuffisante, est relativement élevée, le degré de sursaturation lié à la présence de lacunes d'écrouissage doit donc être faible et cela ne peut accélérer substantiellement l'élimination.

Ainsi lorsque la déformation commence, les dislocations mobiles créent des lacunes lors de leur déplacement ; ces lacunes favorisent donc localement la diffusion des atomes de titane, préférentiellement vers les dislocations, à cause des perturbations que ces dernières laissent dans leur sillage. Dès qu'une dislocation s'immobilise, il peut se former une atmosphère de concentration suffisante pour l'empêcher de repartir : de là, découle la nécessité d'un écrouissage pour observer un vieillissement tant dynamique que statique.

Par ailleurs, l'hypothèse que les lacunes d'écrouissage ne s'éliminent pas pendant le maintien effectué après une prédéformation modérée, permet de justifier le comportement décrit dans la figure III.6 c et d ; si le paramètre ϵ_c traduit le fait qu'un état structural tel que les nombres respectifs d'obstacles et de défauts créés soient suffisants, doit être atteint :

- d'une part, au cours d'un arrêt transitoire de la déformation le nombre de dislocations ne changera pas,

- d'autre part, il en sera de même pour la quantité des lacunes d'écrouissage, par suite, ϵ_c restera le même que l'on procède à la déformation de façon continue ou avec un arrêt intermédiaire.

En résumé, cette analyse montre que le phénomène est selon toute vraisemblance contrôlé par un mécanisme faisant intervenir pour l'essentiel des lacunes d'origine mécanique.

B.3. Discussion.

Dans ce qui précède nous avons clairement montré qu'il n'était pas possible d'interpréter nos résultats sur la base des modèles classiques proposés par [102] et [103] ; de même, d'autres auteurs qui ont étudié des solutions solides c.c. de nature substitutionnelle sont arrivés à la même conclusion [6] . Par contre, le modèle suggéré par Mc CORMICK semble être mieux adapté pour décrire le comportement de ce type de solution solide.

En effet, dans la théorie de COTTRELL, l'interaction soluté-dislocation n'est possible que si la mobilité des atomes de soluté est voisine de celles des dislocations, ce qui suppose que le soluté migre assez rapidement et sur de grandes distances. Au contraire, selon Mc CORMICK, la formation d'une atmosphère autour d'une dislocation immobilisée ne nécessite pas une mobilité importante du soluté, et elle ne met essentiellement en jeu que les atomes localisés dans le voisinage immédiat de cette dislocation. Cette mobilité doit cependant être suffisante pour que la concentration nécessaire à l'ancrage soit atteinte avant la remobilisation du défaut linéaire. On conçoit donc aisément que ce schéma soit mieux adapté au comportement des substitutionnels dont les coefficients de diffusion sont sensiblement plus

faibles que ceux caractérisant les interstitiels.

Bien que nous ayons montré au paragraphe précédent la plausibilité d'un mécanisme lacunaire (sur la base de la compatibilité entre l'énergie d'activation mesurée et la valeur probable de l'énergie de migration des atomes de soluté), nous avons également envisagé la possibilité d'un ancrage résultant d'un mécanisme de "pipe-diffusion" ; en effet, on peut imaginer que le blocage des dislocations résulte d'une diffusion des atomes de soluté le long des dislocations ayant pour conséquence de créer une répartition uniforme de ces atomes. Un certain nombre de mesures expérimentales [140] ont montré que l'énergie associée à un tel phénomène était sensiblement moitié de celle mise en jeu à la faveur d'une diffusion dans le réseau. En conséquence, si le mécanisme de "pipe-diffusion" contrôlait l'ancrage des dislocations, on devrait s'attendre à trouver une énergie d'activation apparente associée de l'ordre de 1,3 eV; la valeur que nous avons expérimentalement déterminée à savoir 1,4 eV est compatible avec une telle hypothèse ; cependant, la diffusion le long des dislocations suppose que les atomes migrant sont constamment amenés sur ces défauts ce qui, dans le cas présent, ne peut être réalisé que par diffusion en volume du soluté : en définitive, on se trouve donc ramené à l'analyse effectuée en fin du paragraphe précédent, c'est-à-dire à conclure que la diffusion lacunaire (mécanisme le plus lent de ceux mis en jeu) contrôle le phénomène global dès l'instant où l'on admet une immobilisation de durée suffisante des dislocations primitivement mobiles, par certains obstacles.

L'analyse des diverses hypothèses compatibles avec l'énergie d'activation déterminée expérimentalement nous a permis de conclure à un piégeage des dislocations par la formation de nuages d'atomes de titane dont la diffusion s'opère par un mécanisme lacunaire. Nous avons par ailleurs supposé que ce piégeage intéressait les dislocations momentanément immobilisées. Nous allons considérer dans les prochains paragraphes les conséquences de ce blocage sur le comportement plastique des alliages étudiés, et notamment en quoi elles peuvent expliquer les discontinuités observées sur les courbes effort-déformation.

C - Détermination des mécanismes responsables des discontinuités.

C.1. Rappel bibliographique.

Les discontinuités ont été à l'origine interprétées par COTTRELL en termes d'ancrage et de désancrage des dislocations. La formation d'une atmosphère autour de la dislocation mobile freine celle-ci, puis la piège. Un accroissement de la contrainte est alors nécessaire à l'arrachement de la dislocation de son atmosphère. La répétition de ce processus donne lieu aux discontinuités observées sur les courbes effort-déformation.

Cependant depuis les travaux de JOHNSTON [141] sur le décrochement à la limite élastique et signalant une augmentation de la densité des dislocations, il est acquis que la chute de contrainte observée (limite élastique inférieure) ne correspond pas à un désancrage, mais à la création de nouvelles dislocations. D'autre part un semblable accroissement du nombre de dislocations a été observé en microscopie électronique sur des échantillons déformés à une température où l'on observe des hachures : cette similitude de comportement a suggéré de prendre en compte, pour interpréter les hachures, un mécanisme d'ancrage suivi d'une création de nouvelles dislocations.

On peut considérer que c'est en premier RUSSELL [142] qui a, en 1963, distingué deux types de hachures pour lesquelles deux interprétations différentes ont été proposées. Leur origine commune demeure évidemment l'interaction soluté-dislocations, mais les décrochements se différenciaient par la localisation des dislocations dans la bande de déformation qu'elles affectaient. Les hachures de type A ont été associées au vieillissement des dislocations glissant derrière la bande de déformation : plus lentes, elles sont les premières à interagir avec le soluté. Les hachures de type B, observées à plus haute température, initialement par COTTRELL, ont été reliées par RUSSELL au vieillissement de la tête de la bande de déformation composée de dislocations plus rapides.

D'autres auteurs ont par la suite distingué plusieurs types de décrochements :

- repérés par les vocables A, B et C par WIJLER et al [108], puis simplifiés en types A et B seulement (les types B et C étant très proches) ;
- dénommés types I et II pour GUILLOT et al [105] ;
- types A et B pour Mc CORMICK [107] ;
- types A, B et C pour MOHAMED et al [109].

En fait, dans tous ces travaux cités, les solutions solides étudiées étaient de nature c.f.c. substitutionnelle et les caractéristiques des discontinuités étaient semblables à celles que nous avons observées. Nous pouvons également signaler la classification suggérée par YOSHINAGA et al [143] dans le cas des solutions solides interstitielles du vanadium, à savoir deux types de hachures A et B, le type B pouvant présenter deux aspects B et C très proches. C'est par analogie à ces résultats que nous avons dénommé A et B les deux sortes de discontinuités observées au cours de ce travail.

Le modèle retenu pour l'interprétation de ces deux types peut être schématisé ainsi :

- type A : hachures de blocage ;
- type B : hachures de déblocage.

En effet, aux basses températures où sont observées les hachures de type A, le soluté trop lent ne peut pas suivre les dislocations qui sont *ancrées*. Les décrochements correspondent alors à la création de nouvelles dislocations et à la propagation d'une bande de déformation.

Les hachures de type B, observées aux températures plus élevées, sont dues au *désancrage* des dislocations bien que celles-ci puissent, à cette température, entraîner leur atmosphère.

Nos résultats corroborent assez bien ces hypothèses.

C.2. Mécanisme des hachures.

Pour plus de simplicité, nous raisonnerons sur les courbes $(F, \Delta l)$ enregistrées avec la machine dure utilisée et données à titre d'exemple dans la figure III.1 ; de la sorte, les phénomènes mis en jeu seront essentiellement décrits sur la base de fluctuations de contrainte, indépendamment des discontinuités d'allongement qui se produisent parallèlement.

a) Lorsque la température est telle que le soluté présente une mobilité suffisante, il y a possibilité de blocage. Deux facteurs interviennent alors : le temps d'arrêt moyen des dislocations et la concentration en lacunes nécessaire à la diffusion du soluté. Or, au début de la déformation il y a peu de défauts et le nombre d'obstacles au mouvement des dislocations est faible : le temps d'arrêt moyen des dislocations est alors court et insuffisant pour que le blocage soit réalisé ; lorsque la déformation croît,

le nombre total de dislocations augmente, mais celui des dislocations mobiles reste sensiblement constant [144] : de ce fait, l'ensemble des dislocations immobiles constituant des obstacles devient plus grand. Le temps d'arrêt des dislocations immobilisées a tendance à être plus notable, de sorte qu'il devient possible au soluté de provoquer le phénomène de blocage : un écrouissage minimal ϵ_{CA} est donc nécessaire aux basses températures, pour assurer un temps d'arrêt moyen suffisant.

Par ailleurs, comme nous l'avons montré au paragraphe B.2.2., les lacunes créées au cours de la déformation favorisent la diffusion du soluté. Un écrouissage minimal apparaît donc, là aussi, nécessaire à l'apparition du phénomène. Cependant les récents travaux de JOURNAUX et CIZERON [145] ont montré que le temps d'arrêt moyen des dislocations était sensiblement constant au cours d'un essai de traction. Il semble donc que, seul, le second facteur envisagé soit à l'origine de l'écrouissage critique.

Lorsque la température augmente, la mobilité du soluté est plus grande, le blocage est donc réalisé plus rapidement; il est donc logique que l'écrouissage critique ϵ_{CA} décroisse lorsque la température s'élève.

Les dislocations ainsi piégées ne peuvent plus se libérer et la densité des dislocations mobiles (dont elles faisaient partie) diminue progressivement. La contrainte nécessaire à la poursuite de la déformation s'élève jusqu'à une valeur telle qu'il y ait création de nouvelles dislocations ; le fait d'activer de nouvelles sources provoque alors une chute brutale de contrainte. Le processus peut se répéter et il conduit aux *hachures de type A*. On s'explique ainsi aisément que, la déformation croissant, la contrainte nécessaire à la création des nouvelles dislocations augmente, d'où une amplitude $\Delta\sigma_A$ de plus en plus notable.

b) Pour les hachures de type B, observées à température plus élevée, la mobilité du soluté est devenue suffisante pour permettre aux dislocations de se déplacer accompagnées de leurs atmosphères. De ce fait, dans le domaine des températures où existe ce seul type de hachures, on observe d'abord que la courbe de consolidation ne comporte pas de hachure ; par contre, lorsque la contrainte devient telle que les dislocations peuvent se désancrer, des hachures apparaissent.

Lorsque le déblocage d'une dislocation se produit, cette dernière ne demeure libre qu'un temps très court, car elle est immédiatement repiégée par l'atmosphère de la dislocation qui la précédait, et ceci pour deux raisons :

- la durée très brève de déplacement ne permet pas à l'atmosphère qu'elle vient de quitter de se dissoudre, dès l'instant où une autre dislocation vient interférer,

- la chute de contrainte correspondant au déblocage empêche la dislocation temporairement désancrée de sauter le nouvel obstacle rencontré. Il se produit donc apparemment une remise en charge "élastique", correspondant à la courbure de la dislocation repiégée, avant que celle-ci n'entraîne sa nouvelle atmosphère. Il s'en suit un court domaine de consolidation avant que la contrainte nécessaire au processus d'échappement soit de nouveau atteinte. Ce phénomène est susceptible de se répéter et il conduit aux *hachures de type B*.

Il existe donc également un écrouissage critique ϵ_{c_B} avant que ne soit appliquée la contrainte déclenchant la première hachure ; cet écrouissage croît cette fois avec la température, car la mobilité des atomes de soluté augmente, les atomes peuvent accompagner plus facilement les dislocations et la contrainte correspondant à la première hachure est observée pour un allongement plus important.

C.3. Influence de la teneur en titane.

L'analyse de l'influence exercée par la teneur en titane sur les caractéristiques des deux types de hachures, permet de faire deux remarques ; l'addition de titane se traduit en effet, toutes choses égales par ailleurs :

● à la fois par un niveau de contraintes internes plus élevé ; il en résulte un durcissement de la solution solide lié aux distorsions engendrées dans le réseau (ce point sera développé dans le chapitre IV) ;

● et par une densité plus importante des atmosphères.

Aux températures plus élevées, le facteur prédominant est la concentration en soluté des atmosphères, puisque c'est le blocage des dislocations qui intervient. Comme cette concentration varie avec $c_0 \exp \frac{m}{RT}$ (III.1), les

hachures de type A apparaissent à une température d'autant plus faible que l'alliage est plus chargé.

Au contraire, aux températures plus élevées, les dislocations étant saturées, la teneur en titane ne peut influencer sur le phénomène observé qu'en raison de l'élévation du niveau moyen des contraintes résultant de la présence du soluté. C'est pourquoi, dans le cas où il y a davantage de titane, et où les contraintes internes sont plus élevées, il sera plus facile à chaque dislocation de tirer son atmosphère et les décrochements du type B disparaîtront plus tôt.

D - Conclusion.

Nous avons, au cours de cette étude, relié l'effet PLC à l'interaction se produisant entre les atomes de titane et les dislocations. Cette interaction se manifeste essentiellement - selon la température - par deux types d'anomalies. Toutefois la formation des atmosphères, qui permet l'ancrage des dislocations, ne peut se faire que si un nombre suffisant d'obstacles immobilisent les dislocations pendant le temps minimal nécessaire à la diffusion du soluté. Celle-ci s'effectue par un mécanisme lacunaire, les défauts concernés étant d'origine mécanique.

Nous considérons dans la deuxième partie de ce chapitre, la répercussion de l'effet PLC observé sur les propriétés mécaniques des matériaux étudiés.

2ème Partie : CONSEQUENCES DE L'EFFET PORTEVIN-LE CHATELIER SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES ALLIAGES Fe-Ti.

A - Résultats.

A - 1. Limite élastique.

Les courbes de variation de la limite élastique σ_E en fonction de la température, pour différentes teneurs en soluté, sont rassemblées dans la figure III.10. Les courbes relatives aux alliages présentent un palier, alors que celle relative au fer de base comporte seulement une anomalie dans l'intervalle 400 - 600 K.

A - 2. Contrainte à la rupture.

Les variations de la contrainte à la rupture σ_M en fonction de la température, représentées par les courbes de la figure III.11(a) comportent (au contraire de celles traduisant $\sigma_E = f(T)$) des extrema :

- pour le fer non allié, il existe un maximum très prononcé,
- pour les alliages peu chargés (0,12 % et 1,86 % de titane) on observe également un maximum qui est cependant moins net et situé à plus haute température,
- enfin, dans le cas de l'alliage à 3,14 %, on peut noter deux maxima dont le premier est peu accentué.

Les températures du maximum dans le cas des alliages peu chargés, et celle du maximum le plus accusé dans le cas de l'alliage le plus chargé (3,14 % Ti) sont sensiblement équivalentes (de l'ordre de 713 K) ; elles sont par ailleurs très supérieures à celle du maximum constaté avec le fer non allié (environ 553 K).

