



HAL
open science

INFLUENCE DES DÉFAUTS CRÉÉS PAR UNE IRRADIATION NEUTRONIQUE A 80 °K SUR LES MODULES ÉLASTIQUES ET LE FROTTEMENT INTÉRIEUR DU MAGNÉSIUM

J. Hillairet, E. Bonjour, J.-P. Poirier

► **To cite this version:**

J. Hillairet, E. Bonjour, J.-P. Poirier. INFLUENCE DES DÉFAUTS CRÉÉS PAR UNE IRRADIATION NEUTRONIQUE A 80 °K SUR LES MODULES ÉLASTIQUES ET LE FROTTEMENT INTÉRIEUR DU MAGNÉSIUM. Journal de Physique Colloques, 1971, 32 (C2), pp.C2-31-C2-37. 10.1051/jphyscol:1971205 . jpa-00214531

HAL Id: jpa-00214531

<https://hal.science/jpa-00214531>

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.

INFLUENCE DES DÉFAUTS CRÉÉS PAR UNE IRRADIATION NEUTRONIQUE A 80 °K SUR LES MODULES ÉLASTIQUES ET LE FROTTEMENT INTÉRIEUR DU MAGNÉSIMUM

J. HILLAIRET

C. E. N., Grenoble, Service de Physique du Solide et de Résonance Magnétique

E. BONJOUR

C. E. N., Grenoble, Service de Physico-chimie et Basses Températures

J.-P. POIRIER

C. E. N., Saclay, Section de Recherches de Métallurgie Physique

Résumé. — Nous avons étudié les défauts produits par l'irradiation neutronique du magnésium à 80 °K au moyen de mesures de frottement intérieur et de module dynamique. La détermination de ces grandeurs a été faite à l'aide d'un pendule de torsion et d'un appareil à lame vibrante.

L'irradiation provoque un abaissement des modules élastiques. Cet abaissement est d'autant plus important que la dose neutronique est élevée, et atteint — 4 % à saturation pour le module d'Young et — 7 % pour le module de cisaillement. Ces effets sont discutés dans le cadre des différents modèles de l'effet élastique en volume, ainsi qu'en utilisant le concept de « déformabilité » d'un défaut ponctuel. On décrit également l'évolution du frottement intérieur et du module lors du recuit après irradiation. Les renseignements obtenus sont utilisés pour préciser l'interprétation des stades de guérison mis en évidence dans le magnésium par d'autres techniques, comme la résistivité électrique et l'énergie libérée.

Abstract. — The defects produced in magnesium by neutron irradiation at 80 °K have been studied by means of internal friction and dynamic modulus measurements. Both torsional and flexural vibrations have been used for this study.

The elastic moduli are markedly decreased by irradiation ; the fractional change amounts to about — 4 % at saturation for Young modulus and reaches — 7 % for the shear modulus. These effects are discussed within the frame of the various models proposed for the elastic bulk effect, as well as in terms of « deformability » of a point defect. The annealing behavior of the internal friction and moduli is also presented. The corresponding informations are used to reanalyse the recovery stages observed in magnesium by other techniques, such as electrical resistivity and stored energy.

La mesure du frottement intérieur et des modules élastiques des matériaux irradiés fournit habituellement des précisions intéressantes sur les caractéristiques des défauts ponctuels créés par l'irradiation et sur les interactions entre ces défauts et les dislocations. Nous avons effectué ces déterminations pour le magnésium irradié aux neutrons à 80 °K. Ce travail vient en complément d'une étude plus générale des défauts ponctuels dans ce métal, réalisée en faisant appel à d'autres techniques comme la résistivité électrique, l'énergie libérée ou la microscopie électronique [1, 2, 3, 4]. Il porte une attention toute particulière aux variations des modules élastiques induites par la présence de défauts ponctuels dans un réseau sans dislocations, variations souvent désignées sous le vocable d'effet élastique en volume.

1. Conditions expérimentales. — Le frottement intérieur et le module de cisaillement dynamique ont été mesurés à l'aide d'un pendule de type inversé fon-

ctionnant entre 80 et 500 °K, et permettant le montage des échantillons à la température de l'azote liquide. Cet appareil qui a déjà été décrit [5] est équipé d'un dispositif permettant l'enregistrement automatique des données principales : température, période, élongation [6]. Un programme délivre pour chaque point expérimental le frottement intérieur, le module dynamique, la température et l'amplitude moyenne de mesure. Ces informations sont recueillies en général au cours de montées linéaires de température effectuées à la vitesse de 1 degré par minute.

