INTERACTION DES DISLOCATIONS ET DES DÉFAUTS PONCTUELS DANS LES CRISTAUX DE FLUORURE DE LITHIUM DÉFORMÉS PLASTIQUEMENT

C. Dupuy, B. Schaeffer, H. Saucier

► To cite this version:

C. Dupuy, B. Schaeffer, H. Saucier. INTERACTION DES DISLOCATIONS ET DES DÉFAUTS PONCTUELS DANS LES CRISTAUX DE FLUORURE DE LITHIUM DÉFORMÉS PLASTIQUEMENT. *Journal de Physique Colloques*, 1966, 27 (C3), pp.C3-21-C3-24. 10.1051/jphyscol:1966303 . jpa-00213113

HAL Id: jpa-00213113

<https://hal.science/jpa-00213113>

Submitted on 1 Jan 1966

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.

INTERACTION DES DISLOCATIONS ET DES DÉFAUTS PONCTUELS DANS LES CRISTAUX DE FLUORURE DE LITHIUM DÉFORMÉS PLASTIQUEMENT

par C. H. S. DUPUY, B. SCHAEFFER, H. SAUCIER.

Laboratoire de Minéralogie et Pétrographie, Faculté des Sciences,
Strasbourg.

Résumé. — Pour étudier l'interaction des dislocations et des centres colorés, dans les cristaux de fluorure de lithium irradiés, on a mesuré la densité des dislocations par une méthode photoélastique et par les figures de corrosions et la densité des centres colorés par l'analyse des spectres d'absorption et la limite élastique.

Les caractéristiques mécaniques du cristal sont alors définies en fonction du taux de défauts; on observe notamment la présence de « crochets » multiples dans les courbes contraintes-déformations des cristaux irradiés.

Grâce à la mesure et à l'observation des charges électriques, produites par la déformation plastique, on peut obtenir le signe et la quantité de charges par unité de longueur de dislocations.

L'inversion de signe de ces charges observée entre les cristaux irradiés et les cristaux recuits, semble être due à un mécanisme de dissociation ou d'annihilation des centres colorés cisailés par les dislocations.

Abstract. — Interaction between dislocations and colour centres in gamma-irradiated LiF has been investigated. Dislocation densities were measured from etch-pits and residual stresses. Relationship between colour centre density, obtained from absorption spectra, against yield stress in bending is given. Repeated yield drops were observed in compression tests of partially annealed crystals only. Amount and sign of electrical charge per unit length of dislocation has been determined. The electrical charges appearing during deformation are of opposite signs in colourless and irradiated crystals. It seems that dissociation or annihilation of colour centres when sheared by dislocations is responsible for this effect.

La déformation plastique du fluorure de lithium irradié a fait l'objet à Strasbourg d'un certain nombre de travaux, que nous avons déjà publiés [1-2-3-4-5]. Nous rappellerons seulement que les choses se sont beaucoup clarifiées à partir du moment où a été mise au point une méthode permettant d'obtenir facilement un plan de glissement isolé, dans un cristal de LiF irradié aux rayons γ et partiellement recuit.

1. Densité des dislocations. — Nous avons étudié par photoélasticité les contraintes résiduelles subsistant dans le cristal ainsi déformé. Une grosse difficulté se présente dans un cristal même cubique soumis à une contrainte, les directions principales des vibrations lumineuses ne coïncident pas avec les directions des contraintes principales. Nous avons mis au point une méthode qui permet, après avoir déterminé les intensités lumineuses transmises entre polariseurs croisés pour deux orientations différant de 45° de calculer en chaque point les valeurs σ_{11} - σ_{22} et σ_{12} du tenseur des contraintes. Ceci bien entendu suppose qu'on connaisse les constantes piézo-optiques du cristal.

Nous admettrons avec Mendelson [6] qu'à partir

d'une source de dislocations située en S des dislocations de signes mécaniques opposés se sont propagées de part et d'autre (Fig. 1). Les dislocations résiduelles créent un champ de contraintes.

FIG. 1. — Plan de glissement « isolé » dans un cristal irradié aux rayons γ .

(a) Biréfringences observées, entre polariseurs croisés, autour d'un plan de glissement, (t) zones en traction, (c) zone en compression, (b) empilement des dislocations coins correspondant aux biréfringences de la figure (a).

Pour calculer le tenseur correspondant nous avons les équations :

$$\sigma_{11} - \sigma_{22} = K_1 \sqrt{I_1/I_0} \quad \text{et} \quad \sigma_{12} = K_2 \sqrt{I_2/I_0}$$

avec :

I_0 : intensité lumineuse transmise entre polariseurs parallèles,

I_1 : intensité lumineuse entre polariseurs croisés dirigés suivant les bords du cristal,

I_2 : intensité lumineuse entre polariseurs croisés faisant un angle de 45° avec les bords du cristal.