L'amplitude du maximum situé vers 713 K augmente lorsque la teneur

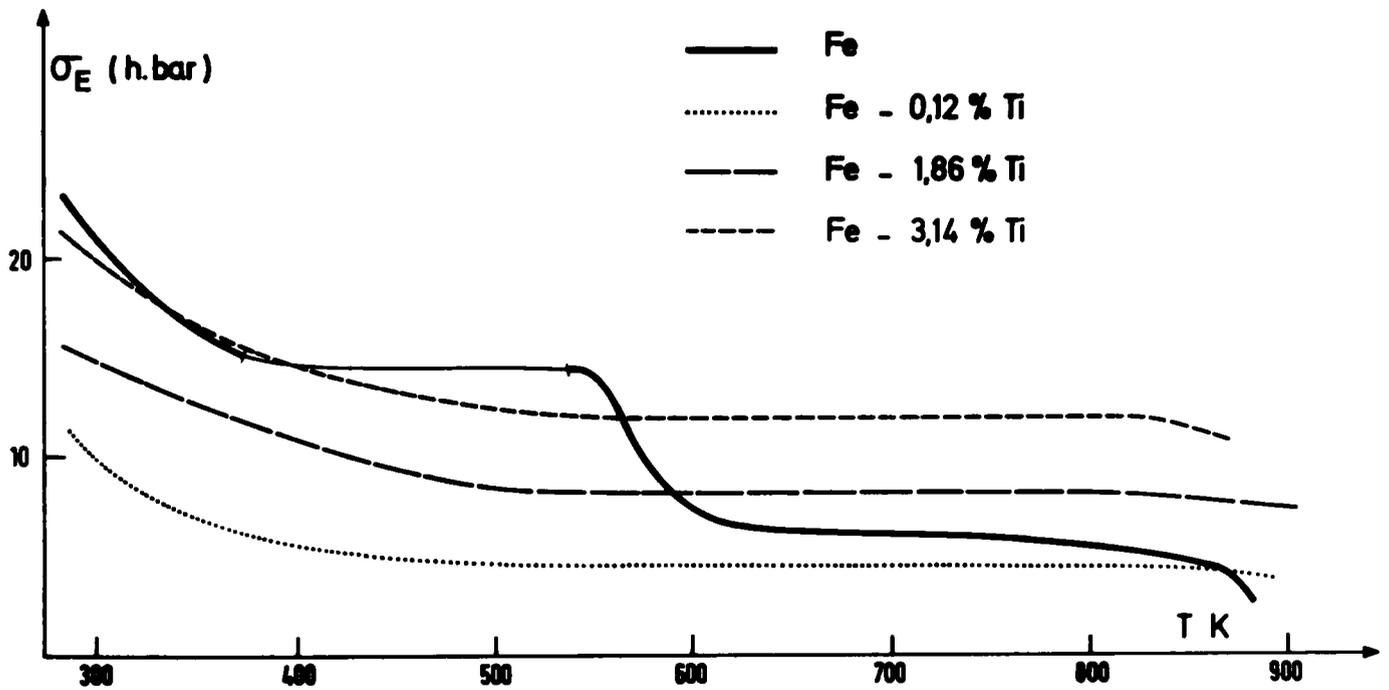


FIG. III.10 - Influence de la température sur la limite élastique σ_E

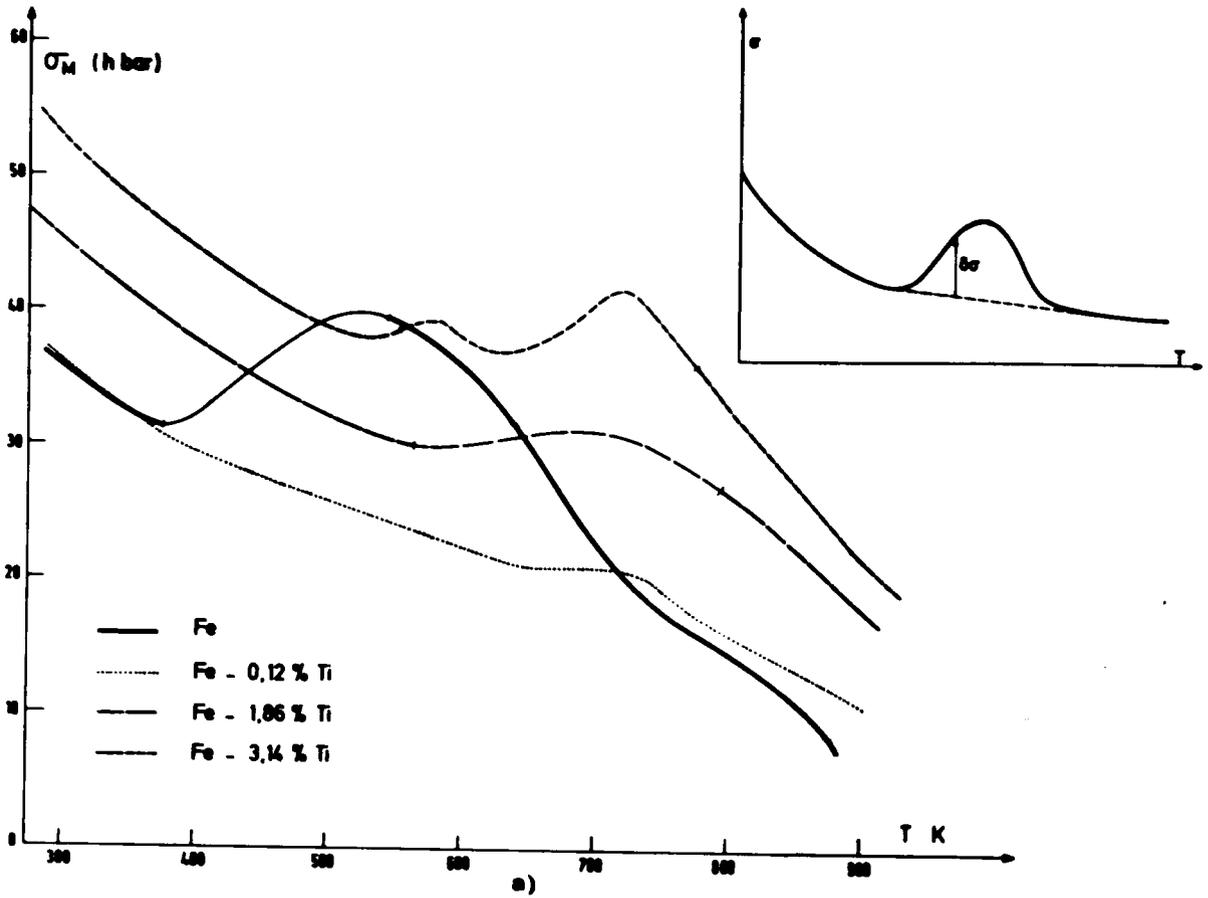
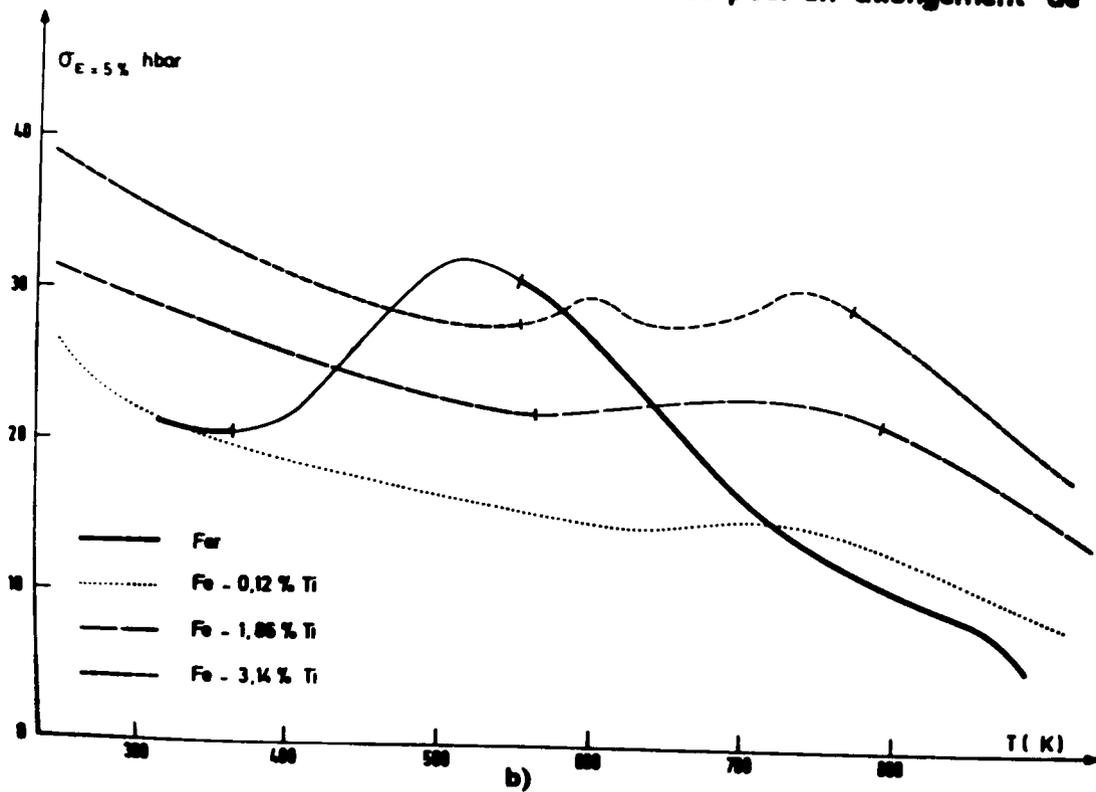


FIG. III.11. Influence de la température sur :

a) la contrainte à la rupture σ_M .

b) la contrainte d'écoulement mesurée pour un allongement de 5%.



en titane croît.

On peut noter par ailleurs que l'évolution de la contrainte d'écoulement mesurée pour un allongement de 5 % (soit σ_5 %) est similaire (fig. III.11(b)) à celle évoquée précédemment dans le cas de σ_M .

A - 3. Taux de consolidation.

Sur la figure III.12, sont reportées les variations du taux de consolidation ($\frac{d\sigma}{d\epsilon}$) mesuré pour un allongement de 5 %. Dans le cas des alliages, deux maxima sont successivement mis en évidence, corroborant ainsi ceux observés sur les courbes $\sigma_M = f(T)$ et $\sigma_{5\%} = f(T)$, dans le cas de l'alliage à 3,14 % de titane.

Si la température du deuxième maximum reste sensiblement constante dans le cas des alliages, par contre celle du premier maximum a tendance à diminuer lorsque la concentration en titane augmente ; d'autre part, les ordonnées des extréma croissent en même temps que la teneur en soluté.

Il faut cependant noter que la "surconsolidation" (c'est-à-dire le surcroît de résistance à la déformation), traduite par les extréma mis en évidence sur les courbes de variation de σ_5 % et σ_M reste limitée dans le cas des alliages, comparativement à ce qui est observé dans le cas du fer de base (comparer à cet effet les figures III-11 et 12).

A - 4. Allongement uniformément réparti.

Dans le cas du fer de base, et aux températures où il se manifeste, le phénomène PLC se traduit par une perte notable de ductilité (fig. III.13). Au contraire, dans le cas des solutions solides Fe-Ti, l'allongement ϵ_M reste sensiblement constant, et semble peu affecté par l'existence du vieillissement dynamique. Tout au plus, peut-on différencier le comportement de l'alliage à 0,12 % de titane, où un léger maximum apparaît vers 560 K.

La diminution de ϵ_M aux températures supérieures à 800 K, dans le cas du fer, est probablement liée à l'intervention du glissement intergranulaire. Cet effet semble moins marqué pour les solutions solides considérées, bien que dans le cas de l'alliage à 0,12 % Ti il puisse se manifester à plus

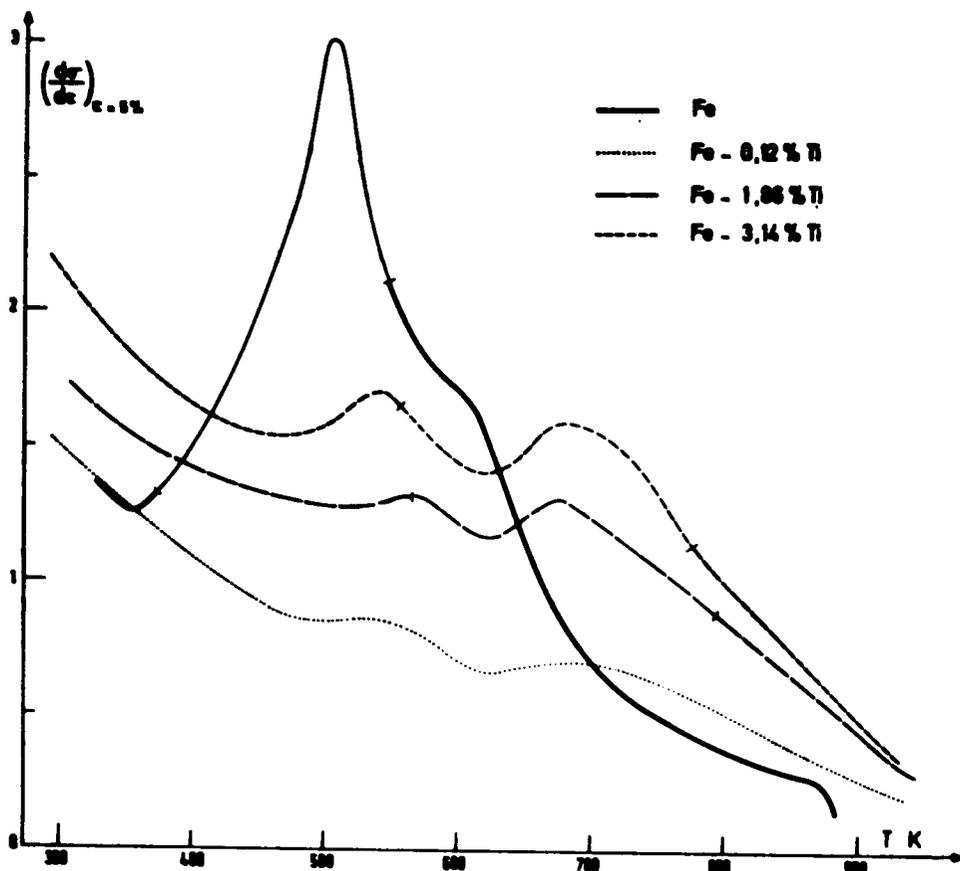


FIG. III.12 - Influence de la température sur le taux de consolidation mesuré pour un allongement.

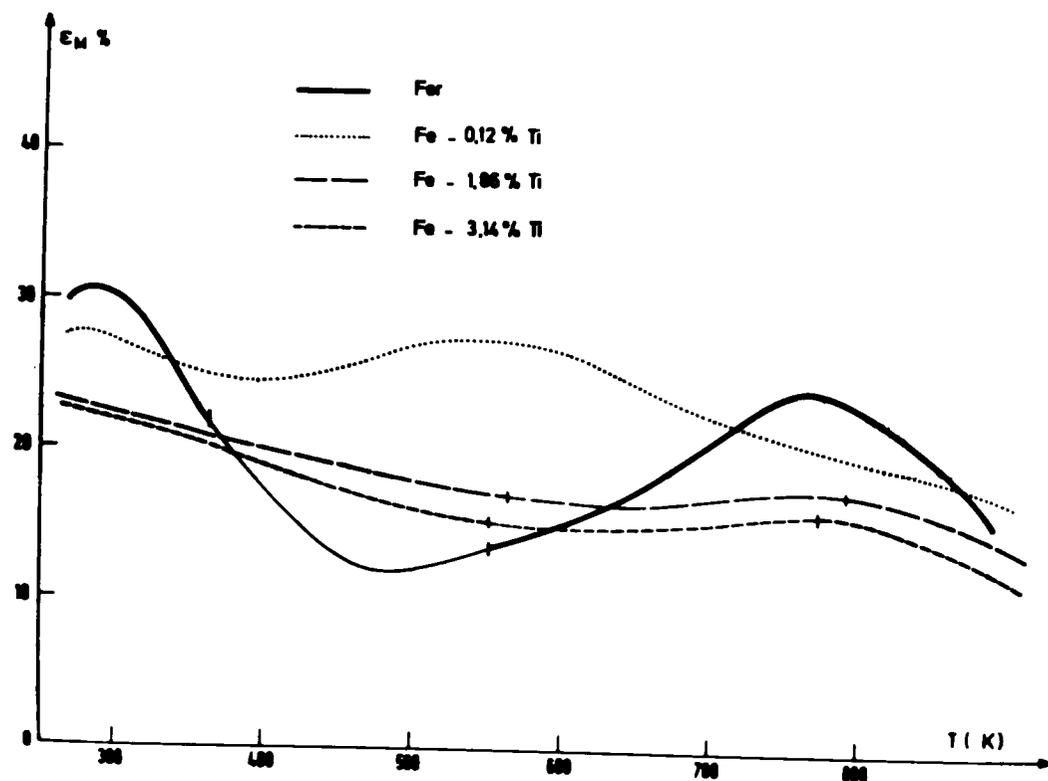


FIG. III.13 - Influence de la température sur l'allongement uniformément réparti ϵ_c .

basse température, ce qui expliquerait le maximum observé.

A - 5. Remarques.

● Les températures caractérisant les différents extréma sont regroupées dans le tableau III.6. On constate que les températures correspondant au maxima des courbes $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{5\%} = f(T)$ sont inférieures à celle du maximum unique ou principal des courbes $\sigma_M = f(T)$.

C % pds Ti	0	0,12	1,86	3,14
$\left[\sigma_M = f(T)\right]_{\max}$	553	713	713	718 578
$\left[\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{5\%} = f(T)\right]_{\max}$	498	693	663 583	683 523

TABLEAU III.6

Températures (exprimées en K) des maxima des courbes

$$\sigma_M = f(T) \text{ et } \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{5\%} = f(T)$$

● Les domaines où se manifeste un "surcroît de résistance" sont en relation directe avec l'existence des hachures sur les courbes de traction. Il nous faut cependant noter que dans le cas de l'alliage à 0,12 % de titane, les courbes de variation de $\sigma_{5\%}$, σ_M et $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{5\%}$ avec la température comportent des extréma alors que les courbes effort-déformation correspondantes sont exemptes de toute discontinuité. Un résultat semblable a été obtenu sur des alliages Fe-Cr [129].

L'explication de cette absence de corrélation entre les hachures et les anomalies observées sur les courbes de variation de contraintes avec la température tient, à notre sens, dans la faiblesse des interactions entre les atmosphères de soluté et les dislocations. En effet, il est admis que cette interaction est à l'origine de la surconsolidation observée. Or, si

celle-ci demeure modérée, que la teneur en soluté soit trop faible (cas de l'alliage Fe - 0,12 % Ti), ou que les distorsions introduites par le soluté soient limitées (cas des alliages Fe-Cr), elle est insuffisante pour diminuer notablement la densité de dislocations mobiles et provoquer l'apparition de hachures (au moins d'amplitude décelable). Néanmoins, cette interaction est réelle et peut donner lieu à une très légère surconsolidation. Les extrema observés dans ces cas sont alors peu prononcés.

● La conséquence de l'existence des extrema sur les courbes $\sigma_{\epsilon} = f(T)$ est que, dans un certain intervalle de température, la relation $(\frac{d\sigma}{dT}) > 0$ est vérifiée. Or, comme il n'existe aucune hachure sur les courbes $(F, \Delta l)$ correspondantes dans le cas du Fe - 0,12 Ti, et comme nous l'indiquons au paragraphe B.1.2.(c) de la première partie de ce chapitre, il nous apparaît que la relation $(\frac{d\sigma}{dT}) > 0$ ainsi que la relation $(\frac{d\sigma}{dT}) < 0$ sont des conséquences de l'effet PLC et non des conditions à son apparition ; cette conclusion est contraire aux hypothèses de base des théories exposées dans le paragraphe rappelé ci-dessus.

B - Comparaison avec les résultats antérieurs.

Au phénomène PLC, correspond donc une augmentation des propriétés mécaniques, plutôt modérée dans le cas des alliages présentement étudiés, si on la compare à celle constatée pour le fer non allié. Cette conséquence du vieillissement dynamique est bien connue, puisqu'elle se manifeste, par exemple, par le domaine de la "fragilité au bleu" des aciers doux [4, 117] déjà évoqué. Cependant, il s'agit là de solutions solides c.c. interstitielles ; or les exemples de surconsolidation dans les autres types d'alliages sont plus rares. Dans le cas de solutions solides c.c. substitutionnelles, nous avons relevé que ce phénomène a été observé dans les alliages suivants : maxima des courbes $\sigma_M = f(T)$ pour les alliages Fe-Mo [129 - 145 - 147], Fe-Cr [129], Fe-Nb [148], ou des courbes $\sigma_{\epsilon} = f(T)$ pour Fe-Ni [126] ou Fe-Si [125]. De plus, dans le cas d'alliages Fe-Al [128] ou Fe-Cr [147], il est fait état d'un vieillissement dynamique qui n'altère pas le palier des courbes $\sigma_{\epsilon} = f(T)$, résultat conforme à nos propres observations.