Nous avons également utilisé pour la mesure du module d'Young un appareil à lame vibrante. La méthode de mesure consiste à exciter l'échantillon à distance par un champ électrique variable, à détecter les variations induites à l'aide d'un capteur constitué d'une ligne hyperfréquence dont l'impédance de charge est modifiée par le mouvement de l'échantillon [7]. Avec cet appareillage, un essai normalement conduit consiste en une mesure initiale des fréquences de

résonance de l'échantillon non irradié, l'ensemble support + échantillon est ensuite soumis à l'irradiation à froid (80 °K), monté à froid dans l'installation de mesure et enfin recuit de façon contrôlée, les fréquences de résonance étant mesurées en permanence lors du recuit et pouvant l'être aussi à une température de référence après chaque recuit.

Selon le cas, les échantillons sont des fils de 1 mm de diamètre et de 8 cm de longueur utile, ou des lames de 1 mm × 5 mm × 70 mm. Ils sont tous recuits avant l'irradiation pendant deux heures à 450 °C en atmosphère d'argon. Deux qualités de magnésium ont été étudiées :

— magnésium bisublimé (99,95 %) dont les principales impuretés sont le manganèse (300 p. p. m.), le fer (96 p. p. m.), le zinc (33 p. p. m.) et le cuivre (22 p. p. m.). Le rapport de résistivité $R_{300\text{ °K}}/R_{4,2\text{ °K}}$ est de 60,

— magnésium de fusion de zone, de pureté nominale de 99,997 %, présentant un rapport de résistivité supérieur à 230.

2. Effets observés à la température de l'irradiation.

— D'une manière générale, après irradiation par des particules énergiques, on observe, tant en frottement intérieur qu'en module élastique, des effets dus à l'interaction entre les dislocations et les défauts créés par l'irradiation. La présence de ces points d'épinglage supplémentaires réduit la vibration des arcs de dislocation et retarde leur désancrage, ce qui a pour effet d'abaisser le frottement intérieur correspondant. Il en résulte également une réduction de la contribution des dislocations à la déformation, et par suite une augmentation de module élastique.

Dans le magnésium irradié, nous observons effectivement cet effet d'ancrage, qui se manifeste par l'abaissement du frottement intérieur et par l'augmentation du seuil de désépinglage (Fig. 1). Par contre, il n'y a pas augmentation du module, mais au contraire, l'effet inverse, dont l'amplitude augmente avec la dose

neutronique. A saturation, l'abaissement de module est d'environ 4 % pour le module d'Young (Fig. 2) et atteint 7 % pour le module de cisaillement (Fig. 3). Cet *abaissement global des modules élastiques* résulte vraisemblablement de la superposition de deux (ou plusieurs) contributions de signe contraire, que nous allons discuter.

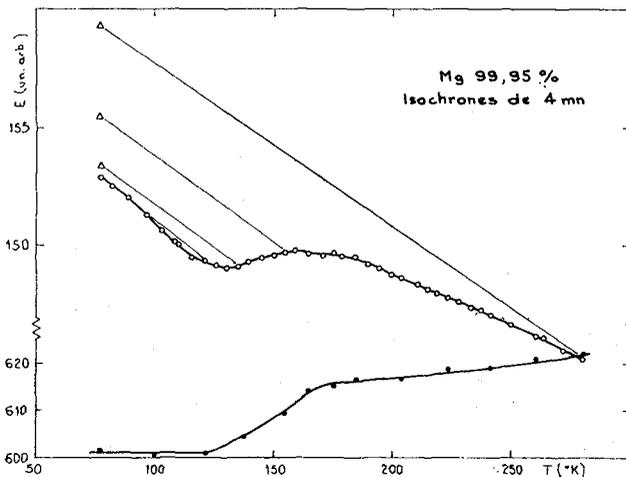


FIG. 2. — Module d'Young dynamique mesuré par la méthode de la lame vibrante :
 ○ mesures à la température de l'isochrone ;
 ● mesures à 78 °K.