Les axes Ox_1 et Ox_2 étant respectivement parallèle au vecteur de Burgers et perpendiculaire au plan de glissement. On peut démontrer, pour une distribution continue de dislocations, qu'au voisinage du plan de glissement $\sigma_{22} = 0$ on a alors en chaque point σ_{11} . Nye [7] a donné une formule reliant σ_{11} à la densité linéaire des dislocations le long du plan de glissement. Leibfried [8] a donné d'autre part une relation entre σ_{12} et cette densité de dislocations. En combinant ces 2 équations, il est possible de calculer σ_{12} en fonction de σ_{11} ; on obtient ainsi une courbe un peu différente de la courbe expérimentale mais ayant même allure. Nous sommes donc en droit de considérer que la théorie des dislocations s'applique au cas étudié. Partant des valeurs de σ_{11} on trouve pour la densité linéaire des dislocations (nombre de dislocations par cm) le long du glissement :

$$D(x_1) = 5 \times 10^3 \text{ cm}^{-1}.$$

Nous avons voulu comparer ces chiffres avec les résultats obtenus à partir des figures de corrosion. Le long de la trace du plan de glissement les figures sont tellement serrées, qu'on atteint la limite du pouvoir séparateur du microscope optique. En utilisant le microscope électronique nous sommes arrivés à une valeur environ 10 fois supérieure à celle obtenue à partir des contraintes. Ce résultat ne doit pas surprendre : les contraintes résiduelles en un point sont dues à la somme algébrique des dislocations de signes opposés qui s'y trouvent ; au contraire les figures de corrosion ne font pas de distinction entre les signes des dislocations.

2. Densité des défauts ponctuels. — Voyons maintenant la nature et la quantité des défauts ponctuels contenus dans nos échantillons. Les échantillons livrés par Harshaw contiennent d'après le fabricant les impuretés suivantes :

Al 3 ppm, Ca 3 ppm, Fe 2 ppm, Mg 3 ppm, Si 3 ppm, soit moins de 15 ppm de cations étrangers. Le spectre d'absorption ne révèle aucune bande dans le domaine étudié (3 000 à 200 m μ).

Quant aux effets de l'irradiation aux rayons γ on sait qu'il se produit essentiellement des centres F . Mais par recuit ces centres forment des centres plus complexes : F' , M , R_1 , R_2 , N_1 , N_2 , etc...

A l'aide de la formule de Smakula nous avons trouvé une concentration de centres F de 12×10^{17} par cm³, et 4×10^{17} pour les centres M .

Au cours de la déformation plastique, il apparaît dans les zones de glissement une anisotropie : pour $\lambda = 545 \text{ m}\mu$, l'absorption maximale se faisant pour une direction voisine de [010] quand l'effort est exercé suivant [001]. Cette bande doit correspondre à des centres complexes pour qu'ils puissent donner une anisotropie en s'orientant. La longueur d'onde correspond à peu près aux centres N_2 signalés par Kubo [9]. Nous ignorons encore leur nature exacte.

En résumé à la température ambiante les centres F sont encore les plus nombreux. Mais 40 % des centres F initiaux se sont groupés par paires en donnant des centres M . La concentration des centres plus complexes est probablement plus faible.

3. Influence de la concentration des centres F sur la limite élastique. — La figure 2 montre les résultats

FIG. 2. — Influence de la concentration des centres F sur la limite élastique des cristaux de LiF.

obtenus ; la courbe donnée par Nadeau [10] a été reproduite pour permettre la comparaison. Il semble que l'influence des centres F sur la limite élastique diminue lorsque la dose augmente. Peut-être arrive-t-on à une saturation.

La figure 3 donne l'enregistrement de la courbe contrainte-déformation d'un cristal de LiF partiellement recuit et déformé en compression à la vitesse très faible de 5 μ par mn. Au microscope on observe la coïncidence entre l'effondrement de la contrainte et l'apparition d'une bande biréfringente corres-

FIG. 3. — Allure des courbes contrainte-déformation dans un cristal de LiF irradié aux rayons γ .

pendant à une bande de glissement. Lorsque le glissement se bloque on voit que la contrainte doit atteindre à nouveau une valeur correspondant à la limite élastique supérieure avant qu'une nouvelle bande de glissement s'amorce en un autre endroit.

Le comportement est tout à fait différent de celui du cristal entièrement recuit.

4. Etude des charges électriques. — C'est l'observation du plan de glissement isolé dans un cristal irradié partiellement recuit qui nous a permis d'analyser le phénomène. La projection de poussières chargées électriquement, sur le cristal déformé permet

FIG. 4. — Répartition des charges le long d'un plan de glissement : (a) Lignes de charges positives sur (100), (b) accumulation de charges négatives au point S de (010), (c) ligne de charges négatives sur (100).

de connaître la répartition des charges qu'il porte (Fig. 4). Au point S source de dislocations, il y a une accumulation de charges négatives ; sur la face où vient aboutir le glissement, des charges positives, enfin sur la face opposée une ligne de charges négatives apparaît à la hauteur de la source.

Ces résultats s'interprètent facilement en admettant que les dislocations transportent toutes des charges positives en laissant à leur source des charges négatives.