L'interprétation de cette surconsolidation n'a été abordée que dans le cas des solutions solides c.c. interstitielles, où ses conséquences

sont très importantes : c'est ainsi que, dans le cas du fer non allié, la contrainte à la rupture est presque doublée en son maximum (fig. III.11(a)) et la ductilité est pratiquement réduite de moitié (fig. III.13). Les phénomènes étant plus modérés dans le cas des solutions solides c.c. substitutionnelles, ils ne posent pas de problèmes pratiques particuliers et leur interprétation a été le plus souvent éludée. Les auteurs reprennent alors les modèles proposés pour les solutions solides c.c. interstitielles en admettant que les interactions soluté-dislocations étant plus faibles, les conséquences des mécanismes mis en jeu le seront aussi.

Ces extrêmes ont donc été interprétés dans le cas des solutions solides c.c. interstitielles comme le résultat de l'augmentation de la contrainte nécessaire au déplacement des dislocations, freinées par les atmosphères d'atomes de soluté [119]. La contrainte de freinage est alors maximale lorsque les vitesses respectives du soluté et du plus grand nombre de dislocations sont égales. (L'auteur suppose en effet une répartition des vitesses des dislocations). Il est clair que lorsque plusieurs solutés interviennent, on peut observer plusieurs maxima sur les courbes $\sigma = f(T)$. C'est le cas du niobium [146], où deux pics ont été mis en évidence, reliés l'un à l'oxygène, l'autre au carbone et à l'azote (dont les coefficients de diffusion sont très proches).

Cette interprétation nous paraît insuffisante pour les raisons suivantes :

- en premier lieu, nous avons retenu comme mécanisme fondamental du PLC dans nos alliages le piégeage des dislocations temporairement immobilisées. Comme nous l'avons souligné au paragraphe B.3 de la 1ère partie, il ne s'agit plus alors de compétition entre les mobilités respectives du soluté et des dislocations, et le processus ci-dessus n'est plus valable ; le facteur prépondérant est alors l'amplitude de l'interaction entre l'atmosphère de soluté et la dislocation, qui est fonction de la teneur en soluté et de la température.

- en deuxième lieu, le modèle ci-dessus ne permet pas d'interpréter la présence de certains pics :

- d'une part, dans le cas de matériaux où il n'existe qu'un seul élément d'alliage alors que plusieurs maxima sont observés sur les courbes $\sigma_{\epsilon} \% = f(T)$: nous avons l'exemple de notre alliage Fe-3,14 % Ti,

d'alliages Fe-Mo [146] ou Fe-Nb [148].

● d'autre part, même lorsque plusieurs solutés interstitiels sont en présence, il n'est pas toujours possible d'expliquer l'existence de tous les extréma observés. C'est le cas du niobium [119] ou même du fer [149].

On pourrait par ailleurs tenter de justifier le fait que les courbes puissent comporter de multiples extréma en envisageant la possibilité de formation d'assemblages complexes tels que paires de substitutionnels, associations lacune-substitutionnel [6] ou interstitiel-substitutionnel [127] ; en fait dans le cas des alliages que nous avons étudié l'absence de pics de frottement intérieur, pics auxquels ces diverses hypothèses devraient conduire, nous a fait rechercher une autre solution.

Nous nous proposons donc de présenter un modèle susceptible d'expliquer notamment l'existence des deux maxima sur les courbes $\sigma_M = f(T)$.

C - Essai d'interprétation.

C - 1. Hypothèses de base.

Notre raisonnement s'appuie sur un certain nombre d'hypothèses qu'il nous faut préalablement exposer :

a) le point le plus important nous paraît venir de la machine de traction elle-même car nous disposons d'une machine "dure".

Dans le cas d'une machine "molle", la charge est imposée : il n'est donc pas possible d'observer une chute de contrainte. C'est ainsi que, s'il y a formation d'une bande de déformation dont la propagation peut avoir lieu sous une contrainte plus faible que celle nécessitée par sa création, il y aura déformation de l'éprouvette enregistrée par la machine.

Au contraire, pour une machine "dure", la déformation instantanée de l'échantillon sera "absorbée" par la récupération élastique du peson de la cellule de charge, ce qui entraîne une chute de la contrainte réelle appliquée à l'éprouvette : cette chute est matérialisée sur l'enregistrement. C'est ainsi qu'un essai donnant lieu à un décrochement à la limite élastique avec une machine dure (il y a alors une limite élastique inférieure) ne

présentera qu'un palier à la limite élastique avec une machine molle.

Une hachure correspond donc bien à une chute de contrainte.

b) notre interprétation concerne les solutions solides c.c. substitutionnelles Fe-Ti. Elle repose sur l'hypothèse que ni la nature du soluté et par conséquent le type d'interaction qui peut s'établir avec les dislocations, ni le type de réseau ne sont primordiaux ; seul, le fait qu'une interaction existe est déterminant. L'examen comparatif de nos résultats et de ceux trouvés par d'autres auteurs montre bien que la différence de nature du soluté se traduit simplement par une amplification de l'interaction et de ses conséquences (ce dont il doit être éventuellement tenu compte). Nous avons ainsi établi un parallèle entre l'alliage Fe - 0,12 % Ti (c.c. substitutionnel) et le niobium de haute pureté (c.c. interstitiel) : les courbes $\sigma_M = f(T)$ relatives à ces matériaux présentent en effet un maximum alors qu'aucune discontinuité n'est visible sur les courbes $(F, \Delta l)$ correspondantes. De plus, les caractéristiques des hachures ne semblent pas dépendre du type de soluté étudié.

c) nous supposons que la variation de la contrainte d'écoulement (à ϵ donné) est uniformément décroissante dans l'intervalle de température considérée, en l'absence de tout phénomène autre que la consolidation normale de l'éprouvette. Nous définirons ainsi une ligne de base $\sigma_n = f(T)$ par rapport à laquelle seront évaluées d'éventuelles variations de contrainte $\delta\sigma = f(T)$.

C - 2. Modèle.

Nous avons schématisé sur la figure III.14 la courbe de variation de la contrainte d'écoulement, mesurée pour une déformation donnée, en fonction de la température dans le cas le plus caractéristique - à savoir celui de l'alliage le plus chargé. Nous avons décomposé cette courbe en sept parties ; les points A et F correspondent aux températures extrêmes de l'intervalle où la contrainte est affectée par l'effet PLC. Lorsque la température croît, on rencontre successivement les points ou intervalles de température suivants :

- point B qui correspond à l'apparition des hachures de type A, seules ensuite observées jusqu'en C.

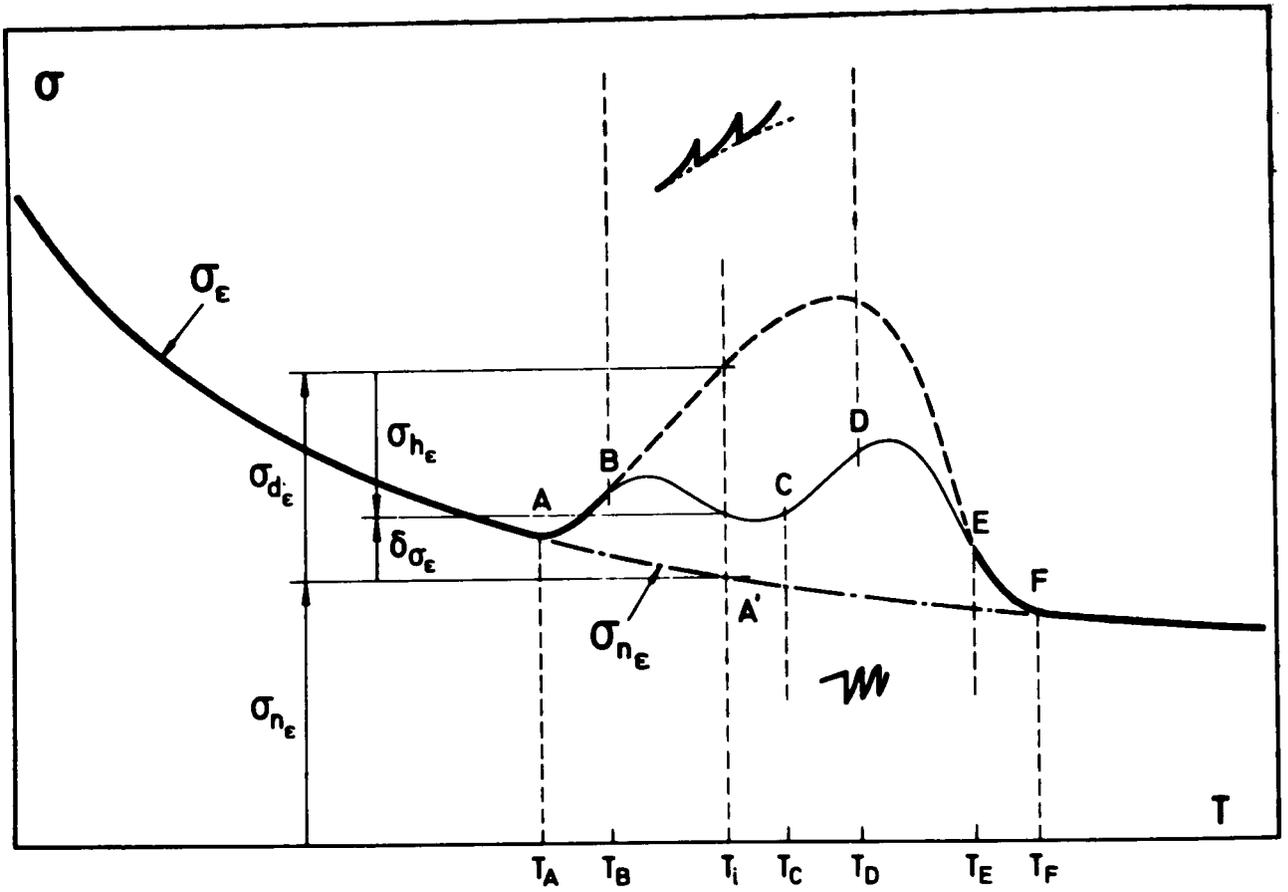


Fig. III.14 - Schéma des variations d'une contrainte d'écoulement σ_ϵ en fonction de la température

- intervalle C à D, les deux types de hachures coexistent.
- domaine D à E, seules existent les hachures de type B.
- point E, au-delà duquel les hachures disparaissent.

Nous avons par ailleurs indiqué sur cette figure la ligne de base AA'F définie ci-dessus : $\sigma_{n_c} = f(T)$.

Nous avons rappelé (§ B précédent) que le modèle "classique" attribuait la surconsolidation observée à l'augmentation de contrainte nécessaire au mouvement des dislocations, freinées par leur atmosphère. Par analogie, nous supposerons que le piégeage des dislocations qui entraîne :

- à basse température, la diminution de la densité des dislocations mobiles ρ_m et la création de nouveaux obstacles ;

- à plus haute température, le freinage des dislocations, se traduit dans un certain intervalle de température par un surcroît de résistance σ_d au déplacement des dislocations mobiles. Ce surcroît varie en fonction de la température :

- lorsque celle-ci augmente, la mobilité du soluté croît, un plus grand nombre de dislocations se trouvent bloquées, ce qui entraîne une augmentation de σ_d . Celle-ci est assez rapide, car le coefficient de diffusion D augmente très vite.

- ensuite, trois causes concourent à ralentir cet accroissement :

- a) la loi exponentielle de variation de D, $\exp(-Q_m/kT)$ tend vers une limite ;
- b) une mobilité suffisante peut être atteinte permettant à certaines dislocations de se déplacer accompagnées de leur atmosphère ;
- c) enfin, la teneur en soluté est limitée et le processus d'ancrage doit atteindre une saturation .

On peut donc prévoir que σ_d varie de la façon suivante (fig. III. 15) :

- une augmentation AC' assez rapide au début du phénomène : σ_d est alors due au blocage des dislocations ;

- puis, dès que certaines dislocations se déplacent en traînant leur atmosphère (température T_c), σ_d évolue plus lentement C'D' : une part de cette contrainte n'est plus due au blocage des dislocations, mais à

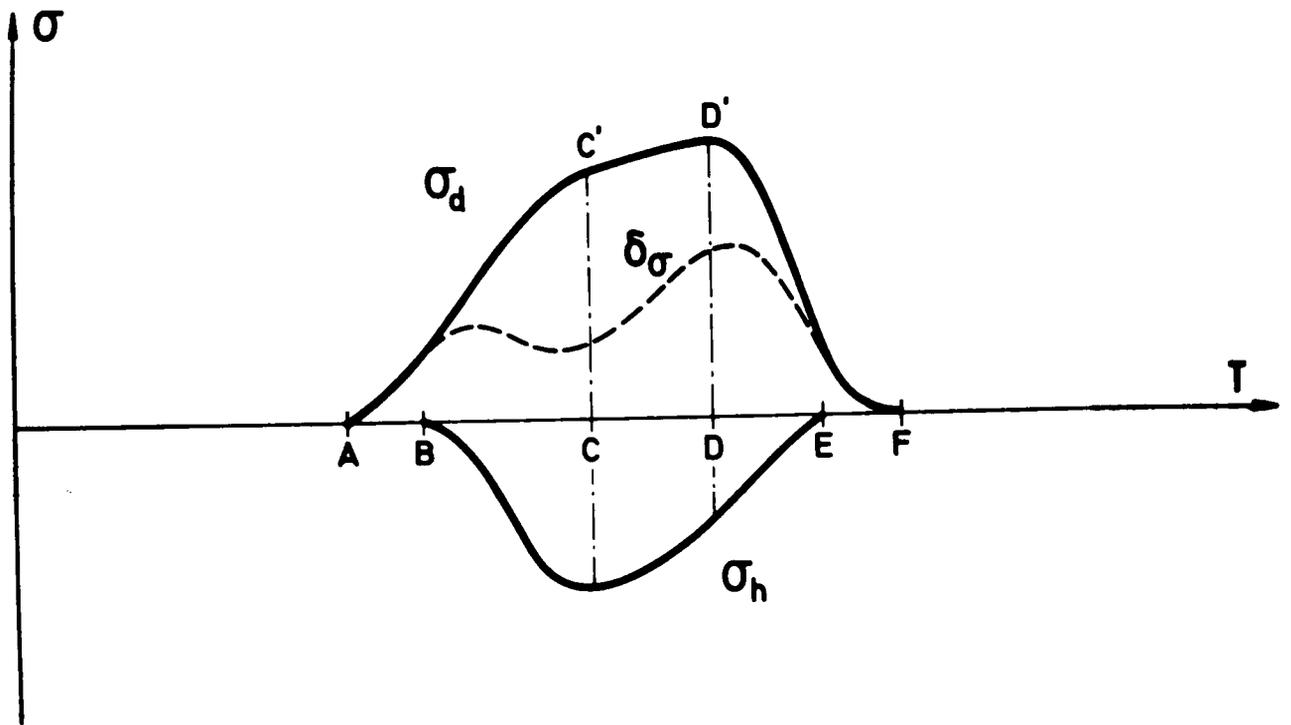


Fig. III.15 - Schéma des variations des composantes σ_d et σ_h en fonction de la température

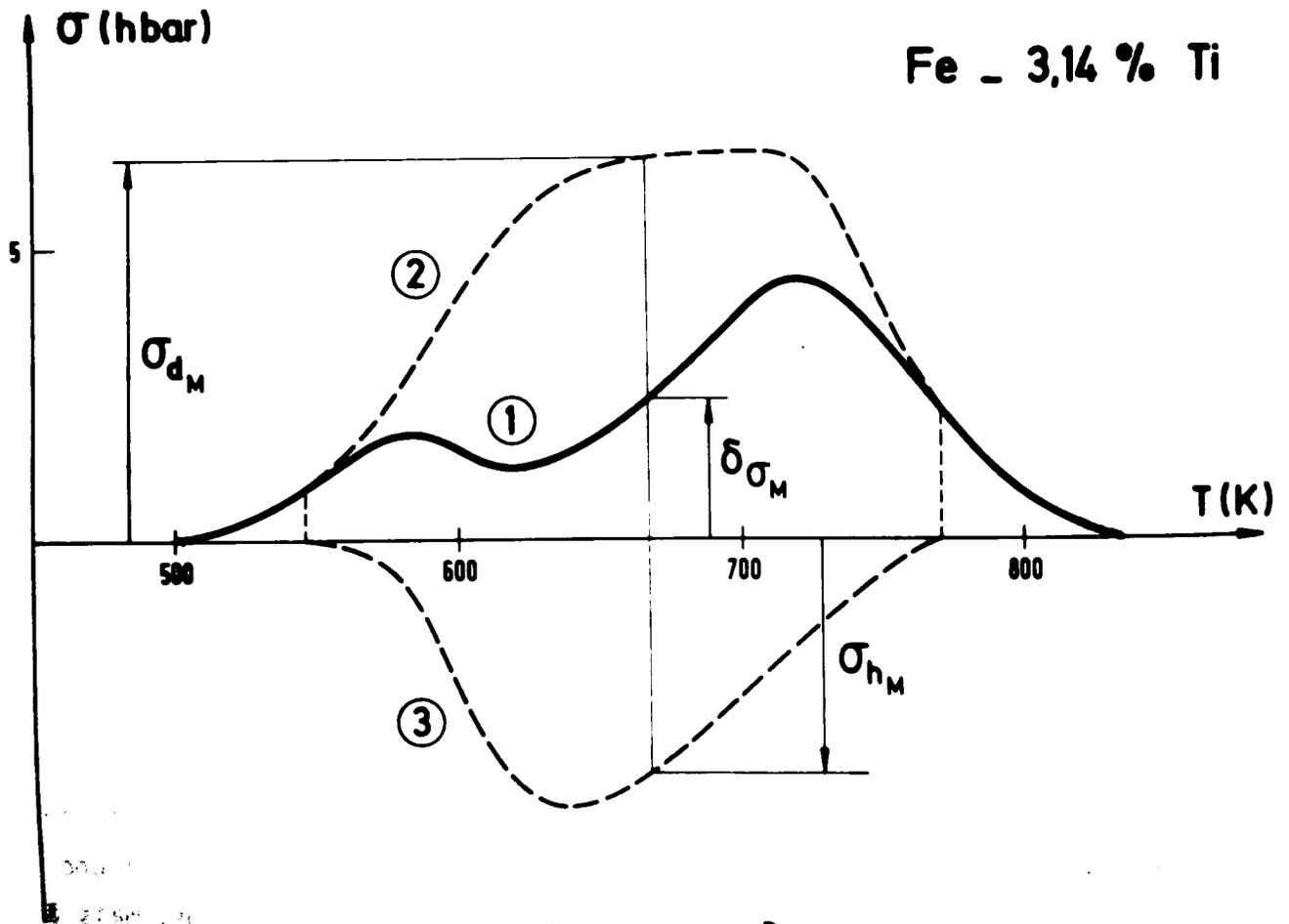


Fig. III.16 - Variations de la "surconsolidation" $\delta\sigma_M$ en fonction de la température
Cas de l'alliage Fe - 3,14 % Ti

leur freinage, ce dernier effet nécessitant un effort relativement moins important pour le vaincre.

