
PREMIER MINISTRE

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE

8.4

ETUDE AU MOYEN DU FROTTEMENT INTERNE
DES DEFAUTS CREES PAR IRRADIATION
A TRES BASSE TEMPERATURE
DANS LE FER ET LE NICKEL

par

Gauthier de KEATING-HART

Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble

Rapport CEA - R - 3757

1969

Ha

SERVICE CENTRAL DE DOCUMENTATION DU C.E.A

C.E.N - SACLAY B.P. n° 2, 91 - GIF-sur-YVETTE - France

En second lieu, nous exposerons les premières mesures réalisées sur du nickel irradié aux neutrons; nous comparerons ces résultats avec ceux obtenus par d'autres moyens expérimentaux dans le laboratoire. Nous avons observé essentiellement des pics fugitifs à basse température dus aux paires proches de Frenkel et nous avons constaté l'absence d'un pic correspondant à la bande de traînage magnétique I_E . Nous avons tenté d'interpréter le phénomène de la disparition de ces pics sous l'effet d'un champ extérieur saturant.

1969

86 p.

Commissariat à l'Energie Atomique - France

Secondly, we present and account of the first measurements on nickel after neutron irradiation at 27 °K. We will compare the results with those obtained by other methods in this laboratory. Essentially we have observed transitory peaks at low temperature due to close frenkel pairs and we have noticed the absence of a peak which would correspond to the magnetic after effect band of stage I_E . An attempt is mad to explain the disappearance of the observed peaks upon the application of an internal saturating magnetic field.

1969

86 p.

Commissariat à l'Energie Atomique - France

CEA-R-3757 - de KEATING-HART Gauthier

ETUDE, AU MOYEN DU FROTTEMENT INTERNE, DES
DEFAUTS CREES PAR IRRADIATION A TRES BASSE
TEMPERATURE DANS LE FER ET LE NICKEL

Sommaire. - Ce mémoire constitue une contribution à l'étude des défauts ponctuels dans les métaux.

Après un bref aperçu théorique sur le frottement interne, nous présenterons quelques réalisations techniques destinées à accroître les possibilités des instruments qui nous ont été confiés. Ces dernières nous ont permis d'étendre la gamme des mesures jusqu'à 20 °K.

Nous parlerons ensuite de nos résultats expérimentaux. En premier lieu, ceux obtenus au cours de premières expériences, sur le fer irradié aux électrons mettent en évidence des structures de laminage.

. / .

CEA-R-3757 - de KEATING-HART Gauthier

A STUDY BY INTERNAL FRICTION OF DEFECTS
PRODUCED IN IRON AND NICKEL IRRADIATED AT VERY
LOW TEMPERATURES

Summary. - This work represents a contribution to the study of point defects in metals.

After a brief review of the theory of internal friction we will discuss some technical innovations aimed at increasing the flexibility of the apparatus at our disposal. These innovations have allowed us to extend our range of measurements down to 20 °K.

We will then discuss our experimental results. Firtly, we describe preliminary experiments on electron irradiated iron and the evidence for a laminar structure.

. / .

SOMMAIRE

Première partie - LE FROTTEMENT INTERNE

1 - Définition et méthodes de mesure

1.1 - Pendule simple

1.2 - Pendule de torsion

2 - Principaux types de frottement interne

2.1 - Relaxation et anélasticité

2.2 - Résonance forcée

2.3 - Hystérésis mécanique

Deuxième partie - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1 - Pendule de torsion

1.1 - Principes

1.2 - Pendule existant en 1965

1.3 - Ensemble de mesures automatique du frottement interne

1.4 - Contrôle optique

2 - Pendule de torsion : adaptation et modifications

2.1 - Modifications

2.2 - Isolation antivibratoire

2.3 - Electronique

2.4 - Optique

3 - Irradiation et montage

3.1 - Liquides cryogéniques

3.2 - Irradiation

3.3 - Montage très basse température

3.4 - Air solide

3.5 - Tige critérium

Première partie

LE FROTTEMENT INTERNE

Nous allons décrire la théorie du Frottement Interne d'une manière extrêmement simplifiée, dans le but de définir les symboles que nous utiliserons par la suite.

Nous montrerons ensuite que le Frottement Interne peut résulter de plusieurs causes que nous détaillerons quelque peu. Cet exposé nous servira au chapitre III, lorsque nous traiterons l'interprétation de nos résultats expérimentaux.

1 - DEFINITION ET METHODES DE MESURES

1.1 - Considérons un pendule simple idéal

a) Si aucun frottement n'entrave son mouvement, les oscillations ne sont pas amorties, et à chaque instant

$$y = y_0 \sin \omega t$$

et il y a conservation de l'énergie

$$E_c + E_p = C^{te}$$

où E_c = Energie cinétique

E_p = Energie potentielle

b) Par contre, si un frottement intervient, les oscillations sont amorties

$$y = y_0 \cos \omega t e^{-\frac{\delta t}{T}}$$

avec δ = décréement logarithmique

T = période

ω = fréquence cyclique

et l'énergie totale décroît en fonction du temps

$$E_c + E_p = f(t)$$

Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble
Service de Physique du Solide
et de Résonance Magnétique du CEN-G

ETUDE, AU MOYEN DU FROTTEMENT INTERNE,
DES DEFAUTS CREES PAR IRRADIATION
A TRES BASSE TEMPERATURE DANS LE FER ET LE NICKEL

par

Gauthier de KEATING-HART
Thèse pour obtenir le titre de Docteur de 3^e cycle
Spécialité : Physique du Solide
Soutenue le 28 juin 1968, devant la Commission d'Examen

- Juillet 1969 -

Le travail faisant l'objet de ce mémoire a été effectué au Centre d'Etudes Nucléaires de GRENOBLE, dans le laboratoire du Service de Physique du Solide et Résonance Magnétique.

Il a pu être mené à bien grâce à l'appui financier d'une part de ce laboratoire, d'autre part du Contrat DRME GR-453.

J'exprime ma très vive reconnaissance au Professeur L. NEEL, membre de l'Institut, qui a bien voulu m'accueillir dans ce laboratoire.

Je remercie Monsieur D. DAUTREPPE, Chef du Service "Physique du Solide et Résonance Magnétique" d'avoir mis d'importants moyens matériels à ma disposition.

Je tiens à dire ma profonde gratitude à Monsieur le Professeur B. DREYFUS qui m'a conseillé et encouragé au long de mes études universitaires et qui a bien voulu être le Président de mon jury.

Monsieur le Professeur P. BRISSONNEAU a bien voulu me faire l'honneur de faire partie de mon jury de thèse, je l'en remercie vivement.

Je tiens à dire ma reconnaissance à Monsieur le Professeur VITTOZ de l'E.P.U.L. de LAUSANNE qui a accepté de faire partie de mon jury de thèse malgré ses nombreuses occupations et l'éloignement.

J'exprime ma plus vive gratitude envers Monsieur P. MOSER qui m'a suivi, conseillé et encouragé tout au long de mon travail, son aide me fut des plus précieuses.

Je tiens à remercier toutes les personnes ayant participé à mon travail : le personnel des Accélérateurs, des Piles, des Basses Températures, des Ateliers, du Pool Dactylographique et de l'Imprimerie.

Je tiens à exprimer aussi ma reconnaissance à tous mes amis de Physique du Solide, dont la sympathie m'a rendu le travail plus facile, et plus particulièrement Monsieur A. ESCOFFIER, dont la compétence technique et l'aide m'ont été indispensables, ainsi qu'à Messieurs A. BRUN et P. REMY. Enfin, je remercie le Secrétariat de Physique du Solide et plus particulièrement Mademoiselle A.M. MUNDA et Madame S. LAFFON.

- 4 - Pendule in situ
 - 4.1 - Introduction
 - 4.2 - Pendule
 - 4.3 - Conclusion
- 5 - Programme de montée en température
 - 5.1 - Principe
 - 5.2 - Réalisation
 - 5.3 - Recuit

Troisième partie - RESULTATS EXPERIMENTAUX

- 1 - Etudes réalisées sur le fer
 - 1.1 - Etudes précédentes
 - 1.2 - Expériences réalisées
- 2 - Etudes réalisées sur le nickel irradié
 - 2.1 - Présentation du métal
 - 2.2 - Echantillons
 - 2.3 - Etudes précédentes
 - 2.4 - Prévision des pics de frottement interne à partir du traînage magnétique
 - 2.5 - Résultats relatifs aux expériences sans champ magnétique
 - 2.6 - Discussion
 - 2.7 - Résultats relatifs aux expériences sous champ magnétique

Quatrième partie - ETUDES ANNEXES

- 1 - Transfert à très basse température
 - 1.1 - Sortie de pile d'échantillons irradiés à 27°K
 - 1.2 - Transfert cryostat de stockage-four basse température du pendule
- 2 - Gradient de température dans les fours de frottement interne basse température
- 3 - Etude des transformations de phase de l'air solide
 - 3.1 - Origine
 - 3.2 - Constantes physiques de l'air
 - 3.3 - Essais d'interprétation des pics d'air solide

ETUDE, AU MOYEN DU FROTTEMENT INTERNE DES DEFAUTS CREEES PAR IRRADIATION A TRES BASSE TEMPERATURE DANS LE FER ET LE NICKEL

INTRODUCTION

Ce mémoire constitue une contribution à l'étude des défauts ponctuels dans les métaux.

Le laboratoire de Physique du Solide du Centre d'Etudes Nucléaires de GRENOBLE poursuit systématiquement cette étude. Il dispose de nombreuses possibilités de créations de défauts (irradiations, trempe, écrouissage) et de moyens d'investigation très variés : traînage magnétique, résistivité, frottement interne (à basse et haute fréquence), microscopie électronique.

Ainsi, ce laboratoire a mis à notre disposition une installation de frottement interne afin d'étudier les défauts créés par irradiation dans les métaux ultra purs. Ces derniers étant, pour commencer, le fer et le nickel.

Après un bref aperçu théorique sur le frottement interne, nous présenterons quelques réalisations techniques destinées à accroître les possibilités des instruments qui nous ont été confiés. Ces derniers nous ont permis d'étendre la gamme des mesures jusqu'à 20°K.

Nous parlerons ensuite de nos résultats expérimentaux. En premier lieu, ceux obtenus sur du fer irradié aux électrons, au cours d'expériences préliminaires, sur lequel nous avons poursuivi le défrichage commencé par Mme J. VERDONE et qui ont été reprises récemment par V. HIVERT et H. BILGER. En second lieu, nous exposerons les premières mesures réalisées sur du nickel à 27°K aux neutrons ; nous comparerons ces résultats avec ceux obtenus par d'autres moyens expérimentaux dans le laboratoire.

Les mesures réalisées sur le fer, et surtout sur le nickel, nous ont permis des comparaisons riches d'enseignement et de problèmes à résoudre.

- Dans le fer : premières expériences et mise en évidence de structures de laminages.
- Dans le nickel : nous avons observé essentiellement des pics fugitifs à basse température dus aux paires proches de Frenkel et nous avons constaté l'absence d'un pic correspondant à la bande de traînage I_E . Nous avons tenté d'interpréter le phénomène de la disparition de ces pics sous l'effet d'un champ extérieur saturant.

Nous espérons poursuivre et achever ces travaux encore à l'état embryonnaire au cours de notre thèse d'Etat.

A chaque oscillation, elle décroît de la quantité constante ΔW_0 .

1.2 - Dans le cas d'un pendule de torsion dont le fil de suspension est constitué d'un métal obéissant à la loi de HOOKE, les expressions citées ci-dessus prennent la forme particulière suivante :

$$\theta = \theta_0 e^{-\frac{\delta t}{T}} \cos 2\pi \frac{t}{T}$$

et $E_c + E_p = f(t)$.

On peut relier aisément la constante d'amortissement δ ou décrément logarithmique à l'absorption d'énergie ΔW , en effet :

$$\delta = \text{Log} \frac{A_n}{A_{n+1}}$$

ou encore $\delta = \text{Log} \left(1 + \frac{\Delta A}{A}\right) = \frac{\Delta A}{A}$

où A_n est l'amplitude de la $n^{\text{ième}}$ oscillation.

D'autre part l'énergie élastique s'évalue :

$$W = \int_0^A \sigma d\epsilon = \int_0^A M \epsilon d\epsilon = \frac{1}{2} MA^2$$

où M est le module d'élasticité, r la contrainte, ϵ la déformation, et A l'amplitude maximale de déformation.

Cette énergie est proportionnelle au carré de la déformation, et par suite :

$$\frac{\Delta W}{W} = \frac{2 \Delta A}{A}$$

Ainsi on a bien $\frac{\Delta W}{W} = 2\delta$

Par analogie électrique, on préfère utiliser le coefficient Q^{-1} . On montre que l'on peut écrire :

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W}$$

Cette absorption d'énergie par la matière lorsqu'elle est soumise à une contrainte cyclique s'appelle frottement interne.

Ce double aspect du frottement interne permet la réalisation de deux types de mesure : soit par l'étude d'une décroissance libre qui donne directement δ , soit par la mesure de l'énergie nécessaire à l'entretien d'amplitudes constantes, qui donne $\frac{\Delta W}{W}$. La deuxième méthode a sur la première l'avantage d'être continue mais elle nécessite l'utilisation d'un appareillage compliqué.

Par la suite, nous exprimerons tous nos résultats en unités Q^{-1} , puisque nous avons montré que δ et Q^{-1} et $\frac{\Delta W}{W}$ étaient équivalents.

2 - PRINCIPAUX TYPES DE FROTTEMENT INTERNE

Les origines du frottement interne sont multiples. Nous allons rappeler les trois plus importantes :

- relaxation et anelasticité
- résonance
- hystérésis mécanique.

2.1 - Relaxation et anélasticité

Les processus de relaxation sont fréquents en physique. Ils apparaissent chaque fois que l'équilibre interne d'un corps met un temps appréciable à s'adapter à une variation de conditions extérieures.

En d'autres termes, si nous avons un solide parfait, il obéira à la loi de l'élasticité

$$\sigma = M \epsilon$$

où déformations et contraintes sont liées d'une manière unique indépendamment du temps. M représente le tenseur des coefficients élastiques.

Dans la réalité, les métaux montrent des effets contraires aux lois de l'élasticité. Entre autres, contrainte et déformation ne sont pas reliés par une loi unique indépendante du temps : c'est l'anélasticité.

Ainsi, la déformation sera en retard sur la contrainte appliquée, nous aurons ainsi une relaxation de déformation caractérisée par un temps de relaxation τ_ϵ . Mais dans le cas d'une déformation imposée, la contrainte sera en retard sur la déformation, d'où une relaxation de contrainte caractérisée par τ_σ .

Au cours d'un déplacement sinusoïdal, cette relaxation va se traduire par un déphasage entre la contrainte et la déformation. Ce déphasage conduit à une dissipation d'énergie, c'est-à-dire du Frottement Interne.

Ceci peut s'écrire avec :

$$\sigma = \sigma_0 \sin \omega t$$

$$\epsilon = \epsilon_0 \sin (\omega t - \Phi)$$

L'énergie dissipée par cycle s'écrit :

$$\Delta W = \int_0^{2\pi} \sigma d\epsilon = \int_0^{2\pi} \frac{2\pi}{W} \sigma \frac{\partial \epsilon}{\partial t} dt = \pi \sigma_0 \epsilon_0 \sin \Phi$$

La dissipation relative d'énergie, et le Frottement Interne s'en déduisent aisément :

$$\frac{\Delta W}{W} = 2\pi Q^{-1} = \frac{\pi \sigma_0 \epsilon_0 \sin \Phi}{\frac{1}{2} \sigma_0 \epsilon_0}$$

$$Q^{-1} = \sin \Phi$$

Certains auteurs [1] ont essayé de généraliser les lois de l'élasticité afin de les appliquer à l'anélasticité et d'en déduire $\sin \Phi$.

On décrit l'anélasticité par :

$$\sigma + \tau_{\epsilon} \frac{\partial \sigma}{\partial t} = M_R \left(\epsilon + \tau_{\sigma} \frac{\partial \epsilon}{\partial t} \right)$$

où τ_{ϵ} et τ_{σ} sont les temps de relaxation définis plus haut, et M_R l'équivalent d'un module d'élasticité.

Si on pose alors :

$$\sigma = \sin \omega t = \text{partie réelle de } e^{i\omega t}$$

l'équation précédente s'écrit :

$$(1 + i\omega\tau_{\epsilon}) \sigma = M_R (1 + i\omega\tau_{\sigma}) \epsilon$$

On définit ainsi un module apparent :

$$M^* = \frac{\sigma}{\epsilon} = M_R \frac{1 + i\omega\tau_{\sigma}}{1 + i\omega\tau_{\epsilon}}$$

L'angle de déphasage Φ s'en déduit immédiatement (rapport entre les parties réelles et imaginaires du module complexe) :

$$\text{tg} \Phi = \frac{\omega (\tau_{\epsilon} - \tau_{\sigma})}{1 + \omega^2 \tau_{\epsilon} \tau_{\sigma}} \quad (1)$$

En général Φ est petit ($\sim 10^{-3}$ rad) d'où :

$$\text{tg} \Phi = \sin \Phi = Q^{-1} = \frac{\omega (\tau_{\epsilon} - \tau_{\sigma})}{1 + \omega^2 \tau_{\epsilon} \tau_{\sigma}}$$

En dérivant par rapport à ω , il apparaît immédiatement que le déphasage, donc le Frottement Interne, passe par un maximum pour :

$$\omega^2 \tau_{\sigma} \tau_{\epsilon} = 1 \quad (2)$$

Ces deux résultats suggèrent les remarques suivantes :

a) pour qu'il apparaisse du Frottement Interne de relaxation, il faut nécessairement que :

$$\tau_{\epsilon} \neq \tau_{\sigma}$$

(sinon d'après (1) $\text{tg} \Phi = 0$)

b) si on pose : $\tau = \sqrt{\tau_{\epsilon} \tau_{\sigma}}$ le Frottement Interne s'écrit suivant la formule couramment employée :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (3)$$

$$\text{où } \Delta = \frac{\tau_{\epsilon} - \tau_{\sigma}}{\sqrt{\tau_{\sigma} \tau_{\epsilon}}} = \frac{\tau_{\epsilon} - \tau_{\sigma}}{\tau}$$

Q^{-1} est maximum lorsque $\omega\tau = 1$

A titre d'exemple, décrivons un phénomène classique de Frottement Interne dû à la relaxation : le pic de SNOEK.

Ce type de Frottement Interne apparaît quand le mouvement d'un défaut ponctuel sous l'influence de l'agitation thermique est susceptible d'entrer en résonance avec une oscillation mécanique périodique.

En fait, l'agitation thermique provoquera la migration, et la torsion mécanique n'interviendra que pour déséquilibrer les probabilités d'occupation des divers sites voisins. Ainsi nous avons une relaxation activée thermiquement, qui pourra être décrite par la constante de relaxation (la réorientation entraînant un relâchement des contraintes) :

$$\tau = \tau_{\infty} e^{-\frac{E}{kT}} \quad (1)$$

où E est l'énergie d'activation nécessaire à la réorientation.

Pour que ce Frottement apparaisse, il faut que le défaut correspondant possède un degré de symétrie inférieur à celui du réseau.

Les courbes de Frottement Interne en fonction de la température se présentent sous la forme de pics obéissant théoriquement à l'équation :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (2)$$

où τ varie suivant la loi d'ARRHENIUS (1)

En pratique, il n'en est pas toujours ainsi. Il apparaîtra des pics trop larges si les défauts susceptibles de se réorienter ne sont pas bien définis, en d'autres termes, si l'énergie E est distribuée suivant un spectre.

Il apparaîtra un faux pic si le défaut disparaît au cours de la mesure. En général, ces pics sont caractérisés par un flanc Basse Température correct et un flanc Haute Température altéré. Ceci entraîne un décalage souvent notable du sommet vers les Basses Températures.

2.2 - Résonance forcée

Une autre origine du Frottement Interne peut être cherchée dans la résonance forcée de certains défauts, tels les dislocations, sous l'effet de la contrainte cyclique extérieure. Nous obtenons alors un pic de résonance obéissant à l'équation classique du couplage de deux systèmes oscillants. Nous ne nous étendrons pas sur ce phénomène étudié généralement dans la gamme des fréquences de l'ordre du mégacycle alors que nos mesures sont effectuées vers un cycle par seconde. De plus, il n'est pas activé thermiquement.

2.3 - Hystérésis mécanique

Ce troisième mode de production de Frottement Interne nous gênera souvent dans nos mesures axées essentiellement sur l'étude des défauts ponctuels.

Tout un ensemble de défauts tels les joints de grains, les parois de BLOCH, les dislocations vont se déplacer sous l'effet de la contrainte en absorbant de l'énergie. Ceci se traduit au cours de nos mesures par un "fond continu" de Frottement Interne croissant lentement avec la température dépendant de l'état de recuit, de l'épinglage des dislocations par les défauts, de l'application d'un champ magnétique à saturation, etc... Il peut être très important et gêner notablement les mesures de pics de relaxation. De plus il peut varier lorsqu'un des éléments responsables de cette hystérésis capte ou se purge de défauts ponctuels. Ce phénomène se présentera sous forme d'une variation brutale du fond continu.

Deuxième partie

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Dans toute étude réalisée par Frottement Interne, les techniques expérimentales revêtent une grande importance. En effet, il s'agit toujours de détecter un amortissement d'oscillations mécaniques. Les phénomènes ne sont simples que dans la mesure où les oscillations sont infiniment petites. Les perturbations extérieures se chargent largement de fausser les mesures si on n'y prend pas garde.

Dans notre cas particulier, nous avons à résoudre, en plus des difficultés classiques, les problèmes inhérents à l'irradiation et au montage d'échantillons à 27°K. C'est pourquoi ce chapitre prend une ampleur inhabituelle. Malheureusement, les lignes qui vont suivre constituent un ensemble assez pénible à lire.

Néanmoins, le lecteur désireux de ne pas s'attarder pourra passer rapidement sur ce chapitre, cela ne gênera en rien la compréhension de la partie scientifique de l'exposé. Il lui suffira de considérer les figures 3, 11, 13, 18 à 22 et 25 et de parcourir les paragraphes 1-2, 1-3, 2-2, 3-3, et 4, pour avoir une idée générale des problèmes résolus et de leur complexité.

Dans cette partie, nous présenterons tout d'abord ce dont nous avons pu disposer à notre arrivée au laboratoire.

Nous relaterons ensuite les modifications que nous avons été amenés à réaliser dans un double but : tout d'abord simplification et ensuite accroissement des possibilités.

Une première étape a permis la réalisation d'une forme commercialisable de ce pendule (*). Une seconde nous a conduit à diverses réalisations qui permettent désormais l'irradiation, le défournement et l'étude de l'échantillon à 27°K.

A ce sujet, nous exposerons le gros problème technique de nos expériences : le montage à 27°K et son corollaire, la lutte contre le dépôt d'air solide sur l'échantillon.

Nous présenterons ensuite une réalisation dont nous espérons beaucoup : un pendule permettant des mesures "in situ" en bout d'accélérateur.

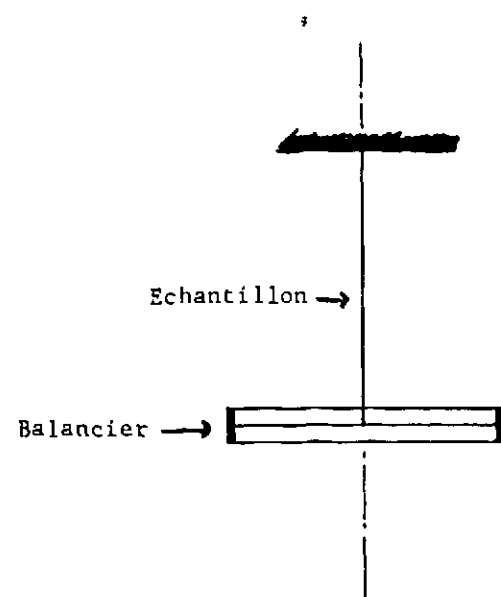
Enfin, nous parlerons d'un programme d'accroissement exponentiel de la température permettant une description logique des pics de Frottement Interne.

(*) Fabriqué par SETARAM au prix de 1.700,00 F,
16, avenue Sidoine Apollinaire, LYON 9e.

1 - PENDULE DE TORSION

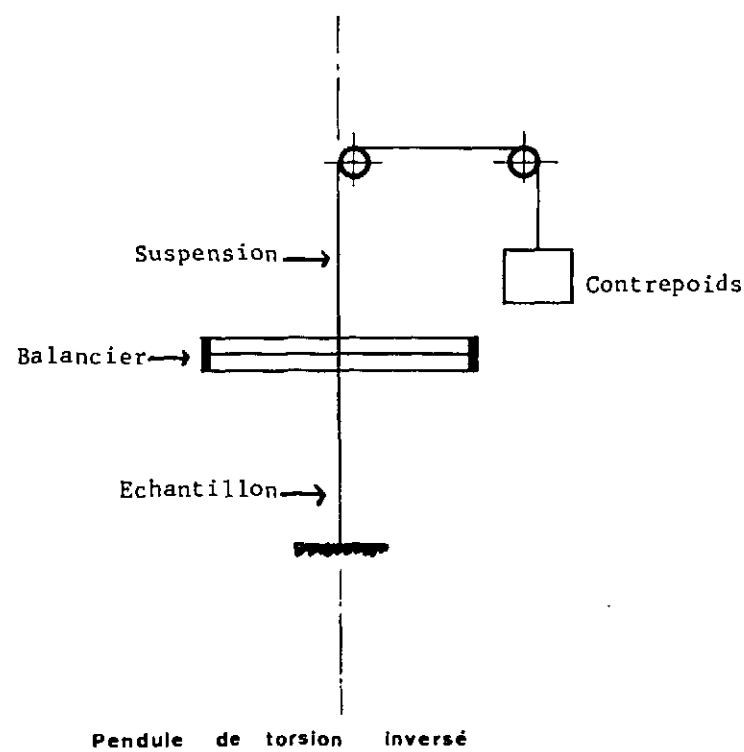
1.1 - Principe

La figure II-1 présente le pendule de torsion le plus simple que l'on puisse imaginer. Ce dispositif présente l'inconvénient de soumettre l'échantillon à une traction qui peut atteindre quelques centaines de grammes (par mm^2).



Pendule de torsion direct

fig: II-1



Pendule de torsion inversé

fig: II-2

Cet inconvénient n'apparaît pas dans l'emploi du pendule inversé figure II-2.

1.2 - Pendule existant en 1965

Antérieurement à notre arrivée au laboratoire, MM. D. DAUTREPPE, A. SALVI et V. HIVERT [2] avaient réalisé un pendule inversé et son asservissement électronique qui permettait l'étude d'échantillons irradiés et montés à 77°K.

Le schéma II-3 montre le pendule utilisé par V. HIVERT. Il représente l'évolution et l'adaptation du pendule inversé aux montages d'échantillons à 77°K (cf. figure II-4) sans écrouissage ni réchauffement de l'échantillon.

Ce pendule présente quelques particularités non discernables sur la figure : son balancier est cruciforme afin de permettre l'asservissement, et comporte un contrôle optique. La suspension est réalisée par un fil de tungstène (\varnothing 0,1 mm) de Frottement Interne négligeable.

Les figures II-4 décrivent le principe de montage à 77°K, mis au point par V. HIVERT [3].

Après avoir réalisé le montage de l'échantillon sur la tige, l'opérateur fixe le four sur le pendule, puis le balancier et le miroir sur la tige. L'échantillon est remonté de 10 mm et serré dans la pince du four (à distance, la double paroi du four portant dans sa partie inférieure une lame faisant office de tournevis).

1.3 - Ensemble de mesure automatique du F.I.

Le montage achevé et le vide réalisé dans l'enceinte, nous pouvons alors mesurer le Frottement Interne.

1.3.1 - Principe

Deux méthodes de mesures s'offrent à nous (paragraphe I-1). L'une par décroissance est simple, mais discontinue. L'autre mesure l'énergie nécessaire à l'entretien des oscillations à amplitude constante. Cet entretien est réalisé par un système bouclé.

La réalisation concrète, fruit du travail de A. SALVI et D. DAUTREPPE et E. FRIESS [4] est présentée sur la figure II-5.

Deux couples de capacités portés sur le balancier liés à deux oscillateurs mesurent l'amplitude des oscillations.

Un ensemble électronique réalise le décodage, la comparaison et réinjecte l'énergie nécessaire (à chaque période) au moyen de bobines magnétiques agissant sur les aimants du balancier.

Cette énergie est mesurée en continu, un étalonnage préalable permet d'obtenir directement la courbe en unités Q^{-1} .

Ce dispositif a permis l'étude de pics fugitifs disparaissant avec une grande rapidité [5].