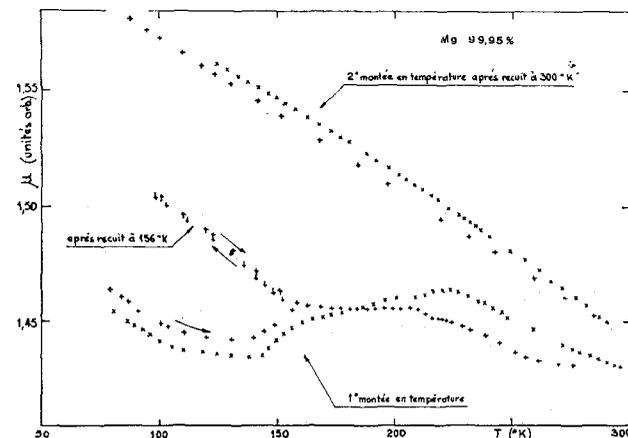


FIG. 3. — Variation avec la température du module de cisaillement dynamique :
 × $4,3 \times 10^{18}$ n. rap./cm² ;
 + $1,4 \times 10^{19}$ n. rap./cm².

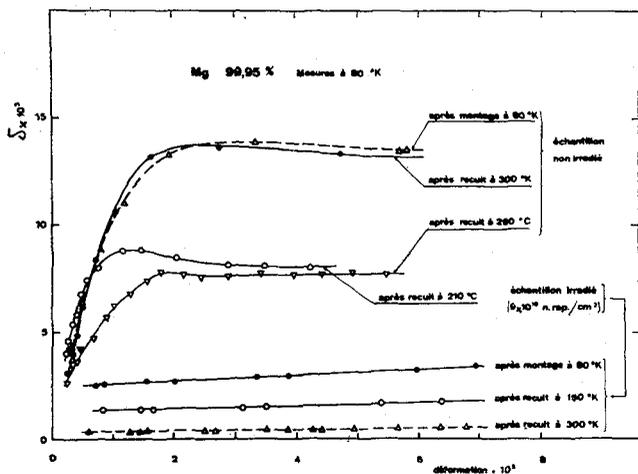


FIG. 1. — Variation du frottement intérieur à 80 °K en fonction de l'amplitude de mesure.

Indépendamment de l'effet d'épinglage des dislocations, la présence de défauts ponctuels dans une matrice peut influencer le module dynamique, soit par un effet anélastique, soit par un effet élastique en volume.

La contribution d'origine anélastique existe lorsqu'il y a réorientation induite par la contrainte de défauts de symétrie inférieure à celle du réseau. Elle se traduit par un abaissement du module dynamique, égal à la différence entre le module non relaxé et le module

relaxé. Cet abaissement se produit lorsque la température de mesure est suffisante pour activer thermiquement le processus anélastique. Plus précisément, le calcul montre que la variation de module associée à un pic de relaxation de hauteur δ est donnée par $\Delta M/M = 2 \delta/\pi$.

La variation du module que nous observons à saturation, soit 7 %, impliquerait donc l'existence, au-dessous de 80 °K, de pics de relaxation dont la hauteur totale serait supérieure à 10^{-1} . Bien qu'aucune étude de frottement intérieur n'ait été effectuée au-dessous de cette température dans le magnésium irradié, il est difficile d'admettre l'existence de pics aussi importants, et qui de plus, devraient rester stables, jusqu'à la température où ces effets de module se recuisent, c'est-à-dire, vers 140 °K. La variation de module que nous observons est donc trop élevée pour être expliquée dans sa totalité par un éventuel effet anélastique.

En ce qui concerne l'effet élastique en volume, de nombreux modèles ont été proposés. On peut les classer en trois catégories, selon qu'ils utilisent un traitement atomistique ou purement élastique, ou qu'ils font appel à la thermodynamique. En fait, l'effet élastique en volume est la résultante de contributions multiples et complexes, que nous essaierons de définir et de chiffrer.

1. Le traitement atomistique consiste à calculer les constantes élastiques d'un cristal contenant des défauts à partir des modifications du potentiel interatomique induites localement par la présence de ces défauts. Le calcul a été effectué dans le cas du cuivre par Dienes [8] : après avoir choisi pour le matériau idéal un potentiel approprié, il recalcule le potentiel moyen par atome, tel qu'il apparaît modifié par la création ou la suppression des liaisons entre le défaut et ses premiers voisins. Les constantes élastiques apparaissent comme les dérivées secondes de ce potentiel par rapport à la déformation. Compte tenu de la relaxation qui se produit autour du défaut, et dont la valeur est obtenue en minimisant l'énergie potentielle du système, Dienes trouve que les lacunes abaissent le module d'une quantité de l'ordre de 1 % par % at. Par contre, les interstitiels influencent les constantes élastiques de façon bien plus importante : il s'agirait d'une augmentation et cette augmentation se situerait entre 5 % et 10 % par % at.