• enfin, lorsque toutes les dislocations peuvent se déplacer accompagnées de leur atmosphère (température T_D), la mobilité croissante du soluté diminue l'effet de freinage D'F : σ_d passe donc par un maximum, puis décroît jusqu'à s'annuler quand le coefficient de diffusion du soluté devient du même ordre que le coefficient d'autodiffusion du fer. Il n'y a alors plus d'interaction entre le soluté et les dislocations (température T_F).

Tout ce raisonnement ne tient pas compte de l'existence de discontinuité sur les courbes effort-déformation correspondantes : nous pensons qu'il y a là un facteur très important que certains auteurs ont négligé jusqu'à maintenant. En l'absence de hachures, il y aurait une diminution progressive de la densité ρ_m et la contrainte d'écoulement serait $\sigma_\epsilon = \sigma_{n_\epsilon} + \sigma_{d_\epsilon}$ (σ_{n_ϵ} et σ_{d_ϵ} étant les composantes, σ_n et σ_d correspondant à une déformation ϵ). Or, la possibilité pour le matériau de créer des dislocations nouvelles (ou de libérer les dislocations piégées) lorsque le niveau des contraintes est trop élevé, se traduit par une diminution σ_h de la composante σ_d .

Les caractéristiques de cette composante σ_h sont les suivantes :

- par définition, σ_h est liée à la présence des hachures (σ_h est donc nulle en dehors de l'intervalle de température $T_B - T_E$) ;

- σ_h est toujours inférieure à σ_d . Lorsque les hachures sont du type A, la création de nouvelles dislocations, en maintenant la densité de dislocations mobiles ρ_m à la valeur nécessaire à la déformation, devrait ramener la contrainte d'écoulement au niveau qui serait le sien sans effet PLC ; cependant du fait que la densité totale des dislocations ρ_t est alors plus importante et les obstacles plus nombreux l'amplitude de σ_h en est forcément quelque peu réduite. Lorsque les hachures sont uniquement du type B, le désancrage diminue l'effort nécessaire au déplacement des dislocations ; cette variation devrait être précisément égale à σ_d , mais en raison de l'existence des atmosphères (qui n'ont pas le temps de se redissoudre) la chute est également limitée à une valeur de $\sigma_h < \sigma_d$.

- σ_h augmente avec la température tant que les hachures sont purement de type A ; le piégeage des dislocations est en effet de plus en plus

important, donc le nombre de dislocations créées nécessaire sera aussi plus grand. Ceci est confirmé par l'amplitude croissante des hachures avec la température. Lorsqu'apparaissent les hachures de type B (température T_C), une partie des dislocations piégées se déplacent ; la création de dislocations régresse ainsi que σ_h , et ce d'autant plus que la température sera élevée : par suite, σ_h doit passer par un maximum.

Nous avons représenté schématiquement les variations de σ_d et de σ_h sur la figure III.15. Dans un souci de clarté, nous avons représenté séparément les courbes $\sigma_d = f(T)$ et $\sigma_h = f(T)$.

La combinaison des courbes $\sigma_d = f(T)$ et $\sigma_h = f(T)$ donne la courbe $\delta\sigma = f(T)$ qui, si on la superpose (fig. III.14) à la ligne de base $\sigma_n = f(T)$, permet de traduire les variations de la contrainte d'écoulement avec la température. $\delta\sigma = f(T)$ présente un ou deux maxima selon l'importance relative des valeurs de σ_d et σ_h et la position relative en température des maximums observés sur leurs courbes représentatives.

En résumé, si l'on se réfère à la figure III.14, la courbe $\sigma_\epsilon = f(T)$ peut être décomposée comme suit :

- $T < T_A$: le matériau se comporte normalement : il y a décroissance progressive de σ_ϵ .
- $T_A < T < T_B$: une interaction se produit entre le soluté et les dislocations, mais l'augmentation résultante de contrainte ne suffit pas pour provoquer l'apparition de hachures.
- $T = T_B$: apparition des hachures de type A qui provoque une diminution de la contrainte d'écoulement par rapport à la valeur qu'elle aurait si la surconsolidation se maintenait.
- $T = T_C$: apparition des hachures de type B : l'effet de diminution de contrainte $\sigma_{h\epsilon}$ due aux hachures passe par un maximum.
- $T_E < T < T_F$: les dislocations entraînent leur atmosphère ; l'interaction subsiste, mais les hachures ont disparu.
- $T > T_F$: le soluté diffuse dans la matrice, l'interaction est donc nulle.

D - Discussion.

Nous avons tenté, à titre d'exemple, de décomposer la courbe de variation de $\sigma_M = f(T)$ obtenue avec l'alliage à 3,14 % de titane. Ce choix se justifie :

- d'une part, par le fait que l'allongement correspondant ϵ_M est sensiblement constant dans le domaine de température considéré ;

- d'autre part, par le fait que le phénomène de surconsolidation est dans ce cas très marqué, ce qui permet de tracer plus facilement la ligne de base σ_h . Par différence avec cette ligne empirique, nous avons défini la courbe 1 de la figure III.16, $\delta\sigma_M = f(T)$. Les considérations ci-dessus nous ont permis de tracer schématiquement, d'une part la courbe 2 qui représente les variations d'une composante σ_{d_M} , d'autre part, la courbe 3, obtenue par différence (2-1) représentant les variations parallèles de σ_{h_M} .

La figure III.16 valide les raisonnements développés ci-avant puisque ce schéma permet de rendre compte des maxima observés sur les courbes $\sigma_\epsilon = f(T)$.

L'analyse de l'influence de la concentration c_0 (en soluté) de l'alliage sur les valeurs de σ_d et σ_h découle de leur définition même. Il apparaît en effet que σ_d est fonction de la mobilité du soluté, mais également de la densité des atmosphères. Dès lors, si la teneur en soluté de l'alliage croît, le piégeage des dislocations est plus important et σ_d est amplifié ; par ailleurs, alors que la mobilité n'est pas (ou peu) modifiée, les contraintes internes plus élevées font disparaître plus rapidement des hachures de type A et le maximum de σ_d est décalé vers les basses températures. D'autre part, σ_h est fonction de la contrainte appliquée, laquelle provoque la création de nouvelles dislocations ; σ_h sera donc également amplifié lorsque c_0 augmente. De plus, le maximum de σ_h correspond à l'apparition des hachures de type B qui se déclenchent à une température d'autant plus basse que les contraintes sont élevées, donc que c_0 est importante. Le maximum de σ_h se trouvera donc décalé vers les basses températures. Nous pouvons par ailleurs supposer que l'amplitude de σ_d croît plus rapidement que l'amplitude de σ_h lorsque la teneur en soluté croît. En effet, nous avons montré au paragraphe précédent que la diminution relative de contrainte σ_h est limitée par le fait que les dislocations piégées constituent de nouveaux obstacles, ce

qui élève le niveau des contraintes internes. Dès lors, lorsque la concentration en soluté augmente, le niveau de ces contraintes croît car le nombre de dislocations ancrées croît, et cela limite l'augmentation de σ_h par rapport à celle de σ_d - Par suite, nous pouvons prévoir qu'un accroissement de la teneur en soluté de l'alliage se traduira par un ou deux maxima plus prononcés de $\delta\sigma$

Cette analyse doit, à notre sens, demeurer valable dans le cas des autres types de solutions solides puisque les seuls mécanismes mis en jeu sont la mobilité du soluté, la concentration de l'alliage et le niveau des contraintes exercées, ces facteurs n'étant pas spécifiques à un type donné de structure. Ainsi, dans le cas du fer non allié les interstitiels en créant d'importantes distorsions, interagissent fortement avec les dislocations. La composante σ_d a donc une amplitude très notable. Au contraire, notamment si on se réfère à l'amplitude des hachures observées sur les courbes $(F, \Delta l)$ correspondantes, la composante σ_h reste modérée. Il s'ensuit l'existence d'un seul maximum. On peut par ailleurs noter que, lorsqu'il existe une différence notable entre σ_d et σ_h le nombre de dislocations mobiles piégées doit être très important ; la densité totale de dislocations augmente alors fortement, ce qui contribue à limiter σ_h . Le niveau des contraintes atteint est rapidement élevé, ce qui provoque une rupture prématurée de l'éprouvette : c'est la perte de ductilité observée sur les courbes $\epsilon_M = f(T)$ relatives au fer non allié. Par contre, dans le cas des alliages tels que ceux qui ont fait l'objet de cette étude l'accroissement $\delta\sigma$ reste modéré et la ductilité des matériaux n'est pas fortement altérée.

L'absence d'extrémum sur les courbes de variation de la limite élastique des alliages Fe-Ti en fonction de la température (fig. III.10), est à relier à l'absence de décrochement à la limite élastique sur les courbes expérimentales $(F, \Delta l)$: nous avons montré que la densité de dislocations mobiles initiale est alors suffisante pour que la déformation se produise (§ B. 2.2) ; la limite élastique n'est donc pas altérée par l'effet PLC. Au contraire, dans le cas du fer non allié, le yield point, qui existe dès la température ambiante est amplifié dans le domaine d'existence du PLC comme l'indique le tableau III.1 ; le surcroît de résistance se manifeste donc dès la limite élastique et, par conséquent, il est logique d'observer une anomalie sur la courbe $\sigma_E = f(T)$.

E - Conclusion.

La première partie de cette étude de l'effet PORTEVIN-LE CHATELIER nous a permis de le relier à l'interaction atomes de titane-dislocations. Il en résulte un surcroît de résistance au mouvement des dislocations et donc une augmentation apparente de la contrainte d'écoulement. Parallèlement, la création ou le désancrage, des dislocations atténue cette surconsolidation. La combinaison de ces deux effets peut donner lieu à la présence de deux maxima sur les courbes $\sigma_M = f(T)$. Le phénomène reste cependant assez limité pour ne pas modifier sensiblement les caractéristiques d'allongement des alliages étudiés.

CHAPITRE IV.

LE DURCISSEMENT DE LA SOLUTION SOLIDE Fe-Ti.

Les précédents chapitres nous ont permis d'analyser les conséquences de l'addition du soluté,

- d'une part sur la valeur de la composante thermique τ^* de la contrainte critique de cisaillement résolue τ , dont les variations caractérisent le comportement des alliages aux températures inférieures à 500 K environ,

- d'autre part sur la contrainte d'écoulement aux températures comprises entre 500 et 800 K environ.

Il nous reste à expliquer pourquoi cette addition se traduit par une augmentation de la composante athermique τ_μ de la contrainte τ (évoquée au chapitre II), et d'établir le lien existant entre les diverses conséquences de la présence d'un soluté dans une matrice cubique centrée. Ces deux aspects du problème vont faire l'objet des deux parties de ce chapitre.

1ère partie : LE DURCISSEMENT DE LA SOLUTION SOLIDE FER-TITANE.

A - Introduction.

Le durcissement est le résultat le plus attendu de la présence d'éléments d'addition entrant en solution solide puisque c'est un des buts essentiels visés dans l'élaboration d'un alliage. Cependant, si là aussi, les études ont été nombreuses, les interprétations suggérées n'ont pas toujours été satisfaisantes et ne rendent pas toujours compte des résultats observés.

Le durcissement résultant de l'addition d'un élément à un solvant de base peut être lié à divers phénomènes tels que :

- précipitation (cohérente ou non)
- formation d'une solution solide ordonnée
- plus simplement, apparition d'un ordre à courte distance

Bien que de tels processus puissent être à l'origine de durcissements notables, ils ne seront pas retenus dans ce chapitre, car ils ne correspondent pas au cas considéré de solutions solides homogènes et désordonnées.

Dans l'introduction, nous avons souligné le caractère a posteriori logique de la décomposition de la contrainte τ en deux composantes τ^* et τ_μ . La composante τ^* s'est effectivement révélée être la contrainte nécessaire pour surmonter les obstacles à *courte distance* (c'est-à-dire de l'ordre d'une distance interatomique), du type colline de PEIERLS, ou atome de soluté substitutionnel. De la même façon, il apparaît que la composante τ_μ résulte des interactions s'exerçant à *longue ou moyenne distance*: on parle alors de contrainte de freinage. Ces interactions sont de nature diverse, mais on les divise généralement en interactions élastiques ou non-élastiques; les premières donnent lieu aux contraintes de frottement les plus notables, ce qui justifie que nous les ayons plus particulièrement considérées, non sans rappeler - pour mémoire et pour comparaison - quelques interactions d'origine non-élastique.

B - Rappels bibliographiques.

B - 1. Les interactions d'origine élastique.

Les modèles proposés en terme d'interaction d'origine élastique sont basés sur la théorie de MOTT-NABARRO.

B.1.1. Théorie de MOTT-NABARRO [150] - Effet de taille.

Lorsqu'un atome de soluté est substitué à un atome de solvant, l'édifice cristallin se trouve perturbé puisque l'atome substitutionnel a le plus souvent un rayon a_G' différent de celui a_G de l'atome du réseau. Une telle perturbation donne lieu à un "effet de taille" qui peut être caractérisé par le facteur :

$$\epsilon_a = \frac{1}{a_0} \frac{da}{dc}$$

où a est le paramètre du réseau, et l'indice o réfère à l'état du solvant pur.

De tels atomes constituent des obstacles répartis au hasard dans la matrice et espacés d'une distance moyenne Λ . La contrainte résultant de l'existence de ces champs de déformation a pour amplitude :

$$\sigma_i = \mu \epsilon_a \left(\frac{2b}{\Lambda}\right)^3$$

Les champs de contrainte qui entourent chaque atome de soluté, agissent sur les dislocations et leur confèrent un profil ondulé, dont la courbure maximum reste très supérieure à Λ - Si on considère la concentration moyenne c des atomes de soluté, Λ est donnée par $\Lambda = b/c^{1/3}$, soit l'expression de la contrainte

$$\sigma_i \propto \mu \epsilon_a c \quad (IV.1)$$

Par la suite, afin de mieux rendre compte de leurs résultats expérimentaux, MOTT et NABARRO [151] ont considéré la moyenne volumique de cette contrainte et calculé la limite élastique résultante σ . Ils ont abouti à la relation :

$$\sigma \approx \mu \epsilon_a^2 c \quad (IV.2)$$

Ce modèle a été modifié ultérieurement par LI [152] qui a estimé que le durcissement effectif devait être plus important que celui prévu par une moyenne volumique de la contrainte interne. Cet auteur a calculé la contrainte moyenne existant dans un plan de glissement où ne se situe pas l'atome de soluté. Dans ces conditions, et pour de faibles concentrations, le durcissement est approximativement

$$\sigma \approx 2\mu \epsilon_a c \quad (IV.2a)$$

D'après LI, l'expression (IV.2a) traduirait mieux les résultats expérimentaux que la relation (IV.2)

Cependant, les auteurs évoqués ci-dessus ne font intervenir que le seul facteur différence de taille entre les atomes de solvant et de soluté

dans leur évaluation du durcissement. Cette hypothèse ne tient pas compte notamment de la rigidité du solvant, c'est-à-dire de sa capacité à accepter l'atome étranger. C'est ce qui a amené FLEISCHER à considérer, non seulement le facteur ϵ_a , mais aussi l'effet dû à la différence de module existant entre le solvant et le soluté.

B.1.2. Théorie de FLEISCHER - Effet de module.

Lorsqu'une dislocation traverse une zone ayant un module de rigidité différent de celui de la matrice, son énergie se trouve modifiée. La dislocation est donc soumise à une force que FLEISCHER [153] explicite sous la forme :

$$F_{\mu c} = \frac{\mu b^2 \epsilon_{\mu} a_G^3}{3\pi (1-\nu)r^3} \quad (\text{IV. 3a})$$

$$F_{\mu V} = \frac{\mu b^2 \epsilon_{\mu} a_G^3}{3\pi r^3} \quad (\text{IV. 3b})$$

expressions dans lesquelles les indices c et V se rapportent aux dislocations respectivement coin et vis, et r est la distance soluté-dislocation. L'effet de module est alors caractérisé par le facteur :

$$\epsilon_{\mu} = \frac{1}{\mu_0} \frac{d\mu}{dc}$$

Ultérieurement, FLEISCHER [154] a montré qu'il était possible de tenir compte de l'accommodation de l'atome de soluté en considérant dans les relations (IV.3) non plus ϵ_{μ} , mais un facteur :

$$\epsilon_{\mu}' = \epsilon_{\mu}/1 - (\epsilon_{\mu}/2)$$

Cet effet de module affecte les deux types de dislocations alors que la contrainte liée au seul effet de taille est très faible dans le cas d'une dislocation-vis. Cette différence permet à FLEISCHER d'identifier la nature des dislocations intervenant de façon prépondérante dans le durcissement. De fait, l'effet de taille ϵ_a et l'effet de module ϵ_{μ} sont accessibles expérimentalement ; or FLEISCHER n'a pu établir de relation simple entre ce durcissement, mesuré par le facteur $\frac{\Delta\tau}{\Delta c}$, et chacun des paramètres ϵ_a et ϵ_{μ}' , mais il

a observé une relation linéaire entre $\text{Log} (\Delta\tau/\Delta c)$ et $\text{Log} (\epsilon'_\mu + \alpha\epsilon_a)$ où $\alpha = -16$ dans le cas des dislocations-coin et $\alpha = -3$ pour les dislocations-vis [154] ; d'où l'expression :

$$\frac{\Delta\tau}{\Delta c} = B \mu (\epsilon'_\mu + \alpha\epsilon_a)^{3/2} \quad (\text{IV.4})$$

Ainsi, dans le cas des alliages de cuivre, une très bonne corrélation a été obtenue en considérant $\alpha = 3$, ce qui a conduit l'auteur précité à conclure que le durcissement est déterminé par la contrainte nécessaire pour déplacer les dislocations-vis [154]. Ce modèle a également donné des résultats satisfaisants dans le cas d'alliages d'argent [154].

Par contre, dans le cas des alliages c.c. substitutionnels, très peu de résultats ont été signalés ; nous n'avons en fait trouvé qu'une étude complète concernant les alliages à base de fer : c'est le travail de TAKEUCHI.

B.1.3. Modèle de TAKEUCHI [155].

