



HAL
open science

Influence de la déformation plastique sur les propriétés ultrasonores de la glace Ih

J. Tatibouet, R. Vassoille, J. Perez, P.F. Gobin

► **To cite this version:**

J. Tatibouet, R. Vassoille, J. Perez, P.F. Gobin. Influence de la déformation plastique sur les propriétés ultrasonores de la glace Ih. *Journal de Physique*, 1975, 36 (1), pp.69-73. 10.1051/jphys:0197500360106900 . jpa-00208229

HAL Id: jpa-00208229

<https://hal.science/jpa-00208229>

Submitted on 4 Feb 2008

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

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

Classification
 Physics Abstracts
 7.166 — 7.240 — 7.260

INFLUENCE DE LA DÉFORMATION PLASTIQUE SUR LES PROPRIÉTÉS ULTRASONORES DE LA GLACE I_h

J. TATIBOUET, R. VASSOILLE, J. PEREZ, P. F. GOBIN

Laboratoire de Physique des Matériaux (*), I.N.S.A., 69621 Villeurbanne, France

(Reçu le 14 mai 1974, révisé le 31 juillet 1974)

Résumé. — Nous avons effectué entre 100 et 273 K des mesures d'atténuation et de vitesse d'ondes ultrasonores de fréquence 5 MHz sur des échantillons monocristallins de glace ayant subi une déformation plastique. Des traitements thermiques à 271 K restaurent une partie des caractéristiques de propagation. L'anomalie de vitesse observée ne peut être totalement expliquée par la théorie des dislocations.

Abstract. — The velocity and attenuation of ultrasonic waves in strained ice single crystals have been measured between 100 and 273 K. The measurement frequency is 5 MHz. Annealing treatments at 271 K cause recovery of propagation characteristics. The velocity anomaly observed cannot be explained by dislocation theory.

1. Introduction. — L'étude expérimentale de la plasticité de la glace a généralement été faite par des méthodes mécaniques telles que les essais de traction [1, 2] et de fluage [3, 4]. De nombreux résultats ont été obtenus ; en particulier, on a pu montrer que le système de glissement principal est formé du plan (0001) et des directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ mais il est également possible d'activer des systèmes secondaires [5]. L'interprétation de la déformation plastique de la glace par la théorie des dislocations a rendu nécessaires les études expérimentales des défauts linéaires dans ce matériau [6]. Ces études se ramènent généralement à des observations directes mais il est possible d'envisager d'autres techniques comme, par exemple, la mesure du frottement intérieur.

En effet, les dislocations, par leur mouvement sous l'action d'une onde de contrainte sont à l'origine d'un certain nombre de phénomènes inélastiques. Plusieurs modèles de dissipation d'énergie aux fréquences ultrasonores sont proposés dans la littérature [7, 8]. Pour approfondir nos connaissances sur le rôle des dislocations lors de la déformation plastique nous avons effectué des mesures d'atténuation et de vitesse des ondes ultrasonores pour des températures allant de 100 K à 273 K. L'étude a été faite sur des échantillons monocristallins déformés plastiquement par fluage jusqu'à 5 % de déformation. Un recuit des échantillons à 217 K a été entrepris en vue de restaurer les propriétés inélastiques après l'écroutissage.

2. Méthode expérimentale. Appareillage. — L'appareil utilisé a été mis au point et décrit par Guenin [9]. Il comprend un ensemble MATEC 9000, un interféromètre d'ondes ultrasonores et une cellule de mesure à température variable.

Le MATEC 9000 permet les mesures d'atténuation entre 0,01 et 4 dB/ μ s. L'interféromètre conduit à la mesure du temps de parcours des ultrasons à travers l'éprouvette avec une sensibilité de 3×10^{-3} μ s. La cellule de mesure à température variable nous a permis d'effectuer nos essais en montée de température à des vitesses de l'ordre 1 degré/min. Cette installation nous a permis de mesurer l'atténuation et la vitesse d'ondes acoustiques de polarisation longitudinale et de fréquence 5 MHz dans la glace.