Il importe de noter que la charge transportée par une dislocation est négative si le cristal utilisé est totalement décoloré par recuit. Dans ce cas les phénomènes observés s'inversent : la source de dislocations devient positive. Quelques essais ont été faits sur des échantillons présentant des concentrations variables en centres F pour essayer de relier cette concentration à la charge transportée par unité de longueur de dislocation.

Il fallait connaître le nombre de dislocations sorties sur une face ; le meilleur procédé est de mesurer la hauteur du gradin formé par les glissements. Quelques essais faits au microscope optique nous ont montré que le gradin avait une hauteur de l'ordre du micron. Pour faire une mesure raisonnable il faudrait utiliser un interféromètre à réflexion. En attendant nous avons pris une méthode indirecte permettant d'avoir un ordre de grandeur, ceci en comptant les figures de corrosion sur les faces latérales.

Quant aux charges électriques elles étaient recueillies par une électrode conductrice peinte sur la face et envoyées dans un électromètre à condensateur vibrant.

Pour le cristal non irradié, n'ayant pas pu obtenir de plan de glissement isolé les charges ont été prélevées sur une électrode de surface connue. La densité de dislocation était dans ce cas calculée à l'aide de la formule de Johnston et Gilman d'après le taux de déformation plastique [11]. On voit sur le tableau suivant qu'il y a une relation entre la concentration en centres F et la charge transportée pour un m/m de dislocation exprimée en $|e|$, valeur absolue de la charge de l'électron.

TABEAU

Concentration en centres F	N Dislocations	Charges sur (100)	Charges par mm de disl.
$5,9 \times 10^{17}$	$0,8 \times 10^4$	$+ 3 \times 10^8 e $	$+ 10 \times 10^3 e $
5,2	0,9	+ 2	+ 6
4,0	0,7	+ 0,5	+ 2
—	—	- 35	- 0,9

5. **Discussion.** — Abordons maintenant le problème capital de la nature des porteurs de charge.

Dans le cas des cristaux non irradiés, il semble que le facteur important soit les impuretés cationiques divalentes. Nos échantillons contiennent environ 3 ppm de Ca et autant de Mg. Ces ions vont constituer des points d'ancrage pour les dislocations. Cet ancrage sera maximal comme le signale Friedel [12] lorsqu'un cran négatif est formé vis-à-vis de chaque impureté. La charge négative que transportera la dislocation sera donc due à ces crans négatifs.

Le mouvement d'une ligne de dislocation portant ou rencontrant des centres F , par suite de l'énergie mise en jeu, amènera la dissociation de nombreux centres F , l'électron étant libéré de la lacune ; celle-ci devient positive. La ligne de dislocation portera donc une charge résultant de l'addition algébrique des charges négatives dues aux crans et des charges positives dues aux lacunes. En soumettant le cristal à des irradiations de plus en plus intenses, la charge transportée, d'abord négative devient de plus en plus positive.

Les électrons abandonnés à la source des dislocations vont se fixer sur des défauts en particulier sur les impuretés cationiques divalentes. On se rappellera que cette association constitue un centre Z . Suivant une autre hypothèse ils se fixeraient sur des centres F qui deviendraient alors F' .

La destruction des centres F au cours de la déformation plastique doit s'accompagner de l'émission d'un photon. Nous avons effectivement constaté et photographié une émission de lumière se produisant lors de la déformation, sur les plans de glissement.

En ce qui concerne les centres Z dont nous admettons la formation, les spectres d'absorption ne nous ont encore apporté aucune certitude. Peut-être la bande à 545 m μ doit-elle leur être attribuée ?

Bibliographie

- [1] DUPUY (C. H. S.), SCHAEFFER (B.) et SAUCIER (H.), *C. R. Acad. Sc. Paris*, 1965, **260**, p. 4481-4484.
- [2] SCHAEFFER (B.), DUPUY (C.) et SAUCIER (H.), *Phys. Stat. Sol.*, 1965, **9**, p. 753-765.
- [3] SCHAEFFER (B.), DUPUY (C.) et SAUCIER (H.), *C. R. Acad. Sc. Paris*, (1965, **261**, p. 5424-5427.
- [4] DUPUY (C. H. S.), *Bull. Soc. Franç. Minéral. Cristal.*, 1965, **88**, p. 533-568.
- [5] DUPUY (C. H. S.) et SCHAEFFER (B.), *Proceed. British Ceram. Soc.* t. 6, Juin 1966.
- [6] MENDELSON (S.), *J. Appl. Physics*, 1961, **32**, p. 1999.
- [7] NYE (J. F.), *Proceed. Roy. Soc.*, 1949, A **200**, p. 47.
- [8] LEIBFRIED (G.), *Z. Physik*, 1951, **130**, p. 214.
- [9] KUBO, *J. Phys. Soc. Japan*, 1961, **16**, p. 2294.
- [10] NADEAU, *J. Appl. Physics*, 1962, **33**, p. 3480-3486.
- [11] JOHNSTON (W. G.) et GILMAN (J. G.), *J. Appl. Physics*, 1959, **30**, p. 129.
- [12] FRIEDEL (J.), *Dislocations in Solids*, Pergamon Press, 1965.