Cet auteur a repris les hypothèses de FLEISCHER en tenant compte du fait que la variation du paramètre du réseau (dilatation ou contraction) provoquait également un changement de module. Ceci l'a amené à définir un nouveau facteur :

$$\epsilon'_{\mu T} = \frac{\epsilon_\mu + A \epsilon_a}{1 - \left(\frac{\epsilon_\mu + A \epsilon_a}{2}\right)} \quad (\text{IV.5})$$

La constante A est introduite dans le calcul par la relation $A = \frac{2(1-2\nu)}{1-\nu} \cdot f$, où f est un coefficient défini par l'expression :

$$\frac{\Delta\mu}{\mu} = -f \cdot \left(\frac{\Delta V}{V}\right) \quad [155]$$

ce qui, implicitement revient à admettre en première approximation que les variations du module de cisaillement sont proportionnelles au changement de volume. Dans le cas du fer- α , A est égale à 4,3.

En utilisant ce facteur $\epsilon'_{\mu T}$ dans le cas des solutions solides à solvant fer, TAKEUCHI [156] a cherché à établir la relation liant le durcissement

observé, caractérisé par $\frac{d}{dc} \left(\frac{\tau_\mu}{\mu} \right)$ et les paramètres ϵ_a et ϵ_{μ_T}' , en se basant sur une expression du type de celle de FLEISCHER, soit :

$$\frac{d}{dc} \left(\frac{\tau_\mu}{\mu} \right) = \text{const.} [|\epsilon_{\mu_T}' + \alpha \epsilon_a|]^n \quad (\text{IV.6})$$

Il a obtenu l'expression :

$$\frac{d}{dc} \left(\frac{\tau_\mu}{\mu} \right) = 0,04 (\epsilon_{\mu_T}' + 1,5 \epsilon_a)^2 \quad (\text{IV.7})$$

laquelle conduit à faire deux remarques :

- le durcissement est caractérisé par le paramètre τ_μ/μ . Ainsi se trouve clairement exprimé le fait que le module de cisaillement μ de la solution solide varie macroscopiquement avec la teneur en soluté et pas seulement au voisinage de l'atome substitutionnel. Cette conclusion n'est qu'implicite dans l'expression (IV.4) de FLEISCHER.

- par ailleurs, TAKEUCHI n'a pas approfondi la signification du facteur $\alpha = 1,5$ "par suite de l'imprécision de ses mesures". Néanmoins, cette faible valeur de α est à rapprocher de la valeur $|\alpha| = 3$ proposée par FLEISCHER, ce qui pourrait signifier que le durcissement est encore déterminé par l'interaction des dislocations-vis avec les atomes de soluté.

Ainsi, sur la base des facteurs de taille ϵ_a et de module ϵ_{μ_T}' (celui-ci ayant été corrigé pour tenir compte de l'interaction entre ϵ_{μ_T}' et ϵ_a), et à partir de la relation générale (IV.6), TAKEUCHI a montré qu'il était possible de déterminer les facteurs α et n de cette relation, permettant de rendre compte des résultats expérimentaux obtenus sur des alliages de structure cubique centrée. Néanmoins cette évaluation, notamment celle de α , reste empirique. Quelques auteurs ont voulu donner au problème une rigueur plus mathématique et ont développé des théories "statistiques".

B - 2. Théories statistiques.

B.2.1. Modèle de LABUSCH [157].

Les hypothèses de base de ce modèle sont les mêmes que celles de FLEISCHER quant à l'interaction obstacle-dislocation. Mais, si ce dernier n'a

considéré que des interactions individuelles, LABUSCH s'est par contre basé sur une fonction de distribution $\rho(x, y)$ qui traduit la probabilité pour une dislocation de rencontrer un obstacle ; cette fonction tient compte de la position de la dislocation par rapport au substitutionnel, de la tension de ligne T de la dislocation, de la densité d'obstacles c et de la force d'interaction $F(x, y)$. Le calcul, très sophistiqué, conduit à la relation suivante :

$$\tau = C (|\epsilon'_{\mu}| + \alpha |\epsilon_a|)^{4/3} \cdot c^{2/3} \quad (\text{IV.8})$$

Dans sa comparaison avec les résultats de FLEISCHER, LABUSCH [157] note que les valeurs numériques obtenues à partir des relations (IV.4) et (IV.8) traduisant les deux théories - et bien que celles-ci conduisent respectivement aux lois en " c " et " $c^{2/3}$ "- diffèrent très peu, essentiellement si le domaine des concentrations étudiées est limité.

B.2.2. Modèle de SUZUKI.

Il ne s'agit pas à proprement parler d'une théorie statistique. Les calculs de SUZUKI [158] sont basés sur l'évaluation du nombre d'atomes de soluté traversant le coeur d'une dislocation-vis lors de son déplacement, ce dernier étant supposé thermiquement activé. Par ailleurs, l'énergie d'une dislocation correspond en fait à l'énergie de la région déformée qui l'entoure. SUZUKI a montré que le volume intéressé qui constitue le "coeur" de la dislocation concernait essentiellement les six rangées atomiques les plus proches de l'axe du défaut. Si, lors d'un déplacement de la dislocation d'une distance interatomique, un atome de soluté pénètre dans le "coeur", l'énergie de déformation est modifiée. SUZUKI a alors considéré une énergie d'interaction égale à la variation d'énergie ainsi définie. Dans le cas du solvant fer, l'énergie d'interaction est décrite par la relation :

$$E = 0,122 (\epsilon'_{\mu_T} + 1,52 \epsilon_a) \quad (\text{IV.9})$$

où ϵ_a et ϵ'_{μ_T} ont les significations données dans les paragraphes précédents. L'auteur a déduit de cette énergie E , la contrainte s'opposant au mouvement de la dislocation, à savoir :

$$\tau = \frac{\beta \epsilon^2 c}{k T b} \quad (IV.10)$$

le nombre de β étant voisin de l'unité pour les fortes interactions.

L'intérêt du modèle de SUZUKI est qu'il est le seul qui ait été conçu pour les solutions solides cubiques centrées. Par contre,

o il fait intervenir les paramètres ϵ_a et $\epsilon'_{\mu T}$ définis dans les théories non-statistiques,

o l'expression IV.9 montre que τ est proportionnel à la concentration et au carré du paramètre ($\epsilon'_{\mu T} + 1,5 \epsilon_a$), comme dans le modèle de TAKEUCHI (il suffit en effet d'intégrer l'équation IV.7). Il faut remarquer par ailleurs que l'approche plus rigoureuse de SUZUKI ne modifie que très légèrement le facteur 1,5 évalué empiriquement par TAKEUCHI.

o enfin, la relation (IV.10) prévoit une variation hyperbolique de la contrainte avec la température, ce qui est contraire à ce que montre l'expérience, surtout à basse température ; de fait, dans ce domaine de température, la variation de la contrainte est bien de type hyperbolique mais elle correspond à celle de la contrainte τ^* (et non τ_{μ}).

Ce modèle n'apporte donc pas, à notre sens, d'améliorations au modèle de TAKEUCHI, si ce n'est de le valider.

B.3. Les interactions d'origine non élastique.

B.3.1. Interactions d'origine chimique.

Ce type d'interaction se produit essentiellement dans les métaux c.f.c. En effet, au sein d'une faute d'empilement, la structure cristallographique est différente de ce qu'elle est dans le réseau. Pour un élément d'alliage donné, la solubilité y sera donc différente ; de ce fait, le soluté peut venir se greger dans la faute. Une contrainte supplémentaire est alors nécessaire pour libérer les dislocations délimitant la faute. Toutefois, le durcissement résultant est indépendant de la température et reste limité [159].

B.3.2. Interactions d'origine électronique.

RECHERCHES

VAN DER PLANKEN et al [160] ont récemment établi un modèle qui essaie

de pallier les inconvénients des théories élastiques qui sont, d'après ces auteurs, de trois ordres :

- elles ne rendent pas compte des résultats expérimentaux dans tous les cas. (Ceci serait vrai pour certains alliages de cuivre).

- l'effet de la différence de valence entre solvant et soluté n'est pas considéré.

- les hypothèses des théories élastiques ne leur semblent pas adaptées aux matériaux mécaniquement très anisotropes, tels que le niobium.

VAN DER PLANKEN et al introduisent dans leur modèle un facteur électronique (elf) et supposent que le durcissement peut être traduit par une expression du type :

$$\frac{\Delta\tau}{\Delta C} = k_1 [(sf) + k_2 (elf)]^{k_3} \quad (IV.11)$$

où k_1 , k_2 et k_3 sont des constantes, et sf est le facteur de taille. Le facteur électronique et le facteur de taille sont déterminés par ordinateur pour obtenir la meilleure concordance entre résultats expérimentaux et numériques. Ainsi, dans le cas du plomb, le durcissement est exprimé par une relation du type :

$$\frac{\Delta\tau}{\Delta C} = 0,31 \cdot \mu_{pb} \cdot [sf + \Sigma E_n]^{2,04} \quad (IV.12)$$

où : ΣE_n est la somme algébrique des électronégativités du solvant et du soluté,

- μ_{pb} est le module de cisaillement du plomb (le solvant)

- sf est défini par la relation :

$$sf = \left[\frac{(d_1)_{pb} - (d_1)_{sol}}{(d_1)_{pb}} \right] \times 10^2$$

où d_1 est la plus courte distance d'approche des atomes et "sol" réfère au soluté. Il n'en demeure pas moins que les auteurs n'ont pas défini de relations générales applicables à toutes les solutions solides envisageables et que la recherche des facteurs sf et elf reste empirique. Nous ne retiendrons de ce modèle que l'hypothèse de base, à savoir l'introduction d'un facteur électronique, qui reste pour autant à approfondir.

C - Conclusions de l'étude bibliographique.

Il apparaît, après ce résumé bibliographique des divers types de modèles proposés pour l'interprétation du durcissement des solutions solides, quatre points qui peuvent être illustrés par le tableau IV.1, où nous avons rassemblé les formules correspondant aux divers mécanismes qui viennent d'être évoqués. (Dans un souci de clarté nous avons uniformisé les notations des paramètres et les expressions des formules).

Auteurs	Formalismes	Réf.
J. VAN DER PLANKEN, A. DERUYTERRE	$\Delta\tau = 0,31 \mu_{PB} (sf + \Sigma E_n)^{2,04}$	160
N.F. MOTT, F.R.N. NABARRO	$\Delta\tau = \mu \cdot \epsilon_a^2 \cdot \Delta c$	151
J.C.M. LI	$\Delta\tau = 2\mu \cdot \epsilon_a \cdot \Delta c$	152
R.L. FLEISCHER	$\Delta\tau = B\mu (\epsilon'_\mu - 3 \epsilon_a)^{3/2} \cdot \Delta c$	154
S. TAKEUCHI	$\Delta(\tau/\mu) = 0,04(\epsilon'_{\mu_T} + 1,5 \epsilon_a)^2 \cdot \Delta c$	156
R. LABUSCH	$\Delta\tau = C\mu (\epsilon'_\mu + \alpha\epsilon_a)^{4/3} \cdot \Delta c^{2/3}$	157
H. SUZUKI	$\Delta\tau = \frac{\beta \cdot E^2 \cdot \Delta c}{k T b^3}$	158

TABLEAU IV.1

Formalismes représentatifs des théories du durcissement.

o En premier lieu, une formule générale se dégage qui est du type

$$\Delta\tau = \text{constante} \cdot \mu \cdot (\epsilon'_{\mu_T} + \alpha_0 \epsilon_a)^{\beta_0} \cdot \Delta c \quad (\text{IV.13})$$

Celle-ci apparaît comme un aboutissement logique :

- l'introduction d'un atome substitutionnel, de taille et de rigidité différentes de celles du solvant crée des perturbations qui peuvent être caractérisées respectivement par les facteurs ϵ_a et ϵ_μ ;

- la prise en compte de la relaxation du réseau modifie le facteur ϵ_μ en ϵ'_μ (FLEISCHER) ;

- de plus, l'effet de taille influe sur le facteur de module ϵ'_μ , ce qui introduit le facteur ϵ'_{μ_T} (TAKEUCHI).

Le durcissement provient donc probablement de la somme pondérée de ces deux facteurs ϵ_a et ϵ'_{μ_T} .

o En second lieu, les théories statistiques permettent, le plus souvent après de nombreuses hypothèses simplificatrices, de calculer les constantes α_0 et β_0 . Cependant, il est important de noter que le formalisme de SUZUKI, conçu pour les matériaux c.c. ne modifie pas fondamentalement la relation (IV.7) proposée par TAKEUCHI (indépendamment du type de structure) et dont l'utilisation est plus simple.

o En troisième lieu, une relation linéaire en fonction de la concentration est obtenue. Celle-ci se distingue des variations en $c^{1/2}$ fréquemment observées dans les c.f.c. [161], ou en $c^{2/3}$ proposées par LABUSCH, mais elle semble mieux correspondre au cas des matériaux c.c..

o En dernier lieu, il nous paraît que l'introduction d'un facteur électronique est un élément très positif, car celui-ci doit permettre d'interpréter physiquement les variations des constantes élastiques d'un matériau. Cependant ce facteur électronique est, pour l'instant, très difficile à maîtriser et les auteurs de cette hypothèse n'ont pu qu'illustrer les variations de module de quelques alliages sans les prévoir.

L'étude la plus complète concernant les alliages c.c. est celle de TAKEUCHI puisqu'elle a porté sur six alliages de fer. Ne disposant que d'un seul élément d'alliage, un travail comparable nous était impossible. Or, l'alliage fer-titane ne figure pas dans cette étude, aussi avons-nous, à partir de nos résultats expérimentaux, tenté de corroborer ou d'infirmer la loi établie par TAKEUCHI (relation IV.7).

D - Résultats expérimentaux.

Nous avons d'abord déterminé les variations de paramètre des alliages Fe-Ti considérés, ainsi que celles du module de cisaillement, afin de calculer respectivement ϵ_a et ϵ_μ ; nous avons par ailleurs déduit les valeurs de la composante τ_μ des propriétés mécaniques indiquées au chapitre III.

c % at. Ti	" Fer non allié "	0,14	0,52	0,98	2,16	2,32	3,64
τ_μ (hbar)	" - "	2,3	2,5	3,25	4,1	5,2	6
a (Å)	" 2,8667 ₅ "	2,8662 ₃	2,8672 ₃	2,8677 ₁	2,8709 ₆	2,8712 ₆	2,8729 ₅
μ (hbar)	" - "	8340	(8260)	(8170)	7940	(7900)	7640

TABLEAU IV.2

Valeurs expérimentales des paramètres τ_μ , a et μ pour les différents alliages étudiés [(μ) valeurs estimées à partir de la droite de la figure IV.2(b)]

D.1. Variations de paramètre.

Les variations du paramètre a en fonction de la teneur en titane ont été reportées sur la figure IV.1 d'après les valeurs expérimentales regroupées dans le tableau IV.2. Malgré des élaborations différentes, et donc des puretés non similaires, le graphe obtenu est sensiblement une droite dont la pente est égale à $\frac{da}{dc} = 0,00199 \text{ \AA} / \% \text{ at.}$, ce qui correspond à un défaut de taille

$$\epsilon_a = 0,0694$$

pour $a_0 = 2,866_1 \text{ \AA}$. (Cette valeur de a_0 correspond à l'interaction de la droite $a = f(c)$ avec l'axe $c = 0$).

La valeur $(\frac{da}{dc})$ obtenue est assez faible par rapport à la seule valeur que nous avons trouvée dans la littérature, c'est-à-dire $\frac{da}{dc} = 0,00311 \text{ \AA} / \% \text{ at.}$ [162], qui avait été également déterminée par diffractométrie X.

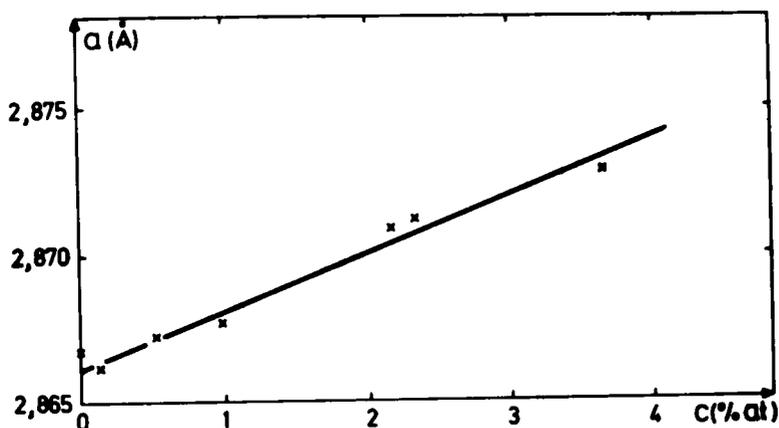


FIG. IV.1 - Variations du paramètre avec la teneur en titane

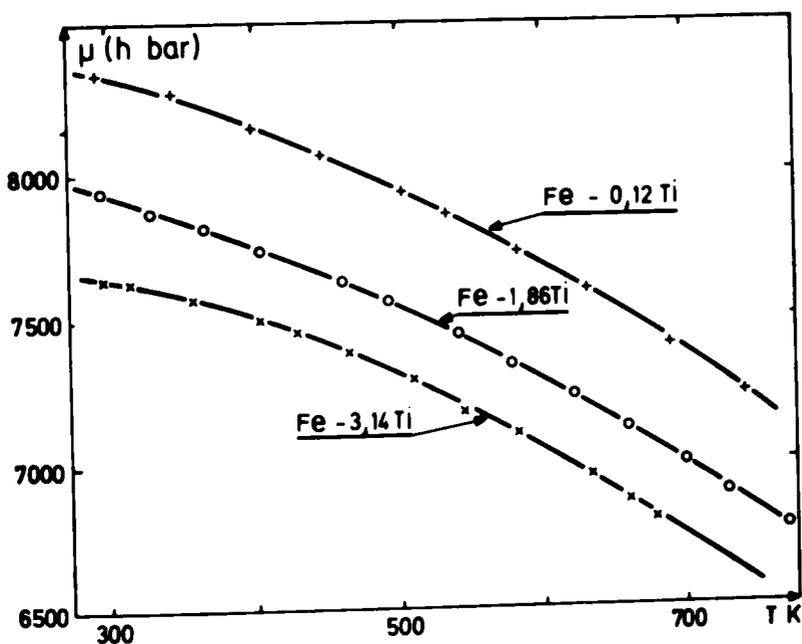


FIG. IV.2 (a) - Variations du module de cisaillement en fonction de la température.