Les monocristaux de glace I_h nous ont été fournis par le laboratoire de Spectrométrie Physique de l'Université de Grenoble. Ils sont taillés mécaniquement pour obtenir un parallélépipède de $15 \times 15 \times 40$ mm. Deux faces sont alors, à l'aide d'un gabarit, rectifiées et polies sur papier 600 et sur soie de manière à assurer la réflexion des ondes ultrasonores d'une façon exempte de phénomènes parasites. La longueur des échantillons est mesurée à 253 K à l'aide d'un palmer. Le problème du liant entre échantillon et quartz transducteur a été résolu par l'emploi d'éther de pétrole.

Les échantillons sont déformés à l'aide d'une machine de fluage à charge constante. Un cryostat permet d'effectuer l'essai entre 180 K et 273 K. Les faces du parallélépipède de glace intéressant la

(*) Equipe associée au C.N.R.S., n° 463.

mesure sont alors de nouveau rectifiées et polies. Un dispositif photographique entre polaroïds croisés permet de contrôler les échantillons et d'orienter ceux-ci par rapport à l'axe optique (détermination de l'angle Φ entre la direction de l'onde ultrasonore et l'axe optique c). La pureté de la glace est contrôlée par mesure de la conductivité de l'eau après fusion de l'échantillon. La valeur moyenne est

$$0,8 - 0,6 \times 10^{-6} (\Omega \cdot \text{cm})^{-1}.$$

3. **Résultats.** — Les spectres d'atténuation en fonction de la température ont été établis pour des échantillons monocristallins dont l'angle Φ valait respectivement 0° et 45° . Pour ces échantillons non écrouis nous retrouvons pour l'atténuation les mêmes valeurs que celles trouvées par Dantl [10].

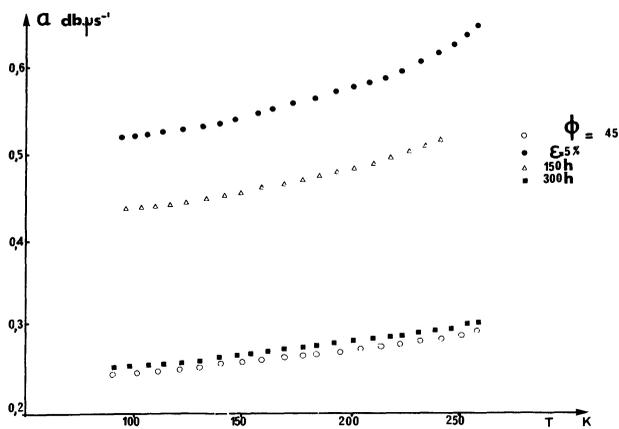


FIG. 1. — Monocrystal $\Phi = 45^\circ$. Atténuation en fonction de la température.

La figure 1 regroupe les spectres d'atténuation obtenus sur un échantillon $\Phi = 45^\circ$ avant déformation, après déformation de 5 % à 255 K et après recuits successifs respectivement de 150 heures et 300 heures à 271 K. Après déformation, on atteint les valeurs importantes de l'atténuation (0,55-0,6 dB/ μ s). L'examen micrographique à ce stade montre des bandes de glissement très nettes parallèles aux plans du cristal. La déformation plastique s'est effectuée principalement par glissement basal $(0001) \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Après 150 heures de recuit à 271 K il apparaît de nouveaux grains et l'atténuation diminue. Après 300 heures à 271 K nous retrouvons pratiquement les valeurs initiales de l'atténuation (0,25 dB/ μ s).

Des spectres correspondant aux mêmes essais pour un monocrystal $\Phi = 0^\circ$ sont rassemblés sur la figure 2. La variation après déformation est plus faible que pour $\Phi = 45^\circ$. L'observation à ce stade n'a pas permis de définir un système unique de glissement. Les glissements pyramidaux ont sans doute ici été activés. La recristallisation s'observe aussi à partir de 150 heures à 271 K, mais on ne restaure pas totalement la valeur de l'atténuation après le second recuit.