1.3.2 - Performances

a) Dans cet appareil l'échantillon est soumis à une contrainte de

$$\epsilon = 3.10^{-6} \text{ radians.}$$

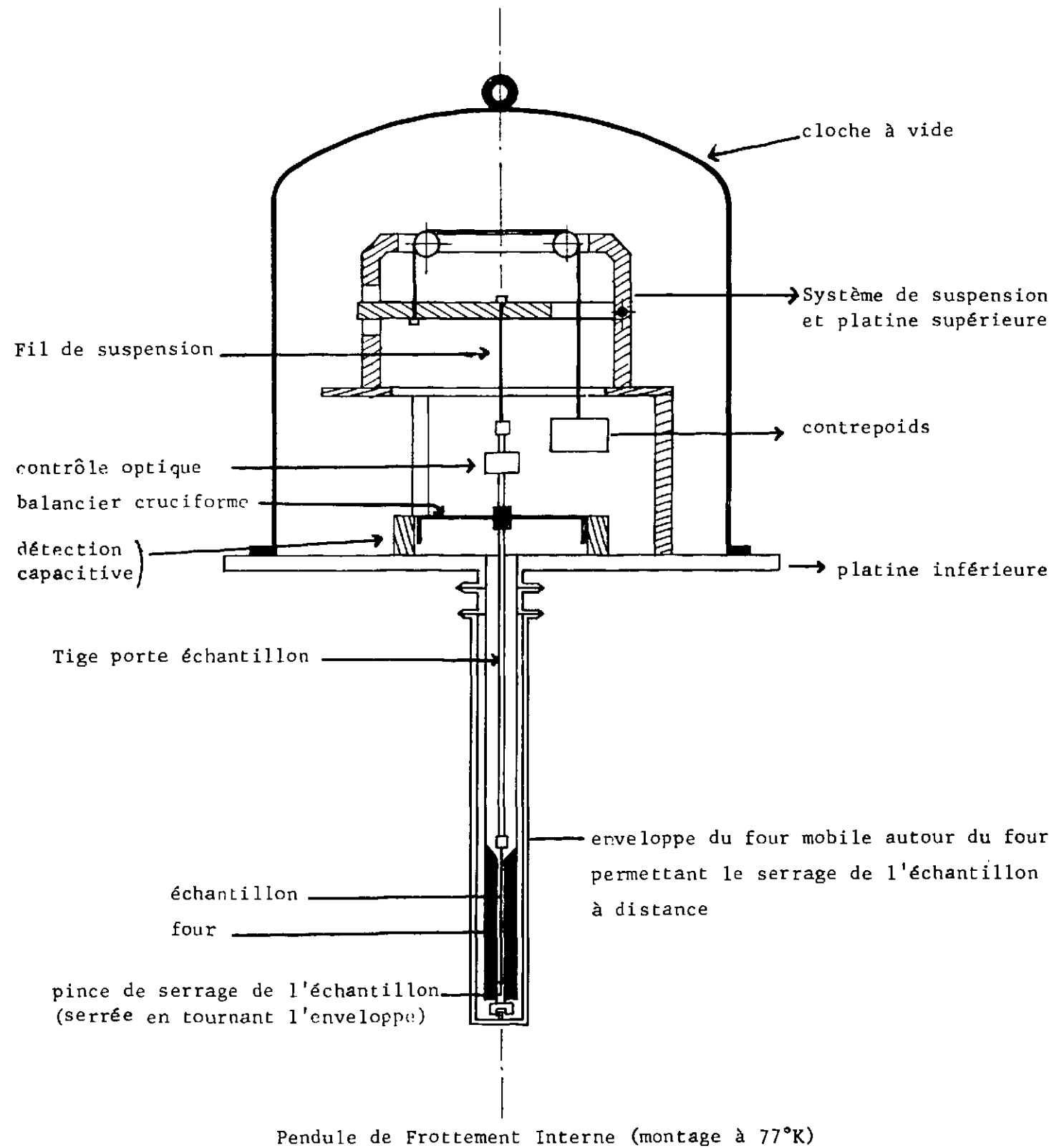


Fig. II-3 - Pendule de torsion

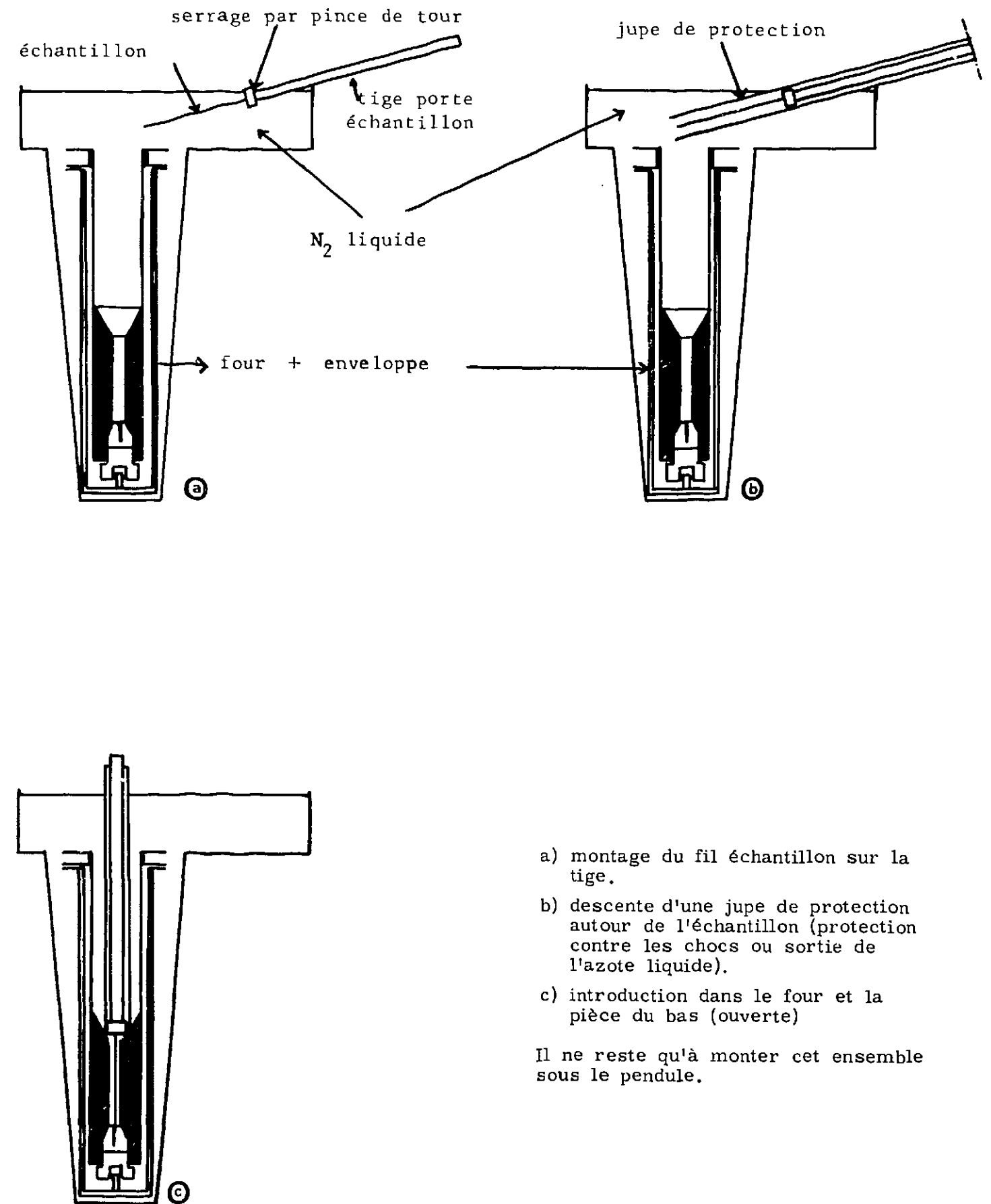


Fig. II-4 - Montage à 77°K

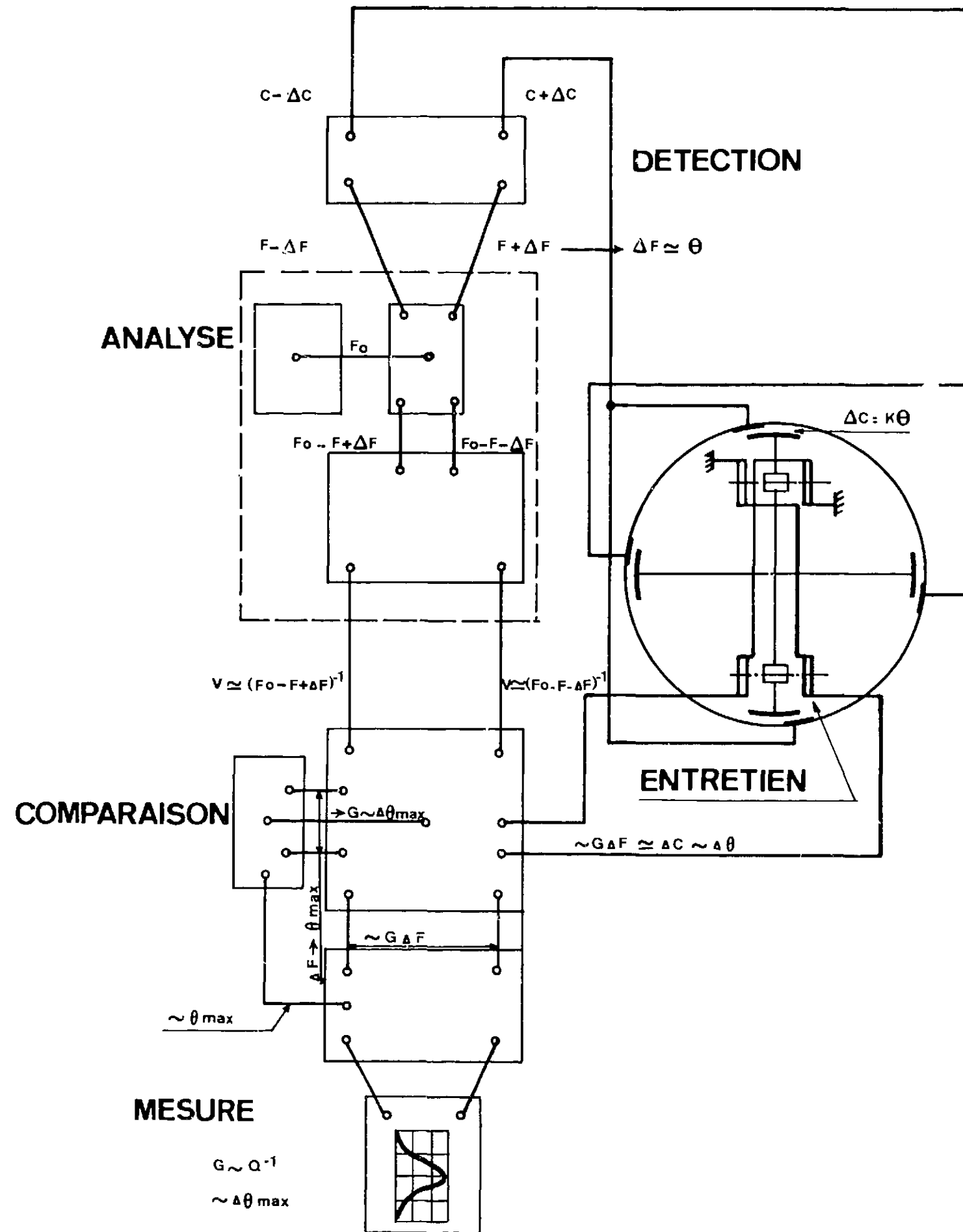


Fig. II-5 - Mesure du frottement interne par entretien des oscillations

Où ϵ est donné par la formule suivante

$$\epsilon = \frac{r \theta}{l} \text{ radians}$$

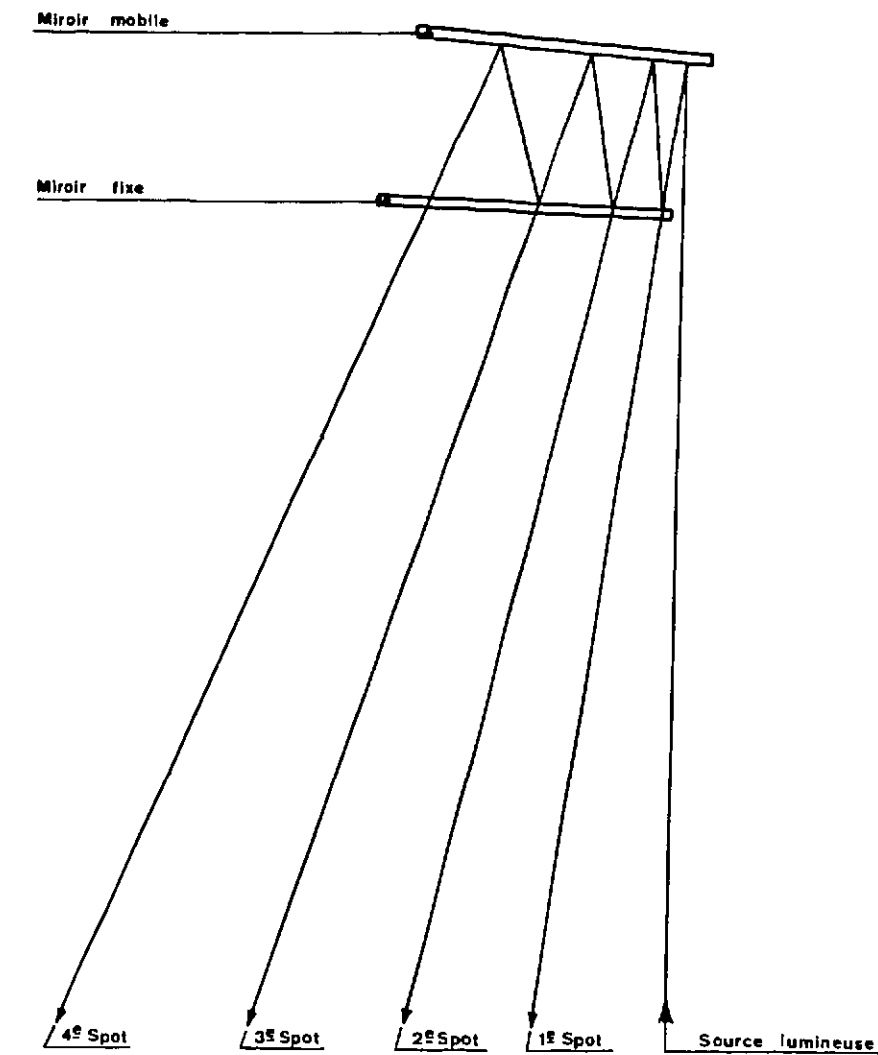
($r = 0,3 \text{ mm}$, $l = 100 \text{ mm}$ et $\theta = 10^{-3} \text{ rad}$).

b) Un "bruit de fond" normal pour un échantillon de fer s'élève à 3×10^{-4} (en Q^{-1}). En d'autres termes, l'amplitude des oscillations décroît de moitié après 735 oscillations.

1.4 - Contrôle optique

Nous avons vu, (paragraphe II-1.2) que l'appareil est muni d'un système optique qui permet le contrôle du bon fonctionnement de l'appareillage (amplitude constante) et l'étalonnage de l'électronique (au moyen d'une décroissance libre en début de mesure).

Comme les amplitudes de torsion sont faibles, il a été nécessaire d'utiliser un bras optique considérable. La figure II-6 présente la solution adoptée par V. HIVERT et inspirée d'une idée employée sur les galvanomètres immergés SCHLUMBERGER-PICCARD [7].



NB : Un décalage en hauteur et en inclinaison des deux miroirs permet d'obtenir ces spots.

Fig. II-6 - Système optique

L'angle de déviation du faisceau est augmenté par des réflexions multiples sur un miroir fixe situé au voisinage du miroir mobile. Pour un angle de torsion de θ au niveau du disque d'inertie, le 4ème spot donne une déviation effective de 8θ . Avec une distance miroir-suiveur de spot réelle de 2,50 m on obtient ainsi un bras optique de 20 m.

Une déviation de $\theta = 10^{-3}$ rad (correspondant à $\epsilon = 3 \cdot 10^{-6}$ - paragraphe II.1.3.2) donnera lieu à une déviation de 2 cm sur le suiveur de spot.

2 - PENDULE DE TORSION - ADAPTATION ET AMELIORATIONS

Notre premier travail au laboratoire a consisté à atteindre un double objectif. D'une part rendre commercialisable (contrat D.R.M.E. GR-453) le pendule présenté fig. II-3, d'autre part adapter ce pendule à des conditions de travail beaucoup plus sévères : très basses températures (20°K) et amélioration de la qualité des mesures.

2.1 - Modifications

Ceci a conduit à modifier et simplifier l'appareil existant.

Il serait trop long de présenter toutes ces modifications. Nous signalons néanmoins les plus marquantes.

2.1.1 - Accessibilité

Les figures II-7 et 8 présentent le remplacement de la platine supérieure du Pendule Hivert par un simple T amovible afin d'obtenir un dégagement complet de la table de travail.

2.1.2 - Balancier

Un balancier (fig. II-9) réglable en rotation une fois l'échantillon complètement monté et le balancier fixé sur la tige porte-échantillon. Il permet un réglage rapide de la position des capacités de détection et de l'orientation du miroir de contrôle optique (fixé et pré-réglé sur la partie mobile du balancier).

2.1.3 - Suspension

a) Le fil de suspension de \varnothing de 0,2 mm a été remplacé par du ruban de Tophet A de 0,1 x 0,5 qui, pour un couple de torsion et un Frottement Interne inférieur, présente une résistance mécanique bien supérieure (400 kg/mm² de charge de rupture). En outre, il permet de n'avoir aucune torsion résiduelle au montage, et un point de contact mieux défini en fond de gorge (il ne roule pas). Nous remercions M. HILLARET de nous avoir indiqué cette solution.

b) Dans la version du T de suspension présenté ci-dessus (paragraphe 2.1), le transfert de la tension est assuré par 2 poulies sur roulement. Cette solution ne permet de contrôler la tension qu'à ± 7 gr de surcharge. Nous les avons remplacés par un système de couteaux (fig. II-10) qui permettent de contrôler la tension jusqu'à des valeurs inférieures à $\pm 0,5$ gr.

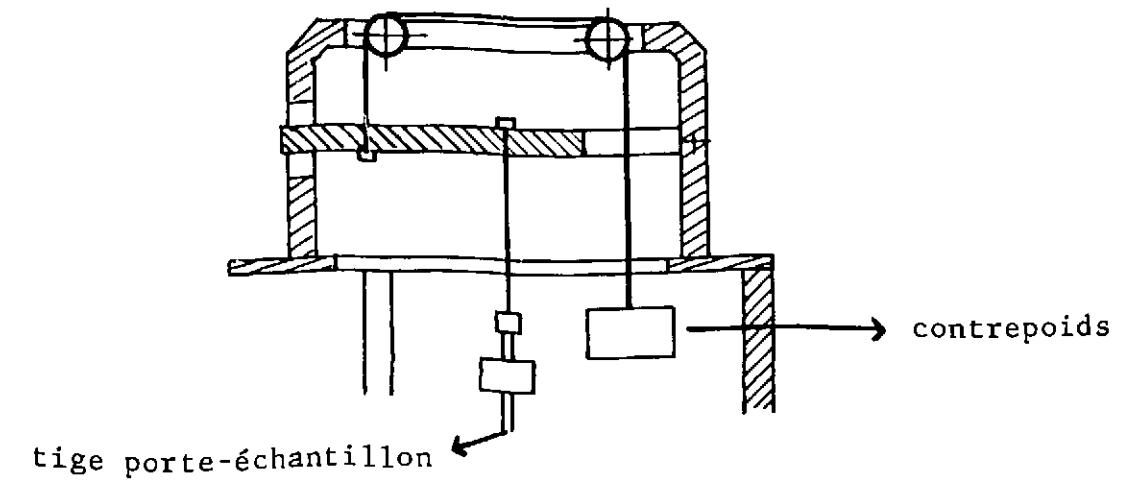


Fig. II-7 - Platine supérieure HIVERT

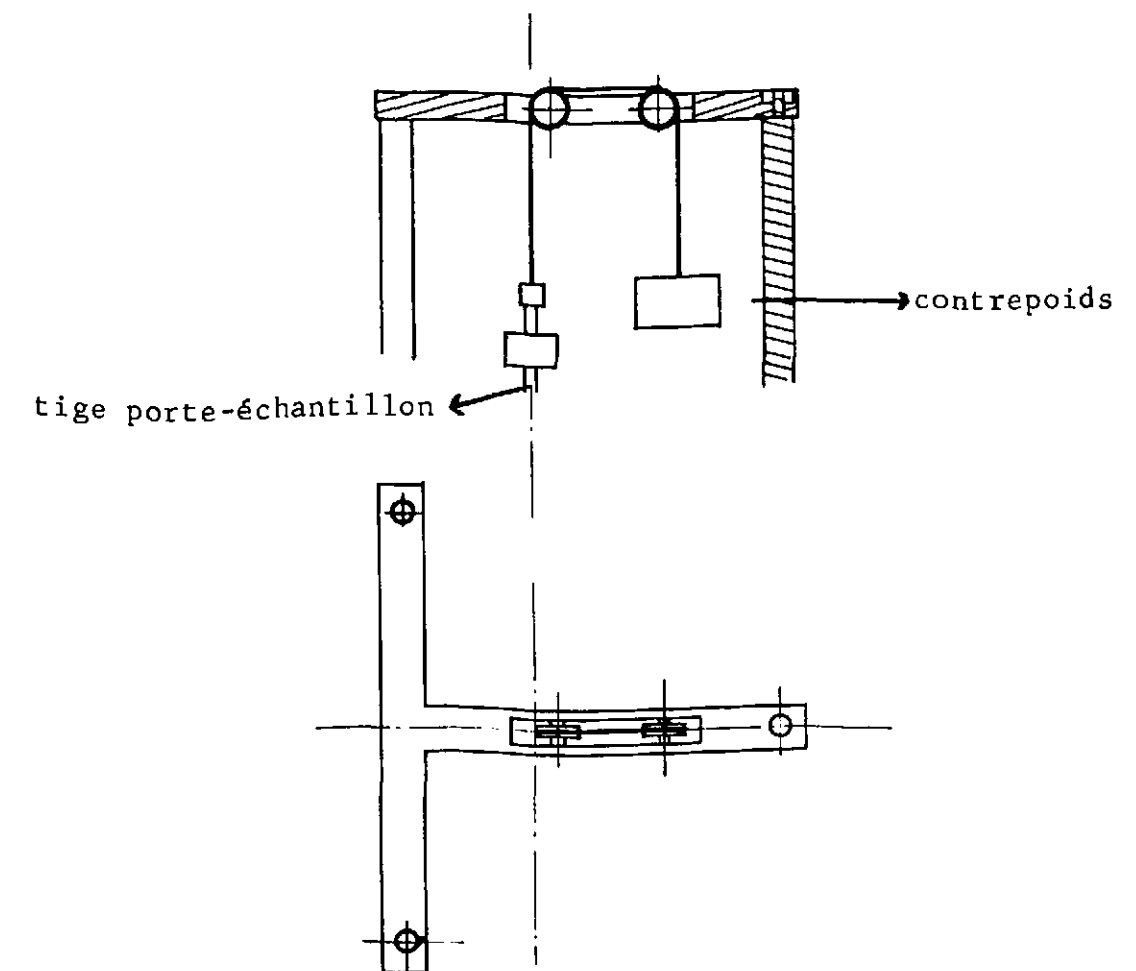


Fig. II-8 - T de suspension amovible

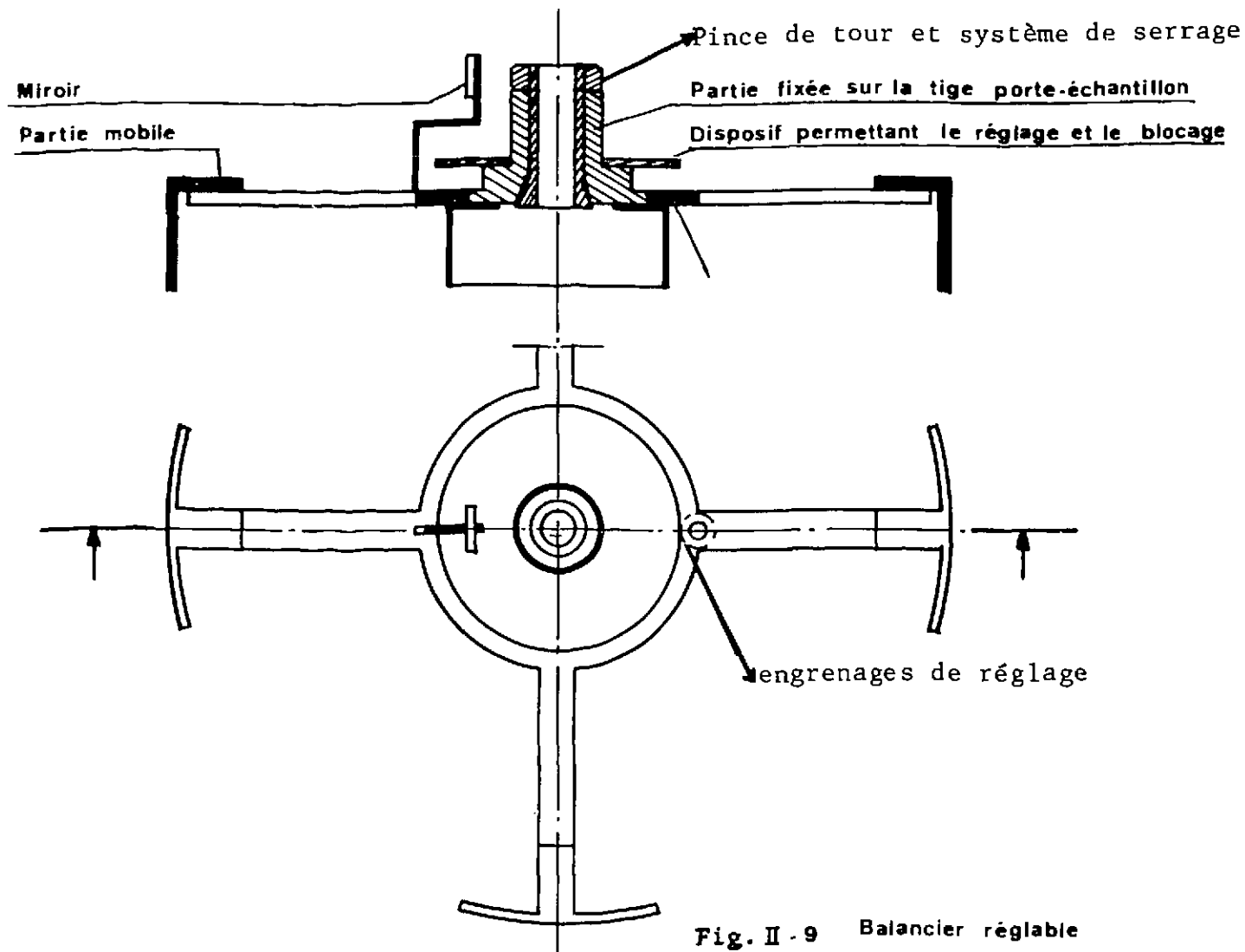


Fig. II-9 Balancier réglable

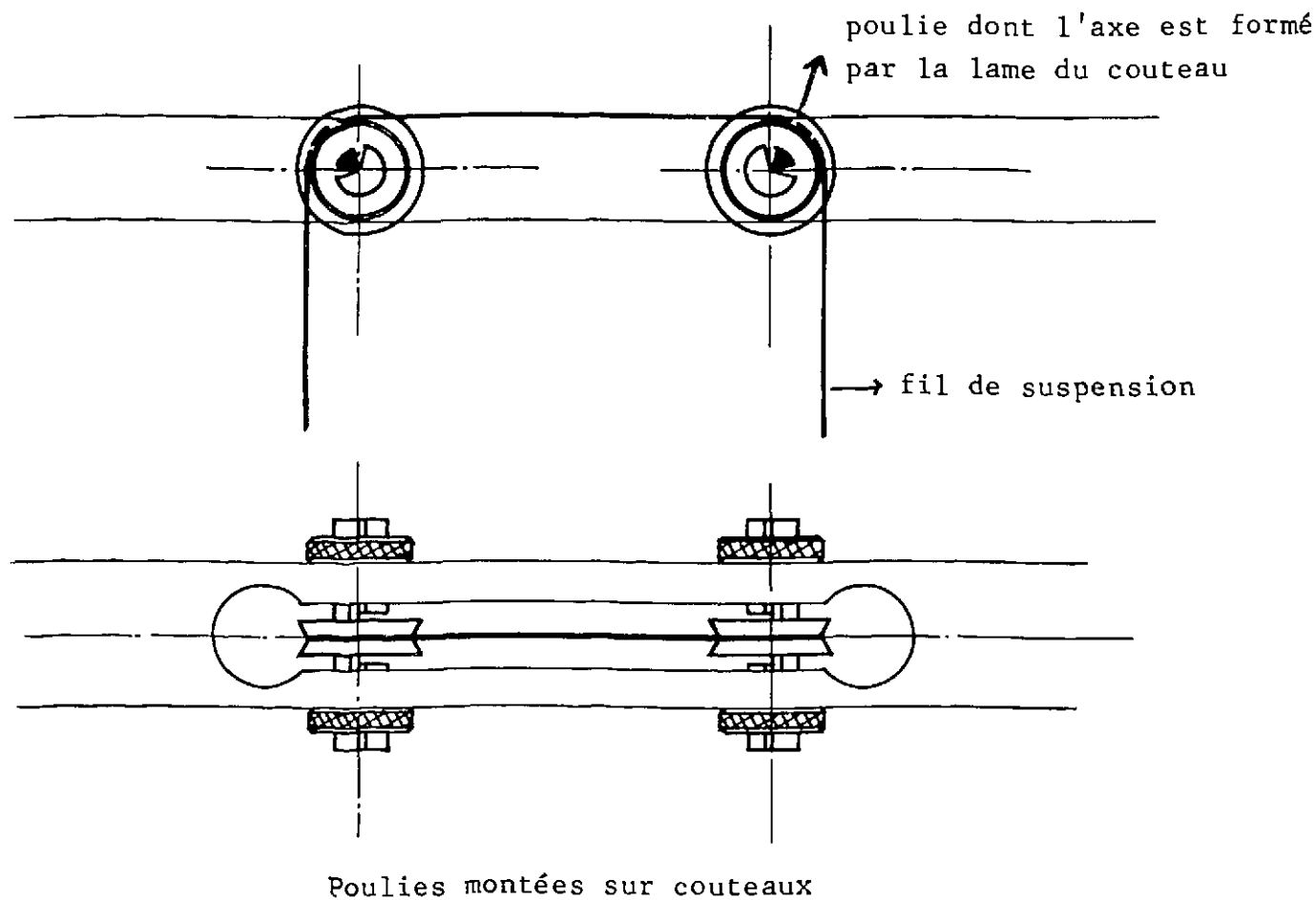


Fig. II-10 Suspension à couteaux

2.2 - Isolation antivibratoire

Toute perturbation mécanique, si infime soit-elle, fausse la mesure, soit en relançant le mouvement du pendule, soit en induisant des oscillations latérales.

2.2.1 - Les vibrations sonores sont réduites à un niveau acceptable par l'emploi de peinture insonorisante (BLACKSON) répandue sur la cloche.

2.2.1 - Les vibrations transmises par le sol sont beaucoup plus gênantes. Elles sont évitées par l'utilisation de solutions classiques de filtres et d'amortisseurs adaptés à notre cas particulier.

La figure II-11 montre qu'une oscillation parasite doit mettre en mouvement une dalle flottante de 1.5 tonnes isolée du sol par un ensemble d'amortisseurs (les figures II-11 a et II-11 b représentent deux solutions de suspension de la dalle, la solution b est préférable).

Ce premier filtre étant insuffisant, un deuxième étage formé de trois ballons gonflés à l'azote (fig. II-11 c) et de caoutchouc mousse, isole la masse du pendule.

Cet ensemble de filtres est satisfaisant. En effet au début, alors que seule la solution II-11 a existait, le passage d'un camion à 100 m faussait la mesure. Actuellement, les vibrations créées par la construction d'une autoroute à 20 m ne perturbent pas appréciablement la mesure.

2.2.3 - Ce système de ballons permet de rectifier la verticalité de l'équipage mobile en cours d'expérience, par gonflage à distance. Le contrôle constant de cette verticalité est dû à un fil de plomb à contact (fig. II-11 d). Le réglage s'effectue à 0,1° près en quelques instants. Cet ensemble est actuellement en cours de brevet.