2. Une lacune ou un interstitiel affectant localement les potentiels interatomiques, on peut admettre que les constantes élastiques du matériau sont modifiées au voisinage du défaut. Un petit volume autour de celui-ci peut alors être assimilé à une inclusion de constantes élastiques différentes de celles de la matrice. D'autre part, la présence d'un défaut dans un réseau cristallin distord celui-ci. A des distances du défaut assez grandes pour que la distorsion puisse être analysée élastiquement, on peut parler d'un champ de déformation élastique associé au défaut.

Les deux remarques ci-dessus sont à la base de tous les modèles qui se proposent de prédire par la théorie de l'élasticité, l'effet élastique en volume des défauts ponctuels. Nabarro [9] a proposé d'estimer cet effet en utilisant le modèle très simple qui consiste à assimiler une lacune à un trou sphérique dans le continuum élastique et un interstitiel à une inclusion plus dure que la matrice.

Les calculs avaient déjà été effectués [10], [11], [12] pour étudier l'influence d'hétérogénéités sur les modules d'un solide élastique. Pour calculer les variations de la compressibilité, par exemple, on compare la réponse en déformation d'une sphère pleine, homogène, à celle d'une sphère contenant au centre une inclusion sphérique plus dure ou bien, un trou sphérique, les deux sphères étant soumises à une pression hydrostatique égale. On estime par une méthode analogue la variation du module de cisaillement μ . Le résultat du calcul dépend, bien sûr, du choix effectué pour le volume et les constantes élastiques de l'inclusion. Par exemple, pour des lacunes de compressibilité infinie et de rayon égal au rayon atomique, on obtient :

$$\frac{\Delta K}{K} = -3 \% \text{ et } \frac{\Delta \mu}{\mu} = -1,9 \% \text{ par \% at.}$$

et pour des interstitiels de compressibilité nulle et de rayon égal à 1,5 fois le rayon atomique

$$\frac{\Delta K}{K} = +5 \% \text{ et } \frac{\Delta \mu}{\mu} = +7,4 \% \text{ par \% at.}$$

Mais un modèle plus complet doit, on l'a vu, représenter le défaut comme une hétérogénéité élastique qui, de plus, crée un champ de déformation à longue distance dans la matrice. Ceci introduit dans le solide une énergie élastique emmagasinée supplémentaire et modifie, de ce fait, les constantes élastiques.

On considère donc une sphère élastique homogène de rayon R et pour simuler le défaut, on creuse au centre de cette sphère un trou sphérique de rayon a , dans lequel on insère une sphère de rayon a' , différente de a et de constantes élastiques différentes de celles de la matrice ; on recolle les deux sphères l'une à l'autre, et on laisse la surface de contact prendre un rayon d'équilibre b , tel que l'énergie élastique emmagasinée de part et d'autre de cette surface soit minimum ; le champ de déplacement créé par ce centre de dilatation a pour valeur dans un milieu infini $u_{\infty} = c(r/r^3)$ où u est le vecteur déplacement, r la distance au centre du défaut, et c , la force du champ de déplacement. Ce modèle dit de la « sphère dans le trou » est le seul qui donne un déplacement à symétrie sphérique qui satisfasse aux équations de l'élasticité et qui n'augmente pas avec r . Le champ de déplacement ne produit pas de dilatation dans un volume ne contenant pas le défaut, mais il y produit, par contre, des déformations de cisaillement qui ne sont nulles qu'en moyenne. Dans un échantillon de dimensions finies, où il faut considérer des forces images

pour tenir compte de l'effet perturbateur des surfaces libres limitant le solide, Eshelby [13] a montré que ces forces images produisaient une dilatation uniforme, mais pas de cisaillement. Townsend [14] a essayé d'évaluer l'incidence de ces déformations sur les constantes élastiques. Il montre que l'effet de la dilatation associée aux forces images est faible, et en général, plus petit que l'effet d'hétérogénéité élastique. En effet, les forces images qui sont la principale raison de la dilatation, produisent sur les constantes élastiques un effet très semblable à celui d'une pression hydrostatique. Elles peuvent être couramment de l'ordre de 10 kibars par % at. de défauts ; ceci ne produit sur les constantes élastiques que des variations de l'ordre du pour cent. D'autre part, les tentatives faites pour chiffrer la contribution associée aux effets de cisaillement [14], ne permettent d'en déterminer ni le signe, ni l'importance et montrent seulement que l'effet est probablement très sensible à la forme du potentiel interatomique et aux caractéristiques des distorsions locales. Ces distorsions sont sans doute particulièrement importantes dans le cas de l'interstitiel, et il est possible qu'elles puissent même modifier le signe de l'effet global dû à l'interstitiel.