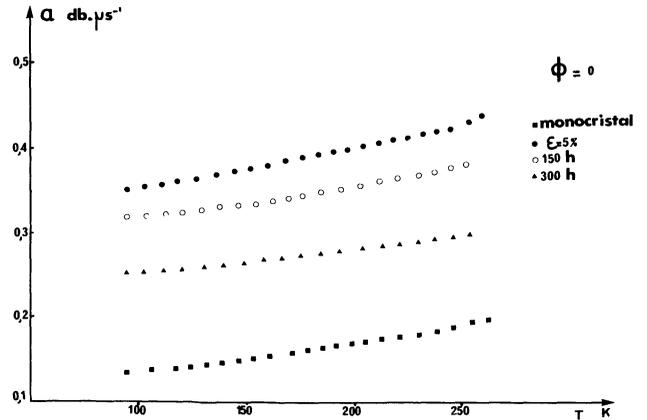


FIG. 2. — Monocrystal $\Phi = 0^\circ$. Atténuation en fonction de la température.

Les variations de vitesse sont obtenues à partir des variations de temps de parcours de l'onde ultrasonore dans l'échantillon. Les figures 3 et 4 rassemblent ces observations : dans les deux cas ($\Phi = 0^\circ$ et $\Phi = 45^\circ$) la déformation plastique entraîne une augmentation de vitesse. Au contraire les traitements de recuit provoquent une diminution de la vitesse sans qu'il y ait toutefois un retour aux valeurs initiales.

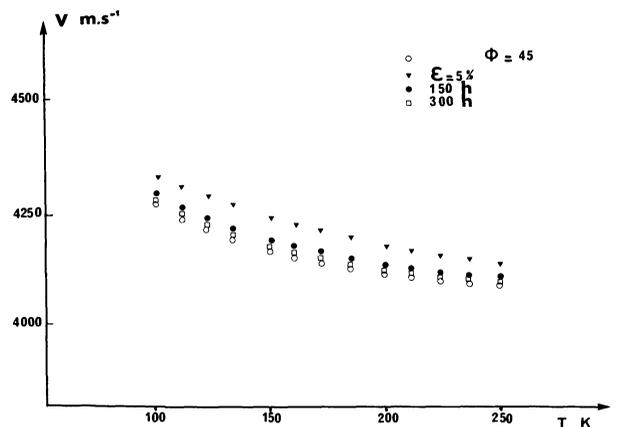


FIG. 3. — Monocrystal $\Phi = 45^\circ$. Variation de la vitesse de l'onde ultrasonore.

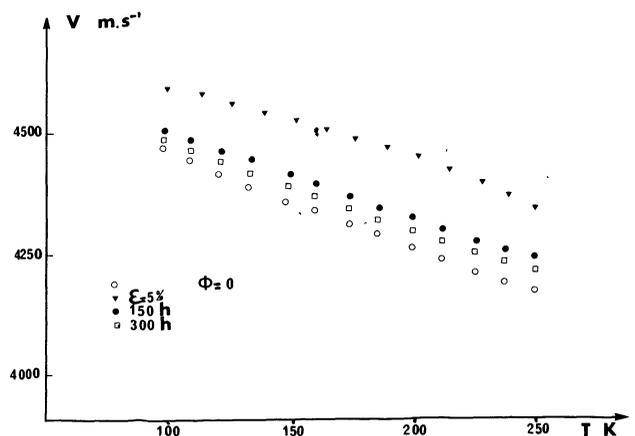


FIG. 4. — Monocrystal $\Phi = 0^\circ$. Variation de la vitesse de l'onde ultrasonore.

Enfin, la figure 5 présente la variation de l'atténuation en fonction du taux de déformation. Les courbes $\Phi = 0^\circ$ et $\Phi = 45^\circ$ peuvent être comparées à la courbe obtenue avec des échantillons polycristallins.

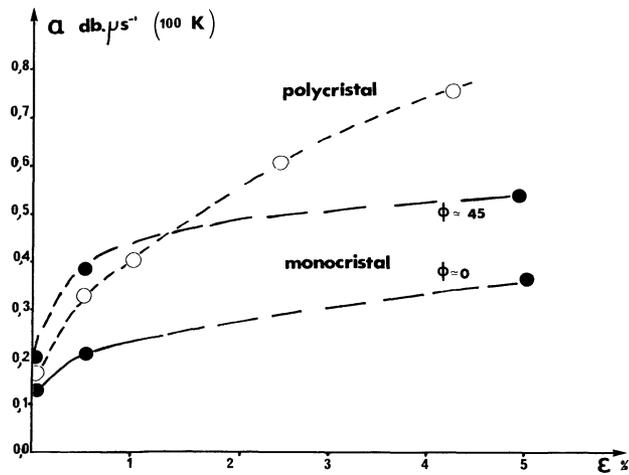


FIG. 5. — Atténuation mesurée à 100 K ; dépendance de la déformation plastique.