2.3 - Electronique

Parallèlement, nous avons demandé à M. SALVI d'améliorer le rapport Signal/Bruit dû en propre à l'Electronique, et dans la mesure du possible, filtrer électroniquement les oscillations parasites détectées. M. SALVI a passé de nombreuses heures sur ces problèmes, nous l'en remercions vivement. En outre, il a mis à notre usage, à partir du même automatisme, un autre moyen de mesurer le Frottement Interne (par mesure d'une tension de comparaison). Ce moyen donne une inscription moins proportionnelle, moins propre, et il est impossible de faire des mesures quantitatives, mais une réponse immédiate et une inscription caractéristique de certains parasites. Ce second moyen fonctionne simultanément avec le premier et donne une information complémentaire.

Fig. II-11 - Suspension antivibratoire

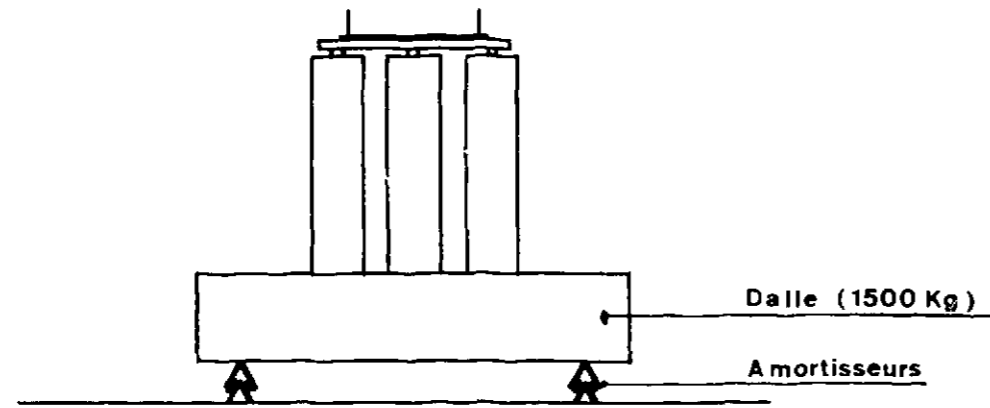


fig. II-11 a

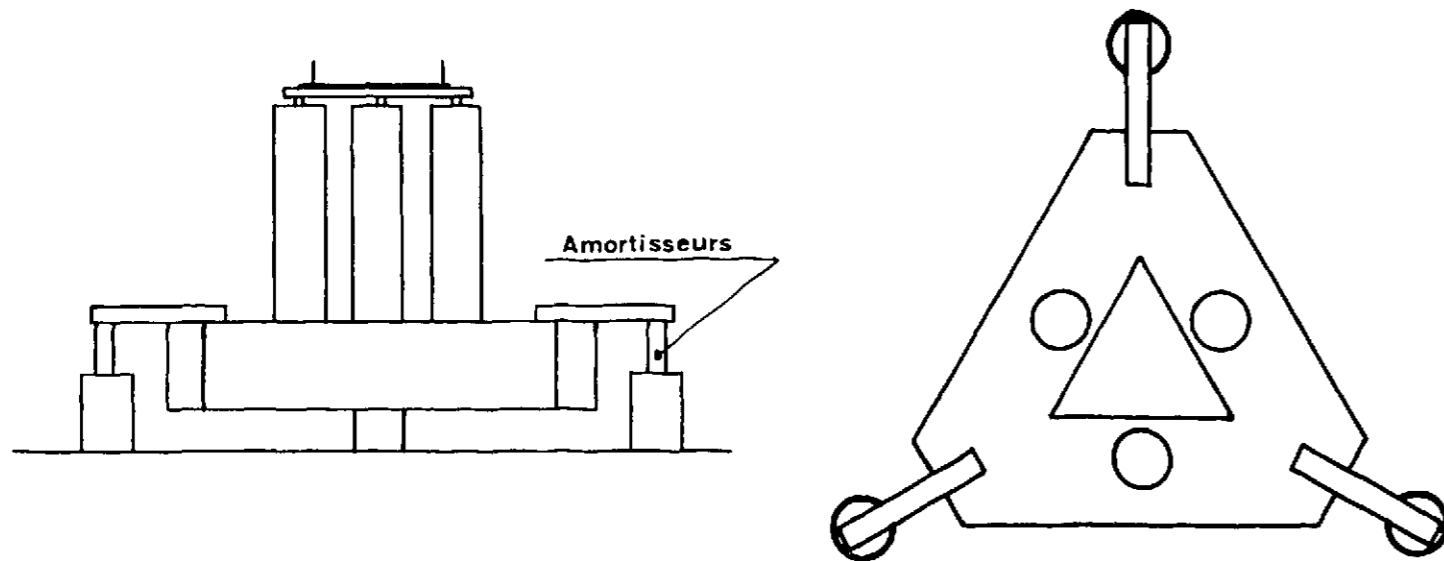


fig. II-11 b

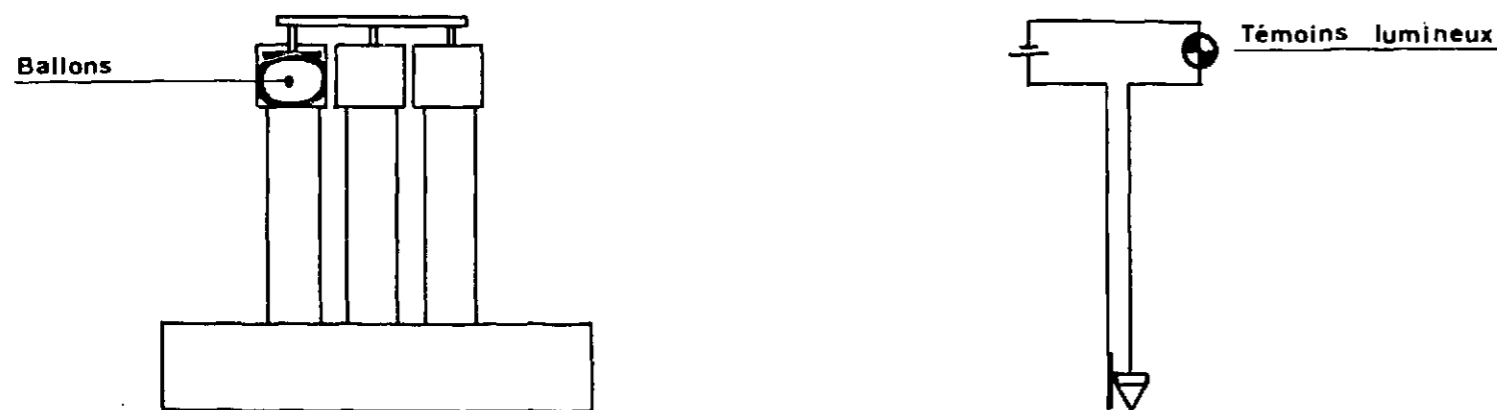


Fig. II-11 c - Suspension pneumatique

Fig. II-11 d - Fil à plomb à contact

3 - IRRADIATION ET MONTAGE

Ici réside le problème essentiel de notre thèse. En effet, les défauts à étudier ont une mobilité obéissant à une loi d'ARRHENIUS. Les plus intéressants sont les défauts les plus simples, et, malheureusement, ils sont extrêmement mobiles même aux très basses températures. Les défauts se détruisant par annihilation après un certain nombre de sauts, il est donc nécessaire de maintenir l'échantillon à une température suffisamment basse afin de rendre négligeable la fréquence de sauts, à partir de la création du défaut jusqu'à son étude.

Nous verrons ainsi les moyens d'obtenir les basses températures et ce qu'ils permettent d'observer, et nous présenterons la réalisation concrète d'un montage à 27°K.

3.1 - Liquides cryogéniques

Le tableau II-13 présente les caractéristiques des liquides cryogéniques utilisés à très basses températures.

Il permet de comprendre pourquoi nous utilisons le néon liquide (27°K) pour les irradiations aux neutrons et montages après irradiation aux neutrons (27°K) et aux électrons (20°K) du nickel et ceci malgré le prix relativement élevé du néon. Nous verrons au chapitre II-3.3 un montage adapté aux problèmes et aux exigences du néon liquide.

3.2 - Irradiation

3.2.1 - Ce même tableau II-13 présente d'autre part les possibilités d'irradiation offertes par le CEN-G aux basses températures.

Il est aisé de comprendre pourquoi il est nécessaire d'irradier aux neutrons au moins au néon liquide (nous ne pouvons espérer mieux pour l'instant) pour étudier le nickel.

Il met aussi en évidence la nécessité impérieuse d'un pendule "in situ" placé en bout d'accélérateur. Nous y reviendrons au chapitre II-4.

3.2.2 - Echantillons

Le tableau II-13 et la figure II-14 présentent une classification de formes géométriques d'échantillons utilisés. Ces dernières sont destinées soit à améliorer le rendement de l'irradiation (électrons) soit à faciliter le montage.

Le type d'échantillon présenté en figure II-14 d attire cependant une remarque : l'emploi d'une lame de faible épaisseur est destiné à augmenter au maximum le rendement des irradiations aux électrons.

La figure II-15 présente quelques courbes permettant de calculer l'équivalence du couple de torsion entre fil et ruban.

La fixation des embouts peut être effectuée à l'ambiante comme pour l'échantillon représenté sur la figure II-14 b (soudure par point ou sertissage). Nous avons cependant réalisé avec succès sur des lames de fer irradiées aux neutrons des soudures par points sous azote liquide, ainsi que des sertissages (ceci afin de diminuer la masse irradiée). Le principe serait éventuellement transposable au néon liquide.

TABLEAU II-13

Gaz	He	H ₂	Ne	N ₂
T _{Ebullition} (°K)	4,2	20,4	27,2	77,3
Q _{vap} (kcal/l)	0,65	7,65	26,1	38,6
Prix (F/l) ~	80	20	500	1
Irradiation Type Puissance (W) Dose (N/t/24 h)	e ⁻ 3 MeV-2 à 10 μA	e ⁻ 3 MeV - 20 μA	N ~ 30 W 0,5 10 ¹⁸	N' ~ 100 W 2 10 ¹⁸
Métaux ne présentant pas de stade notable avant T _{Ebullition}	Tous	Ni, Cu, Al, Ag, Pd Mo, W, Nb (Pt, Au)	Ni, Cu, Al	Fe
Avantage	Température Faible dispersion	Température, prix Faible dispersion	Chaleur de vaporisation Irradiations faibles mais possiblement fortes	Prix, Chaleur de vaporisation Irradiations fortes
Inconvénient	Chaleur de vaporisation faible Récupération obligatoire Irradiation très faible	Danger Irradiation faible sauf cryogénérateur	Prix, récupération obligatoire	Température trop élevée
Remarques	Pénétration faible	Air solide déposé Pénétration faible	Air solide en suspension	
Utilisation frottement interne	In situ e ⁻ (probable) Neutrons	- in situ e ⁻ - montage TBT (à éviter)	Montage TBT - irradiation e ⁻ - montage néon TBT (préférable)	Montage TBT
Echantillons (fig. II-14)	Type d (in situ)	Types b et c	Type b	Type a

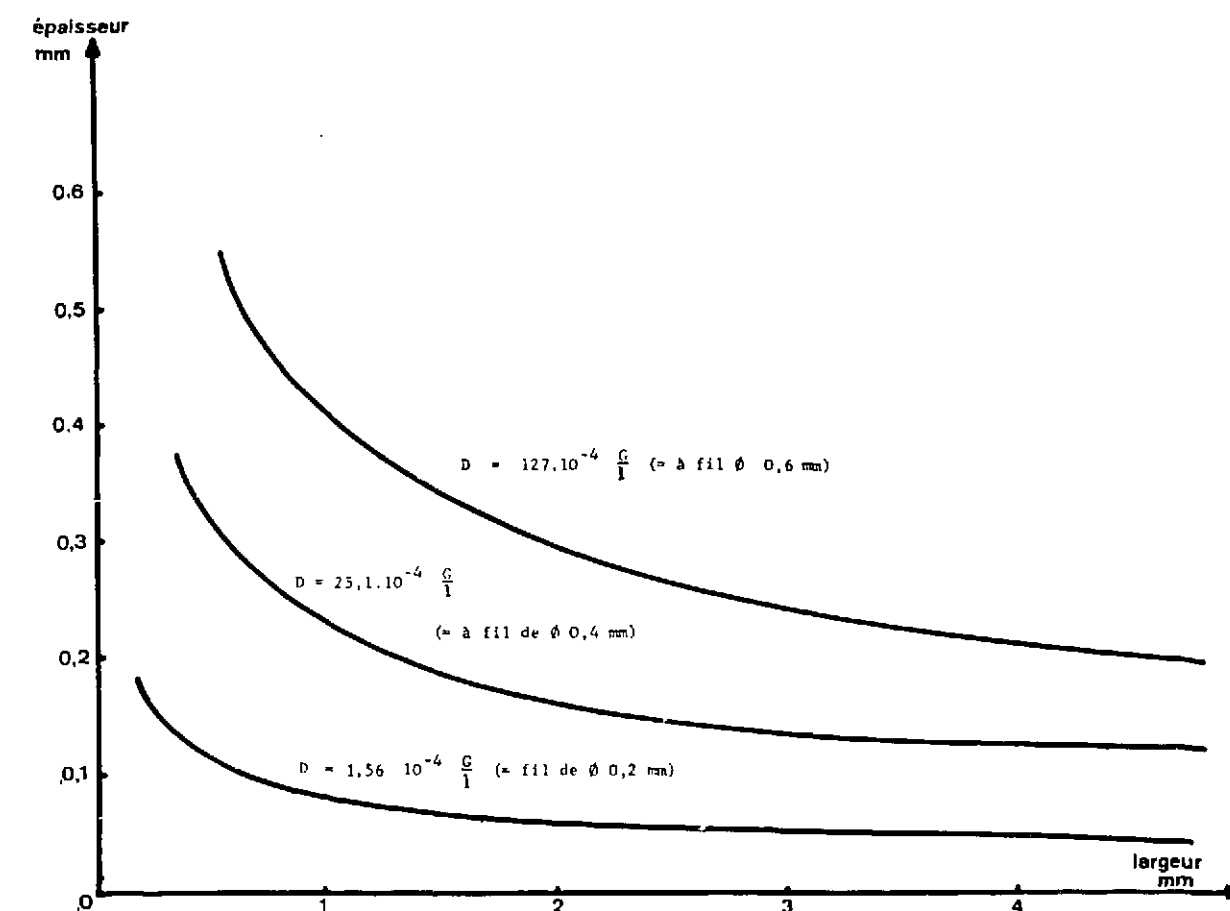


Fig. II-15 - Correspondance des constantes de torsion entre fils et rubans

3.2.3 - Moyens d'irradiation

Les figures II-16 et II-17 présentent la boucle d'irradiation au néon liquide et le cryostat d'irradiation aux électrons à 20°K. C'est grâce à ces deux ensembles construits et mis au point par le service des Basses Températures [25, 26] que nous avons pu réaliser notre étude sur le nickel.

3.3 - Montage Très Basse Température

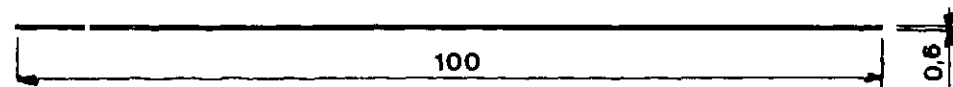
Les paragraphes précédents montrent l'évidente nécessité d'irradier à 20°K ou 27°K pour pouvoir étudier les défauts ponctuels du nickel et quelques autres métaux. En conséquence, il faut stocker et monter sur le pendule les échantillons au moins à 27°K.

3.3.1 - Premiers essais

Ceux-ci, réalisés à l'hydrogène liquide, étaient des extrapolations directes du montage à l'azote liquide.

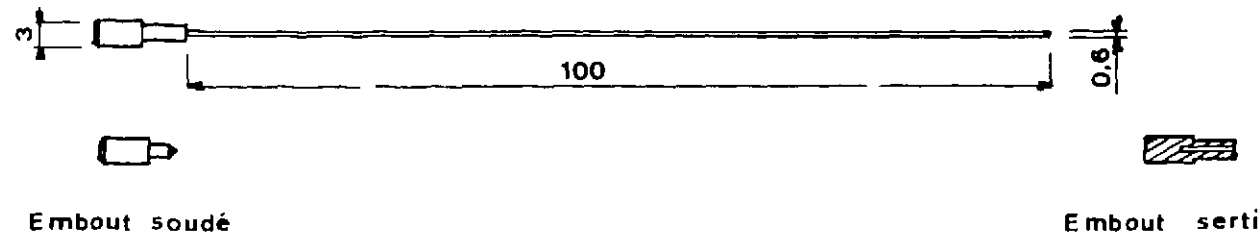
Ils eurent lieu à l'air libre, et une jupe à double paroi (paragraphe IV-2) fut conçue pour permettre un transfert du cryostat de stockage au four du pendule.

Cette technique était très simple, mais fut condamnée par deux obstacles : l'un, la formation très rapide et le dépôt d'air solide dans le four, qui bloquait complètement le pendule jusqu'à 60°K, l'autre, le danger réel de cette manipulation, même réalisée sous boîte à gants.



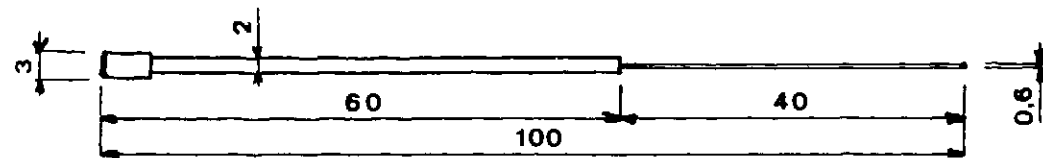
Fil classique

14a

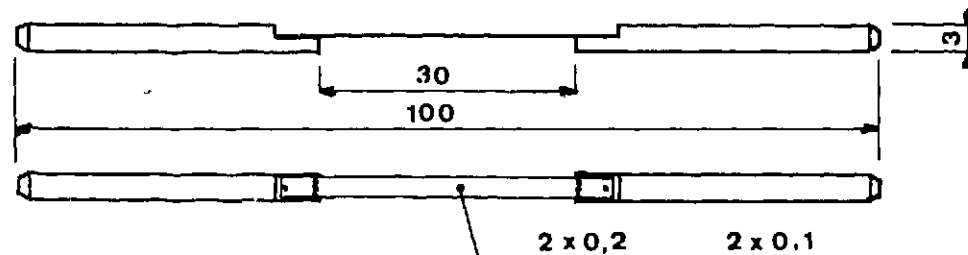


Fil T.B.T.

14b



14c



14c

Fig. II-14 - Diverses formes d'échantillons

3.3.2 - Principe

Le montage et le transfert au néon liquide et sous atmosphère contrôlée s'imposait après l'élimination de l'hydrogène liquide et du montage à l'air libre. Ceci se réalise sous boîte à gants étanche avec récupération du néon gazeux.

En conséquence la tige porte-échantillon se monte à distance, sans visibilité, sur l'échantillon.

Par contre, le transport et le montage du four plein de néon sous le pendule s'effectuent avec une simple garde d'azote.

3.3.3 - Réalisation pratique

α - Irradiation - La figure II-19 présente le container d'irradiation à 27°K et le porte-échantillon. Ce dernier a une forme telle qu'il permet le montage à distance et sans visibilité. Il autorise l'irradiation de 6 échantillons et pèse 4 g afin de limiter l'échauffement (container + porte-échantillon \approx 25 g). Pendant l'irradiation, la température se stabilise à environ 20°K. Le fil attaché au fond du container permet le défournement et le guidage du harpon (cf. ci-après).

β - Défournement - Après désactivation hors pile le container est sorti de la boucle (fig. II-16) et transféré dans un cryostat de stockage (fig. II-20) au néon liquide. Le container permet de conserver les échantillons dans le néon liquide pendant 3 mn sous atmosphère de néon gazeux, et 25 sec. dans l'air. La remontée de la boucle sous atmosphère de néon dure 10 sec. et le transfert à l'air libre 10 sec. environ. Ainsi la marge est assez grande pour que les échantillons ne soient pas réchauffés.

γ - Stockage - Celui-ci s'effectue facilement dans le cryostat de stockage (fig. II-20) (contenance 3,5 l de néon liquide, consommation de 1 l/24 h en tenant compte des pertes dues aux montages successifs).

δ - Montage sur la tige et transfert dans le four - C'est ici que nous abordons la partie la plus délicate de la manipulation.

La figure II-20 montre l'ensemble boîte à gants - cryostat de stockage - four du pendule (à l'échelle), avant la phase capitale de récupération du porte-échantillon.

Le "harpon", guidé par le fil du container, vient se fixer (fig. II-21 a) dans la figure géométrique du porte-échantillon (fig. II-16). Le positionneur-guide de tige est mis en place (fig. II-21 b).

La tige dite "critérium" est alors descendue ouverte avec sa jupe de protection (fig. II-21 c). On la referme sur l'embout. Puis, après dégagement du système d'ouverture, on la transfère rapidement - environ 2 sec., le temps limite étant 10 sec. - dans le four ouvert (fig. II-21 d) la jupe tombant automatiquement en place pour le transfert.

La figure II-21 permet de mieux comprendre cet ensemble repêchage-guidage-montage sur la tige.

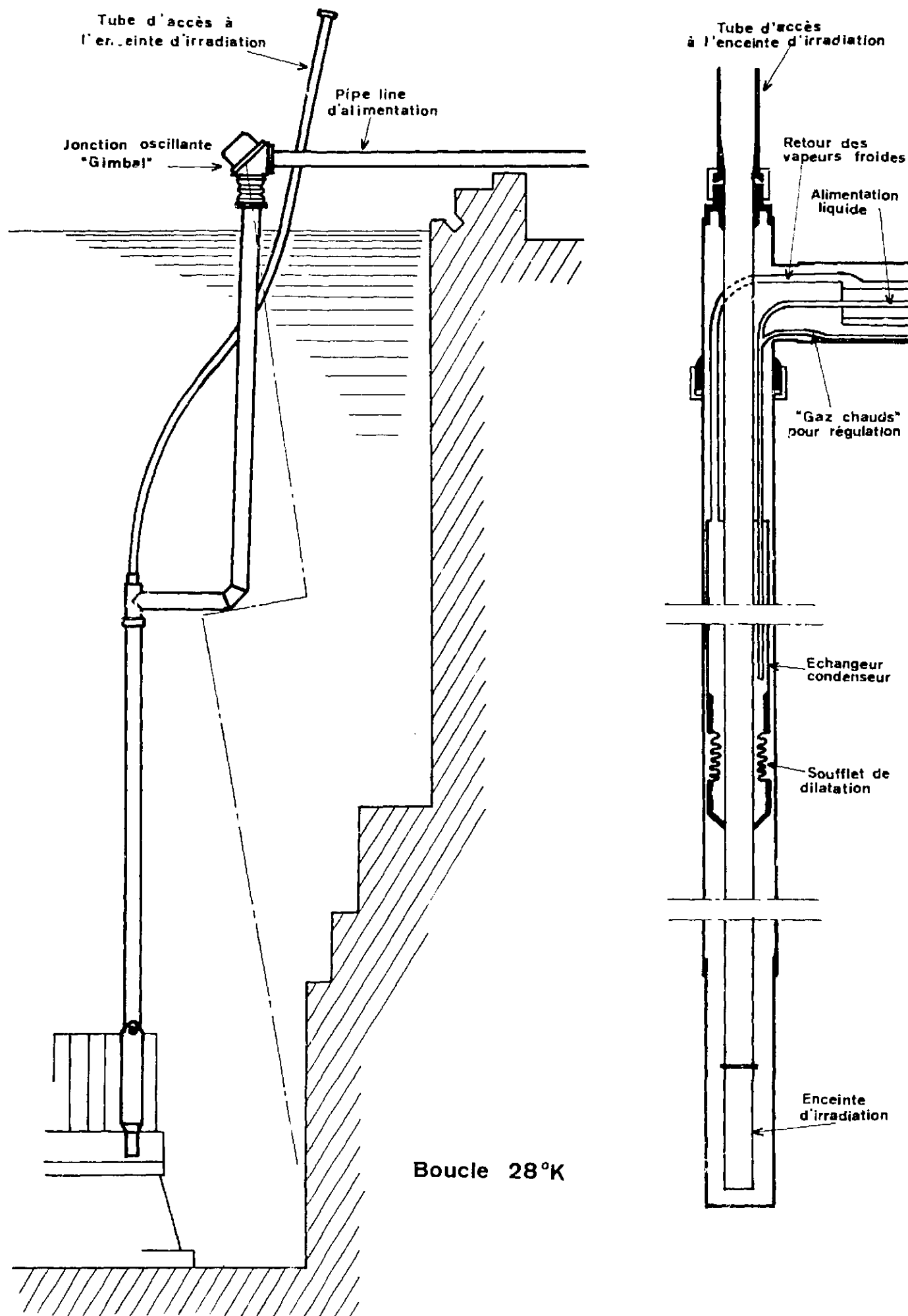
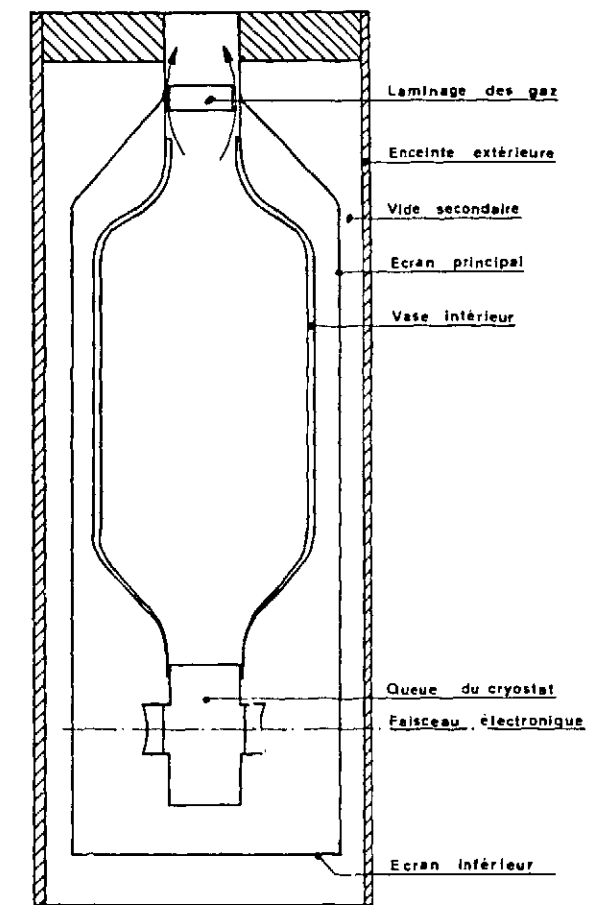


Fig. II-16

Fig. II-17 - Cryostat d'irradiation e^- 20°K

Σ - Transport et montage sous le pendule - Un long bouchon souple est fixé sur le four par une bride (fig. II-22). Il permet le transport sans accumulation d'air solide dans le four.

Une simple garde d'azote conserve le néon liquide pendant quelques heures dans le four.

Le reste du montage s'effectue classiquement. Un système de laminage des gaz sous le balancier limite la rentrée d'air dans le four lors du montage (fig. II-23).

3.4 - Air solide

Le dépôt d'air solide sur l'échantillon et dans le four n'a pu être éliminé qu'après un certain nombre d'essais et d'améliorations.

Au titre de ces dernières, il faut signaler :

- Le travail sous atmosphère contrôlée (fig. II-20)
- Le bouchon (fig. II-22) et laminage d'air (fig. II-23)
- Le filtrage du néon liquide.
- Une forme de four et des récipients sur la tige tels que l'air solide s'y dépose sans entraver les mesures.
- La procédure d'évaporation du néon peut avoir une importance (ne pas pomper trop fort tant qu'il y a du néon liquide).

TABLEAU II-18

Opération	Durée		Température
	max.	effect.	
Préparation échantillon			
- Fabrication échantillon	-		ambiante
- Embout	-		1000°
- Recuit	-	3 j.	
Porte-échantillon			
Irradiation		24 h ou 48 h	29°K
Désactivation		24 h	27°K
Défournement			
- remontée dans boucle (atm. néon)	3 mn	10 sec	27°K
- transfert boucle-stockage (atm. air)	25 sec	10 sec	-
Stockage	q.q.j.	12 h	-
Transfert			
- Préparation boîte à gants + montage sur la tige		1 h	-
- Transfert stock-four	10 sec	2 sec	-
Transport	2 h	10 mn	-
Montage pendule	2 h	5 mn	-

3.5 - Tige "Critérium"

Le montage présenté en paragraphe II-3.3 nécessite une tige dont la pince du bas (porte-échantillon) est facilement commandable à distance.

La figure II-24 présente notre solution à ce problème. Elle montre une pince à poussoirs et ressort d'où le nom "critérium". Elle est très efficace et a permis de soulever des poids de 3 kg.

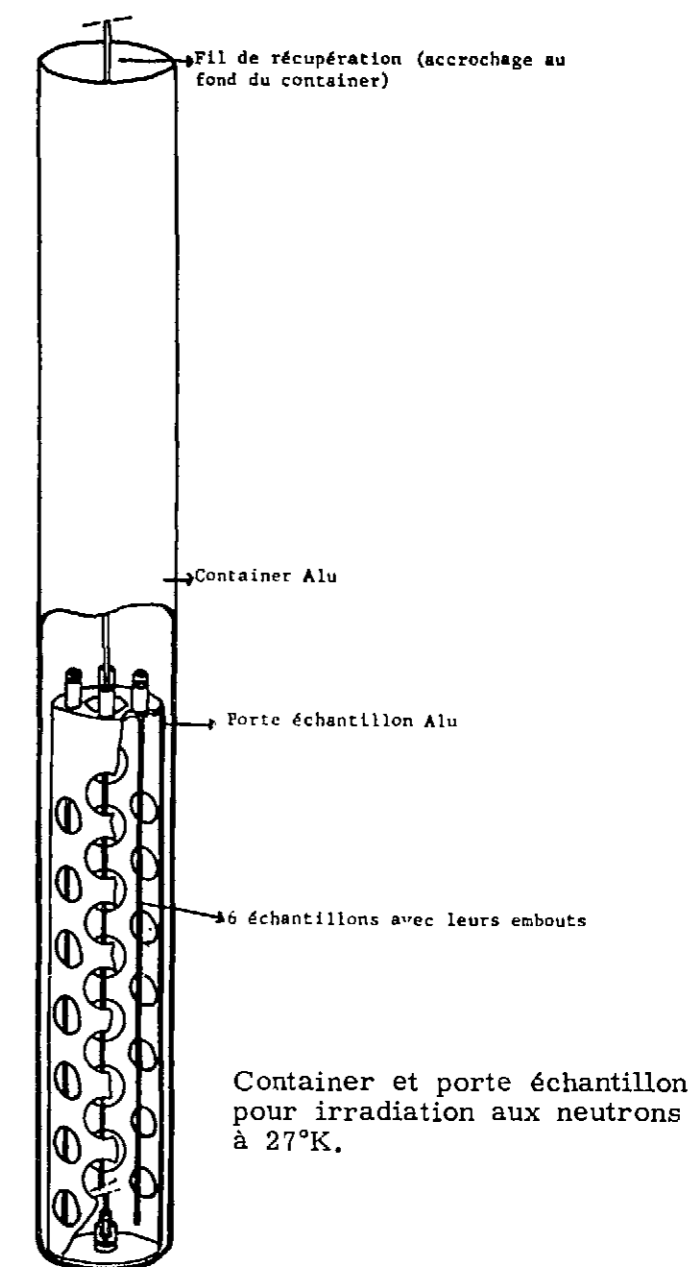


Fig. II-19

4 - PENDULE IN SITU

4.1 - Introduction

Dans le tableau II-13 nous parlons de mesures "in situ". Ces mesures sont réalisées avec un pendule monté sur le lieu de l'irradiation (possible uniquement pour des irradiations aux électrons).