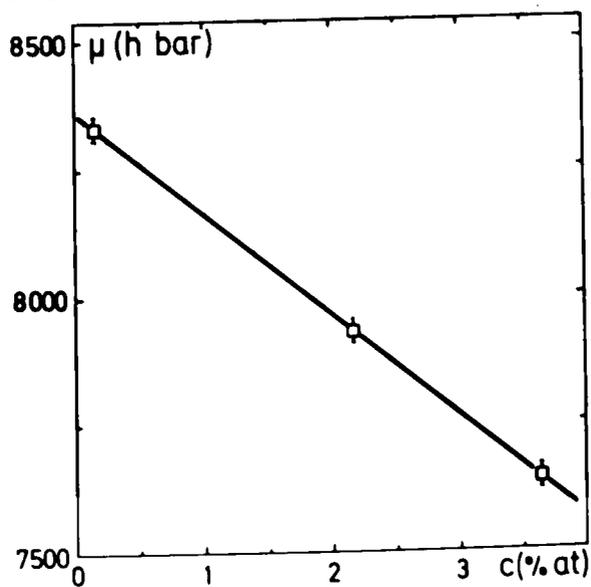


FIG. IV.2 (b) - Variations du module de cisaillement en fonction de la teneur en soluté ($T = 300\text{K}$).

Cependant, notre valeur de ϵ_a introduite dans le tableau IV.3 donnée par TAKEUCHI [156], s'intègre parfaitement puisque l'ordre de grandeur est respecté.

D.2. Variations de module de cisaillement.

Sur la figure IV.2(a) ont été reportées les variations du module μ en fonction de la température pour les trois alliages retenus. On peut constater que le facteur $\frac{d\mu}{dT}$ est faible puisque compris entre (-1,6) hbar/K et (-3) hbar/K, ce qui justifie le fait que nous ayons considéré que la composante τ_μ est constante dans l'intervalle 500 - 800 K. (Cela représente en effet une variation d'environ 1 hbar sur la courbe $\tau = f(T)$ entre 300 et 700 K, en ce qui concerne l'alliage le plus chargé). La valeur $d\mu/dc$ a été calculée pour la température de 300 K, les variations du module de cisaillement en fonction de la concentration ayant été reportées sur la figure IV.2(b); les valeurs expérimentales ont par ailleurs été regroupées dans le tableau IV.2. Nous avons obtenu $\frac{d\mu}{dc} = -1,997 \cdot 10^4$ hbar/% at. En choisissant pour valeur de μ_0 , la valeur à l'origine de $\mu = f(c)$, soit $\mu_0 = 8365$ hbar, ceci correspond à un facteur $\epsilon_\mu = -2,388$ et à $\epsilon'_{\mu T} = -1,022$ (d'après IV.5).

Nous n'avons trouvé aucune donnée nous permettant de comparer, ou de valider, ces valeurs. Nous avons également fait figurer $\epsilon'_{\mu T}$ dans le tableau IV.3. Nous concluons simplement que la valeur obtenue n'est pas illogique, à l'image de ϵ_a et par comparaison aux autres données.

D.3. Variations de la composante athermique τ_μ .

Nous avons reporté sur la figure IV.3, les variations de la composante (τ_μ/μ) (cette grandeur ayant été considérée par TAKEUCHI) en fonction de la concentration. Les valeurs de τ_μ retenues figurent dans le tableau IV.2 (comme nous l'avons indiqué au chapitre I, elles correspondent au palier des courbes $\tau = f(T)$). Il apparaît d'après la figure IV.3, que la relation entre (τ_μ/μ) et c est linéaire, conformément à l'équation générale IV.13. La pente de la droite obtenue est égale à $\frac{d}{dc} (\tau_\mu/\mu) = 0,0148$ % at.

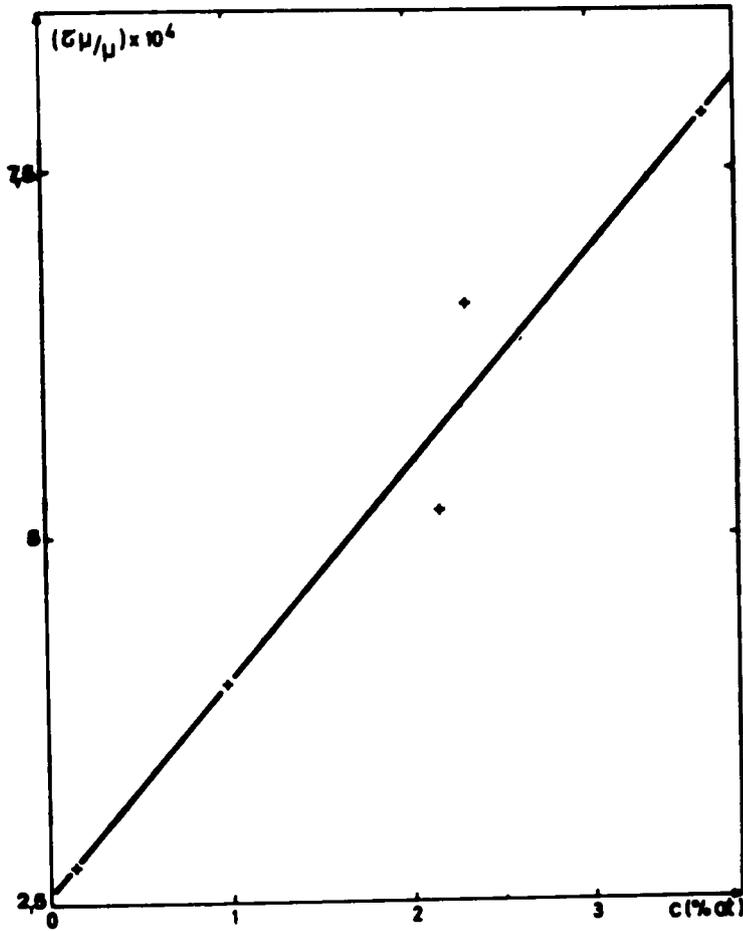


FIG. IV. 3 - Variations du rapport $\zeta\mu/\mu$ en fonction de la teneur en soluté.

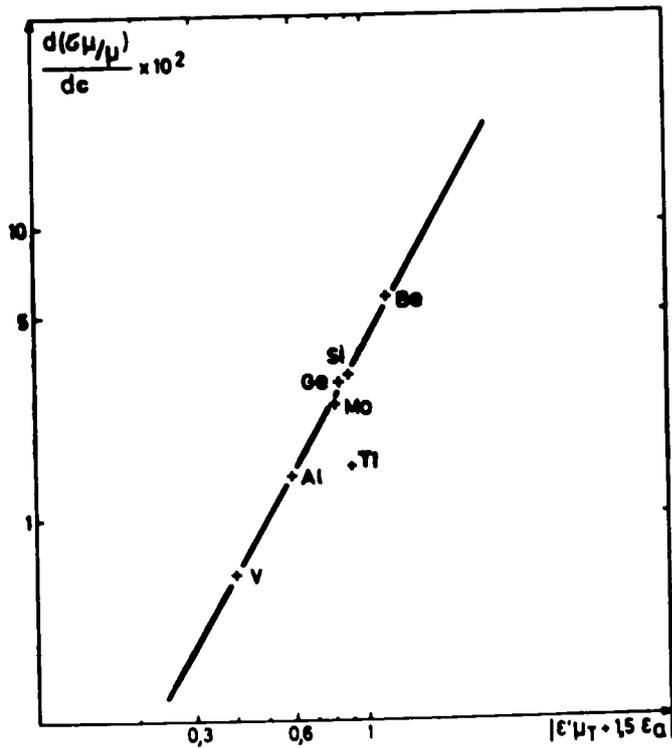


FIG. IV. 4 - Modèle de TAKEUCHI $\frac{d(\zeta\mu/\mu)}{dc} = 0.04 [\epsilon'_{\mu T} + 1.5 \epsilon_a]^2$

Soluté	V	Al	Mo	Be	Si	Ge	Ti
ϵ_a	+0,039	+0,063	+0,103	-0,077	-0,023	+0,066	+0,069
ϵ'_{μ_T}	+0,34	-0,69	+0,96	-1,04	-0,85	-0,93	-1,022

TABLEAU IV.3

Comparaison entre les résultats obtenus avec le titane et ceux obtenus par TAKEUCHI [156] avec d'autres solutés.

D.4 Comparaison avec les modèles antérieurs.

Il n'existe à notre connaissance que les travaux de TAKEUCHI qui ont porté sur les alliages de fer. Cet auteur a réalisé un certain nombre d'expériences afin de confronter son formalisme théorique avec les valeurs expérimentales. Il a en particulier évalué le facteur ϵ_{μ} dans le cas de divers alliages de fer. Nous tenterons de confronter nos résultats avec ceux qu'il a obtenus en considérant les solutés Be, Ge, Si, Al, V et Mo.

Un premier résultat est conforme aux prévisions théoriques que nous avons dégagées au paragraphe C, puisqu'une relation linéaire a été obtenue entre (τ_{μ}/μ) et la concentration. L'expression générale (IV.13) se trouve donc vérifiée.

Dans le but de nous assurer de la validité de l'équation IV.7 établie par TAKEUCHI, nous avons porté notre "point" de coordonnées $[\frac{d}{dc} (\frac{\tau_{\mu}}{\mu}), |\epsilon'_{\mu} + 1,5 \epsilon_a|]$ sur le graphe en coordonnées logarithmiques donné par TAKEUCHI (voir figure IV.4). On peut constater que le point correspondant au soluté titane ne se place pas très correctement sur la droite figurée.

E - Discussion.

Nous avons essayé d'utiliser au mieux nos résultats en fonction des théories et des travaux existants, sans pour autant pouvoir apporter une réponse définitive au problème du durcissement.

Nous avons montré au paragraphe C comment l'équation générale (IV.13) avait été déduite logiquement en précisant peu à peu l'effet de module. Cependant notre résultat expérimental ne corrobore pas l'équation IV.7 de TAKEUCHI ; en fait, TAKEUCHI a réalisé son étude sur des monocristaux d'orientation définie alors que nous avons travaillé sur des échantillons polycristallins, et que notre détermination de la c.c.c.r. ($\tau \approx \tau_E/2$) n'est qu'une approximation. Ceci peut sans doute expliquer l'écart observé.

Nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- une des idées de base de FLEISCHER visant à déterminer le facteur prépondérant effet de taille ou effet de module, nous semble sans raison d'être. En effet, une interdépendance entre ces deux effets paraît établie, notamment d'après la définition de ϵ'_{μ_T} .

- l'échec des théories statistiques provient, à notre sens, de ce que les hypothèses sur lesquelles elles se fondent sont sensiblement les mêmes que celles des théories classiques. Elles ne peuvent donc que préciser les effets des mécanismes mis en jeu, sans apporter d'éléments nouveaux.

- les facteurs ϵ_a et ϵ'_{μ_T} sont définis à partir des conséquences de nature mécanique induites par la présence d'un atome étranger, c'est-à-dire à partir des variations de module ou de paramètre. Peut-être faudrait-il rechercher l'interprétation du durcissement dans des phénomènes d'origine plus physique, par exemple modification de la structure électronique des constituants de l'alliage.

Dans cet esprit, la démarche de VAN DER PLANKEN et al nous semble intéressante et nous voudrions, à ce sujet, faire une observation. Sur la courbe de la figure IV.4, le germanium et le silicium semblent avoir des comportements proches, bien que leurs rayons atomiques, $a_G(\text{Ge}) = 1,39 \text{ \AA}$ et $A_G(\text{Si}) = 1,17 \text{ \AA}$, soient sensiblement différents. (Nous n'avons pu comparer les valeurs des modules de cisaillement respectifs, car nous n'avons trouvé aucune valeur concernant celui du germanium). Cependant ces deux éléments apparaissent, d'après le tableau de classification de MENDELEIEV, avoir une même valence 4. Cela nous amène à nous interroger sur les relations existant entre les facteurs électroniques et les variations du module de cisaillement et de paramètre, et suivre en cela la démarche de VAN DER PLANKEN et al.

Nos connaissances et nos résultats ne nous permettent pas d'approfondir cette remarque, mais peut-être pouvons nous supposer que l'origine du durcissement ne sera élucidée que lorsque la connaissance de la configuration électronique d'un solvant et de ses alliages et du rôle de celle-ci dans les propriétés mécaniques auront été précisées.

2ème partie : ANALYSE GLOBALE DU ROLE DU TITANE DANS LES SOLUTIONS SOLIDES
C.C. Fe-Ti.

L'étude de l'influence du soluté sur le comportement mécanique des alliages fer-titane a montré qu'il était au préalable nécessaire d'identifier le mécanisme contrôlant la déformation, c'est-à-dire la nature des obstacles au mouvement des dislocations.

On peut ainsi considérer que les contraintes observées ont deux origines qui nous ont permis de dissocier la c.c.c.r. en deux composantes τ^* et τ_μ :

- à toute température, les dislocations se heurtent aux champs de contrainte à *longue ou moyenne distance*, donc en particulier à ceux liés aux distorsions du réseau résultant de la présence du soluté en substitution. Nous avons montré que ces processus se traduisent par la *composante* τ_μ , qui varie très peu avec la température.

- aux basses températures, seuls les champs de contrainte à *courte distance* sont prépondérants : il s'agit, d'une part de ceux qui engendrent les forces de PEIERLS, d'autre part de ceux liés aux atomes substitutionnels. Ils donnent alors lieu à la composante τ^* , laquelle varie fortement avec la température.

Il faut noter que si les atomes de soluté agissent notablement à basse température en tant qu'obstacles ponctuels immobiles, par contre - lorsque leur mobilité devient conséquente - ils forment des atmosphères autour des dislocations et modifient la valeur de la contrainte d'écoulement.

Cette analyse étant faite, on peut en déduire une interprétation d'ensemble du comportement des alliages étudiés, en fonction de la température ; nous distinguerons pour cela trois domaines de température.

a) Aux températures les plus basses, inférieures à 200 K, la déformation est contrôlée par le déplacement des dislocations-vis ; ces défauts linéaires doivent alors vaincre les forces de PEIERLS, par nucléation puis propagation de décrochements. L'intervention de ces forces confère aux métaux c.c. un comportement particulier, en ce sens que leur résistance

mécanique est très fortement accrue lorsque la température est abaissée.

L'analyse plus détaillée du phénomène montre que la déformation est en fait contrôlée par la *nucléation des kinks* : celle-ci est facilitée au voisinage d'un atome de soluté par les distorsions liées à sa présence ; par ailleurs, ces distorsions gênent la propagation des décrochements, ce processus n'étant pas prépondérant. L'addition de titane se traduit donc par un adoucissement relatif des alliages par rapport au métal de base.

b) Aux températures comprises entre 200 et 500 K environ, le processus de nucléation tend de plus en plus à être favorisé par l'activation thermique d'où une diminution des forces de PEIERLS que l'on peut d'ailleurs considérer comme pratiquement nulles dès 300 K. La déformation est alors conditionnée à la fois :

- par la propagation des kinks (qui possèdent un caractère coin). Ce mécanisme cesse d'intervenir lorsque les forces de PEIERLS s'annulent, donc vers 300 K.

- par le déplacement des dislocations-coins.

Dans ces deux cas, l'interaction entre les dislocations et les défauts ponctuels est importante ; les atomes constituent alors des obstacles et il en résulte un *durcissement*. La transition entre le domaine d'adoucissement et le domaine de durcissement est assurée par le processus de propagation des kinks, ce qui explique qu'aucune discontinuité ne soit observée dans l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température.

c) Au-dessus de 500 K, l'atome substitutionnel isolé n'est plus qu'un obstacle facilement surmonté par les dislocations grâce à la simple activation thermique. En fait, le comportement observé ne relève pas d'une telle répartition car, lorsque la température croît, les atomes de soluté deviennent mobiles ; de plus, cette mobilité peut se trouver renforcée par la présence des lacunes, thermiques ou d'écrouissage : la conséquence en est qu'il devient possible aux atomes de soluté de diffuser vers les dislocations et de former des nuages. Les atmosphères ainsi constituées ,

- bloquent (à température peu élevée, où la mobilité du soluté reste faible).

ou freinent (à température plus élevée)

les dislocations qu'elles entourent. Il en résulte une augmentation de la contrainte d'écoulement.

Ces divers processus, et leurs conséquences, doivent logiquement être exacerbés lorsque la teneur en titane augmente. De plus, ceux-ci se superposent aux phénomènes liés à l'existence des champs de contraintes à longue ou moyenne distance, qui se traduisent par la composante τ_{μ} , laquelle, augmente également lorsque la concentration en soluté croît.

Nous avons ainsi pu interpréter l'ensemble des propriétés mécaniques étudiées entre 77 et 800 K.

CONCLUSIONS GENERALES.

Nous avons tenté de caractériser les propriétés mécaniques des solutions solides de structure cubique centrée en étudiant des alliages fer-titane

Le choix du fer correspond à notre souci de bénéficier de bases solides. Les études portant sur les solutions solides α de fer, ou sur le fer- α non allié, sont multiples ce qui nous assurait de nombreuses données de référence. Par ailleurs, au cours de ces dernières années se sont développés des aciers de composition complexe contenant du titane, comme par exemple les aciers maraging du type Fe - Ni - Mo - Ti. Il nous a semblé qu'une meilleure interprétation des propriétés de ces aciers nécessitait des études sur les alliages binaires correspondants. Enfin, une analyse bibliographique préliminaire a montré que les travaux effectués sur les alliages de fer de type purement substitutionnel étaient relativement peu nombreux.

Le choix du titane répondait essentiellement à la nécessité de s'affranchir de l'influence des interstitiels dont le rôle est prépondérant lorsqu'ils se trouvent en solution. La forte affinité du titane vis à vis du carbone et de l'azote nous garantissait la formation de composés piégeant les atomes en insertion et annulant ainsi leur action. Nous avons montré, par mesures de frottement intérieur et essais de vieillissement statique ou dynamique qu'une teneur de 0,12 % pds de titane suffisait pour obtenir le résultat escompté. L'excès de titane, pourvu que la concentration ne dépasse pas la limite de solubilité, permet ensuite l'étude de l'influence spécifique du soluté. Celle-ci a été réalisée essentiellement par des essais de traction.

Les principaux résultats qui se dégagent de cette étude sont les suivants :

CONCLUSIONS GENERALES.

Nous avons tenté de caractériser les propriétés mécaniques des solutions solides de structure cubique centrée en étudiant des alliages fer-titane

Le choix du fer correspond à notre souci de bénéficier de bases solides. Les études portant sur les solutions solides α de fer, ou sur le fer- α non allié, sont multiples ce qui nous assurait de nombreuses données de référence. Par ailleurs, au cours de ces dernières années se sont développés des aciers de composition complexe contenant du titane, comme par exemple les aciers maraging du type Fe - Ni - Mo - Ti. Il nous a semblé qu'une meilleure interprétation des propriétés de ces aciers nécessitait des études sur les alliages binaires correspondants. Enfin, une analyse bibliographique préliminaire a montré que les travaux effectués sur les alliages de fer de type purement substitutionnel étaient relativement peu nombreux.