3. Récemment, Holder et Granato [15] ont calculé l'effet en volume des défauts sur le module de rigidité, par une méthode thermodynamique. Ils sont partis du principe que, si l'on connaît l'énergie libre du cristal contenant des défauts, on peut en déduire ses propriétés thermodynamiques, et en particulier, son module de rigidité. Bien entendu, l'expression de l'énergie libre du cristal imparfait ne peut être connue que si l'on dispose d'un modèle permettant de prévoir l'énergie introduite par la présence du défaut.

Holder et Granato utilisent le modèle de la « sphère dans le trou » en élasticité non linéaire. En fait, les calculs sont effectués en élasticité linéaire et on introduit la non-linéarité en utilisant des constantes élastiques variant avec la température et la pression.

Ces auteurs concluent que les effets en volume doivent être très faibles, sinon indiscernables dans les métaux comme l'aluminium, le cuivre, l'argent et l'or.

En résumé, les modèles présentés sont en désaccord aussi bien sur le signe que sur l'importance des effets de module qu'il faut attendre de la présence de paires de Frenkel dans un métal. Cependant, l'effet prévu ne dépasse jamais quelques pour cent par pour cent de paires de Frenkel. Dans le magnésium, où les concentrations de défauts à saturation sont de l'ordre de 2×10^{-3} [3], l'importance de la variation de module observée, soit 7 %, ne peut pas être expliquée dans le cadre des modèles classiques de l'effet élastique en volume, encore qu'une possibilité d'interprétation subsiste si l'on fait intervenir les déformations de cisaillement accompagnant les atomes interstitiels.

Les modèles précédents se proposaient d'expliquer une variation avec la teneur en défauts des constantes élastiques, lesquelles caractérisent les propriétés élas-

tiques intrinsèques du matériau, indépendamment du régime de contrainte auquel le solide est soumis. Or, pour mesurer macroscopiquement un module élastique, on applique à l'échantillon une contrainte extérieure et on suit le déplacement de la surface de l'échantillon, en fonction de la contrainte appliquée ; le module est alors donné par la valeur de la pente de la courbe contrainte-déformation. On sait bien que, si la déformation n'est pas purement élastique (déformations plastique ou anélastique), le module que l'on mesure est inférieur au module élastique intrinsèque.

König [16] émet l'hypothèse que, même en l'absence de déformation plastique ou anélastique, il se peut que le *module macroscopique mesuré* ne corresponde pas au *module élastique intrinsèque* du matériau.

En effet, si la zone du réseau voisine du défaut se polarise élastiquement dans la direction de la contrainte, (c'est-à-dire en fait, si l'on considère que le défaut est déformable et se relaxe sous la contrainte appliquée) on a une déformation locale plus forte que la déformation élastique du réseau parfait. Ceci augmente la réponse élastique de l'échantillon et le module apparent peut être très abaissé.

Melngailis [17] a calculé l'effet d'une telle « déformabilité » des défauts sur le module macroscopique. Il a utilisé un modèle élastique de « sphère dans le trou » en admettant que l'inclusion sphérique peut prendre une forme ellipsoïdale dans un champ de contrainte uniforme constant. L'excentricité de l'ellipsoïde déformé est celle qui minimise l'énergie emmagasinée totale. Celle-ci est la somme de l'énergie élastique de déformation dans le solide et dans l'inclusion, et de l'énergie d'interaction de l'inclusion déformable avec le champ de contrainte. Un changement de forme, même faible, du défaut est ainsi susceptible d'entraîner des variations de module importantes. Ainsi, dans le cuivre, si les interstitiels se déforment de 0,5 %, il en résulte un abaissement du module supérieur à 100 % par % d'interstitiels. Melngailis explique ainsi la variation de module de - 18 % observée à saturation dans le cuivre bombardé à 30 °K avec des particules α [16]. Il est bien évident que notre résultat expérimental peut être également expliqué facilement, tant en signe qu'en ordre de grandeur, si l'on admet ce concept de déformabilité.