Il a fallu en effet concilier plusieurs exigences. D'une part (cf. tableau II-13) la température de 27°K est à la limite pour l'observation de pics dus aux interstitiels dans Ni (et d'autres métaux). Les températures de 20°K et même 4°K conviendraient beaucoup mieux.

D'autre part, pour des raisons de sécurité, il n'est pas possible de réaliser un montage à 20°K, et, pour des raisons plus évidentes (cf. tableau II-13) à 4°K.

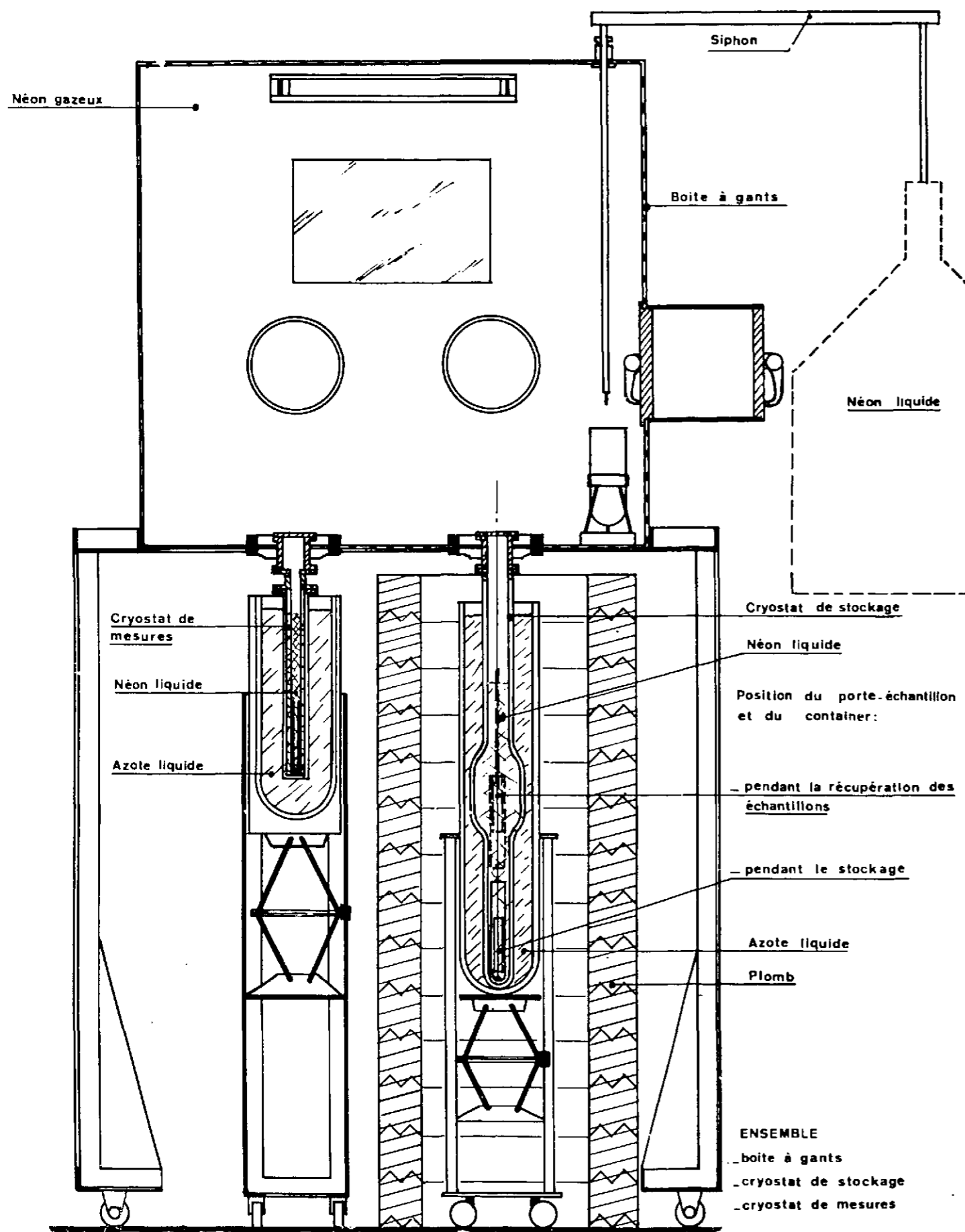


Fig. II-20

- | | | | |
|-----------------------------------|----------------------|--|------------------------|
| 1. Fil de suspension du container | 4. Porte-échantillon | 7. Commande de la pince inférieure | 10. Cryostat de mesure |
| 2. "Harpon" | 5. Container | 8. Tige du pendule | |
| 3. Echantillon | 6. Positionneur | 9. Tube de protection thermique et mécanique | |

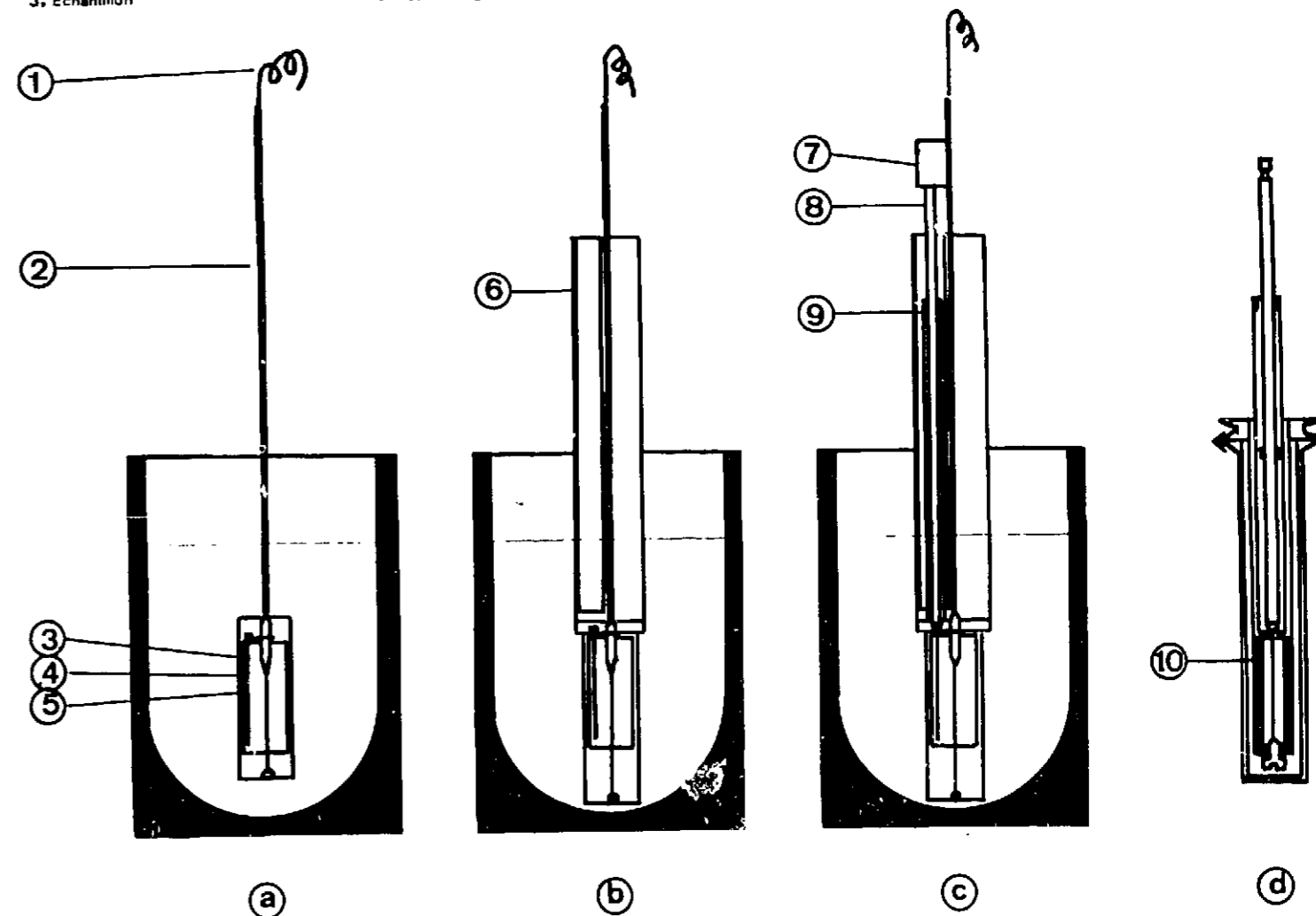


Fig. II-21

Nous sommes arrivés à la conclusion qu'il fallait réaliser un pendule destiné à fonctionner dans le cryostat d'irradiation.

L'échantillon est mis en place dans ce pendule avant l'irradiation et le tout est immergé dans le cryostat à hydrogène liquide. Immédiatement après irradiation à 20,4°K, l'hydrogène est évacué et l'étude du Frottement Interne entreprise.

4.2 - Pendule

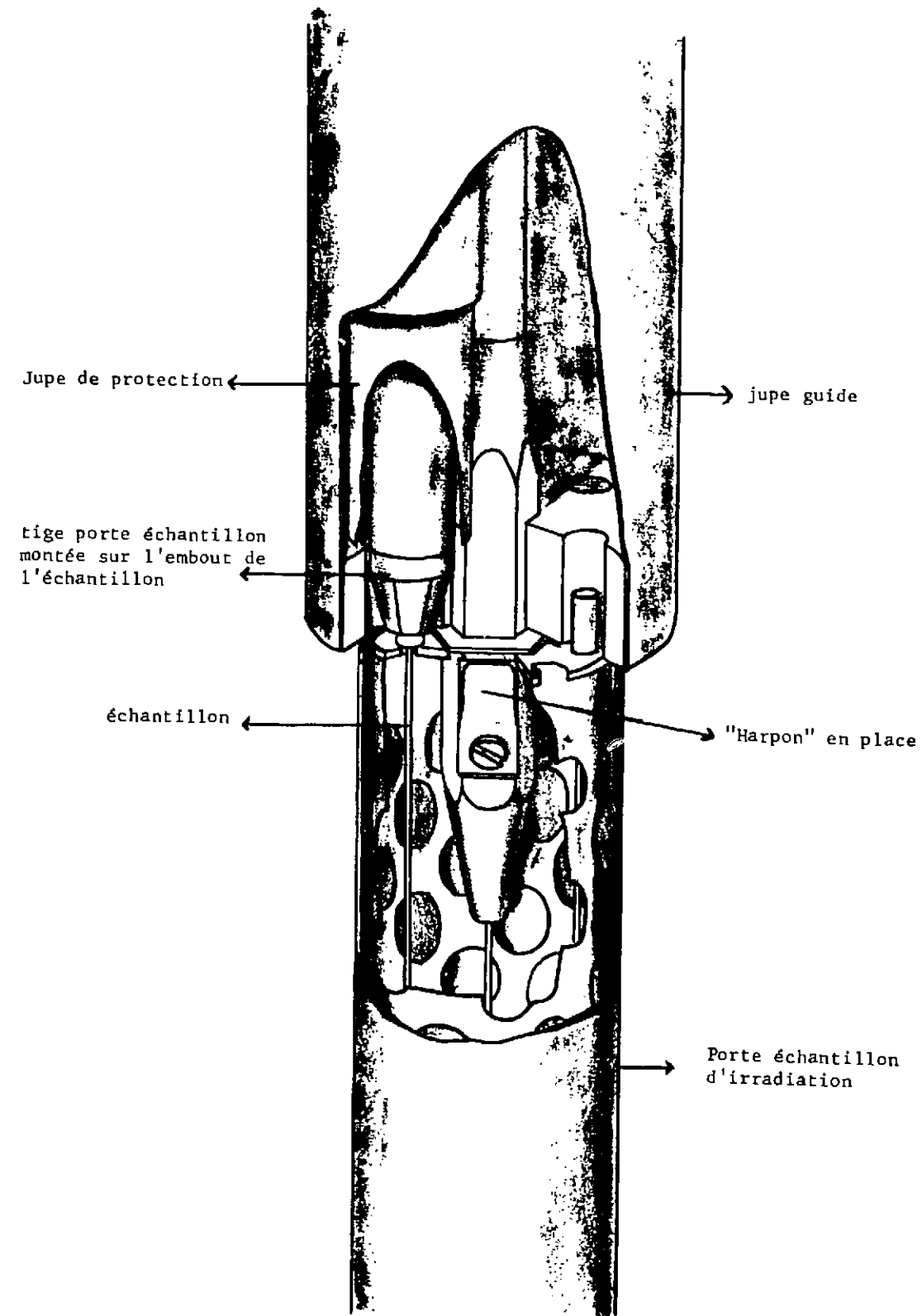
Nous ne pouvons actuellement ni le décrire ni le présenter, car ce pendule fait actuellement l'objet d'une demande de brevet.

4.3 - Conclusion

a) Cette solution supprime ainsi toute manipulation de l'échantillon ou tout déplacement de cryostat après l'irradiation. Elle est pleinement satisfaisante en outre parce qu'elle supprime tout écrouissage après irradiation, écrouissage qui pourrait peut-être entraîner l'apparition de pics étrangers résultant de l'interaction défaut-dislocation.

b) Le fonctionnement dans un cryogénérateur autorisera des données d'irradiation longue, donc des doses d'irradiation intéressantes.

c) Ce pendule est construit depuis plus d'une année. Ce n'est que très récemment que le service des Basses Températures a mis à notre disposition le cryogénérateur. Les premières expériences sont en cours.



Détail du montage sur la tige porte échantillon

Fig. II-21 e

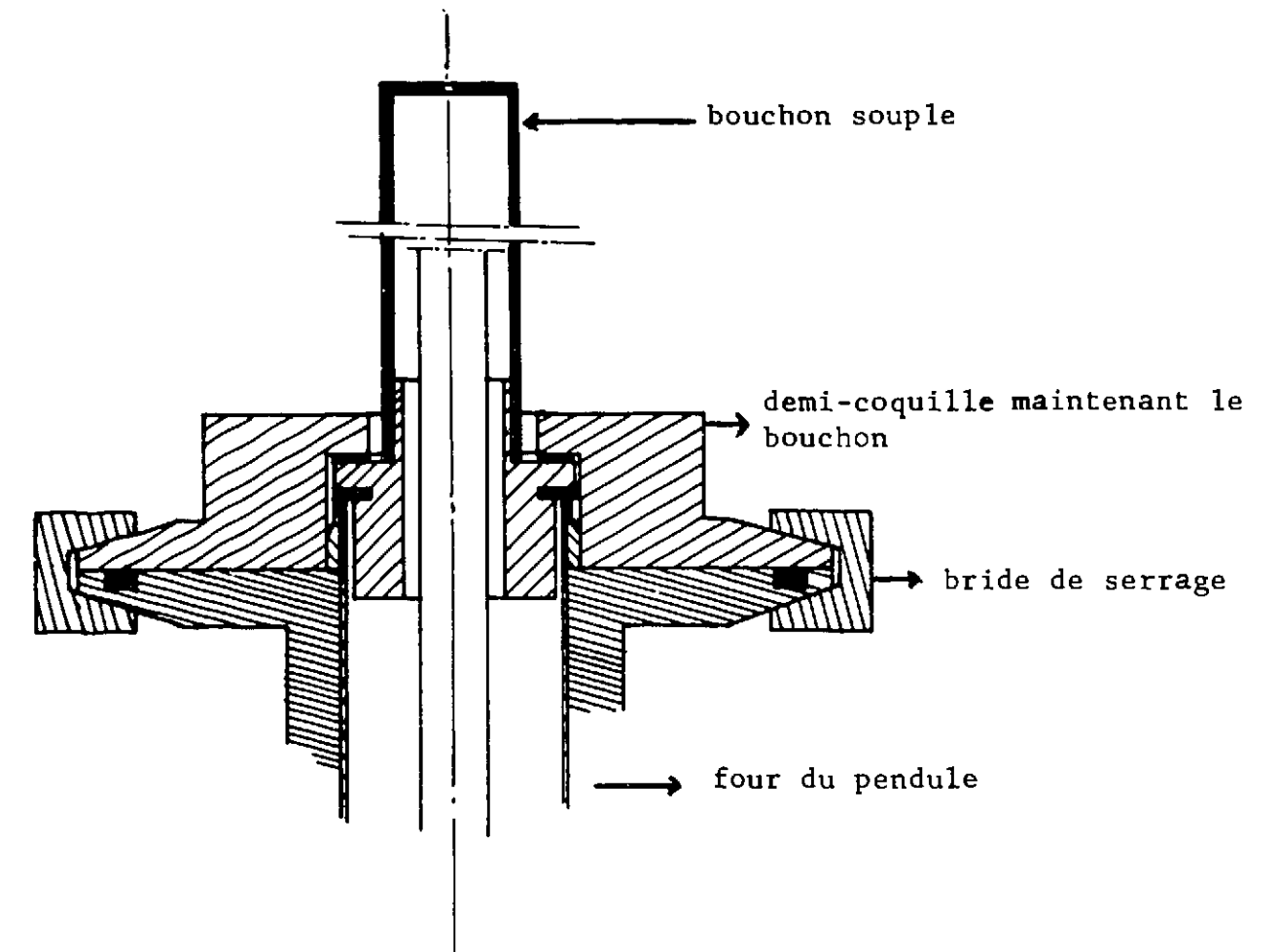


Fig. II-22 - Fermeture permettant le transport

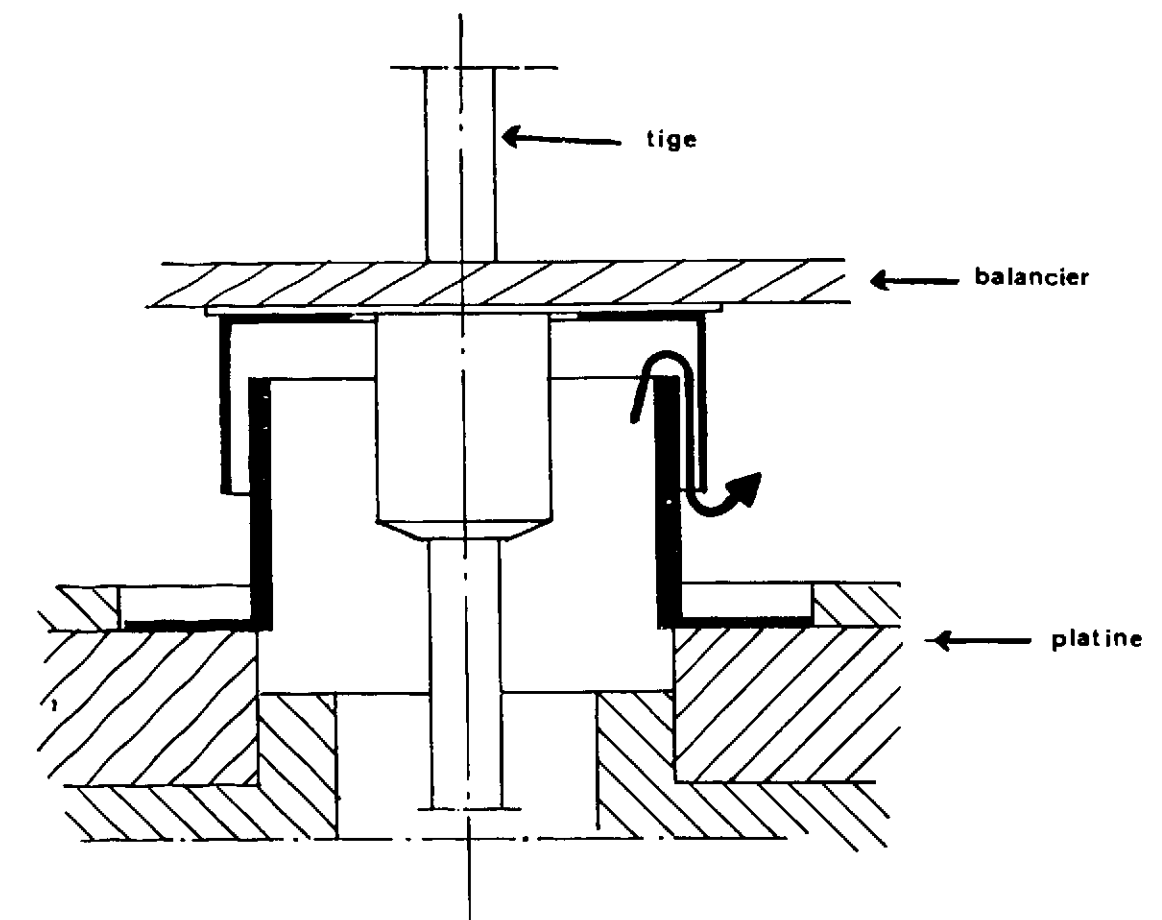


Fig. II-23 - Laminage d'air sous le balancier

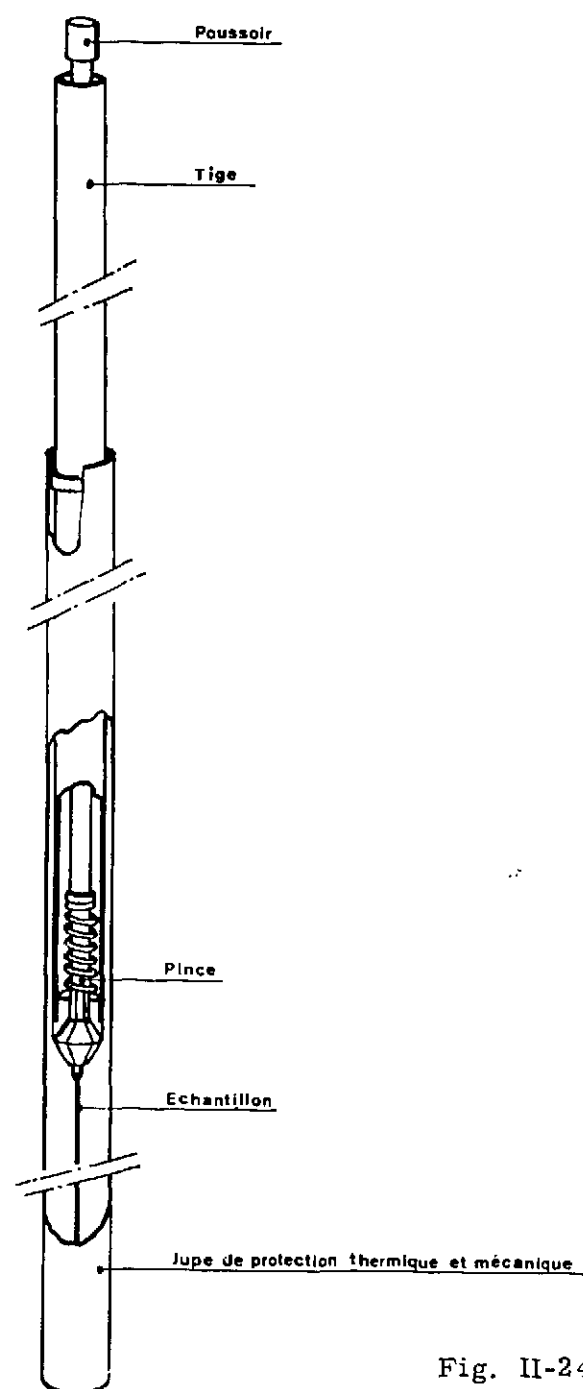


Fig. II-24

Tige "Critérium"

5 - PROGRAMME DE MONTEE EN TEMPERATURE

Le programme de montée en température le plus simple correspond à une montée linéaire. Il présente néanmoins les inconvénients suivants : les pics les plus intéressants se situent à basse température (pour Ni : entre 30°K et 100°K) et, de ce fait ont une largeur de quelques degrés. Une montée linéaire est aussi beaucoup trop rapide pour permettre leur étude précise, alors qu'à haute température, elle sera beaucoup trop lente pour l'étude de pics d'intérêt généralement moindre.

Nous avons donc cherché un programme ne présentant pas cet inconvénient. Nous avons trouvé la solution dans un article Allemand [8]. Les chercheurs présentaient les résultats de recuits de résistivité en graduant l'axe des abscisses en $\text{Log}(T)$.

Nous avons recherché un moyen qui permette d'obtenir directement une montée en température suivant cette loi.

Ce programme en $T = T_0 e^{\alpha t}$ présente entre autres avantages celui de tracer tous les pics avec une égale précision et de manière symétrique.

5.1 - Principe

Pour réaliser un programme de montée en température exponentielle, nous avons employé le principe de l'auto-accélération dont nous présentons le schéma en figure II-25 (une des réalisations pratiques possibles à partir de ce principe est présentée en figure II-26).

Un moteur courant continu à vitesse variable : $\omega = kV$ (1) entraîne sa propre alimentation : $V = V_0 + k'(t)$ (2) et le potentiomètre réglant la température :

$$T = T_0 + k'' \alpha (t) \quad (3)$$

(suivant le procédé classique - fig. II-26 - un pont de Wheastone comprenant une thermorésistance et ce potentiomètre, qui en variant, déséquilibre le pont, le galvanomètre à relais provoque le chauffage jusqu'à l'équilibre).

Les relations (1) et (2) permettent d'écrire :

$$\begin{aligned} d\alpha &= \omega dt = kV dt \\ dV &= k' d\alpha \quad kk' V dt \end{aligned}$$

d'où

$$\begin{aligned} V &= kV_0 e^{kk't} \\ \omega &= \omega_0 e^{kk't} \end{aligned}$$

$$\text{ainsi } \alpha = \int_0^t \omega dt = \frac{\omega_0}{kk'} (e^{kk't} - 1)$$

On en déduit :

$$T = T_0 + \frac{\omega_0 k''}{kk'} (e^{kk't} - 1)$$

$$\frac{dT}{dt} = k'' \omega_0 e^{kk't}$$

Un cas cependant peut être intéressant : celui où $\frac{\Delta T}{T}$ est indépendant de T :

Or

$$\frac{\Delta T}{T} = kk' \Delta t + \frac{\omega_0 k'' - kk' T_0}{T} \Delta t$$

La condition énoncée ci-dessus permet alors de définir les rapports de k , k' et k'' :

$$T_0 = \frac{\omega_0 k''}{kk'} \quad \text{et} \quad \left. \frac{dT}{dt} \right|_{t=0} = \omega_0 k''$$

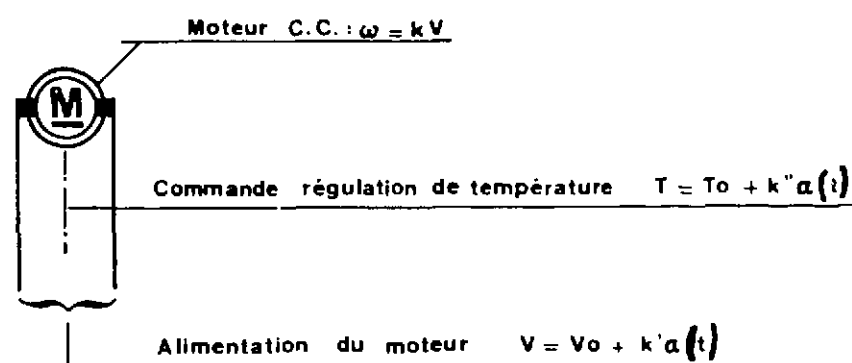


Fig. II-25 - Schéma de principe d'une montée exponentielle

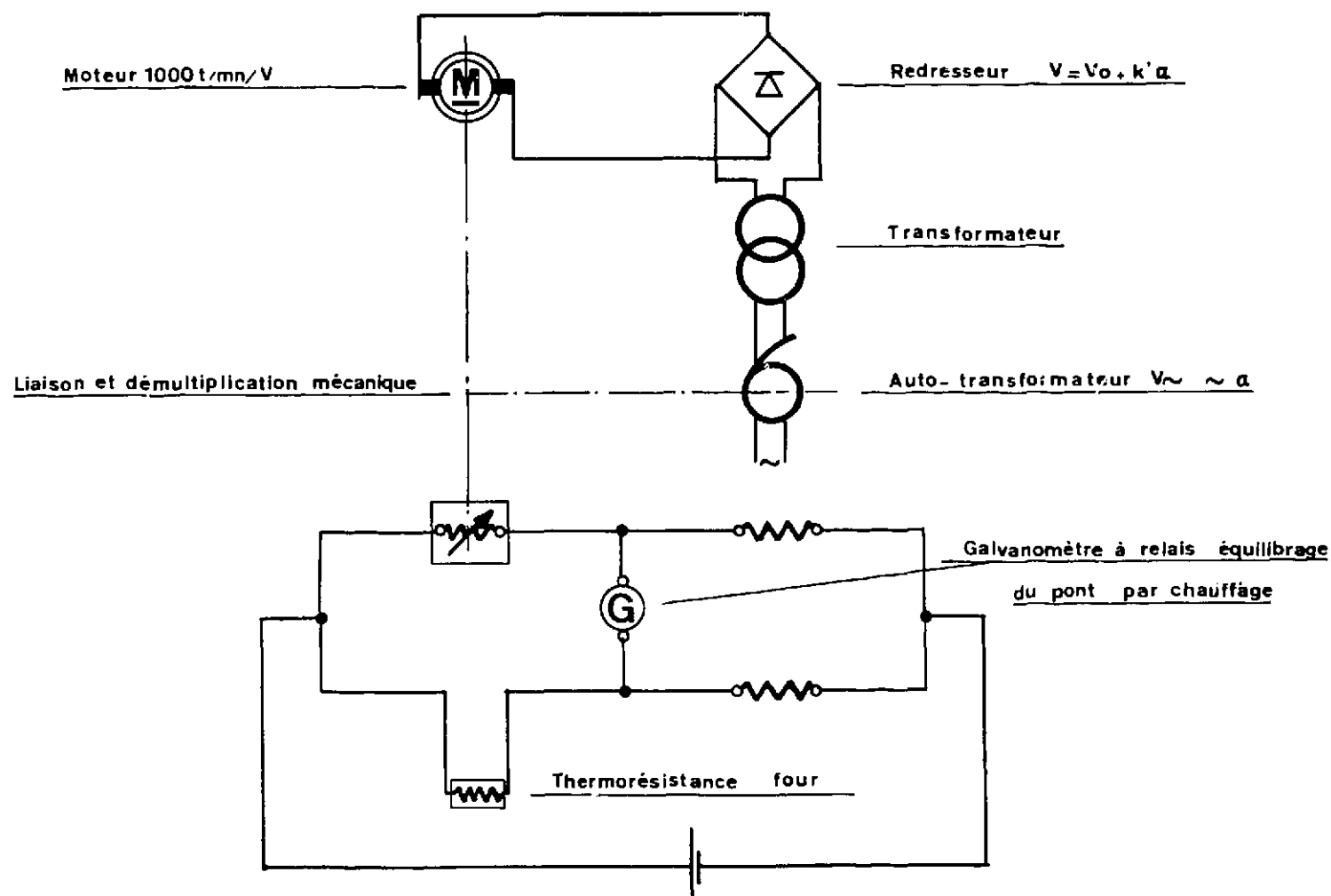


Fig. II-26 - Réalisation pratique

Nous obtenons ainsi le programme le plus simple :

$$T = T_0 e^{kk't}$$

5.2 - Réalisation

La figure II-26 présente le montage utilisé.