4. Discussion. — Aux fréquences ultrasonores, les défauts ponctuels ne sont généralement pas susceptibles de créer une atténuation mesurable. Par contre, les dislocations mises en mouvement par l'onde de contrainte ultrasonore induisent par leur déplacement une dissipation d'énergie responsable de l'atténuation.

Le mouvement des dislocations dans la glace n'est pas totalement expliqué. Il apparaît cependant probable que ce mouvement, obtenu par diffusion de décrochements, n'est possible que lorsque les molécules d'eau en avant de la dislocation se réorientent favorablement grâce aux défauts de Bjerrum [11]. Ceux-ci existent en équilibre thermodynamique dans la glace et leur concentration est proportionnelle à $\exp(-E_f/kT)$, E_f étant l'énergie de formation du défaut.

D'autre-part, le mouvement des défauts de Bjerrum est thermiquement activé : la fréquence de saut est donc proportionnelle à $\exp(-E_m/kT)$ E_m = énergie de migration. La vitesse de déplacement à longue distance des décrochements varie alors comme :

$$\exp - \frac{E_f + E_m}{kT}.$$

Si de tels déplacements avaient effectivement lieu sous l'effet de la contrainte ultrasonore, on devrait observer une forte variation avec la température des caractéristiques de propagation des ultrasons. En fait, cette dépendance est faible (Fig. 1 à 4).

Nous devons donc envisager un déplacement de décrochements restant limité à la distance entre 2 molécules d'eau non favorablement orientées ; cette distance est égale en moyenne à $2b$ [12].

Ces hypothèses nous conduisent à appliquer le modèle de dissipation d'énergie ultrasonore par

diffusion de décrochements développé par Suzuki et Elbaum [8]. En effet, tant que la déformation associée à l'onde de contrainte reste faible (ce qui est le cas dans nos expériences) ce modèle envisage des déplacements de décrochements inférieurs à b et conduit aux valeurs théoriques de l'atténuation et de l'anomalie de vitesse :

$$\alpha_{dB/\mu s} = 8,68 \times 10^{-6} \times 4 \frac{Gb^2 a^2}{\pi^2 m} N \frac{\omega^2 \cdot B/m}{(\omega^2 - \omega_0^2) + \omega^2(B/m)^2}$$

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{v - v_0}{v_0} = 4 \frac{Gb^2 a^2}{\pi^2 m} N \frac{\omega^2 - \omega_0^2}{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 + \omega^2(B/m)^2}.$$

avec G : module de cisaillement,
 b : vecteur de Burgers de la dislocation,
 m : masse d'un décrochement,
 N : densité de décrochements,
 ω : fréquence de l'onde ultrasonore,
 ω_0 : fréquence de résonance d'un décrochement,
 B : coefficient de frottement visqueux des décrochements,
 v et v_0 : vitesse des ondes ultrasonores dans le cristal respectivement avec et sans dislocations.

Avec les valeurs numériques suivantes :

$$G = 3,5 \times 10^{10} \text{ baryes}, \quad b = 4,5 \times 10^{-8} \text{ cm},$$

$$m = 10^{-22} \text{ g}, \quad \omega = 2\pi \times 5 \times 10^6 \text{ s}^{-1},$$

$$B \simeq 5 \times 10^{-14} \text{ CGS [8, 13]}$$

et les estimations raisonnables [14] $N \simeq 5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ et $\omega_0 \simeq 7 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$, nous sommes conduits aux contributions à l'atténuation et à l'anomalie de vitesse respectivement de l'ordre de 0,1 dB/μs et -6×10^{-3} .

Nous constatons que :

- la valeur de l'atténuation théorique est comparable à celle trouvée expérimentalement ;
- par contre, dans nos expériences, la vitesse augmente avec la déformation plastique

$$\frac{\Delta v}{v} = + 2 \times 10^{-2}.$$

Si l'augmentation d'atténuation peut être raisonnablement interprétée avec le modèle de Suzuki et Elbaum, nous ne pouvons pas attribuer nos variations de vitesse à la seule variation de la densité de dislocation provoquée par la déformation plastique.