Le choix du titane répondait essentiellement à la nécessité de s'affranchir de l'influence des interstitiels dont le rôle est prépondérant lorsqu'ils se trouvent en solution. La forte affinité du titane vis à vis du carbone et de l'azote nous garantissait la formation de composés piégeant les atomes en insertion et annulant ainsi leur action. Nous avons montré, par mesures de frottement intérieur et essais de vieillissement statique ou dynamique qu'une teneur de 0,12 % pds de titane suffisait pour obtenir le résultat escompté. L'excès de titane, pourvu que la concentration ne dépasse pas la limite de solubilité, permet ensuite l'étude de l'influence spécifique du soluté. Celle-ci a été réalisée essentiellement par des essais de traction.

Les principaux résultats qui se dégagent de cette étude sont les suivants :

a) A basse température ($T \leq 500$ K), nous avons retrouvé le phénomène classique de la forte augmentation de la résistance mécanique des matériaux de symétrie cubique centrée ; plus exactement, le paramètre dont la valeur croît fortement lorsque la température décroît est la composante thermique τ^* de la contrainte critique de cisaillement résolue τ : ce fait est caractéristique des métaux et alliages de structure cubique centrée.

Nous avons de plus montré que l'addition de titane atténue cet effet, ce qui se traduit par un adoucissement des alliages aux plus basses températures. L'analyse de ces phénomènes permet de mettre en évidence deux mécanismes successifs contrôlant la déformation :

- aux plus basses températures ($T \leq 200$ K), le déplacement des dislocations-vis est conditionné par la nucléation de décrochements surmontant la colline de PEIERLS. Le modèle de DORN et RAJNAK rend compte de nos résultats expérimentaux de façon satisfaisante jusque 200 K environ. Les atomes de titane en substitution favorisent la nucléation des kinks, ce qui correspond à un abaissement relatif du sommet de la colline de PEIERLS, et à l'*adoucissement* observé.

- au contraire, aux températures comprises entre 200 et 500 K environ, la déformation est contrôlée par la propagation des décrochements (qui ont un caractère coin) le long de la colline de PEIERLS - la nucléation étant alors très aisée - et par le déplacement des dislocations-coins. Dans l'un et l'autre cas, le caractère coin permet d'envisager la possibilité d'une interaction entre les défauts substitutionnels et de tels défauts linéaires qui se traduit par un *durcissement*. Le modèle de FRANK, que nous avons légèrement modifié, afin de le traduire par des courbes du type $\left(\frac{\tau^*}{\tau_F}\right) = f\left(\frac{T}{T_F}\right)$, (chaque matériau étant caractérisé par les valeurs de τ_F et de T_F), donne une représentation très acceptable de nos résultats.

Nous avons parallèlement montré que l'hypothèse d'un adoucissement simplement lié à un piégeage des impuretés interstitielles était sans fondement dans le contexte considéré ; par ailleurs, le modèle de dissociation des dislocations-vis a également été envisagé, car la variation de l'énergie d'activation de ce mécanisme en fonction de la température est similaire à celle du mécanisme de PEIERLS. Cependant, le modèle de dissociation n'a pas permis de traduire correctement nos résultats.

b) Aux températures supérieures à l'ambiante, soit entre 550 et 800 K, nous avons mis en évidence un phénomène PORTEVIN - LE CHATELIER, caractérisé par deux types de hachures :

- les hachures de type A, observées aux plus basses températures du domaine considéré ; elles résultent du blocage des dislocations par les atmosphères qui se forment lors de l'immobilisation temporaire de ces défauts par certains obstacles, suivi de la création de nouvelles dislocations ;

- les hachures de type B, existant aux plus hautes températures ; dans de telles conditions les dislocations ont tendance à se déplacer accompagnées de leurs atmosphères du moins jusqu'à une certaine valeur de la contrainte appliquée : il se produit alors un désancrage périodique qui donne lieu aux discontinuités observées.

L'énergie d'activation déterminée d'après l'évolution de l'écroutissage critique ϵ_c observé à l'apparition du phénomène, est égale à environ 1,4 eV. Cette valeur, très supérieure à l'énergie de diffusion des atomes interstitiels dans le fer, confirme le fait que les alliages étudiés sont "libres d'interstitiels". Il est en effet improbable que ceux-ci exercent un rôle quelconque dans le phénomène PLC observé, notamment si l'on tient compte du fait que des essais de vieillissement ou de frottement intérieur se sont révélés négatifs. D'autre part, la valeur de l'énergie d'activation trouvée, bien qu'un peu élevée, rend plausible un mécanisme de diffusion lacunaire des atomes de titane qui peuvent alors interagir avec les dislocations.

Cette interaction se manifeste par un effet de "surconsolidation", c'est-à-dire un surcroît de résistance au mouvement des dislocations, auquel correspond une augmentation de la contrainte d'écoulement. En outre, nous pensons que l'existence des hachures sur les courbes effort-déformation, qui traduit la création ou le désancrage des dislocations, correspond à une diminution relative de cette contrainte. La combinaison des deux phénomènes est à l'origine de un (ou deux) maximum(s) observé(s) sur les courbes (σ_ϵ , T).

c) Enfin, l'addition de titane provoque une augmentation de la composante athermique τ_μ de la contrainte τ , c'est-à-dire un durcissement du métal de base. Ce résultat a été interprété sur la base du formalisme développé par TAKEUCHI sur des alliages de fer. Cependant, bien que nous ayons établi une relation linéaire entre le rapport τ_μ/μ et la concentration et que nous ayons

obtenu un bon accord entre nos résultats et les valeurs des facteurs de taille ϵ_a et de module ϵ'_{μ_T} données par TAKEUCHI, nous avons constaté que la relation proposée par cet auteur, n'était apparemment pas satisfaisante dans le cas du titane. Il demeure que cette relation montre bien l'interdépendance des deux facteurs impliqués ; nous avons supposé qu'il fallait voir là l'indice d'une origine commune aux deux effets et qui serait de nature électronique.

Les résultats que nous avons déduits de l'étude d'alliages fer-titane soulignent l'intérêt de considérer des alliages binaires. Des travaux ont parallèlement été menés sur des alliages Fe-Mo et Fe-Ni ; dans la mesure où ils seraient étendus à des alliages ternaires du type Fe-Ni-Ti ou Fe-Ni-Mo, il deviendrait possible de déterminer en particulier le rôle exercé par chacun des éléments d'alliage sur les propriétés des alliages quaternaires du type Fe-Ni-Mo-Ti.

De plus, ces résultats démontrent le rôle particulier joué par le titane ; cet élément, de rayon atomique élevé, perturbe fortement le réseau du solvant fer et influe de façon notable sur ses propriétés mécaniques, alors qu'il est le plus souvent considéré comme un simple getter.

ANNEXE 1.

EQUATION DE MIFUNE.

GUYOT et DORN ont évalué l'énergie de germination U_n d'une paire de décrochements, dans le cas d'un profil "quasi-parabolique" de la colline de PEIERLS.

L'énergie d'une ligne de dislocation est alors donnée par l'expression :

$$\Gamma(y) = \Gamma_0^{1/2} \left[\Gamma_0 + \frac{a b \tau_p}{2} \left(1 - \frac{4y^2}{a^2} \right) \right]^{1/2} \quad (\text{A.1.1})$$

U_n est alors égale à :

$$\frac{U_n}{2U_k} \sim \left(1 - \frac{\tau^*}{\tau_p} \right)^2 \quad (\text{A.1.2})$$

où U_k est l'énergie d'un décrochement isolé.

Il y a donc identité entre l'équation (A.1.2) et l'équation proposée par MIFUNE :

$$\frac{E}{E_0} = \left[1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_c} \right)^\alpha \right]^\beta \quad (\text{A.1.3})$$

si on considère les valeurs suivantes des constantes :

$$E_0 = 2U_k, \quad \alpha = 1, \quad \beta = 2, \quad \frac{\tau_p}{\tau_c} = 1$$

A. II.

ANNEXE 2.

CALCUL DU DEFAUT DE TAILLE.

Soit a et a' les rayons respectifs des atomes de solvant et de soluté et b , le rayon d'équilibre de l'atome de soluté en substitution.

WEERTMAN [163] définit le défaut de taille ϵ par la relation :

$$b = (1 + \epsilon_W) a \quad (\text{A.2.1})$$

soit :

$$\epsilon_W = \frac{b - a}{a} \quad (\text{A.2.2})$$

Il existe, par ailleurs, une autre définition de ϵ assez communément utilisée (que nous attribuerons à FRIEDEL [90]), à savoir :

$$\epsilon_F = \frac{a' - a}{b} \quad (\text{A.2.3})$$

En outre, nous soulignerons le fait que les auteurs ne précisent généralement pas la définition du rayon atomique qu'ils utilisent pour évaluer a et a' ; de fait, on peut considérer :

- soit le rayon de GOLDSCHMIDT, a_G , qui correspond au modèle atomique des sphères dures,
- soit le rayon de FRIEDEL, a_F , correspondant à une occupation maximale de la maille par des atomes qu'elle contient en propre .

La valeur de b peut être calculée à partir des expressions :

$$\left(\frac{b - a}{a' - b}\right) = x \left(\frac{K'}{K}\right) \quad (\text{A.2.4})$$

où K et K' sont les modules de rigidité respectifs du solvant et du soluté,

A.III

et

$$x = \frac{1 + \nu}{2(1 - 2\nu)} \quad (\text{A.2.5})$$

où ν est le coefficient de POISSON.

Les valeurs retenues pour ces divers paramètres sont regroupées dans le tableau (A.2.1).

Tableau A.2.1

Paramètre	Fe	Ti
a_G (A)	1,24	1,47
a_F (A)	1,41	1,63
K (hbar)	$1,544 \cdot 10^4$	$1,125 \cdot 10^4$
ν	0,28	

Les calculs conduisent aux valeurs de ϵ regroupées dans le tableau (A.2.2.).

Tableau A.2.2

Rayon	Définition	ϵ_W	ϵ_F
	a_G	0,097	0,173
	a_F	0,082	0,145

La validité du modèle de SATO et al doit être alors considérée sur la base des valeurs théoriques correspondant à $\epsilon = 0,05$ (voir le texte) ou $\epsilon = 0,15$, valeurs les plus proches de celles indiquées ci-dessus. Le tableau (A.2.3) regroupe les résultats obtenus.

Tableau A.2.3

Alliage	ϵ	" β_{th}	β_{exp}	" $E_{o_{th}}$	$E_{o_{exp}}$
Fe-0,12 Ti	0	" 1,24	1,29	" 0,64	0,99
Fe-1,86 Ti	0,05	" 1,37	1,40	" 0,45	0,83
	0,15	" 2,08	1,64	" 0,391	0,771
Fe-3,14 Ti	0,05	" 1,37	1,56	" 0,45	0,95
	0,15	" 2,08	1,83	" 0,391	0,865

Il apparaît que pour $\epsilon = 0,15$, les résultats trouvés s'éloignent assez nettement des prévisions du modèle de SATO et al. Cela peut être logique, si on note que la définition de ϵ retenue par ces auteurs est la définition de WEERTMAN.

ANNEXE 3.

MODELE DE FRANK [58].

Les équations données par FRANK sont les suivantes :

$$T = T_F - B \chi(\tau^*) \quad (\text{A.3.1})$$

$$\chi(\tau^*) = \tau^* (C \tau^{*-1/3} - 1) \quad (\text{A.3.2})$$

où
$$C = 1,89 \left(\frac{T_F}{B}\right)^{1/3} \quad (\text{A.3.3})$$

La combinaison de ces trois équations permet d'écrire :

$$T = T_F - B \left[1,89 \left(\frac{T_F}{B}\right)^{1/3} \tau^{*-1/3} - 1 \right] \tau^*$$

soit :

$$\frac{T}{T_F} = 1 - 1,89 \left(\frac{B}{T_F}\right)^{2/3} \tau^{*+2/3} - \left(\frac{B}{T_F}\right) \tau^* \quad (\text{A.3.4})$$

Nous avons défini la contrainte τ_F telle que $\tau^* = \tau_F$ lorsque $T = 0$, soit :

$$\frac{B}{T_F} \tau_F - 1,89 \left(\frac{B}{T_F}\right)^{2/3} \tau_F^{2/3} + 1 = 0 \quad (\text{A.3.5})$$

L'équation (A.3.5) admet pour solution positive :

$$\tau_F = (1,25)^3 \left(\frac{T_F}{B}\right) .$$

L'équation (A.3.4) s'écrit donc :

$$(1,25)^3 \frac{\tau^*}{\tau_F} - 1,89 \times (1,25)^2 \times \left(\frac{\tau^*}{\tau_F}\right)^{2/3} + 1 = \frac{T}{T_F} \quad (\text{A.3.6})$$

soit :

$$\frac{T}{T_F} = 1 - 2,953 \left(\frac{\tau^*}{T_F} \right)^{2/3} + \frac{\tau^*}{T_F} \quad (\text{A.3.7})$$

Par ailleurs, FRANK définit les variations de l'énergie d'interaction ΔG avec la contrainte appliquée par l'expression :

$$\frac{\Delta G}{\Delta G_0} = 1 - 1,89 \left(\frac{b^3 D}{\sqrt{c_{\text{eff}} \cdot \Delta G_0}} \tau^* \right)^{2/3} + \frac{b^3 D}{\sqrt{c_{\text{eff}} \cdot \Delta G_0}} \tau^* \quad (\text{A.3.8})$$

La relation (II.11) permet d'écrire :

$$\frac{b^3 D}{\sqrt{c_{\text{eff}} \cdot \Delta G_0}} = \frac{b^3 D}{\sqrt{c_{\text{eff}} \cdot k \cdot \text{Log}\left(\frac{nb^2 v D}{\dot{\epsilon}}\right)}} \cdot \frac{1}{T_F}$$

où apparaît le facteur B défini par la relation II.9. On a alors :

$$\frac{b^3 D}{\sqrt{c_{\text{eff}} \cdot \Delta G_0}} = \frac{B}{T_F}$$

Nous avons de plus défini la contrainte de FRANK par l'expression $\tau_F = (1,25)^3 \left(\frac{T_F}{B} \right)$. L'équation (A.3.8) s'écrit donc :

$$\frac{\Delta G}{\Delta G_0} = 1 - (1,89) \times \left[(1,25)^3 \left(\frac{\tau^*}{T_F} \right) \right]^{2/3} + (1,25)^3 \cdot \frac{\tau^*}{T_F} \quad (\text{A.3.9})$$

soit en rapprochant les équations (A.3.7) et (A.3.9) :

$$\frac{\Delta G}{\Delta G_0} = \frac{T}{T_F}$$

ANNEXE 4.

ENERGIE D'INTERACTION MAXIMALE DISLOCATION COIN - SUBSTITUTIONNEL.

Le calcul de cette énergie d'interaction dépend de la définition retenue. Nous avons ainsi noté deux évaluations différentes des énergies d'interaction due soit à l'effet de taille, soit à l'effet de module. Nous nous sommes limité au cas d'un atome substitutionnel interagissant avec une dislocation coin.

1 - Evaluation de FRIEDEL [90].a) Effet de taille.

D'après FRIEDEL, l'énergie d'interaction s'exprime par :

$$W = \frac{1}{3\pi} \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right) \mu |\Delta v_a| \cdot \frac{b}{r} \cdot \sin \theta = p |\Delta v_a| \quad (\text{A.4.1})$$

où r et θ sont les coordonnées polaires de l'atome substitutionnel considéré par rapport à un référentiel associé à la dislocation. La variation de volume $|\Delta v_a|$ est par ailleurs égale à $\Delta v_a = X \cdot \Delta v$ (A.4.2)

$$\text{avec :} \quad \Delta v = \frac{4\pi}{3} (a^3 - a'^3) \quad (\text{A.4.3})$$

$$\text{et} \quad X = \frac{3(1-\nu) \chi}{2(1-2\nu) \chi' + (1+\nu)\chi} \quad (\text{A.4.4})$$

expression dans laquelle χ et χ' sont les coefficients de compressibilité respectifs du solvant et du soluté (respectivement égaux à $\frac{1}{K}$ et $\frac{1}{K'}$).

b) Effet de module.

La différence de rigidité entre le solvant et le soluté contribue aux distorsions introduites dans le réseau. Le calcul de l'énergie d'interaction est dans ce cas plus complexe. FRIEDEL obtient :

$$W_{\mu} = X \cdot p^2 \cdot v \quad (\text{A.4.5})$$

où X est donné par l'équation (A.4.4), p a la valeur indiquée ci-avant et $v = \frac{4}{3} \pi a^3$.

Dans ces deux calculs, FRIEDEL considère que l'énergie d'interaction maximale est obtenue pour $\sin \theta = 1$ et $r = \frac{2b}{3}$.

2 - Evaluation de BULLOUGH et NEWMAN [91].a) Effet de taille.

BULLOUGH et al évaluent l'effet de taille par l'équation suivante :

$$W_a = \frac{4}{3} \left(\frac{1+v}{1-v} \right) \cdot \frac{\mu b}{r} \cdot \delta \cdot a^3 \cdot \sin \theta \quad (\text{A.4.6})$$

avec
$$\delta = 3\epsilon \left(\frac{1-v}{1+v} \right)$$

étant défini par la relation de WEERTMAN (cf. annexe 2).

b) Effet de module.

L'énergie d'interaction due à l'effet de module est donnée par l'expression :

$$W_{\mu} = \frac{\mu b^2}{8\pi^2 (1-v)^2} \cdot \frac{v}{r^2} \left[B - \frac{2}{3} \{ (1+2v-2v^2)B - (1-v-2v^2)A \} \right] \quad (\text{A.4.7})$$

avec
$$A = - \frac{K' - K}{K + \alpha(K' - K)} \quad \text{et} \quad \alpha = \frac{1+v}{3(1-v)}$$

$$B = - \frac{\mu' - \mu}{\mu + \beta(\mu' - \mu)} \quad \text{et} \quad \beta = \frac{2(4-5v)}{15(1-v)}$$

Ces auteurs considèrent que la valeur maximale de l'énergie correspond à $\sin \theta = 1$ et $r = b$.

Les valeurs des paramètres indiquées en annexe 2 (tableau A.2.1) conduisent aux énergies d'activation calculées sont regroupées dans le tableau (A.4.1). Nous avons, là-aussi, différencié les rayons de GOLDSCHMIDT et de FRIEDEL.