La montée est exponentielle et reproductible : précision 10 %, les erreurs provenant de la thermorésistance.

Nous avons en outre réalisé la condition $\frac{\Delta T}{T}$ indépendante de T, avec pratiquement $\frac{dT}{dt} = T$ soit 100°/h à 100°K, et 200°/h à 200°K.

La figure II-27 montre un programme obtenu. On peut voir que la courbe expérimentale est effectivement très proche de la courbe exponentielle.

5.3 - Recuits

Il est facile d'établir l'équivalence entre les recuits isothermes, linéaires et exponentiels.

En prenant les expressions suivantes,

pour la montée exponentielle : $T = \zeta_0 e^{\alpha t}$

pour la montée linéaire : $T = \beta t$

et pour le recuit des défauts : $\frac{dc}{dt} = -K(t) f(c)$

où $K(T) = K_0 e^{-\frac{E}{kT}}$

et où $f(c) = C$ pour l'ordre 1

$f(c) = C_2$ " " 2

On obtient ainsi le tableau comparatif suivant :

TABLEAU II-28

Recuit	Ordre 1 (f(c) = C)	Ordre 2 (f(c) = C ²)
Isotherme $T = C_0 e^{\alpha t}$	$\text{Log} \frac{C}{C_0} = -K_0 t e^{-\frac{E}{kT}}$	$\frac{C}{C_0} = \left[1 + K_0 C_0 t e^{-\frac{E}{kT}} \right]^{-1}$
Linéaire ($T = \beta t$)	$\text{Log} \frac{C}{C_0} = \frac{K_0 E}{\beta k} \left[\frac{kT}{E} e^{-\frac{E}{kT}} + E_1 \left(-\frac{E}{kT} \right) \right]$	$\frac{C}{C_0} = \left[+ \frac{K_0 E}{\beta k} C_0 \left[\frac{kT}{E} e^{-\frac{E}{kT}} + E_1 \left(-\frac{E}{kT} \right) \right] \right]^{-1}$
Exponentiel $T = T_0 e^{\alpha t}$	$\text{Log} \frac{C}{C_0} = -\frac{K_0}{\alpha} E_1 \left(-\frac{E}{kT} \right)$	$\frac{C}{C_0} = \left[1 + \frac{K_0}{\alpha} C_0 E_1 \left(-\frac{E}{kT} \right) \right]^{-1}$

Ce tableau permet d'établir des équivalences entre les divers types de recuits, quel que soit l'ordre de guérison. Par exemple une montée exponentielle jusqu'à la température T_1 correspondrait à un recuit isotherme à la température T_1 durant :

$$t = \frac{1}{\alpha} e^{\frac{E}{kT}} E_i \left(-\frac{E}{kT} \right)$$

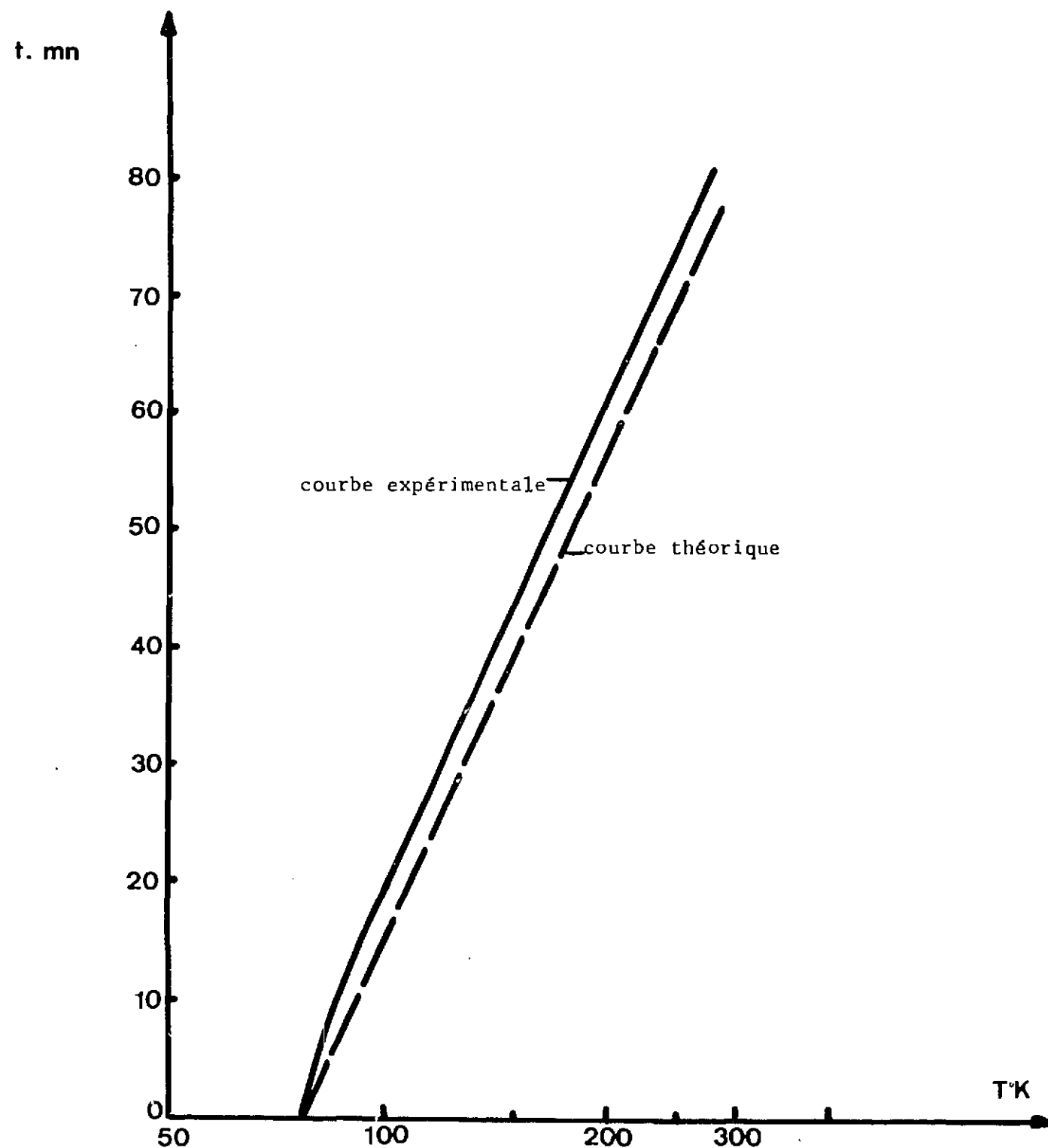


Fig. II-27 - Exemple de programme de température exponentiel

Troisième partie

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous exposerons tout d'abord quelques résultats obtenus avec le fer pur. Ces expériences ont été menées dans le but de nous familiariser avec les techniques expérimentales de frottement interne.

Ensuite, nous présenterons nos observations sur le métal irradié à 27°K. Ces expériences constitueront l'essentiel de notre travail, car notre but futur est l'étude du frottement interne dans les C.F.C.

1 - ETUDES REALISEES SUR LE FER

Le Laboratoire de Physique du Solide du Centre d'Etudes Nucléaires de GRENOBLE a orienté une grande partie de ses recherches vers l'étude des défauts ponctuels dans le fer pur.

Les travaux ont été réalisés par des techniques de mesure très variées (traînage magnétique, frottement interne, mesures de longueurs, énergie stockée), et des modes de création de défauts divers (irradiations, etc...). Ils ont fait l'objet de nombreuses thèses ou articles. Ce métal est donc mieux connu que le nickel. Ainsi, d'une part, nous l'avons irradié à 28°K dans les mêmes conditions que le nickel pour vérifier si avec nos méthodes nouvelles nous retrouvions bien les pics étudiés dans le fer. D'autre part, nous l'avons irradié aux électrons afin de trouver la forme idéale à donner à un échantillon permettant un rendement optimal de l'irradiation.

1.1 - Etudes réalisées précédemment

1.1.1 - Traînage magnétique

Les études effectuées par P. MOSER [9] sur du fer pur irradié aux neutrons sont à la base du modèle d'explication des défauts ponctuels élaboré par le Laboratoire de Physique du Solide de GRENOBLE.

Voici l'interprétation qu'il propose :

Bande I	(110°K)	réorientation de l'interstitiel libre
Bande II		agglomérats simples (di-interstitiels)

Bande III interstitiels en bordure de platelets
 Bande IV couples lacunes impuretés
 Bande V destruction des agglomérats de lacunes.

En fait la bande V serait vraisemblablement reliée à la présence de carbone.

1.1.2 - Résistivité

Parallèlement Mme MINIER [10] a réalisé l'étude des stades de recuits des défauts créés dans le fer pur par irradiation. Ces mesures, effectuées par résistivité, ont permis d'observer les stades I et II et leurs sous-stades (suivant la notation de CORBETT), dus aux divers défauts ponctuels.

1.1.3 - Frottement interne (polycristaux)

V. HIVERT, quant à lui, a effectué ses études par frottement interne principalement après irradiation aux neutrons [3] (cf. fig. III-1 a).

Notons qu'il trouve des pics aux températures suivantes : à 110°K (I'), à 127°K (I_A), à 145°K (II) et à 245°K (III) des fils polycristallins (cf. tableau comparatif III-5).

1.1.4 - Frottement interne (monocristaux)

H. BILGER et Mme J. VERDONE (cf. fig. III-2) ont réalisé des études de frottement interne sur des lames monocristallines irradiées aux neutrons [11]. Par rapport aux fils polycristallins d'importantes différences sont observées (cf. tableau III-5).

1.2 - Expériences réalisées

1.2.1 - Irradiation aux électrons

Ces expériences ont été commencées en collaboration avec Mme J. VERDONE. Celles-ci se sont passées en plusieurs temps. Tout d'abord, irradiation de fils longs (10 cm), puis de fils courts ayant subi ou non une légère irradiation aux neutrons, enfin irradiation de lames fines et courtes.

a) Irradiation de fils

La figure III-3 a présente les résultats obtenus avec des fils de 40 x 0,4 mm sertis dans des embouts (paragraphe fig. II-14 c). Les pics ont une hauteur très faible et sont noyés dans un fond continu important.

Dans le but de diminuer ce bruit de fond, nous avons essayé de pré-irradier les échantillons aux neutrons, afin d'épingler éventuellement les dislocations. En fait, les résultats n'ont pas présenté de différences notables avec les précédents (fig. III-3 b).

Le tableau III-5 signale les températures des petits pics ($Q^{-1} = 2 \cdot 10^{-4}$) retrouvés sur 5 expériences.

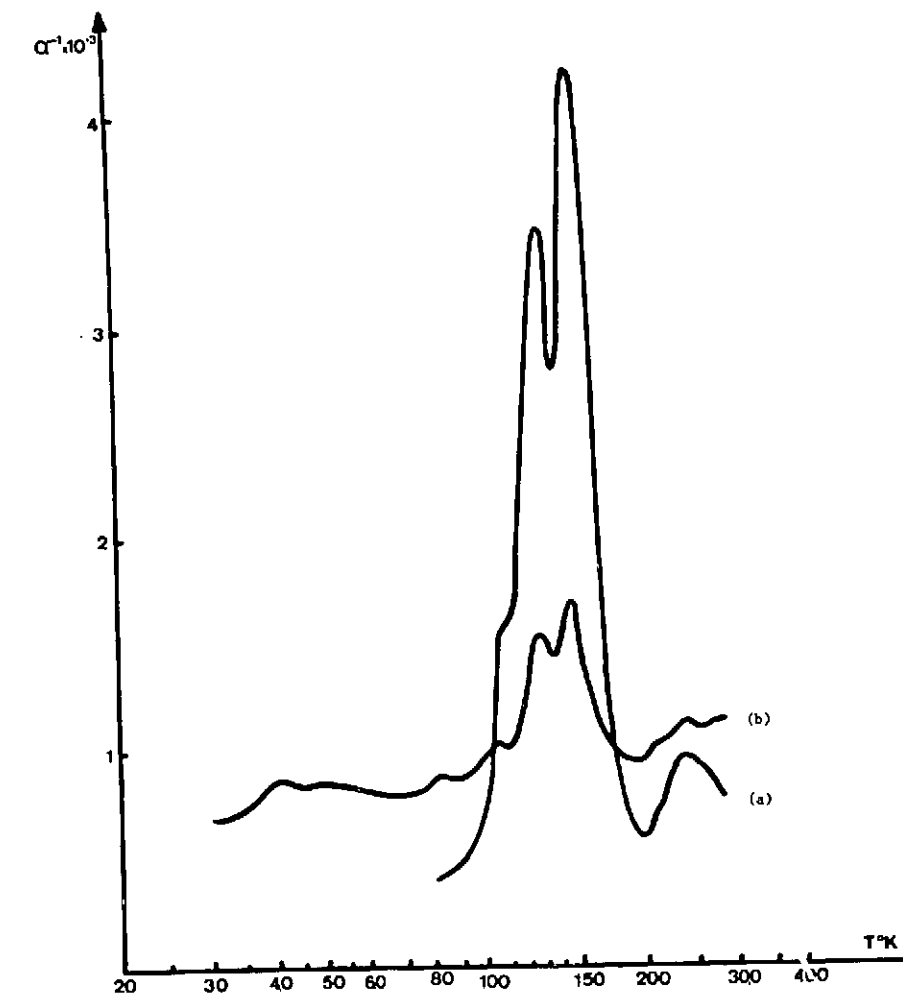


Fig. III-1 - Fer irradié aux neutrons (V. HIVERT)
 (a) - à 77°K ($2,7 \cdot 10^{18}$ Nvt)
 (b) - à 27°K ($0,5 \cdot 10^{18}$ Nvt)

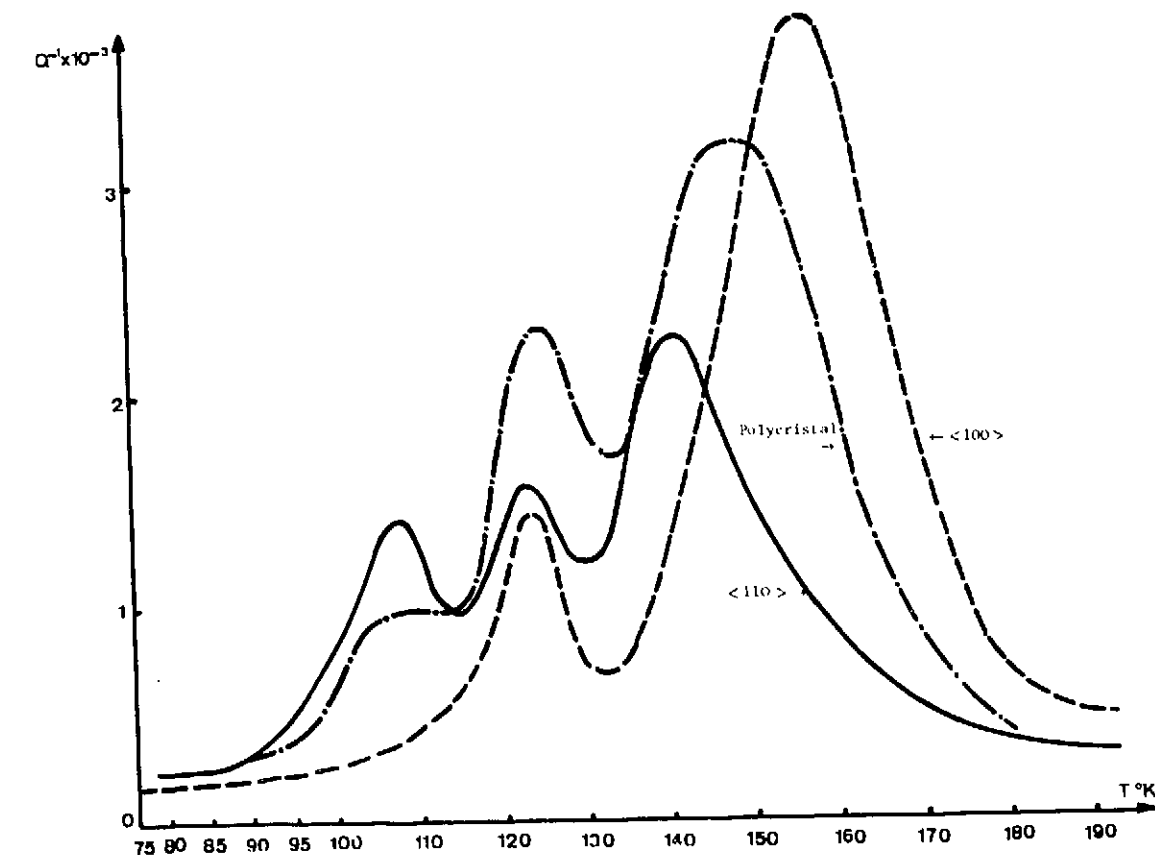


Fig. III-2 - Monocristaux et polycristaux de fer irradiés aux neutrons à 77°K (H. BILGER)

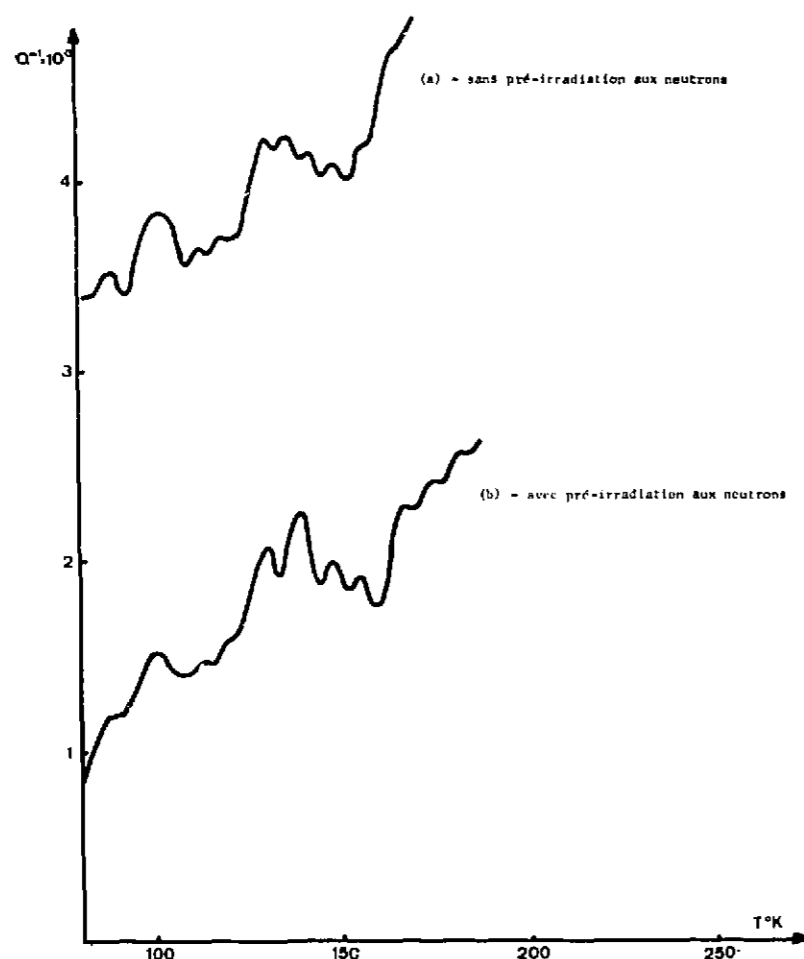


Fig. III-3 - Fer pur irradié aux électrons (premières expériences sur fils de \varnothing 0,4 mm).

b) Irradiation de plaques

Ces plaques (cf. II-3.2.2 et fig. II-14 d), imaginées pour répondre à une meilleure utilisation du faisceau électronique. La figure III-4 présente les résultats obtenus. Il apparaît une grande différence entre les fils et les plaques. Nous avons recherché l'explication dans l'effet d'une texture de laminage.

Dans le fer pur, on sait que cette question est très controversée. Cependant, de nombreux auteurs ont observé la formation d'orientations préférentielles dans les métaux cc et cfc après laminage, et se conservant ou même se développant à la recristallisation (soit au recuit).

Nous citerons M. BARRET [12], MM. I.L. DILLAMORE et W.T. ROBERTS [13], A. BOURRET [14], A. FERT [15].

Tous ces auteurs arrivent à la conclusion que des orientations préférentielles existent, mais qu'elles sont difficilement reproductibles exactement, car elles dépendent de la pureté du métal, du laminage (croisé ou non), de l'épaisseur, du recuit.

A. BOURRET [16] insiste sur le fait que la netteté de ces orientations préférentielles varie avec l'épaisseur de la lame (elles peuvent être définies à $\pm 5^\circ$). Ainsi, une orientation préférentielle (111) (direction normale à la lame) très marquée apparaîtra pour une épaisseur de 0,1 mm. Au contraire, le polycristal sera parfait pour une épaisseur de 0,5 mm.

Avec un autre moyen d'analyse A. FERT [15] observe dans son cas particulier (épaisseur 0,1 mm) que les composantes normales au plan de la lame sont :

Type	111	001	331	divers
%	50 %	40 %	-	10 %

Des mesures de frottement interne ont été réalisées ultérieurement sur des monocristaux de différentes orientations par H. BILGER. Elles ont montré effectivement que la configuration des pics obtenus varie avec l'orientation du monocristal, ce qui est normal pour que les défauts observés possèdent un degré de symétrie inférieur à celui du réseau (fig. III-2).

Sur le tableau III-5, nous avons rassemblé tous nos résultats. En les comparant avec ceux obtenus sur des polycristaux et des monocristaux, la position des pics de certaines plaques fait présumer que nous avons une surstructure de laminage superposée à une structure polycristalline.

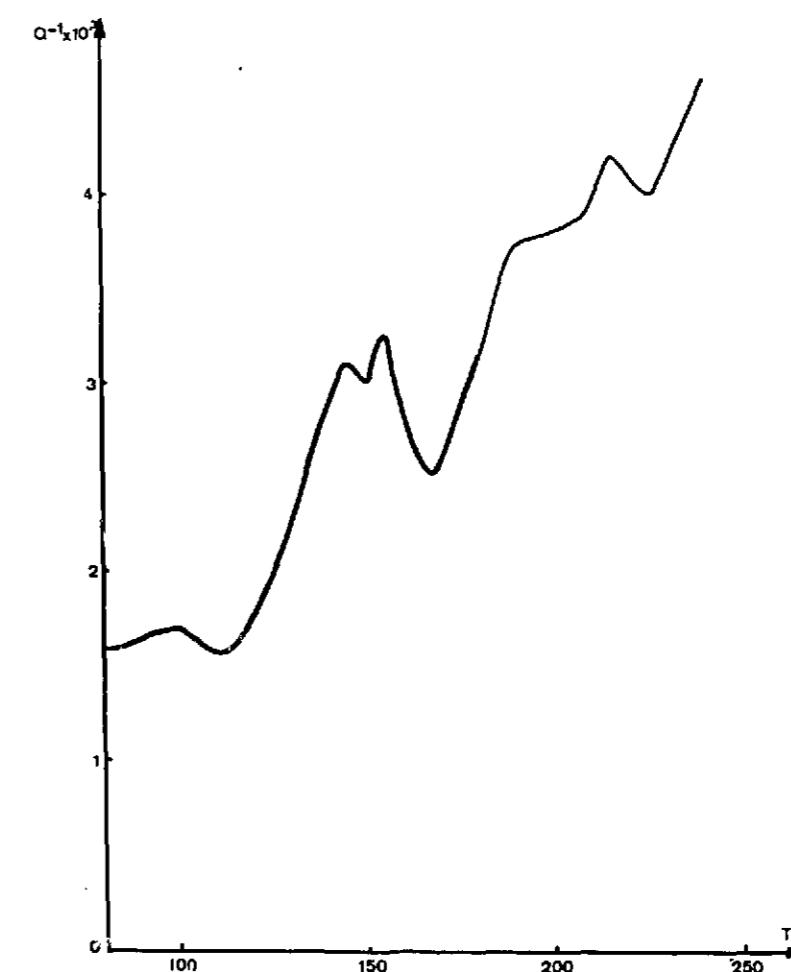


Fig. III-4 - Fer pur irradié aux électrons (premières expériences sur plaques : 0,1 x 2 x 30 mm).

TABLEAU COMPARATIF III-5

Présentant les résultats comparés de quelques expériences de fer après irradiation aux électrons et aux neutrons.

T°K		110	126	135	145	155	Orientation présumée
Fil (ϕ 0,4) (irradiation faible)	e^- $n+e^-$	X	X	X	X	X	P(a)
Fils (Hivert) (ϕ 0,6)	n	X	X		X		P(a)
Plaques 5/66 (Keating) (épaisseur : 0,12)	e^-				X	X	<100> + P (b)
Plaque /67 (Hivert) (épaisseur : 0,20)	e^-		X	X			<110> (b)
Plaque 3/66 (Keating) (épaisseur : 0,12)	n	X	X	X			<110> (b)
Plaque polycristal (Bilger) (épaisseur : 0,50)	n	X	X		X		P(a)
Plaque monocristal (Bilger) (100) (épaisseur : 0,2)	n		X			X	<100> (a)
Plaque monocristal (Bilger) (110) (épaisseur : 0,2)	n	X	X	X			<110> (a)

P = polycristal

< > = orientation (a) certaine
(b) présumée (par comparaison)

e^- = irradié aux électrons

n = irradié aux neutrons.

1.2.2 - Irradiations à 28°K

Ces expériences, on l'a vu (cf. II-3.3) nécessitent des montages complexes. Il était donc nécessaire d'imaginer un test permettant de vérifier qu'aucun pic parasite n'apparaissait.

Pour cela, nous avons montré tour à tour un fil de niobium, un fil de nickel, et un fil de fer irradiés dans des conditions analogues. Le fil de niobium ne présentait aucun pic ; le fil de fer a donné une courbe (fig. III-1 b) identique à celles de V. HIVERT (fig. III-1 a) a obtenu après irradiation à 77°K. Enfin le fil de nickel a donné de nombreux pics.

Nous considérons que ce test est satisfaisant car aucune courbe ne présente l'ensemble de pics bien connus attribuable à l'air solide.

En outre, la courbe du fer révèle que la complexité du montage n'introduit pas d'écrouissage supplémentaire par rapport au montage de V. HIVERT.

2 - ETUDE DU NICKEL IRRADIÉ

L'étude des défauts créés par irradiation dans le nickel de très haute pureté au moyen du frottement interne est actuellement le but essentiel de nos travaux.

Il est nécessaire de travailler à partir des très basses températures, comme le prouvent les études réalisées par d'autres techniques. Les grandes difficultés expérimentales qui en découlent limitent le nombre d'expériences actuellement réalisées. Elles ne forment que le préambule d'un travail plus important que nous entreprendrons immédiatement après cette soutenance, à savoir l'étude des C.F.C. par frottement interne.

Nous rappellerons rapidement ce qui a été fait sur le nickel, ensuite nous exposerons nos résultats.

2.1 - Présentation du métal

On trouvera ci-dessous seulement les constantes pouvant présenter une importance dans nos mesures [23].

a) Recuit

Température de fusion 1455°C

Température de recristallisation 480°C

b) Propriétés magnétiques

de μ_{\max} = 70 g/Oerst (Ni écroui)

à μ_{\max} = 1200 g/Oerst (Ni recuit)

Transformation ferromagnétisme-paramagnétisme : 350°C

Magnétostriction : $\frac{\Delta l}{L} \approx -30 \cdot 10^{-6}$ à 400 Oerst

c) Résistivité électrique à 20°C

de 6 à 10 $\mu\Omega/\text{cm}^2$

d) Solubilité de l'hydrogène et du carbone

La figure III-6 présente la courbe de solubilité de l'hydrogène dans le nickel en fonction de la température. Celle-ci est 2 à 3 fois plus importante que dans le fer.

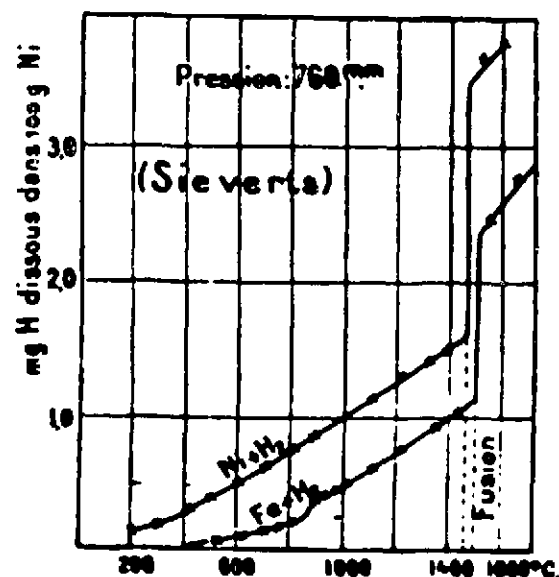
De même, la figure III-7 présente la courbe de solution solide du carbone dans le nickel. A la température de l'eutectique, soit 1320°C, le nickel peut contenir 0,6 % de carbone (en poids). Cette valeur décroît avec la température et tombe à 0,03 % à 500°C.

2.2 - Echantillons

2.2.1 - Forme géométrique

Rappelons que l'échantillon se présente sous forme d'un fil de nickel (paragraphe fig. II-14-b) monté sur un embout. Cet embout est soit en aluminium (fixation par

sertissage) soit en Ni pur JOHNSON MATTHEY (fixation par soudure par point bout à bout). La deuxième solution permet le recuit de l'échantillon muni de son embout.