Si on envisage un effet anormal de vitesse [15] nos résultats impliquent que le rapport ω_0/ω doit varier de 15 à 5 [9], ce qui signifie que ω_0 doit rester compris entre $1,5 \times 10^8$ et $4,5 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$.

Des mesures d'atténuation en fonction de la fréquence [10, 14] n'ont pas permis d'observer le phénomène de résonance pour de telles valeurs de la pulsation.

Ce résultat rend très improbable l'effet anormal de la vitesse où il faut admettre une diminution de

ω_0 , lors de la déformation plastique, soit par une augmentation de L longueur libre de dislocations, soit par une variation de d_0 distance entre 2 décrochements voisins.

En effet, les résultats de Klinger [16] portant sur l'observation de figures de Tyndall et sur des mesures de conductivité avec des cristaux de glace de même origine que le matériau utilisé au cours du présent travail sont en contradiction avec la première hypothèse : la densité de dislocations augmente par déformation plastique, cela correspond d'ailleurs aux résultats obtenus directement par observation directe [17] et conduit à une diminution de L donc à une augmentation de ω_0 .

En ce qui concerne d_0 , c'est-à-dire la distance entre deux décrochements, il est également probable qu'un écrouissage la fait décroître, mais dans ces conditions, compte tenu du terme C_d de tension de ligne [8]

$$C_d = \frac{Gb^2 a^2}{4\pi d_0^3} \beta$$

il apparaît que la diminution de d_0 contribue elle aussi à une augmentation de ω_0 , car :

$$\omega_0 = 2 \sin \frac{\pi d_0}{2L} \left(\frac{C_d}{m} \right)^{1/2}.$$

On ne peut donc attribuer l'augmentation de vitesse à un effet anormal dans le sens entendu par Hikata [22].

L'effet de la recristallisation d'une part, les différences de comportement entre les monocristaux $\Phi = 45^\circ$ et $\Phi = 0^\circ$ d'autre part, confirment cependant que les dislocations jouent un rôle dans les caractéristiques de propagation de l'onde ultrasonore : en effet, dans le cas où $\Phi = 45^\circ$, le système principal de glissement (basal) a été aisément activé tandis que dans l'autre cas ce sont les systèmes secondaires (pyramidaux) qui sont surtout mis en action [5]. La déformation plastique a donc conduit à des configurations différentes de dislocations, dont le comportement sous l'effet de la contrainte ultrasonore ne sera pas identique : en particulier, la mobilité des dislocations dans le système pyramidal est vraisemblablement inférieure à celle des dislocations du plan basal comme le signale Higashi *et al.* [18].

Le résultat anormal pour l'anomalie de vitesse nous paraît à rapprocher des travaux de Dantl [19] portant sur des mesures de constantes élastiques, celles-ci mettent en évidence des phénomènes de vieillissement de la glace après élaboration se manifestant entre autre par des diminutions de module pouvant atteindre 5 % et des diminutions de densité de l'ordre de 0,3 %. Cet effet est encore mal compris à l'heure actuelle et pourrait être dû, soit à l'évolution de l'arrangement protonique vers un état d'équilibre

thermodynamique pendant le vieillissement, soit à la disparition de molécules d'eau interstitielles.

Au cours de nos expériences, on peut penser que la déformation plastique conduit la glace vers un état comparable à celui du matériau nouvellement élaboré. En particulier, l'hypothèse de la formation d'interstitiels lors de la déformation plastique est renforcée par le fait que l'augmentation de vitesse est plus importante pour le cristal $\Phi = 0$ que pour le cristal $\Phi = 45^\circ$ (Fig. 3 et 4) ce qui pourrait correspondre à des phénomènes d'interaction entre dislocations plus nombreux, c'est-à-dire une concentration en interstitiels plus élevée, lorsque les systèmes secondaires sont activés.

L'observation de Noll [20] suivant laquelle les propriétés diélectriques à basse fréquence de la glace sont modifiées par une déformation plastique pourrait confirmer cette hypothèse.