Ce tableau nous amène à faire deux remarques :

- en premier lieu, la part de l'effet de module est faible, quelle que soit la définition utilisée. D'ailleurs, les deux définitions conduisent à des valeurs très proches de cette énergie.

r	W	FRIEDEL		BULLOUGH-NEWMAN	
		a _G	a _F	a _G	a _F
$r = \frac{2b}{3}$	W _{a max}	0,641	0,771	0,544	0,676
	W _{μ max}	0,035	0,052	0,035	0,051
	W _{max}	0,676	0,823	0,579	0,727
r = b	W _{a max}	0,427	0,514	0,363	0,451
	W _{μ max}	0,016	0,023	0,015	0,023
	W _{max}	0,443	0,537	0,378	0,474

Tableau A.4.1.

- en second lieu, la valeur de l'effet de taille diffère sensiblement entre les deux définitions.

BIBLIOGRAPHIE.

- [1] J.D. BAIRD
Metal. Rev. 149 (1971) 1.
- [2] R. TAMHANKAR, J. PLATEAU, C. CRUSSARD
Mem. Scient. Rev. Met. 55 (1958) 383.
- [3] C.E. LACY, M. GENSAMER
Trans. A.S.M. 32 (1944) 88.
- [4] J.D. BAIRD
Iron and Steel 36 (1963) 326.
- [5] B. JAOUŁ
"Etude de la plasticité" (1965) Ed. Dunod.
- [6] W.C. LESLIE
Meta. Trans. 3 (1972) 5.
- [7] M. HANSEN
"Constitution of Binary Alloys" (1958) Ed. Mc Graw Hill.
- [8] S.H. MOLL, R.E. OGILVIE
Trans. AIME 215 (1959) 613.
- [9] G.R. SPEICH
Trans. AIME 224 (1962) 850.
- [10] P. DUBOTS, G. CIZERON
C.R. Acad. Sc. Paris 276C (1973) 559.
- [11] R. CONTE, P. GROH
Cryogenics, Avril 1967 (p. 81).
- [12] J.W. PUGH
"High temperature Materials and Technology", Ed. I.E. Campbell and al
(1967).
- [13] J.F. FRIES, G. CIZERON
Met. Corr. Ind. 539-540 (1970) 266.
- [14] J.F. FRIES, B. HOUSSIN, G. CIZERON, P. LACOMBE
J. of Less Com. Met. 33 (1973) 117.

- [15] F. JEAN-LOUIS, G. CIZERON, J. PERRIER
Mem. Sc. Rev. Met. 62 (1965) 495.
- [16] R. BECKER
Z. Physik 26 (1925) 919
- [17] H. CONRAD
J. of Metals 16 (1964) 582.
- [18] J.C.M. LI
Canad. J. of Phys. 45 (1967) 493.
- [19] P. MOUTURAT
Rapport C.E.A. - R-3208 (1970).
- [20] C.J. SMITHELLS
"Metals Reference Book" London (1955).
- [21] G. MARTIN, J. DELAPLACE, J. HILLAIRET
Note C.E.A. - N 535 (1965).
- [22] G. COLLETTE
Met. Corr. Ind. 464 (1964) 143.
- [23] D.J. DINGLEY, K.F. HALE
Proc. Roy. Soc. London A.272 (1966) 55.
- [24] L.P. KUBIN
"Methodes et Techniques Nouvelles d'Observation en Métallurgie Physique"
Ed. B. Jouffrey - Paris (1972).
- [25] A. URAKAMI, H.L. MARCUS, M. MESHII, M.E. FINE
Trans. A.S.M. 60 (1967) 344.
- [26] T. SAKUMA, S. KARASHIMA
2nd Intern. Conf. on Strength of Metals and Alloys - Pacific Grove
Calif. (1970) p. 88.
- [27] D. LEEMANS, M.E. FINE
Meta. Trans. 5 (1974) 1331.
- [28] E. PINK
Zeit. Metall. 64 (1973) 871.
- [29] T. TANAKA
Scripta. Met. 7 (1973) 97.
- [30] U. HILDEBRANDT, W. DICKENSCHIED
Acta. Met. 19 (1971) 49.
- [31] U. HILDEBRANDT, W. DICKENSCHIED
Scripta Met. 6 (1972) 465.

B. III

- [32] H.H. KRANZLEIN, M.S. BURTON, G.V. SMITH
Trans. AIME 233 (1965) 64.
- [33] W.P. REES, B.E. HOPKINS, H.R. TIPLER
J. Iron Steel Inst. 177 (1954) 93.
- [34] G.T. HORNE, R.B. ROY, H.W. PAXTON
J. Iron Steel Inst. 201 (1963) 161.
- [35] W.C. LESLIE, R.J. SOBER, S.G. BABCOCK, S.J. GREEN
Trans. A.S.M. 62 (1969) 690.
- [36] H.D. SOLOMON, C.J. Mc MAHON
Acta Met. 19 (1971) 291.
- [37] L. GRÄNÄS, B. ARONSSON
Jernkont. Ann. 153 (1969) 317.
- [38] J.L. JELLISON, N.S. STOLOFF
Mat. Sc. Eng. 13 (1974) 231.
- [39] J.L. JELLISON, N.S. STOLOFF
Mat. Sc. Eng. 12 (1973) 35.
- [40] W.A. SPITZIG
Mat. Sc. Eng. 16 (1974) 169.
- [41] D. LEEMANS, M.E. FINE
3rd Intern. Conf. on Strength of Metals and Alloys - Cambridge.
(1973) p. 510.
- [42] Y. NAKADA, A.S. KEH
Acta Met. 16 (1968) 903.
- [43] E. PINK
Phys. Stat. Sol. (a) 11 (1972) 87.
- [44] D.J. QUESNEL, A. SATO, M. MESHII
Mat. Sc. Eng. 18 (1975) 199.
- [45] R.J. ARSENAULT
Acta Met. 17 (1969) 1291.
- [46] T.E. MITCHELL, J. RAFFO
Canad. J. of Phys. 45 (1967) 1047.
- [47] M.G. ULITCHNY, R. GIBALA, A.A. SAGUES
"Defects in Refractory Materials" (1972) p. 245 - Ed. R. de Batist et al.
- [48] E. PINK, H.P. STÜWE
Scripta Met. 8 (1974) 733.
- [49] M.G. ULITCHNY, R. GIBALA
J. of Less Common Met. 33 (1973) 105.

- [50] M.G. ULITCHNY, A.K. VASUDEVAN, R. GIBALA
(Cf. réf. 41) p. 505
- [51] J.R. STEPHENS, W.R. WITZKE
J. of Less Common Met. 29 (1972) 371.
- [52] D. KOSS, J. HACK
J. of Less Common Met. 40 (1975) 305.
- [53] S. TAKEUCHI
J. Phys. Soc. Japan 27 (1969) 929.
- [54] D.J. DINGLEY, D. Mc LEAN
Acta Met. 15 (1967) 885.
- [55] S. IKEDA
Japan J. of Appl. Phys. 13 (1974) 779.
- [56] A. SERREAU, O. DIMITROV
Mem. Sc. Rev. Met. 69 (1972) 435.
- [57] R.B. ROY, W. STANY
Zeit. Metall. 64 (1973) 511.
- [58] W. FRANK
Zeit. Natur. 22a (1967) 365.
- [59] J.E. DORN, S. RAJNAK
Trans. AIME 230 (1964) 1052.
- [60] B. ESCAIG
J. de Phys. 28 (1967) 171.
- [61] R. PEIERLS
Proc. Phys. Soc. London 52 (1940) 34.
- [62] R.D. RAWLINGS, C.W.A. DEWEY
Acta Met. 15 (1967) 440.
- [63] F.A. SMIDT
Acta Met. 17 (1969) 201.
- [64] Z.S. BASINSKI, J.W. CHRISTIAN
Aust. J. of Phys. 13 (1960) 299.
- [65] R.J. ARSENAULT
Acta Met. 14 (1966) 831.
- [66] P. WYNBLATT, J.E. DORN
Trans. AIME 236 (1966) 1451.
- [67] R.J. ARSENAULT
Acta Met. 15 (1967) 501.
- [68] P. GUYOT, J.E. DORN
Canad. J. of Phys. 45 (1967) 983.

B.V

- [69] R. CHANG, L.J. GRAHAM
Phys. Stat. Sol. 18 (1968) 99.
- [70] N. LOUAT
Aust. J. Phys. 13 (1960) 309.
- [71] J.W. CHRISTIAN
(Cf. réf. 26) p. 29.
- [72] A. SATO, M. MESHII
Scripta Met. 8 (1974) 851.
- [73] G. ROCHE, J. RIEU
C.R. Acad. Sc. Paris 279C (1974) 95.
- [74] G.L. WEBB, R. GIBALA, T.E. MITCHELL
(Cf. réf. 41) p. 515.
- [75] R. CONTE, P. GROH, B. ESCAIG
Phys. Stat. Sol. 28 (1968) 475.
- [76] B. ESCAIG
Phys. Stat. Sol. 28 (1968) 463.
- [77] H.G. VANBUEREN
"Imperfections in crystals" 1961 (Amsterdam).
- [78] M.S. DUESBERY, P.B. HIRSCH
"Dislocation Dynamics" (1967) p. 57 - Ed. A.R. Rosenfield et al.
- [79] C. WUTHRICH, W. FRANK
"Defects in Refractory Materials" (1972) p. 193 - Ed. R. de Batist et al.
- [80] J.E. DORN, A.K. MUKHERJEE
Trans. AIME 245 (1969) 1493.
- [81] A. SATO, M. MESHII
Acta Met. 21 (1973) 753.
- [82] T. MIFUNE
Ph. Diss. North Western University (1969).
- [83] J.W. CHRISTIAN, B.C. MASTERS
Proc. Phys. Soc. London A281 (1964) 223.
- [84] W.A. SPITZIG
Mat. Sc. Eng. 12 (1973) 191.
- [85] T. IMURA, N. YUKAWA, H. SAKA
High Voltage Electron Microscopy (1974) p. 199 - Ed. P.R. SWANN et al
(Oxford).
- [86] W. FRANK
Phys. Stat. Sol. 19 (1967) 239.

- [87] R.L. FLEISCHER
Acta Met. 9 (1961) 996.
- [88] R.L. FLEISCHER
Acta Met. 11 (1963) 203.
- [89] H. STEHLE, A. SEEGER
Z. Phys. 146 (1956) 217.
- [90] J. FRIEDEL
"Dislocations" (1964) p. 360.
- [91] R. BULLOUGH, R.C. NEWMAN
Rep. Prog. Phys. 33 (1970) 101.
- [92] W.R. THOMAS, G.M. LEAK
J. Iron Steel Inst. 180 (1955) 155.
- [93] A.H. COTTRELL, B.A. BILBY
Proc. Phys. Soc. London A.62 (1949) 49.
- [94] B.J. BRINDLEY, P.J. WORTHINGTON
Metall. Rev. 15 (1970) 101.
- [95] J. PARISOT, J. SANTRON, J. de FOUQUET
Mem. Sc. Rev. Met. 66 (1969) 105.
- [96] K.M. ENTWISTLE
Metall. Rev. 7 (1962) 175.
- [97] D.S. KAMENETSKAYA, I.J. PILESTKAYA
Fiz. Metal. Metallov. 35 (1973) 318.
- [98] A. LARERE
Thèse - Orsay (1973).
- [99] H.E. RSOINGER, G.B. CRAIG
Canad. Metall. Quart. 8 (1970) 97.
- [100] A. PORTEVIN, F. LE CHATELIER
C.R. Acad. Sc. Paris 176 (1923) 507.
- [101] A.H. COTTRELL
Report of Conf. on Strength of Solids - Phys. Soc. (London) (1948) p.30.
- [102] A.H. COTTRELL
Phil. Mag. 44 (1953) 829.
- [103] R.K. HAM, D. JAFFREY
Phil. Mag. 15 (1967) 247.
- [104] A.J.R. SOLER-GOMEZ, W.J. Mc G. TEGART
Phil. Mag. 20 (1969) 495.

B.VII

- [105] J. GUILLOT, J. GRILHE
Acta Met. 20 (1972) 291.
- [106] A. DANKOU, J. GUILLOT, J. GRILHE
Scripta Met. 7 (1973) 937.
- [107] P.G. Mc CORMICK
Acta Met. 19 (1971) 463.
- [108] A. WIJLER, J. SCHADE Van WESTRUM
Scripta Met. 5 (1971) 531.
- [109] F.A. MOHAMED, K. LINGA MURTY, T.G. LANGDON
Acta Met. 22 (1974) 325.
- [110] P.G. Mc CORMICK
Acta Met. 20 (1972) 351.
- [111] J. FRIEDEL
(Cf. réf. 90)
- [112] J. DECERF, J. CHARLIER
Scripta Met. 7 (1973) 179.
- [113] D.J. LLOYD, P.J. WORTHINGTON
Phil. Mag. 24 (1971) 195.
- [114] J. DECERF, J.C. BAUWENS
Mem. Sc. Rev. Met. 70 (1973) 823.
- [115] P. AUBRUN
C.R. Acad. Sc. Paris 280C (1975) 1351.
- [116] P. AUBRUN
C.R. Acad. Sc. Paris 280C (1975) 1081.
- [117] J. SIMON, J. CAISSO, J. GUILLOT, P. VIOLAN
Mem. Sc. Rev. Met. 61 (1964) 841.
- [118] H. YOSHINAGA, S. MOROZUMI
Phil. Mag. 23 (1971) 1351.
- [119] P. MAZOT
Acta Met. 21 (1973) 943.
- [120] Y. BERGSTRÖM, W. ROBERTS
Acta Met. 19 (1971) 815.
- [121] Y. BERGSTRÖM
Mat. Sc. Eng. 5 (1970) 193.
- [122] P.G. Mc CORMICK
Acta Met. 21 (1973) 873.
- [123] K.S.B. ROSE, S.G. GLOVER
Acta Met. 14 (1966) 1505.

- [124] J. GLEN
J. Iron Steel Inst. 186 (1957) 38.
- [125] W.C. LESLIE, R.J. SOBER
Trans. A.S.M. 60 (1967) 99.
- [126] L.J. CUDDY, W.C. LESLIE
(Cf. réf. 26) p. 253.
- [127] L.J. CUDDY, W.C. LESLIE
Acta Met. 20 (1972) 1157.
- [128] P. MOUTURAT, M. ROMEGGIO, G. SAINFORT, G. CABANNE
Mem. Sc. Rev. Met. 63 (1966) 1059.
- [129] P.R. MOULD, G.V. SMITH
Mem. Sc. Rev. Met. 65 (1968) 271.
- [130] M.R. WINSTONE, R.D. RAWLINGS
Phys. Stat. Sol. (a) 11 (1972) 115.
- [131] R.A. JOHNSON
Phys. Rev. 134 (1964) 1329.
- [132] A.W. BOWEN, G.M. LEAK
Meta. Trans. 1 (1970) 2767.
- [133] J. FRIEDEL
(Cf. réf. 90) p. 102.
- [134] H. WEVER, W. SEITH
"Defects and defect clusters in b.c.c. metals and alloys" -
Ed. Arsenault (1973).
- [135] J. NIHOUL
"Vacancies and interstitials in metals"
Ed. A. Seeger et al (1970).
- [136] M.A. KRISHTAL, V.I. BARANOVA
Fiz. Metal. Metallov. 16 (1963) 623.
- [137] Y. IKEDA, T. GOTOH, K. ABIKO, H. KIMURA
Cryst. Latt. Def. 5 (1974) 163.
- [138] Y. ADDA, J. PHILIBERT
"La diffusion dans les solides" (1966).
- [139] Y. NAKADA, A.S. KEH
Acta Met. 18 (1970) 437.
- [140] H.K. BIRNBAUM
Rapport A.E.R.E. R 5944 p. 596 - Ed. B.L. Eyre (1968).

B. IX

- [141] W.G. JOHNSTON
J. Appl. Phys. 33 (1962) 2716.
- [142] B. RUSSELL
Phil. Mag. 8 (1963) 615.
- [143] H. YOSHINAGA, K. TOMA, K. ABE, S. MOROZUMI
Phil. Mag. 23 (1971) 1387.
- [144] B.J. BRINDLEY, J.T. BARNBY
Acta Met. 14 (1966) 1765.
- [145] J. JOURNAUX, G. CIZERON
Communication aux Journées d'Automne de la Société Française de
Métallurgie - Paris (1975).
- [146] J.F. FRIES
Thèse - Orsay (1972).
- [147] J.L. ENGELHARD, J.K. O'DONNELL, P.R. GOULD, G.V. SMITH
J. Iron Steel Inst. 186 (1969) 371.
- [148] M.R. WINSTONE, R.D. RAWLINGS
Phys. Stat. Sol. (a) 8 (1971) 79.
- [149] A.S. KEH, Y. NAKADA, W.C. LESLIE
"Dislocation dynamics" p. 381 - Ed. A.R. Rosenfield et al (1967).
- [150] N.F. MOTT, F.R.N. NABARRO
Proc. Phys. Soc. London 52 (1940) 86.
- [151] N.F. MOTT, F.R.N. NABARRO
Bristol Conf. on Strength of Solids - Phys. Soc. London (1948) p. 1
- [152] J.C.M. LI
(Cf. Réf. 149) p. 87.
- [153] R.L. FLEISCHER
Acta Met. 9 (1961) 996.
- [154] R.L. FLEISCHER
Acta Met. 11 (1963) 203.
- [155] S. TAKEUCHI
Scripta Met. 2 (1968) 481.
- [156] S. TAKEUCHI
J. Phys. Soc. Japan 27 (1969) 929.
- [157] R. LABUSCH
Phys. Stat. Sol. (a) 41 (1970) 659.
- [158] H. SUZUKI
Nachr. Gött. Akad. Wiss. 6 (1971) 113.

- [159] H. SUZUKI
"Dislocations and Mechanical Properties of Crystals"
Ed. J.C. FISHER et al (1957).
- [160] J. VAN der PLANKEN, A. DERUYTERRE
J. of Materials Science 4 (1969) 499.
- [161] M.M. HUTCHISON, F.P. BULLEN
Phil. Mag. 8 (1963) 1535.
- [162] L. ZWELL, H.A. WRIEDT
Meta Trans. 3 (1972) 593.
- [163] J.R. et J. WEERTMAN
"Elementary Dislocation Theory" (1964) - New York.

Manuscrit reçu le 15 décembre 1976

Vu et approuvé
ORSAY, le 11 mai 1978

Les Membres du Jury



Frédéric
Blot
Polonis | *Benjamin*
Lucy