Solubilité de l'hydrogène dans le nickel et le fer

Fig. III-6

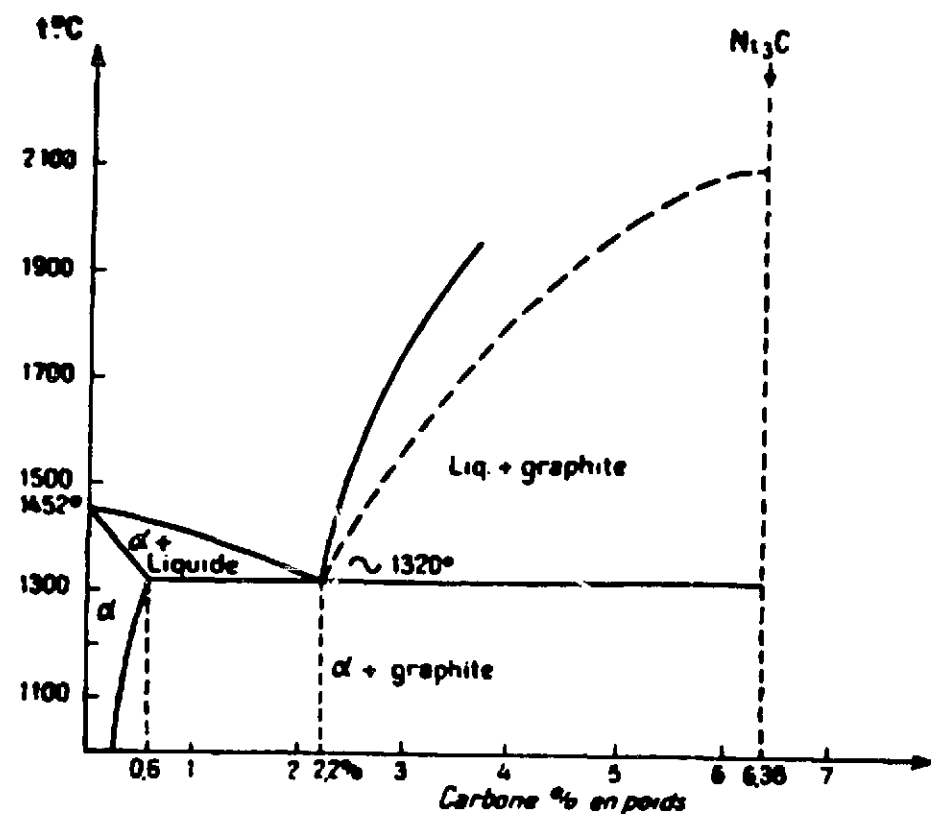


Diagramme de cristallisation du système Ni - C

Fig. III-7

2.2.2 - Préparation

Le tableau III-8 donne le taux moyen d'impuretés des lingots de nickel purifiés par fusion de zone par M. VANONI.

L'échantillon préparé aux dimensions voulues, est alors recuit :

a) Recuit sous hydrogène gazeux à 840°C

Celui-ci est couramment employé au laboratoire. Le recuit dure 24 h à 840°C et le retour à l'ambiante s'effectue en 15 h afin d'éviter de piéger de l'hydrogène dans le métal. En principe, la quantité résiduelle d'hydrogène devrait être très faible. Néanmoins de nombreux auteurs ont observé des phénomènes mal expliqués avec de tels échantillons.

b) Recuit à 1100°C

Ce principe de recuit a été utilisé d'un côté par A. SEEGER [17] : 1100°C sous vide secondaire (10^{-6} Torr) pendant 4 h, et d'un autre côté par B. DUBOIS [18] : 1100°C sous pression d'argon pur pendant 12 h. Ces deux solutions semblent plus satisfaisantes car on évite de diffuser de l'hydrogène à l'intérieur du métal.

Le traitement sous vide est plus séduisant mais le métal s'évapore (environ $1/100^{\circ}$ mm à 1200°C pendant 4 h) ce qui en limite la durée, l'introduction d'argon par B. DUBOIS répond probablement à ce problème. En fait, l'argon dont nous pouvons disposer contient 10 ppm d'impuretés, vraisemblablement d'air. Ainsi un traitement sous argon à pression atmosphérique correspondrait à un traitement sous un vide de 10^{-5} atm, soit 10^{-2} mmHg, c'est-à-dire un très mauvais vide.

Pour notre part, nous avons préféré utiliser le recuit sous vide secondaire pendant 4 ou 5 heures.

c) Mesures après recuit

Le premier traitement risque donc de donner du nickel contenant des traces d'hydrogène en solution. Le second, au contraire, peut donner un nickel avec vraisemblablement des inclusions de carbure ou d'oxydes.

Nous avons mesuré les perméabilités initiales, car celles-ci peuvent donner une idée de la qualité du recuit. En fait, nous n'avons guère trouvé de différence.

Dans l'attente d'un recuit sous ultra-vide, nous préférons néanmoins cette seconde solution, car la première risque de conduire à des couplages hydrogène défauts.

2.3 - Etudes précédentes

De nombreux travaux ont déjà été effectués sur le nickel après irradiation. Nous citerons les travaux de A. SEEGER [19], effectués à STUTTGART par la technique du frottement interne, mais au-delà de 160°K. A GRENOBLE, deux techniques expérimentales ont précédemment été employées : le traînage magnétique, par P. PERETTO [20] et la résistivité, par J.L. ODDOU [21].

2.3.1 - Frottement interne

Dans son étude effectuée à partir de 160°K, A. SEEGER [19] trouve un pic de frottement interne vers 330°K (fig. III-8), qui est en fait une excroissance sur un fond continu

TABLEAU III-8

Elément	Concentration en ppm atomique	Elément	Concentration en ppm atomique
Li	0,065	Ca	0,35
C	20	Sc	< 0,035
N	0,17	Ti	0,1
O	20	V	< 0,035
F	1	Cr	0,08
Na	0,1	Mn	< 0,035
Mg	0,3	Fe	3
Al	4	Co	< 0,75
Si	< 1	Cu	< 0,07
S	< 1	Zn	< 0,12
Cl	0,6	Ag	0,15
K	0,6		

Analyse par spectrométrie de masse à étincelles d'un échantillon de nickel Lights préparé par la méthode de la zone fondue - Analyse faite par Melle M. BOISSIER <20>

Elément	C	O	Mg	Al	Si
Concentration en ppm atom.	50	170	45	27	20

Analyse d'après Johnson-Matthey d'un échantillon de nickel Johnson-Matthey

montant très haut. Ce pic est beaucoup plus net sur les monocristaux (fig. III-8 a) que sur les polycristaux (fig. III-8 b). Il disparaît suivant un ordre 2 et aurait une largeur de spectre de l'ordre de 1. A. SEEGER l'attribue à la réorientation de l'interstitiel libre (cf. paragraphe II-2.6.4).

2.3.2 - Résistivité

Réalisées récemment par J.L. ODDOU [21] tant après irradiation aux électrons à 20°K qu'aux neutrons à 28°K, ces mesures ont permis de déterminer un certain nombre de stades de restauration de la résistivité. Des expériences convergentes ont permis de les attribuer au recuit de défauts ponctuels.

Les stades les plus intéressants sont, d'après J.L. ODDOU, le stade I, divisé en cinq sous-stades A, B, C, D, E. Il est compris entre 20 et 71°K et s'identifie au recuit d'atomes de nickel en position interstitielle dans le réseau. Les sous-stades A, B, C, D correspondent à l'interstitiel lié à sa lacune-mère et le sous-stade I_E à l'interstitiel libre.

Le stade II s'étendant en sous-stades de 71°K à 320°K correspond à des défauts ponctuels complexes.

Le stade III se situerait entre 320 et 440°K, soit la zone du pic observé par A. SEEGER.

Le stade IV serait vers 600°K, soit au voisinage de la température de recristallisation du nickel.

2.3.3 - Trainage magnétique

P. PERETTO [20] a effectué des irradiations sur le nickel à 20°K aux électrons (et 38°K aux neutrons). Il a retrouvé pour ce métal un comportement analogue au fer et a transposé pour le nickel l'interprétation proposée antérieurement pour le fer (cf. thèse de P. MOSER [9]).

En effet une bande très profonde apparaît à basse température et disparaît au niveau du stade I (caractéristiques données dans le tableau III-10 et fig. III-11 a). Elle correspond à un défaut s'annihilant après quelques centaines de réorientations et attribué de ce fait à l'interstitiel libre migrant au hasard. Des bandes de moindre importance apparaissent ensuite au niveau du stade II et sont attribuées à diverses étapes de processus d'agglomération des interstitiels.

Plus précisément, P. PERETTO a montré qu'aucune bande de trainage ne pouvait être associée au stade I_D et que l'interstitiel libre s'annihile au niveau du stade I_E. Un comportement identique du fer a été mis ultérieurement en évidence.

En outre, P. PERETTO a mis en évidence de petites bandes s'annihilant au niveau des stades I_B et I_C et il les attribue au recuit des paires proches. Des bandes analogues ont été retrouvées récemment dans le fer [22]. En outre, il attribue le stade III à l'annihilation des bilacunes. Le tableau III-10 donne les caractéristiques de toutes ces bandes.

Les mesures de trainage magnétique ont un très grand intérêt pour nous. En effet l'apparition de trainage magnétique révèle l'existence d'un défaut susceptible de se réorienter. Et de même l'apparition d'un pic de frottement interne est conditionnée par la possibilité de réorientation d'un défaut sous un effet mécanique. A l'origine, SNOEK avait

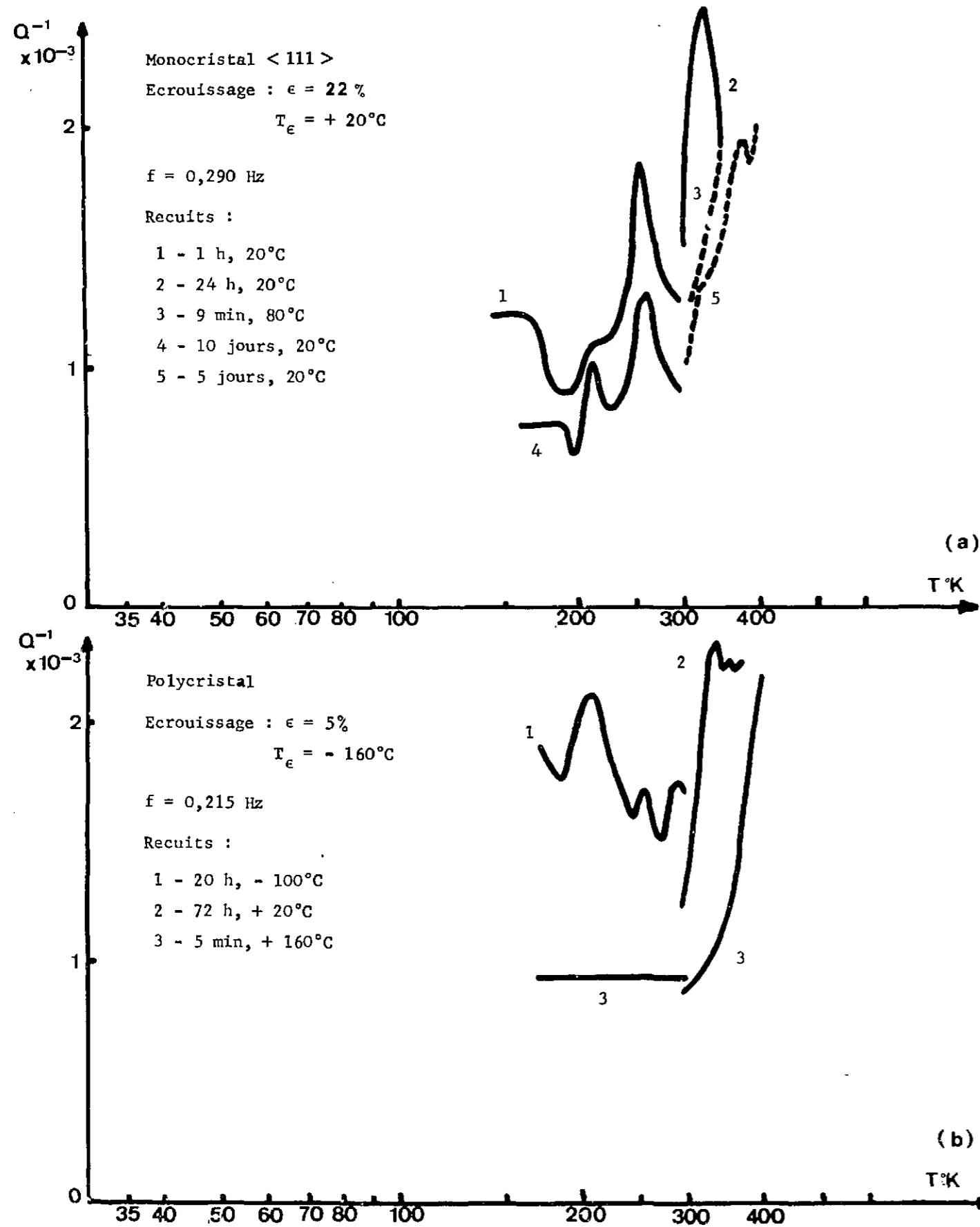


Fig. III-9 - Frottement interne du nickel après écouissage (A. SEEGER [37]).

montré que pics de frottement interne et bandes de traînage pouvaient résulter d'un même défaut. Mais le contraire peut aussi exister et à une bande ne correspondra pas de pic ou à un pic ne correspondra pas de bande.

Ces mesures sont des données suffisamment précises pour nous permettre de prévoir l'existence de certains pics, et même à la limite d'avoir une idée sur leur largeur minimum éventuelle (c'est-à-dire correspondant à un spectre de relaxation unique). Nous donnons dans le tableau III-10 ces valeurs, avec en comparaison, celles obtenues par résistivité (pour les températures d'annihilation).

2.4 - Prévision de pics de F.1 à partir du traînage magnétique

2.4.1 - Méthode de prévision

Si on admet que les bandes observées dans le métal correspondent à des phénomènes de réorientation de défauts, on peut facilement calculer la température à laquelle apparaîtraient des pics de SNOEK correspondant, puisque le mécanisme élémentaire est équivalent.

Soient ζ_1 la période de relaxation du défaut en traînage magnétique et ζ_2 en frottement interne. Et de même, T_1 la température d'une bande de traînage et T_2 celle du pic de frottement interne à déterminer.

On peut exprimer ces temps de relaxation :

$$\zeta_1 = \zeta_0 \exp\left(\frac{W}{kT_1}\right)$$

$$\zeta_2 = \zeta_0 \exp\left(\frac{W}{kT_2}\right)$$

D'où

$$\frac{\zeta_1}{\zeta_2} = \exp\left(\frac{W}{k}\left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right)\right)$$

$$\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} = \frac{k}{W} \text{Log} \frac{\zeta_1}{\zeta_2}$$

Sachant que :

$$\zeta_1 = \frac{180}{\pi} \text{ et } \zeta_2 = \frac{2}{\pi}$$

On en déduit rapidement :

$$T_2 = T_1 \left(1 - \frac{kT_1}{W} \text{Log} \frac{\zeta_1}{\zeta_2}\right)^{-1}$$

$$T_2 = T_1 \left(1 - \frac{kT_1}{W} \cdot 4,5\right)^{-1}$$

Les mesures de traînage donnent des valeurs pour T_1 et W . Le tableau III-10 présente ainsi des prévisions de pics de Frottement Interne.

Remarque - Un calcul semblable peut permettre d'obtenir la largeur théorique à mi-hauteur de pic, en admettant évidemment que le pic correspond à un temps de relaxation unique. En partant de la formule décrivant un pic de Frottement Interne (cf. I-2.1)

$$Q^{-1} \approx \frac{\omega \zeta}{1 + \omega^2 \zeta^2}$$

où

$$\zeta = \zeta_0 e^{\frac{W}{kT}}$$

soit

$$\zeta = e^{\frac{W}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_M} \right)}$$

T_M étant la température du maximum du pic pour la fréquence ω .

Tous calculs faits on obtient :

$$\frac{\Delta T}{T_M} = \frac{2,6 \frac{kT_M}{W}}{1 - \left(1,3 \frac{kT_M}{W}\right)^2}$$

Dans le nickel $\frac{kT_M}{W} < 7 \cdot 10^{-2}$

$$\frac{\Delta T}{T_M} \Big|_{1/2} \approx 2,6 \frac{kT_M}{W}$$

Formule qui permet d'avoir rapidement une idée de la forme des pics (cf. Tableau III-10).

2.4.2 - Conséquence : zone et programme de température

Le calcul précédent permet de prévoir l'emplacement des pics de SNOEK, s'ils existent. Ainsi, il faut s'attendre à trouver les plus intéressants dans la gamme de 20 à 71°K.

Nous ne négligerons néanmoins pas les autres régions, car d'une part l'expérience du fer a révélé l'existence de certains pics non reliables à des bandes de traînage et d'autre part SEEGER étudie un pic vers 340°K qu'il attribue à des interstitiels.

Dans cette très large gamme de températures, nous voyons d'après le tableau III-10 que la largeur des pics de Frottement Interne variera beaucoup. Par exemple, un pic situé vers 30°K aura une largeur de 3,5°K, tandis qu'un autre situé vers 300°K aura une largeur de 26°K. Si les pics sont étudiés au cours d'une élévation linéaire de température, la précision est insuffisante pour les pics situés à basse température et superflue pour ceux situés à haute température.

C'est essentiellement pour remédier à cet inconvénient que nous avons imaginé un programme de montée en température exponentiel (paragraphe II-5). Ce programme s'est révélé beaucoup plus intéressant qu'une montée linéaire : la précision est sensiblement constante dans toute la gamme de températures.

Le programme nous apporte entre autres avantages celui d'un gradient de température plus faible et plus régulier.

TABLEAU III-10

Extrapolation théorique de pics de frottement interne à partir du traînage magnétique (le phénomène est considéré comme à temps de relaxation unique).

	I _B	I _C	I _D	I _E	II ¹ _A	II _A	II _B	II _C	II _S	III _A	III _B	II _C	IV
W _{Réorientation} eV	0,075	0,105	-	0,145	0,15	-	0,21	0,2	-	0,78	0,87	1	0,90
T ₁ (T.M.) °K	29	40	-	50	58	-	84	120	-	250	280	300	480
T ₂ (F.I.) °K	34	47	-	58	64	-	99,5	156	-	286	320	351	606
Temps guérison Traîn. Magn. °K	31	42	-	62	78	-	102	>120	-	370	376	-	500
Résistivité °K	28	42	54	62	-	80	95	140 170	240	370	-	-	430
$\frac{kT_M}{W}$	3,91	3,84	-	3,42	3,66	-	4,07	6,71	-	3,15	3,16	3,77	5,8
$\frac{\Delta T}{T_M} \Big]_{1/2} 10^{-2}$	0,104	0,100	-	0,089	0,095	-	0,106	0,174	-	0,0822	0,0824	0,0985	0,151
$\Delta T \Big]_{1/2}$ °K	3,6	4,7	-	5,1	6,0	-	10,6	27	-	24	26	35	92

2.5 - Résultats relatifs aux expériences sans champ magnétique

La figure III-11 présente d'une part une courbe théorique de pics de Frottement Interne à attendre d'après les expériences de traînage magnétique. Elle est tracée en supposant arbitrairement qu'à chaque bande de traînage correspond un pic et que la profondeur de bande est proportionnelle à la hauteur du pic (cf. fig. III-11 et tableau III-10).

2.5.1 - Après irradiation aux neutrons à 28°K

La figure III-11 présente d'autre part l'une des dernières courbes de Frottement Interne effectuée sur un fil de nickel, irradié pendant 24 h aux neutrons à 27°K. Cette courbe a été obtenue une dizaine de fois avec une bonne reproductibilité.

A titre comparatif, sur la figure III-1, nous avons représenté la courbe de Frottement Interne obtenue sur un fil de Fe irradié en même temps et monté dans les mêmes conditions.

Nous en déduisons que les pics à basse température observés sur le Ni n'ont rien à voir avec des pics dûs à l'air solide (paragraphe IV-3) et (paragraphe III-1,2,3). Ces deux courbes sont mesurées au cours d'une montée exponentielle en température.

2.5.2 - Après irradiation aux électrons à 20°K

Au contraire nous ne disposons que d'une seule courbe (fig. III-12). Les "pics" se situent aux mêmes températures mais leurs hauteurs sont dans l'ensemble beaucoup plus faibles. Cette courbe confirme en outre que les pics vus après irradiation aux neutrons sont bien dus à l'irradiation.

2.6 - Discussion

Les conclusions suivantes se dégagent de la comparaison des courbes pratiques et théoriques (fig. III-11 a et b).

- a) Le défaut responsable de la bande de traînage la plus importante correspond à un pic de frottement interne de hauteur infime.
- b) Il est possible de relier toutes les autres bandes de traînage magnétique à des pics de frottement interne.
- c) Il apparaît des pics de frottement interne non prévus sur la courbe théorique III-11 a.

Nous proposons une interprétation en confrontant ces résultats avec les différents modèles de migration de défauts, en particulier, avec le modèle couramment admis au laboratoire de Physique du Solide de GRENOBLE.

2.6.1 - Interstitiel lié

Les trois pics les plus nets apparaissent respectivement à 34, 39 et 44°K comme le montre la figure III-11, soit au niveau du stade I_{BCD} du recuit de la résistivité.

Le pic à 34°K peut être attribué sans difficulté au défaut responsable de la bande de traînage I_B , s'annihilant au sous-stade I_B : l'énergie d'activation et le temps de relaxation τ_w déduits du traînage magnétique permettent de tracer un pic théorique coïncidant bien avec l'expérience. Ce pic disparaît très rapidement, mais néanmoins plus lentement que ne le laisserait présager un calcul à partir des données du traînage magnétique.

Le pic à 39°K ne peut se rattacher à aucune bande de traînage. Il semble disparaître au niveau du stade I_C de la résistivité. Ce résultat serait cohérent avec les expériences de résistivité : en effet, à ce niveau, J.L. ODDOU [21] a montré qu'il s'annihile deux défauts, dont l'un ne donnerait pas lieu à du traînage magnétique.

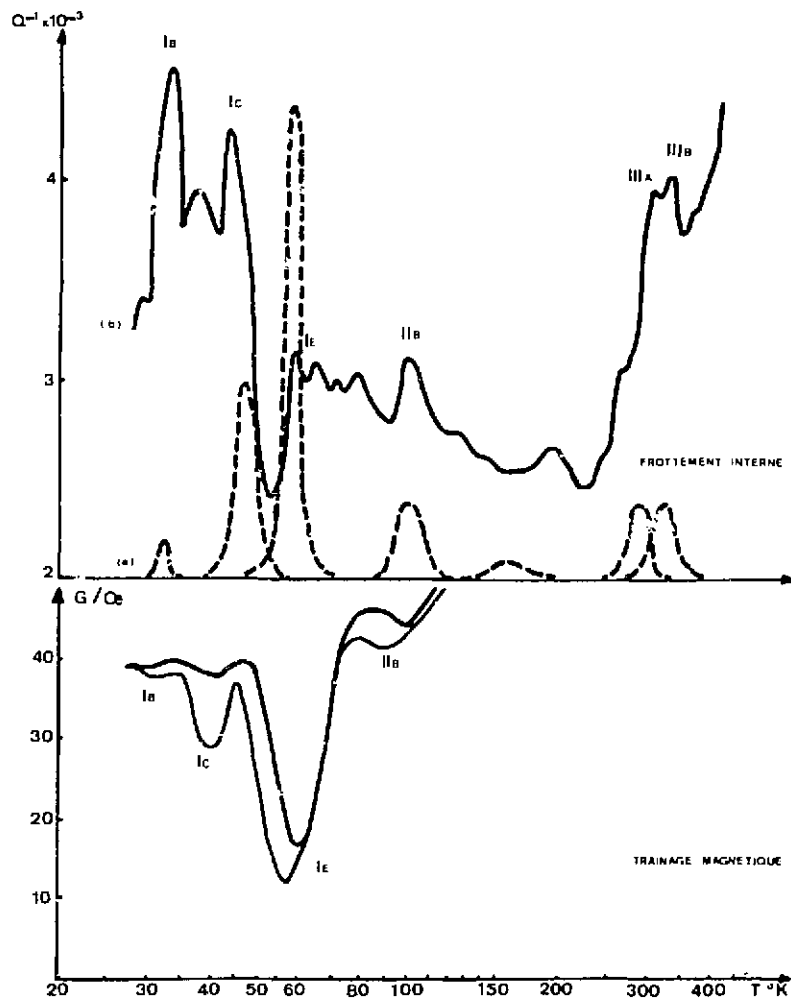


Fig. III-11 - Nickel pur après irradiation à 27°K aux neutrons

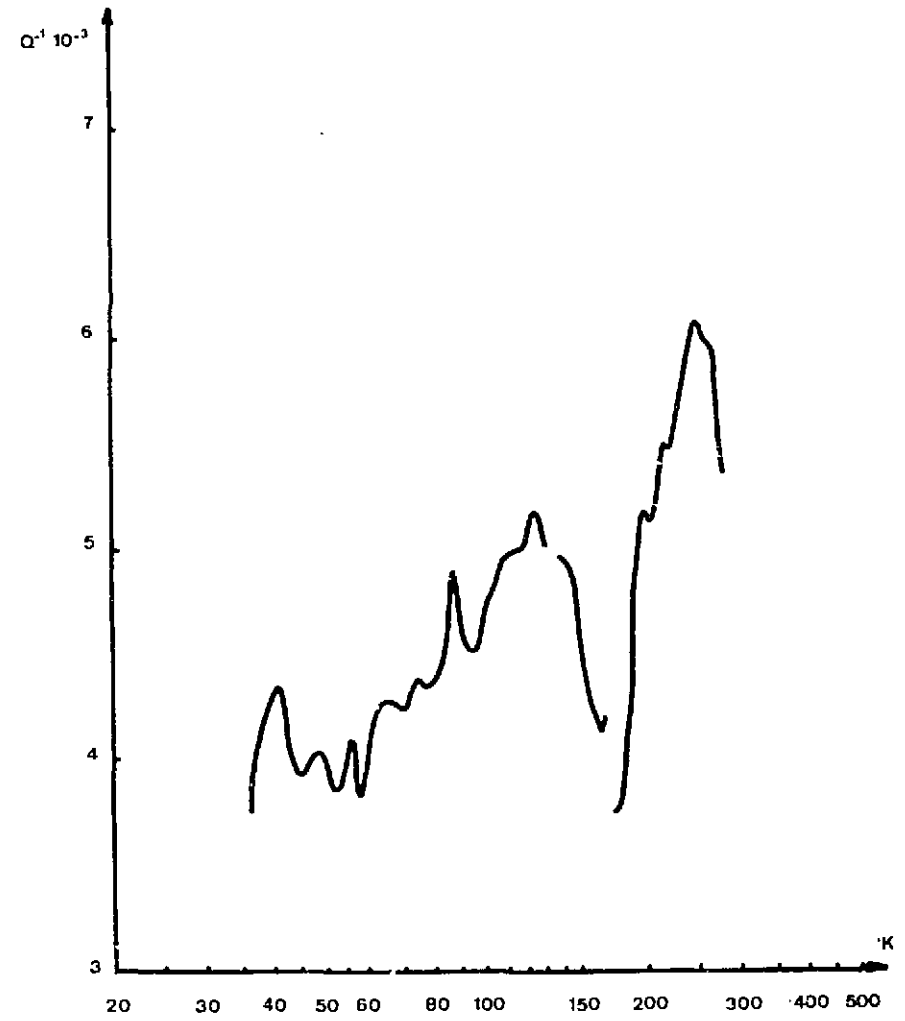


Fig. III-12 - Ni pur irradié aux électrons (première expérience, dose faible).

TABLEAU III-13

PICS THEORIQUES - PICS EXPERIMENTAUX

T°K expérimental	T°K prévue	T _G	Correspondance	Remarque
29				Faible peu reproductible (départ)
34	34	31	I _B	Recuit sur place
39				
44	47	42	I _C	Effet du recuit (?)
59	58	62	I _E	Faible peu reproductible
67	64	80	II _A	} Moutonnements faibles mais toujours présents
74				
80				
90				
102	99,5	102	II _B	} Epaulements
120				
130				} Peu reproductibles
145		140		
155	156	1,70	II _C	
210		240	II _D ?	
240				
~ 300	286		III _A	
~ 320	320		III _B	
~ 360	351		II _C	Peu sûr

Le pic à 44°K est certainement causé par le défaut responsable de la bande de traînage I_C. Le calcul théorique présenté (paragraphe III-2.4 et tableau III-10) prévoyait le sommet du pic à 47°K, mais nous pensons qu'un recuit extrêmement rapide du défaut déplace le sommet théorique de ce pic.

En calquant notre interprétation sur celle de P. PERETTO et J.L. ODDOU, nous pensons que ces pics se rattachent à des mouvements d'interstitiels dans le voisinage immédiat de leur lacune mère. Les mouvements seraient différents s'il s'agit de paires très proches, proches, ou moyennement proches.

De toute manière l'étude de ces pics est extrêmement difficile à cause de la très grande rapidité de leur disparition.

2.6.2 - Interstitiel libre

A la suite des travaux de WALKER [27] puis COLTMANN, SMITH et WALKER [28], le laboratoire de Physique du Solide de GRENOBLE a supposé que l'interstitiel libre se réoriente, migre et s'annihile au niveau du stade I du recuit de la résistivité. Cette idée émise par ces auteurs essentiellement comme hypothèse de travail, a pris plus de poids après les expériences de traînage magnétique réalisées par P. MOSER à GRENOBLE sur le fer comme nous l'avons rappelé au paragraphe III.2.3.3.

Dans le nickel, P. PERETTO et J.L. ODDOU ont retrouvé des résultats analogues : il apparaît une très profonde bande de traînage qui s'annihile au niveau du stade I_E, et rien d'équivalent au niveau du stade III.

Ainsi à la lumière de ces derniers travaux, nous nous attendions à rencontrer un pic très important à 58°K, la figure III-11 montre qu'il n'en est rien. En effet, s'il existe réellement un pic, sa grandeur est faible :

$$Q^{-1} < 1 \text{ à } 2 \cdot 10^{-4}$$

Une observation analogue a été faite récemment dans l'or [6].

Le défaut s'annihilant au stade I_E est ainsi doué d'une forte anisotropie magnétique, mais par contre ne crée pas d'anisotropie élastique importante susceptible de se coupler avec une torsion mécanique.

Plusieurs hypothèses explicatives peuvent être avancées.

a) Nos expériences confirmeraient les calculs de HUTTINGTON et JOHNSON [24] et seraient en accord pour le nickel, avec le modèle théorique de JOHNSON [29] repris par P. PERETTO. En effet, par des considérations de symétrie et d'énergie minimum, ces auteurs en viennent à proposer que l'interstitiel libre dans le nickel soit en position split

<100> (fig. III-14). D'autres possibilités sont envisagées telles le split <111> ou le Crowdion, mais elles seraient métastables.