Les traitements thermiques à 271 K permettent alors un vieillissement analogue à celui se produisant après élaboration du cristal de glace. Ce vieillissement restaure les propriétés et en particulier le module masquant ainsi les variations de vitesse associées à la variation de densité de dislocations. D'ailleurs, si les figures 1 et 2 montrent que les restaurations de l'atténuation au cours des traitements thermiques se font en un temps en accord avec les cinétiques de recristallisation établies par Steinemann [21] il apparaît nettement (Fig. 3 et 4) que la restauration de la vitesse est plus rapide. Cela confirme l'existence de deux processus différents provoquant les variations de l'atténuation et de la vitesse des ultrasons lors de la déformation plastique de la glace.

5. Conclusion. — Nous avons pu montrer que les caractéristiques de propagation des ondes ultrasonores dans la glace dépendent beaucoup de l'état microstructural du matériau. La déformation plastique de la glace entraîne une augmentation de la vitesse de propagation et surtout de l'atténuation. Pour interpréter ces effets, il faut envisager deux processus différents ; en effet, la multiplication des défauts linéaires lors d'une déformation plastique, origine essentielle de l'augmentation de l'atténuation ne permet pas d'expliquer l'augmentation parallèle de la vitesse de propagation. Cette augmentation de la densité des défauts linéaires devrait au contraire entraîner une diminution des constantes élastiques donc de la vitesse de propagation des ultrasons. Comme, en réalité, on observe une augmentation de cette vitesse, il faut donc, par ailleurs, considérer que la déformation plastique conduit la glace vers un état comparable à celui du matériau fraîchement élaboré qui présente des constantes élastiques dépassant de quelques % la valeur caractéristique du matériau vieilli. Ce dernier effet pourrait résulter de la présence de défauts ponctuels comme les interstitiels ou les défauts protoniques.

Bibliographie

- [1] READEY, D. W., KINGERY, W. D., *Acta. Met.* **12** (1964) 171.
[2] JONES, S. J., GLEN, J. W., *J. of Glaciology* **8** (1969) 463.
[3] MELLOR, M., TESTA, R., *J. of Glaciology* **8** (1969) 131.
[4] HIGASHI, A., KOINUMA, S., MAE, S., *Jap. Journal of Appl. Phys.* **4** (1965) 575.
[5] LEVI, L., DE ACHAVAL, E. M., SURASKI, E., *J. of Glaciology* **5** (1965) 691.
[6] FUKUDA, A., HIGASHI, A., *Physics of Ice* p. 239, Riehl, Bullemer, Engelhardt, edit. (Plenum Press N. Y.) 1969.
[7] GRANATO, A., LUCKE, K., *J. Appl. Phys.* **11** (1956) 583.
[8] SUZUKI, T., ELBAUM, C., *J. Appl. Phys.* **35** (1964) 1539.
[9] GUENIN, G., Thèse Lyon (1971).
[10] DANTL, G., *Z. Phys.* **215** (1968) 481.
[11] GLEN, V. W., *Phys. Kond. Materie* **7** (1968) 43.
[12] PEREZ, J., TATIBOUET, J., VASSOILLE, R., GOBIN, P. F., soumis à *Phil. Mag.*
[13] DEVENDER, J. P. and ITAGAKI, K., Research report, n° 243, CRREL (1973).
[14] TATIBOUET, J., VASSOILLE, R., PEREZ, J. et GOBIN, P. F., Symposium on remote sensing in glaciology, Cambridge (1974).
[15] TRUELL, R., ELBAUM, C., CHICK, B., *Ultrasonic methods in solid State Physics* (Academic Press, N. Y. London) p. 210.
[16] KLINGER, J., Thèse Grenoble (1974).
[17] JONES, S. J., GILRA, N. K., *Physic and Chemistry of Ice* 1973, E. Whalley, S. J. Jones, L. W. Gold edit. (Royal Society of Canada, Ottawa).
[18] HIGASHI, A., MAE, S., FUKUDA, A., *Trans. JIM* **9** (1968) 784.
[19] DANTL, G., *Physics of Ice*, p. 223, Riehl, Bullemer, Engelhardt, edit. (Plenum Press New York) 1969.
[20] NOLL, G., *Physics and Chemistry of Ice*, E. Whalley, S. J. Jones, L. W. Gold edit. (Royal Society of Canada, Ottawa) 1973.
[21] STEINEMANN, S., Public. n° 39 de l'AIH (Rome).
[22] HIKATA, A., CHICK, B. B., ELBAUM, C. and TRUELL, R., *Acta Met.* **10** (1962) 423.
-