Or, HUTTINGTON et JOHNSON ont calculé [24] que la distorsion du champ de contraintes (à l'origine du frottement interne) pour un split interstitiel <100> dans un cubique à faces centrées, serait faible. Ce qui, en d'autres termes, veut dire que la réorientation du split interstitiel <100> ne donnerait pas lieu à un frottement interne important. Décrivons brièvement ce travail.

JOHNSON utilise son modèle, désormais classique, d'un défaut perturbant une cellule de 530 atomes formant un milieu atomique discontinu, entouré d'un milieu élastique

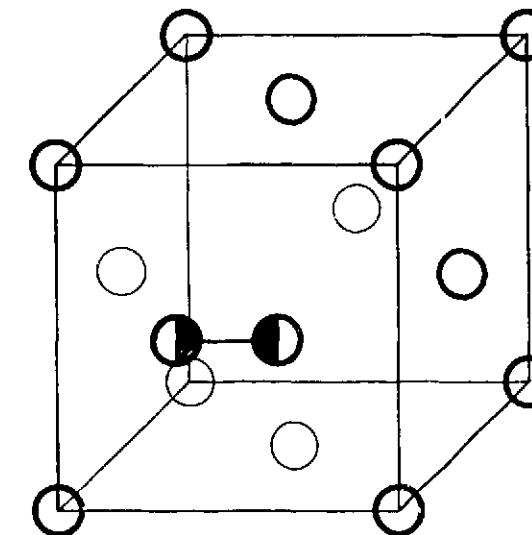


Fig. III-14 - Interstitiel en position "split" <100> dans les cfc.

continu et isotrope. Dans ce dernier milieu les déformations sont analysées par les équations habituelles. L'auteur étudie alors le champ de distorsion à longue distance provoquée par les défauts, ceci particulièrement pour les défauts de symétrie quadrupolaire, comme le split $\langle 100 \rangle$ dans les cfc, et il ne s'intéresse qu'au terme, appelé terme d, décrivant l'asymétrie de ces champs. Il définit ce terme d en écrivant l'équation d'équilibre élastique du milieu isotrope et en tenant compte des conditions aux limites (tensions superficielles...). Il définit ensuite une énergie d'interaction entre une contrainte extérieure de cisaillement et les défauts, (suivant divers types de défauts) et en déduit le défaut de module dû à l'interstitiel.

Il en conclut que la variation de module due à la réorientation du défaut peut être très faible. En conséquence le frottement interne qui lui est associé sera faible. Malheureusement ce type de calcul est très sensible aux types de potentiels répulsifs choisis.

b) Au cours d'une discussion particulière, M. LUCASSON [30] a proposé le modèle suivant : les interstitiels doués uniquement d'anisotropie magnétique migreraient au niveau du stade I_E et quelques uns iraient épingler des dislocations. Ceci permettrait de rendre compte de la diminution du frottement interne ou au niveau de ce stade (fig. III-11).

c) D'une manière différente [31], nous pourrions imaginer, à la suite de KRONMULLER que la bande de traînage la plus importante résulte d'un processus de traînage de DIETZE. Si le défaut est par exemple un crowdion, il pourrait migrer à longue distance, bloquer des dislocations et ne pas donner lieu à des pics de frottement interne. Cette hypothèse séduisante se heurte aux expériences de P. PERETTO. En effet, la bande de traînage observée serait caractérisée par un spectre trop étroit pour être associée à du traînage de DIETZE. En outre, il semble difficile d'interpréter de la même manière le traînage magnétique dans le fer.

2.6.3 - Défauts complexes (70°K à 240°K)

Nous observons dans cette zone de température une suite de petits pics assez flous mais reproductibles. Ces pics doivent correspondre vraisemblablement au frottement interne dû à divers types d'interactions entre défauts et dislocations, défauts et impuretés, ou agglomérats d'interstitiels.

Un seul pic plus détaché et plus reproductible que les autres est observé aux alentours de 100-105°K (fig. III-11). Son flanc basse température et son sommet correspondraient assez bien à ce qu'on peut déduire de la bande II_B du traînage magnétique, son flanc haute température est déformé par une succession d'épaulements.

D'après les résultats des expériences de traînage magnétique, il semblerait que la bande II_B corresponde à la réorientation du di-interstitiel. Seule une étude plus approfondie nous permettrait d'identifier avec certitude ce pic et la bande II_B .

2.6.4 - Stade III (de 250°K à 370°K)

L'interprétation des phénomènes observés dans cette zone de température fait l'objet des plus vives divergences entre diverses écoles. Ces divergences proviennent essentiellement des hypothèses sur les énergies d'activation des interstitiels libres. Suivant les

théories, les énergies de réorientation et de migration sont différentes et par là même les températures des phénomènes observés.

D'après A. SEEGER [19] et son école, l'interstitiel libre disparaîtrait au niveau du stade III.

Notre laboratoire ne suit pas A. SEEGER dans son interprétation car aucune bande de traînage magnétique suffisamment pure ne peut être associée à ce stade.

La figure III-11 présente deux pics situés à 300 et 330°K environ et se détachant nettement sur le fond continu. On distingue en plus un vague épaulement vers 360°K. Le fond continu croît extrêmement vite, ce qui rend difficile l'évaluation exacte de la forme des pics. Des essais de recuits montrent que ces pics disparaissent sur place rapidement.

Sur la même figure III-11, nous avons tracé les pics correspondants aux bandes III_A et III_B du traînage magnétique. Nous constaterons que la coïncidence est bonne (cf tableau III-13). Il est ainsi vraisemblable d'imaginer qu'un même défaut est à la fois responsable des bandes de traînage III_A et III_B et des pics de frottement interne. Or les défauts que P. PERETTO [20] associe à ces bandes sont les réorientations de deux types de bilacunes. En fait, seules des expériences réalisées après trempe seraient déterminantes, et celles réalisées par P. PERETTO semblent être négatives. D'un autre côté, P. MOSER [9] les associerait plutôt aux mouvements d'interstitiels en bordure de "platelets" d'interstitiels.

Cependant le pic étudié (fig. III-9) par SEEGER après irradiation à l'ambiante et étude à partir de 160°K se situe vers 320°K et correspondrait ainsi au pic III_B .

L'essentiel de l'interprétation de SEEGER sur les réorientations de l'interstitiel libre dans les cfc repose sur l'étude de ce pic. A. SEEGER [19] et son école étudient ce pic à partir de mesures très soignées. Mais ce pic présente une faible hauteur ($Q^{-1} < 5 \cdot 10^{-4}$), et se détache sur un fond élevé ($Q^{-1} > 1,5 \cdot 10^{-3}$) croissant très vite avec la température. Le fond augmente au moins de la hauteur du pic dans l'intervalle de température où il apparaît, ainsi lui retrancher le fond continu pour l'étudier intrinsèquement est une opération qui semble aléatoire.

D'autre part, nous observons deux pics et non pas un, et ce, en accord avec les résultats obtenus par traînage magnétique.

Néanmoins, nous ne pouvons pas trancher le dilemme. En effet, nos résultats ne sont pas aussi nets que le traînage magnétique, puisque l'interstitiel libre ne donne pas de pic remarquable s'annihilant au niveau du stade I_E , et que nous retrouvons, à quelques détails près, les résultats de SEEGER au niveau du stade III.

2.7 - Résultats relatifs aux expériences sous champ magnétique

De nombreuses expériences antérieures ont montré la très grande influence du champ magnétique sur le frottement interne des matériaux ferromagnétiques [32]. Cela est dû aux couplages magnétoélastiques et aux déplacements des parois de BLOCH dans le métal.

Ainsi, les études réalisées dans le fer ont été effectuées sous champ magnétique saturant (100 Oerst). Le fond continu est abaissé dans un rapport $\frac{2}{3}$ et les pics obtenus sont plus nets. Cette amélioration est probablement due à la suppression des parois de BLOCH.

2.7.1 - Observations

Dans le nickel, nous pensions obtenir un résultat analogue. En effet, l'application d'un champ continu saturant de 400 Oe abaisse le bruit de fond dans des proportions plus faibles.

Par contre, les pics importants situés entre 30 et 60°K disparaissent presque complètement (cf. fig. III-15).

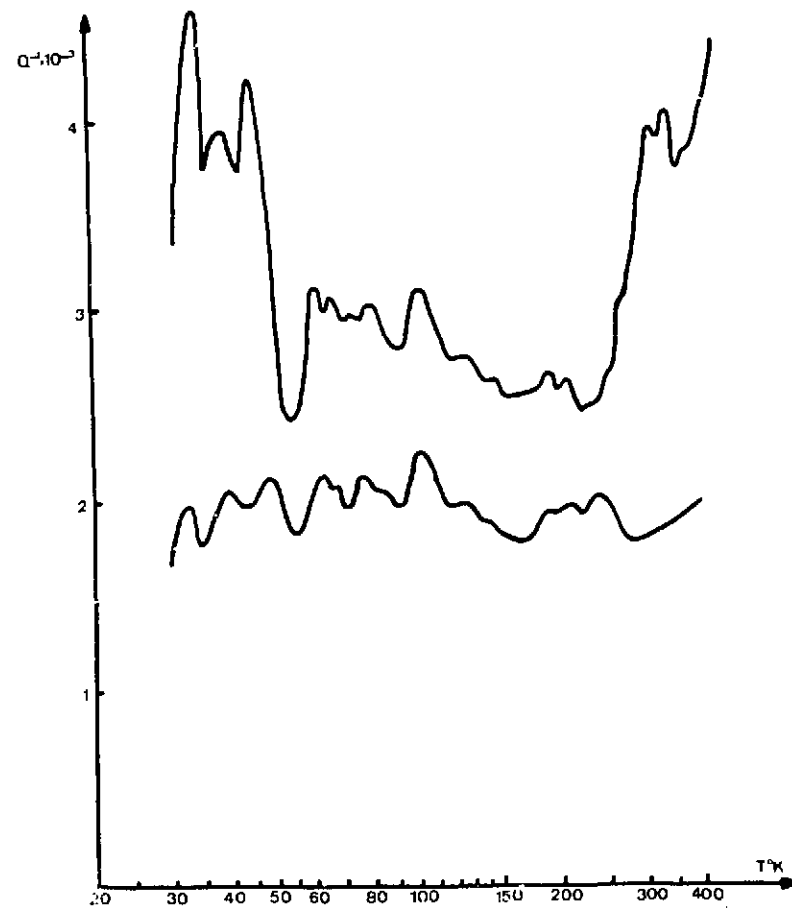


Fig. III-15 - Effet sur le frottement interne du nickel irradié aux neutrons à 27°K d'un champ magnétique longitudinal saturant (400 Oerst) continu.

Dans une expérience test, nous avons entrepris le tracé d'un pic I_B . Lorsque le milieu du flanc Basse Température était atteint, nous avons appliqué un champ magnétique ce qui fait tomber le niveau du frottement interne de moitié ($4 \cdot 10^{-3}$ à $2 \cdot 10^{-3}$). Les pics ne se détachent plus alors que de $2 \cdot 10^{-4}$ sur le fond continu (contre $2 \cdot 10^{-3}$ avant) application du champ.

2.7.2 - Première hypothèse : frottement interne reflet du traînage magnétique.

On pourrait imaginer que les pics observés correspondent simplement aux bandes de traînage magnétiques. Dans ce cas on observerait le frottement interne dû au mouvement des parois de BLOCH - se déplaçant sous l'effet des contraintes - plus ou moins freinée par la réorientation des défauts.

Mais si cette hypothèse était bonne, il devrait exister une corrélation satisfaisante entre la hauteur des pics et la profondeur des bandes de traînage magnétique. Or il n'en est rien puisque la plus grande bande de traînage ne peut pas être associée à un pic de frottement interne (cf. fig. III-11).

Il faut ainsi chercher ailleurs l'explication de ce phénomène.

2.7.3 - Autre hypothèse

On sait que dans le nickel, les effets magnétoélastiques sont beaucoup plus importants que dans le fer. Certains chercheurs [32] ont même étudié l'effet d'un champ magnétique sur le fond continu de frottement interne du nickel.

Le tableau III-16 donne un ordre de grandeur des déformations du réseau cristallin de l'échantillon, induite soit par une torsion mécanique alternative, soit par l'application d'un champ magnétique extérieur.

TABLEAU III-16

	$\frac{\Delta \alpha}{a}$ moyen	
	Fe	Ni
Torsion alternative $\Sigma = 3 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6} \sin 2 \alpha$	$3 \cdot 10^{-6} \sin 2 \alpha$
Champ magnétique statique $H = 400$ Oerst	$- 6 \cdot 10^{-6} (\cos^2 \alpha - \frac{1}{3})$	$- 51 \cdot 10^{-6} (\cos^2 \alpha - \frac{1}{2})$

α représente l'angle entre la direction mesurée et la direction du champ et de l'axe de la torsion.

On remarque que la perturbation du champ magnétique est peu importante dans le fer mais prédominante dans le cas du nickel.

Cette remarque préliminaire est basée sur un calcul très grossier, montrant néanmoins que les effets de la magnétostriction ne peuvent pas être négligés dans le nickel.

Pour interpréter ce phénomène, nous avons imaginé le mécanisme suivant :

Dans le cas du fer, l'effet du champ se réduirait à la suppression des parois de BLOCH mais ne perturberait que très peu le processus de relaxation mécanique.

Dans le nickel, nous admettons que la plupart de nos défauts sont orientés suivant la direction $\langle 100 \rangle$. En l'absence de champ magnétique extérieur, la réorientation de ces défauts sous l'effet d'une contrainte alternative ne serait pas perturbée par l'aimantation à saturation, puisque celle-ci est orientée suivant $\langle 111 \rangle$, direction symétrique par rapport aux sites possibles des défauts. Au contraire, sous l'influence d'un champ extérieur, cette dernière tournerait et pourrait ainsi favoriser à l'extrême une direction $\langle 100 \rangle$. Il en

résulterait un peuplement quasi total des sites correspondants et aucune torsion mécanique ne pourrait déloger les défauts ainsi favorisés.

Nous avons continué ce calcul intuitif, basé sur la déformation mécanique provoquée par la magnétostriction pour divers sites de défauts dans des monocristaux et orientation de champ possibles. Ces résultats sont rassemblés dans le tableau III-17 où nous avons exposé aussi le cas du fer, bien que la magnétostriction y soit beaucoup plus faible.

TABLEAU III-17

REORIENTATION PROBABLE DE DEFAUTS
(dans des monocristaux)

		Axe (100) //H	Axe (110) //H	Axe (111) //H
Ni	Défaut 100	Non	Non	Oui
	Défaut 110	Oui	Faible	Oui
	Défaut 111	Oui	Faible	Faible
Fe	Défaut 100	Non	Oui	Oui
	Défaut 110	Oui	Non	Oui
	Défaut 111	Oui	Faible	Faible

Oui : réorientation possible

Non : un site est plus favorisé que les autres

Faible : réorientation possible mais faible influence de la torsion (second ordre).

2.7.4 - Essais d'interprétation théorique de cette hypothèse

Nous avons essayé de trouver un support théorique à cette hypothèse en partant des équations élastiques proposées par POLDER [33] et tenant compte de l'introduction des paramètres magnétocristallins introduits par DE VRIES [34, 35]. Nous avons écrit l'énergie libre du cristal (1) en prenant à peu près les mêmes notations que DE VRIES.

2.7.4.1 - Energie libre

$$\begin{aligned}
 (1) \quad F &= F_0 \\
 &+ \frac{1}{2} C_{11} (e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + e_{zz}^2) \\
 &+ C_{12} (e_{xx} e_{yy} + e_{yy} e_{zz} + e_{zz} e_{xx}) \\
 &+ \frac{1}{2} C_{44} (e_{xy}^2 + e_{yz}^2 + e_{zx}^2)
 \end{aligned}
 \left. \begin{array}{l} \\ \\ \\ \end{array} \right\} \begin{array}{l} \text{Energie du réseau} \\ \text{cristallin} \end{array}$$

$$\begin{aligned}
 &+ \epsilon \left[(C_x - C_0) e_{xx} + (C_y - C_0) e_{yy} + (C_z - C_0) e_{zz} \right] \quad \text{Energie du couplage défaut - réseau} \\
 &+ \frac{1}{2} \chi \left[(C_x - C_0)^2 + (C_y - C_0)^2 + (C_z - C_0)^2 \right] \quad \text{Couplage entre défauts} \\
 &+ B_1 \left[(\delta_1^2 - \frac{1}{3}) e_{xx} + (\delta_2^2 - \frac{1}{3}) e_{yy} + (\delta_3^2 - \frac{1}{3}) e_{zz} \right] \\
 &+ B_2 \left[\delta_1 \delta_2 e_{xy} + \delta_2 \delta_3 e_{yz} + \delta_3 \delta_1 e_{zx} \right] \quad \left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} \begin{array}{l} \text{Energie de} \\ \text{magnétostriction} \end{array} \\
 &+ D \left[(\delta_1^2 - \frac{1}{3}) C_x + (\delta_2^2 - \frac{1}{3}) C_y + (\delta_3^2 - \frac{1}{3}) C_z \right] \quad \text{Couplage défaut-champ (type NEEL)} \\
 &+ K_1 (\delta_1^2 \delta_2^2 + \delta_2^2 \delta_3^2 + \delta_3^2 \delta_1^2) \\
 &+ K_2 \delta_1^2 \delta_2^2 \delta_3^2 \quad \left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} \text{Anisotropie magnétique} \\
 &+ \frac{RT}{V} \left[C_x \text{Log } C_x + C_y \text{Log } C_y + C_z \text{Log } C_z \right. \\
 &\quad \left. + (1 - C_x) \text{Log}(1 - C_x) + (1 - C_y) \text{Log}(1 - C_y) \right. \\
 &\quad \left. + (1 - C_z) \text{Log}(1 - C_z) \right] \quad \left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} \begin{array}{l} \text{Entropie (- TS)} \\ \text{de mélange} \end{array}
 \end{aligned}$$

Cette énergie libre est écrite ici dans le cas particulier où l'on a un seul type de défaut interstitiel se situant sur les sites x, y, z de la maille (soit les sites d'arête du cube <100>). Les termes C_x, C_y, C_z désignent les concentrations respectives (ou probabilités d'occupation) de ces sites, C₀ étant l'occupation à l'équilibre. L'axe du champ (le même que celui de l'échantillon) est repéré par rapport au cristal par ses cosinus directeurs δ₁, δ₂ et δ₃.

On remarquera d'une part que le terme en χ (interaction défauts-défauts) est rendu négligeable par la faible concentration de défauts. La même cause fait négliger aussi les termes en (1 - C_x) Log (1 - C_x). D'autre part l'anisotropie magnétique (termes K₁ et K₂) n'intervient pas dans notre problème (cf. ci-après).

En outre, POLDERS et DE VRIES développent le terme d'entropie en C_x Log C_x en partant de l'hypothèse que C_x est peu différent de C₀ - le terme d'entropie s'écrit alors à une constante près $\frac{RT}{V} (\rho_x^2 + \rho_y^2 + \rho_z^2)$ ou ρ_x est l'écart de concentration avec l'équilibre ρ_x = C_x - C₀. Cherchant à montrer que dans certains cas, C_x peut être très différent de C₀, nous ne pouvons développer ce terme.

2.7.4.2 - Recherche de l'état d'équilibre

Nous cherchons l'état d'équilibre en minimisant l'énergie libre par rapport aux e_{xx} et au C_x :

$$\frac{\partial F}{\partial e_{xy}} = \dots = \frac{\partial F}{\partial C_x} = \dots = 0$$

et en tenant compte de ce que :

$$C_x + C_y + C_z = 3 C_o$$

$$a) \frac{\partial F}{\partial e_{xy}} = 0 = C_{44} e_{xy} + B_2 \delta_1 \delta_2$$

$$\text{soit } e_{xy} = -\frac{1}{C_{44}} B_2 \delta_1 \delta_2$$

Ce terme n'aura pas d'influence sur les réarrangements de défauts $\langle 100 \rangle$.

b) Par contre les termes issus de :

$$\frac{\partial F}{\partial e_{xx}} = \frac{\partial F}{\partial e_{yy}} = \frac{\partial F}{\partial e_{zz}} = \frac{\partial F}{\partial C_x} = \frac{\partial F}{\partial C_y} = \frac{\partial F}{\partial C_z} = 0$$

vont donner un ensemble de cinq équations à cinq inconnues (car C_x , C_y et C_z sont liés par $C_x + C_y + C_z = 3 C_o$) :

$$\frac{\partial F}{\partial e_{xx}} = (C_{11} - C_{12}) e_{xx} + \epsilon (C_x - C_o) + B_1 (\delta_1^2 - \frac{1}{3}) = 0$$

$$\frac{\partial F}{\partial e_{yy}} = (C_{11} - C_{12}) e_{yy} + \epsilon (C_y - C_o) + B_1 (\delta_2^2 - \frac{1}{3}) = 0$$

$$\frac{\partial F}{\partial e_{zz}} = (C_{11} - C_{12}) e_{zz} + \epsilon (2 C_o - C_x - C_y) + B_1 (\delta_3^2 - \frac{1}{3}) = 0$$

$$\frac{\partial F}{\partial C_x} = \epsilon (e_{xx} - e_{zz}) + D (\delta_1^2 - \delta_3^2) + \frac{RT}{V} \text{Log} \frac{C_x}{3 C_o - C_x - C_z} = 0$$

$$\frac{\partial F}{\partial C_y} = \epsilon (e_{yy} - e_{zz}) + D (\delta_2^2 - \delta_3^2) + \frac{RT}{V} \text{Log} \frac{C_y}{3 C_o - C_x - C_z} = 0$$

Ces cinq équations n'ont pas de solutions analytiques simples. On peut leur donner une forme plus compacte permettant de mieux voir l'influence des divers termes :

$$C_x = \frac{3 C_o \exp \left[-\frac{V}{RT} - \frac{\epsilon^2}{C_{11} - C_{12}} C_x + (\delta_1^2 - \frac{1}{3}) (D - \frac{\epsilon}{C_{11} - C_{12}} B_1) \right]}{\sum_{i=xyz} \exp \left[-\frac{V}{RT} (\frac{\epsilon^2}{C_{11} - C_{12}}) C_i + (\delta_i^2 - \frac{1}{3}) (D - \frac{\epsilon}{C_{11} - C_{12}} B_1) \right]}$$

Ce qui permet de voir que l'influence du champ magnétique peut être considérable, en rapport avec la valeur de $(D - \frac{\epsilon}{C_{11} - C_{12}} B_1)$ et de la direction du champ. Dans le fer, D et B_1 sont de même signe, ils se retranchent, alors que dans le nickel ils s'ajoutent, et sont beaucoup plus importants que dans le fer.

On ne peut faire un calcul approché simple que dans quelques cas particuliers de monocristaux. Par exemple un monocristal dont un axe $\langle 110 \rangle$ est dirigé parallèlement au champ et à l'axe de torsion permet d'avoir une idée de l'importance du phénomène.

Nous avons fait l'approximation dans deux cas particuliers de valeurs probables des divers paramètres, en s'inspirant des valeurs mesurées par DE VRIES [35] dans le fer carburé.

$$a) \text{ Si on prend } \frac{\epsilon}{C_{11} - C_{12}} = -1 \text{ (mesuré par DE VRIES dans le fer)} \\ C_o = 10^{-4}$$

$$\text{et } D - \frac{\epsilon}{C_{11} - C_{12}} B_1 = 30 \cdot 10^6 \text{ J/m}^3$$

on obtient approximativement

$$\frac{C_x}{C_o} = \frac{C_y}{C_o} = 0,8$$

$$\frac{C_z}{C_o} = 1,4$$

Ainsi le peuplement des sites z serait favorisé dans la proportion de 40 %.

$$b) \text{ Si on prend } \frac{\epsilon}{C_{11} - C_{12}} = -2$$

$$T = 33^\circ\text{K}$$

$$C_o = 10^{-4}$$

$$D - \frac{\epsilon}{C_{11} - C_{12}} B_2 = 30 \cdot 10^6 \text{ J/m}^3$$

On obtient alors

$$\frac{C_x}{C_o} = \frac{C_y}{C_o} = 0,1$$

$$\frac{C_z}{C_o} = 2,8$$

Dans ce cas, il apparaîtrait une véritable surstructure d'orientation avec occupation quasi totale des sites favorisés.

Remarques - Le facteur de température est aussi très important, et lorsque la température augmente l'effet diminue fortement. Ainsi à 100°K , la préférence n'est pratiquement plus sensible.

Par exemple à 100°K, dans les conditions données au paragraphe (a) on a seulement :

$$\frac{C_x}{C_o} = \frac{C_y}{C_o} = 0,96$$

$$\frac{C_z}{C_o} = 1,08$$

Il n'y a alors plus que 8 % de favoritisation.

2.7.5 - Conclusion

On s'aperçoit ainsi que, pour des ordres de grandeur plausibles de constantes mal connues telles ϵ et D on obtient un effet de préférenciation très important, qui pourrait assez bien expliquer le phénomène expérimental observé.

Ce calcul n'est cependant qu'une ébauche. Nous pensons le continuer et le confirmer par des expériences systématiques d'anisotropie et des calculs plus complets.

Quatrième partie

ETUDES ANNEXES

Dans ce chapitre sont présentés quelques résultats obtenus au cours d'études nécessaires à la résolution de certaines difficultés expérimentales. Ils n'ont guère d'intérêt scientifique, mais ils sont exposés dans le but de rendre éventuellement service à d'autres chercheurs.

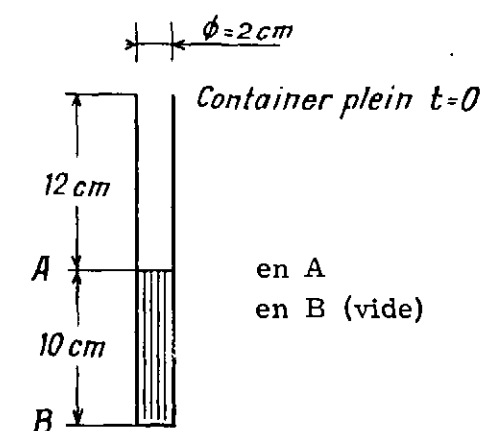
1 - TRANSFERTS A BASSE TEMPERATURE

Nos expériences comportent deux transferts à 27°K : de la pile au stockage, puis du stockage au cryostat de mesure. Au cours de ce transfert l'échantillon ne doit être ni réchauffé ni écroui.

1.2 - Sortie de pile d'échantillons irradiés à 27°K

Les échantillons sont nécessairement irradiés dans un container léger en aluminium aux qualités cryogéniques très mauvaises.

Le tableau suivant indique la durée d'évaporation du néon liquide dans un container d'irradiation placé soit en atmosphère de Néon (atmosphère qui règne dans la bande lors du défournement) soit dans l'air. Nous donnons le temps nécessaire à découvrir le haut des échantillons (repère A) et le temps correspondant à l'évaporation complète.



	Air libre	Néon gazeux
en A	25 sec	180 sec
en B (vide)	45 sec	360 sec

Ces temps peuvent être considérés comme satisfaisants. En effet un défournement dure en moyenne 15 à 25 secondes dont 10 à 15 secondes sous atmosphère de néon (tant que le container n'est pas sorti de la boucle).

Le défournement après irradiation aux électrons à 20°K ne pose pas ces problèmes car il est beaucoup plus rapide.

1.2 - Transfert cryostat de stockage four B.T. du pendule

Dans ce transfert, l'échantillon est protégé par une jupe. Deux modèles ont été essayés (cf. fig. IV-1).

Les mesures ont été pratiquées avec un échantillon factice sur lequel était soudé un thermocouple.

Le tableau IV-2 et les figures IV-3 et 4 donnent les résultats de ces essais. Au Néon, nous disposons de 7 sec, or le temps moyen d'un transfert est de 2 sec.

TABLEAU IV-2

Temps (en secondes) pendant lequel l'échantillon reste à température constante

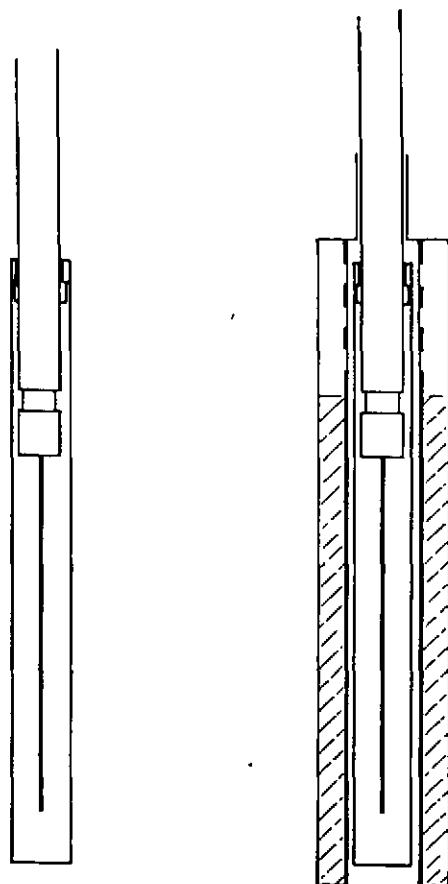
	N ₂ 77°K	Ne 27°K	H ₂ 20°K
Atmosphère d'essais	Air	Néon	Air
Sans protection	1	/	< 0,1
Jupe simple	21	7 à 10	5
Jupe simple + double	150	/	12

2 - GRADIENT DE TEMPERATURE DANS LES FOURS DE FROTTEMENT INTERNE BASSE TEMPERATURE

Nous avons comparé les températures en trois points du fil, et celle du four, suivant deux programmes de températures : montée linéaire à 175°/h (fig. IV-5), et montée exponentielle (100°/h à 100°K. Fig. IV-6).

De plus, l'effet favorable par rapport au vide d'une pression résiduelle d'Hydrogène gazeux (10 cmHg) a été étudié (fig. IV-7 : montée sous vide).

En conclusion, on notera que le point le plus froid est toujours au sommet du fil ; la montée exponentielle est préférable à la montée linéaire et enfin le gradient est de



Jupe simple

Jupe simple + double

Figure IV.1 - Dispositifs de protection thermique des échantillons lors des transferts à basse température.

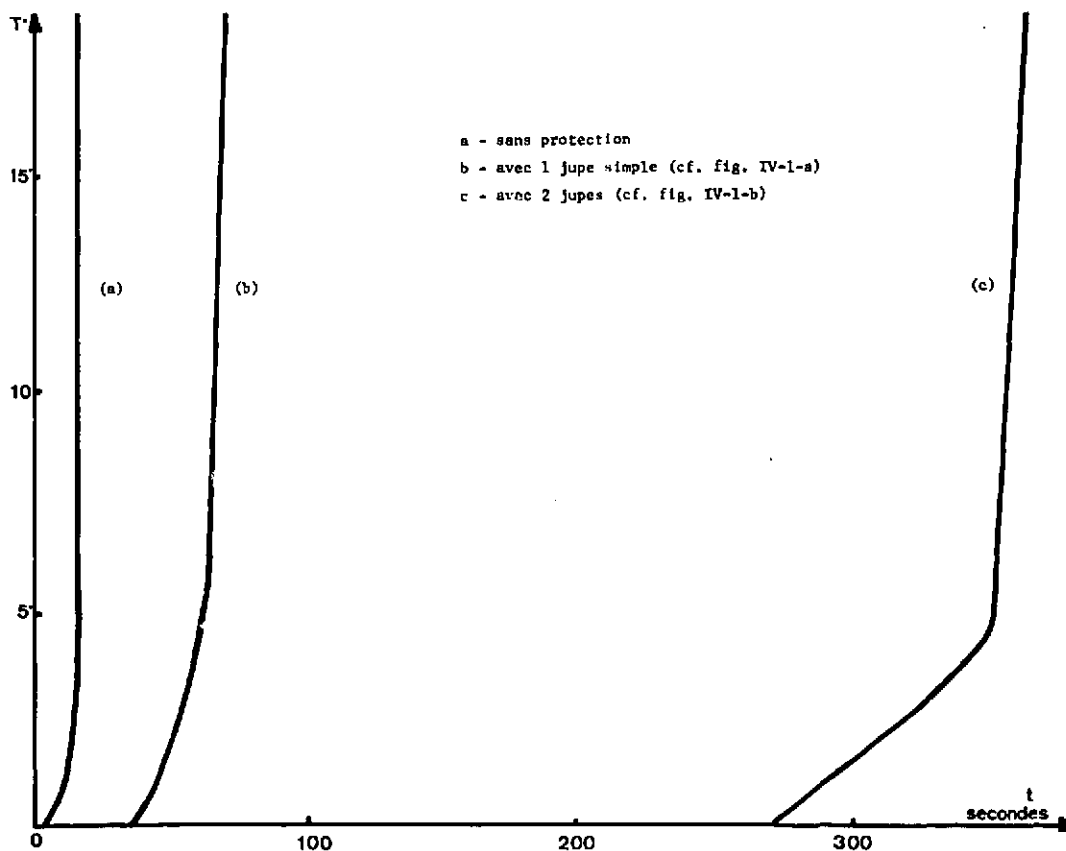


Figure IV-3 - Variation de température de l'échantillon avec les diverses protections (cf. fig. IV-1).
Température de départ : 7.7°K

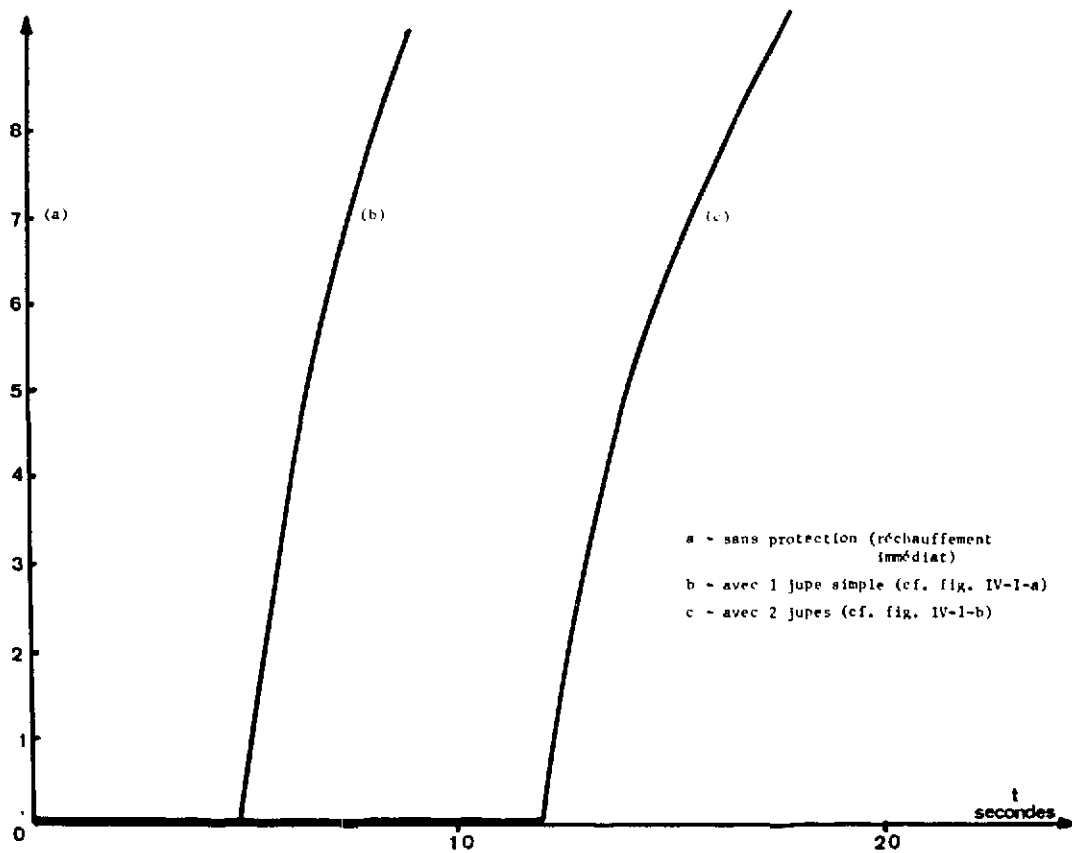


Fig. IV-4 - Variation de température de l'échantillon avec les diverses protections (cf. fig. IV-1).
Température de départ : 20°K.

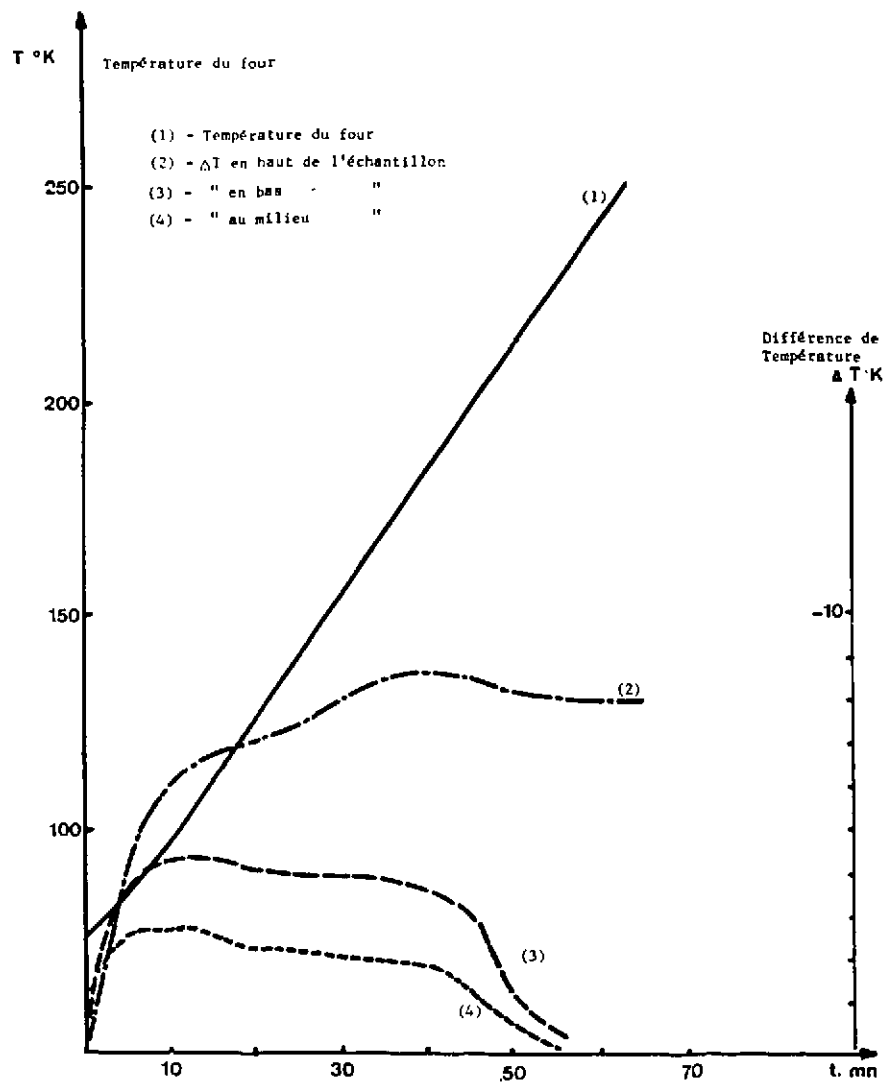


Fig. IV-5 - Mesure des différences de température entre la paroi du four et trois points de l'échantillon
Montée linéaire de 174°/h - Pression résiduelle d'hydrogène : 15 cm Hg

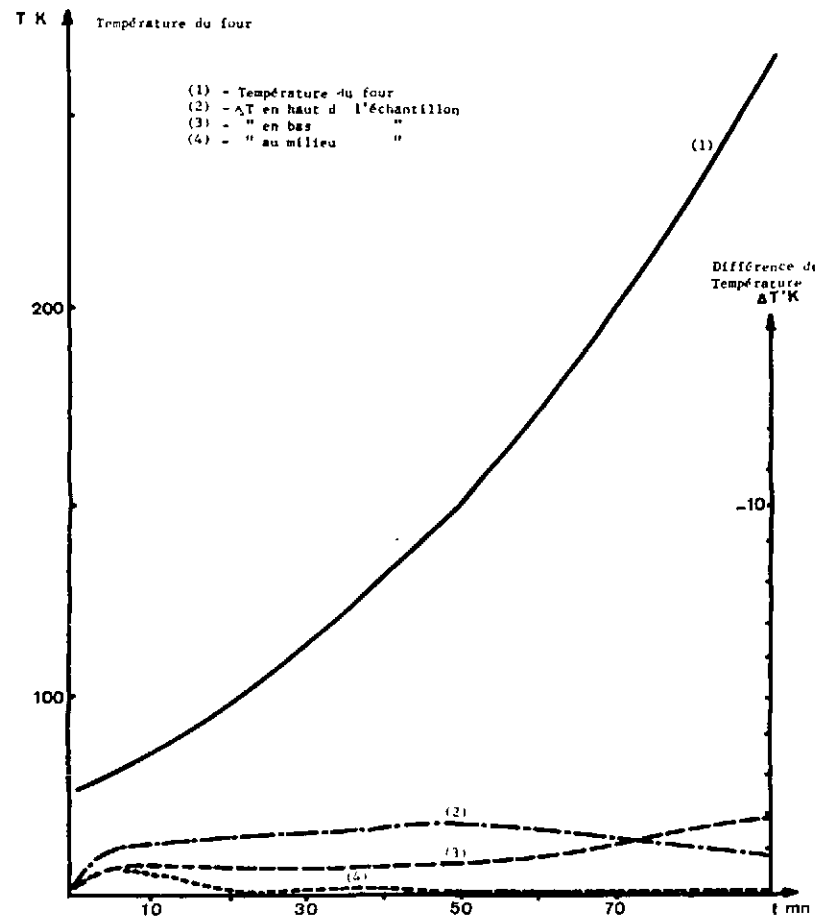


Fig. IV-6 - Mesure des différences de température entre la paroi du four et trois points de l'échantillon. Montée exponentielle - Pression résiduelle d'Hydrogène : 15 cm Hg

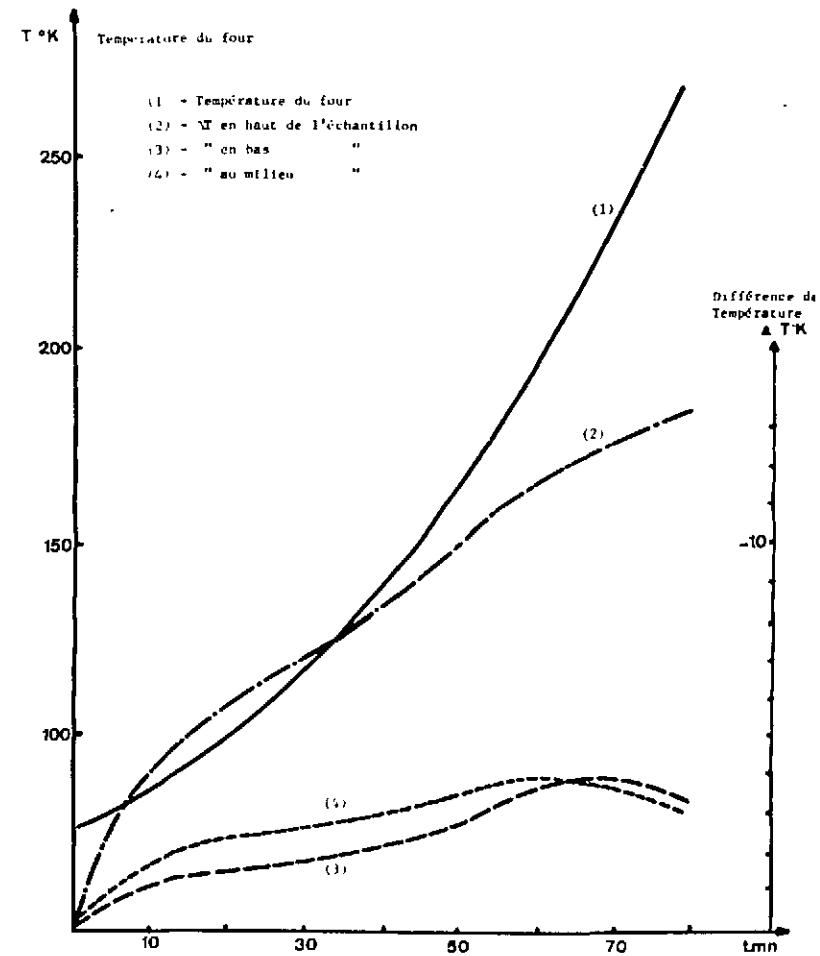


Fig. IV-7 - Mesure des différences de température entre la paroi du four et trois points de l'échantillon. Montée exponentielle - Vide primaire

l'ordre de $1,5^\circ$ entre le fil et le four (c'est-à-dire pratiquement entre le haut du fil et le bas du fil), dans les mesures les plus courantes effectuées sous 10 cm d'hydrogène.

3 - ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE PHASE DE L'AIR SOLIDE

3.1 - Origine

Nous avons vu dans la deuxième partie que la présence d'air solide dans le pendule de Frottement Interne (en-dessous de 55°K) nous a causé de sérieuses difficultés. Dans un premier temps, cet air bloquait complètement le pendule. Dans un second temps, après quelques améliorations de montage, il apparaît de très importants pics vraisemblablement dus aux frottements de cristaux d'air solide (fig. IV-9).

Nous avons cherché à expliquer ces pics. Pour cela nous avons essayé de tracer un diagramme de phase approximatif de l'Azote et de l'Oxygène en fonction de la température et de la pression.

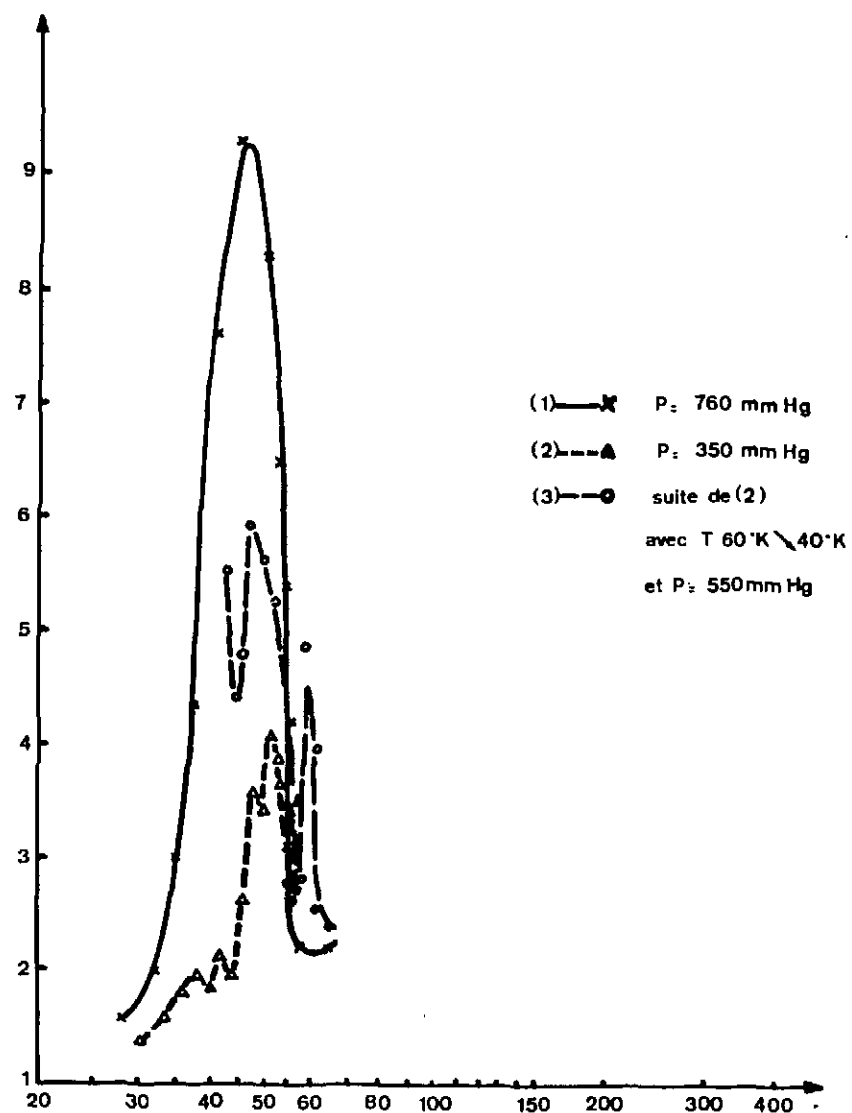
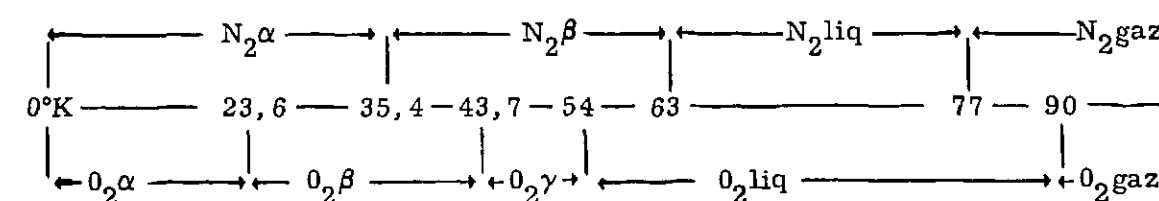


Fig. IV-9 - Pics de frottement interne dus à l'air solide.

3.2 - Constantes physiques et de l'air et de ses composants

	N ₂	O ₂
Pds atom	14	16
N° atom	7	8
P ^t fusion	63, 29°K (760 mmHg)	54, 75 (760 mmHg)
P ^t ébullition	77, 35°K (760 mmHg)	90, 19 -
P ^t triple	63°K (90 mmHg)	54 (1,14 mmHg)
Densité (gaz) g/l	1,25 (10°C - 760)	1,429 (273°K 760 mm)
Liquide g/cm ³	0,808 (à 77, 35)	1,14 (à 90, 19°K)
Solide g/cm ³	1,206 (à 20°K)	-
Grav spec (Air = 1)	0,967	0,10527
Proportion	78 %	21 %

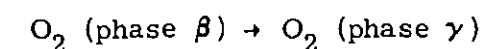
Transformations de phase des composants sous 1 atm



Ces différentes valeurs ont été tirées de [36]. La figure IV-8 présente un diagramme de phases approximatif obtenu à l'aide des valeurs précédentes.

3.3 - Essais d'interprétation de ces pics

Les figures IV-8 et 9 montrent que la température du sommet du pic le plus important diminue avec la pression régnant dans l'enceinte. Sa position à pression atmosphérique permet de penser que celui-ci est dû à la transformation de phase cristalline de l'oxygène :



celle-ci s'accompagnerait vraisemblablement d'un frottement visqueux ou d'une absorption d'énergie. Dans ce mécanisme, la variation de température du sommet serait alors due à la variation de température de cette transformation (ce qui est en accord avec les valeurs données sur le diagramme).

En outre, l'élargissement du pic avec la pression, et sa disparition à 54°K

dans tous les cas suggère que c'est en fait toute la phase $O_2\gamma$ qui est particulièrement visqueuse. Quant à l'autre pic observé entre 60° et $63^\circ K$, il pourrait être relié à la fusion de l'azote.

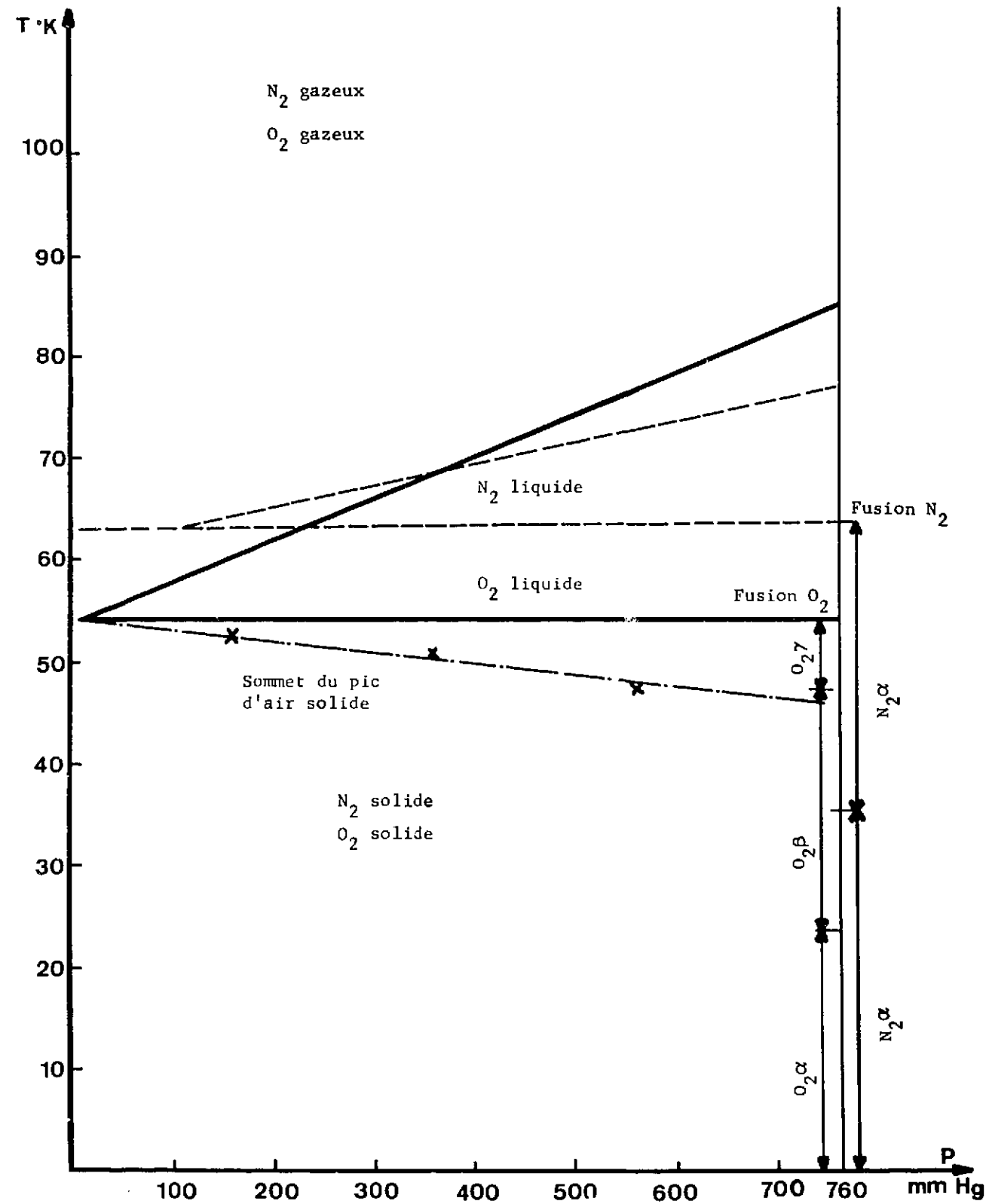


Fig. IV-8 - Diagrammes de phase approximatifs de l'oxygène et de l'azote en fonction de la pression. Variation du pic d'air solide en fonction de la pression.

CONCLUSION

Depuis les études réalisées par SNOEK on sait que le frottement interne est un moyen d'investigation intéressant et facile à mettre en oeuvre pour des défauts se réorientant au voisinage de l'ambiante. Pour l'étude des défauts se réorientant à très basse température, l'intérêt n'est pas moindre mais les difficultés croissent très rapidement si la température décroît.

A $77^\circ K$, les expériences sont encore relativement aisées, mais à plus basse température, l'obligation d'opérer sous atmosphère contrôlée complique singulièrement la tâche.

Notre contribution expérimentale a conduit à développer deux techniques différentes :

- Irradiation à $27^\circ K$, stockage et montage dans le pendule sans réchauffement intermédiaire.
- Réalisation d'un pendule "in situ" qui permet le montage de l'échantillon à l'ambiante avant l'irradiation.

Ces deux techniques sont maintenant au point. La première s'est montrée préférable pour les irradiations aux neutrons et la seconde pour les électrons.

Les premières expériences réalisées récemment dans le pendule in situ sont encourageantes et nous laissent entrevoir des domaines inexplorés et dès maintenant abordables : étude des polycristaux et monocristaux après irradiation aux électrons à $14^\circ K$.

Manuscrit reçu le 27 janvier 1969

BIBLIOGRAPHIE

- [1] C. ZENER
Elasticity & Anelasticity of Metals - University Press - Chicago 1948
- J.L. SNOEK
Physica VIII n° 7, p. 711 - Juillet 1941
- G. COLETTE
Mét. Con. Ind. n° 482 - Octobre 1965
- [2] A. SALVI, D. DAUTREPPE, E. FRIESS
C.R. Acad. Sc. Paris - 258, p. 4039-4041, 20 avril 1964
- [3] V. HIVERT
Thèse (à paraître)
- [4] A. SALVI, D. DAUTREPPE and E. FRIESS
Review of Scient. Inst. 36, n° 2 - 198-201 - Feb. 1965
- [5] D. DAUTREPPE, V. HIVERT, P. MOSER et A. SALVI
C.R. Acad. Sc. Paris, 258, p. 4539-4541, 4 Mai 1964
- [6] D.C. LOEBACH, P. BOWDEN and K.H. BIRNBAUM
Acta Met., 16, 1968 (à paraître)
- [7] SCHLUMBERGER PICCARD - Brevet
Galvanomètre immergé antivibratoire - Société de Prospection Electrique
(Paris)
- [8] M.E. HERMANT
Thèse - Amsterdam - 1966

- [9] P. MOSER
Thèse - Mém. Scient. de la Rev. de Métallurgie -
63, n° 4, 1966, p. 343
64, n° 5, 1966, p. 431
- [10] C. MINIER-CASSAYRE
Thèse 1965 - CEN-G, BP. 269 - 38-Grenoble
- [11] H. BILGER
Mesures d'amortissement dans un monocristal de fer.
Communication aux Journées de Physique des Métaux du 23.3.1968 à BERLIN.
- [12] C.S. BARRET
Structure des Métaux - p. 417 à 480, 1957
- [13] I.L. DILLAMORE and W.T. ROBERTS
Acta Met., 12, p. 281 - Mars 1964
- [14] A. BOURRET et D. DAUTREPPE
Phys. Stat. Sol. 13, 559, 1966
- [15] A. FERT
Thèse 3° Cycle - CEN,G - B.P. 269 - GRENOBLE
- [16] A. BOURRET
Communication particulière
- [17] A. SEEGER and F.J. WAGNER
Phys. Stat. Sol. 9, 584, 1966
- [18] B. DUBOIS
Mem. Sc. Rev. Metallurg. LXIII n° 4 - 1966, p. 310-311
- [19] A. SEEGER, P. SCHILLER and H. KRONMÜLLER
Phil. Mag. 5, n° 56, p. 853, 1960
A. SEEGER and F.J. WAGNER
Phys. Stat. Sol. 9, p. 583, 1965
- [20] P. PERETTO
Thèse 1967 - CEN-G - BP 269 - GRENOBLE
P. PERETTO, D. LAUTREPPE et P. MOSER
Phys. Stat. Sol. 13, 325, 1966

- [21] J.L. ODDOU
Thèse 3° Cycle (1967) - CEN-G - BP 269 - GRENOBLE
P. PERETTO, J.L. ODDOU, C. MINIER-CASSAYRE, D. DAUTREPPE et
P. MOSER
Phys. Stat. Sol. 16, 281, 1966
J.L. ODDOU, C. MINIER-CASSAYRE et P. MOSER
Phys. Stat. Sol. 17, 783, 1966
- [22] Mme J. VERDONE
Thèse (à paraître) - CEN-G - BP 269 - GRENOBLE
- [23] P. PASCAL
Nouveau traité de Chimie Minérale, XVII, n° 2 - MASSON (1963)
- [24] R.A. JOHNSON
Phys. Rev. 145, n° 2 - 13 May 1966
- [25] L. BOCHIROL
Industries Atomiques n° 7/8 (à paraître)
- [26] L. BOCHIROL
Industries Atomiques n° 7/8 (à paraître)
- [27] R.M. WALKER
J. Phys. Rad. 1964 - 24.7 p. 474
- [28] J.W. CORBETT, R.B. SMITH, R.M. WALKER
Phys. Rev. 114, 1452, 1959
- [29] H.B. HUNTINGTON and R.A. JOHNSON
Acta Met. 10 - 281, 1962
- [30] P.G. LUCASSON
Communication particulière
- [31] P. MOSER
Communication particulière
- [32] B. DUBOIS
Mem. Scient. Rev. Ret. LXIII n° 4, p. 309, 1966
J.T.A. ROBERTS and P. BARRANT
Acta Met. 15, Novembre 1967

K. MISĚK

Czech. J. Phys. 7, 247, 1967, et 8, 128, 1958

C.T. TSIEN

Acta Physica Sinica

[33] D. POLDER

Philip Research Reports 1, 5-12 - Oct. 1945

[34] G. DE VRIES, D.W. VAN GEEST, R. GERSDORF and G.W. RATHENAU

Physica 25, 1, 31-1138, 1959

[35] G. DE VRIES

Physica, 25 - 1211-1221, 1959

[36] P. PASCAL

Nouveau Traité de Chimie Minérale

Tome XIII - 26 à 32, 79 à 98, 413 à 424, Masson 1960

[37] A. SEEGER and F. WAGNER

Phys. Stat. Sol. 9, fig. 1, p. 585 et fig. 2, p. 586

FIN