De toutes façons, l'alternative subsiste entre, d'une part, une variation effective des constantes élastiques, d'autre part, un effet de module apparent. Pour trancher, il faudrait évidemment connaître l'influence de l'irradiation sur les constantes élastiques du magnésium. Nous envisageons d'effectuer cette détermination en mettant en œuvre une méthode d'étude de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans le matériau irradié.

Il convient de remarquer que toutes les estimations précédentes concernent des défauts isolés. En fait, les effets que nous observons à saturation correspondent à des concentrations de défauts de l'ordre de 10^{-3} , de sorte que, dans nos conditions expérimentales, les

interactions entre défauts élémentaires ne sont sans doute pas négligeables. L'examen en microscopie électronique de lames minces irradiées à 80 °K à une dose de 5×10^{18} n.rap./cm² révèle effectivement la présence de nombreux points noirs [18]. L'existence de ces petits agglomérats d'interstitiels ne devrait toutefois pas modifier de façon radicale les conclusions précédentes.

3. Etude du recuit des défauts d'irradiation. — On s'intéresse plus spécialement à deux domaines de température associés d'une part au stade III mis en évidence par des mesures de résistivité et d'énergie libérée, d'autre part, à une restauration qui se produit au-dessus de la température ambiante, et qui a également été étudiée à l'aide de la microscopie électronique [3].

ZONE DE RESTAURATION ASSOCIÉE AU STADE III. — Les études antérieures ont montré que, dans le magnésium, le stade III se situe entre 90 et 170 °K et qu'il

se décompose en deux sous-stades (Fig. 4). Pour les doses neutroniques élevées, ces sous-stades sont centrés sur 120 et 140 °K environ. Dans ce domaine de température, nous observons des effets importants, tant en frottement qu'en module.

Les figures 2 et 3 montrent en particulier, que l'effet de module observé à la température de l'irradiation se restaure en grande partie au cours du stade III. Plus exactement, la restauration est seulement amorcée au cours du sous-stade III A, et elle se développe surtout au cours du sous-stade III B. Pour essayer d'interpréter ces résultats, nous retiendrons que l'irradiation a conduit, à 80 °K, à la formation d'amas. La situation la plus plausible consiste à considérer que ce sont des défauts de type lacunaire qui deviennent mobiles au cours du stade III, autrement dit, que tous les interstitiels se sont recuits ou agglomérés pendant l'irradiation. Le défaut mobile en III A serait la bilacune, puisqu'il convient alors d'attribuer le stade III B à la migration des monolacunes. Les bilacunes peuvent s'éliminer sur des surfaces, s'agglomérer ou encore épinglez des dislocations. L'augmentation de module correspondante doit être petite, si l'on tient compte d'une part de la faiblesse de l'effet élastique en volume associé aux lacunes, d'autre part, du degré de saturation déjà atteint en matière d'ancrage. On pourrait penser que cette réorganisation des bilacunes devrait également s'accompagner d'une annihilation sur les amas interstitiels et provoquer ainsi un recuit important du module. Mais ce mécanisme intervient sans doute peu, car, lors de leur agglomération à 80 °K, les interstitiels, en étant drainés vers les embryons d'amas, recuisent une grande partie des bilacunes (et des lacunes) existant à proximité de celui-ci, provoquant ainsi localement la formation d'une zone appauvrie en défauts lacunaires. Les bilacunes qui subsistent se situent donc en majorité loin des amas et possèdent une beaucoup plus grande probabilité de rencontrer d'autres lacunes et de former un germe d'amas lacunaire, que d'atteindre un amas de type interstitiel.

Les amas d'interstitiels formés à la température de l'irradiation existent donc encore à la fin de III A. Par suite, la remontée importante de module observée au cours du sous-stade III B est sans doute due à la dissolution d'une partie de ces amas. Cette dissolution est produite par l'arrivée de lacunes qui peuvent, à ces températures, migrer sur de grandes distances, contrairement à ce qui se produisait en III A, où les bilacunes coalescent par réorganisation locale. La remontée de module est en tout cas trop importante pour être expliquée par une élimination de lacunes sur des puits (surfaces, dislocations) ou par leur agglomération. Elle aurait pu s'expliquer par un renforcement de l'ancrage des dislocations si l'on n'avait déjà atteint la saturation.

Dans cette même zone de température associée au sous-stade III B, on observe une importante anomalie de frottement intérieur. Les figures 5 et 6 présentent

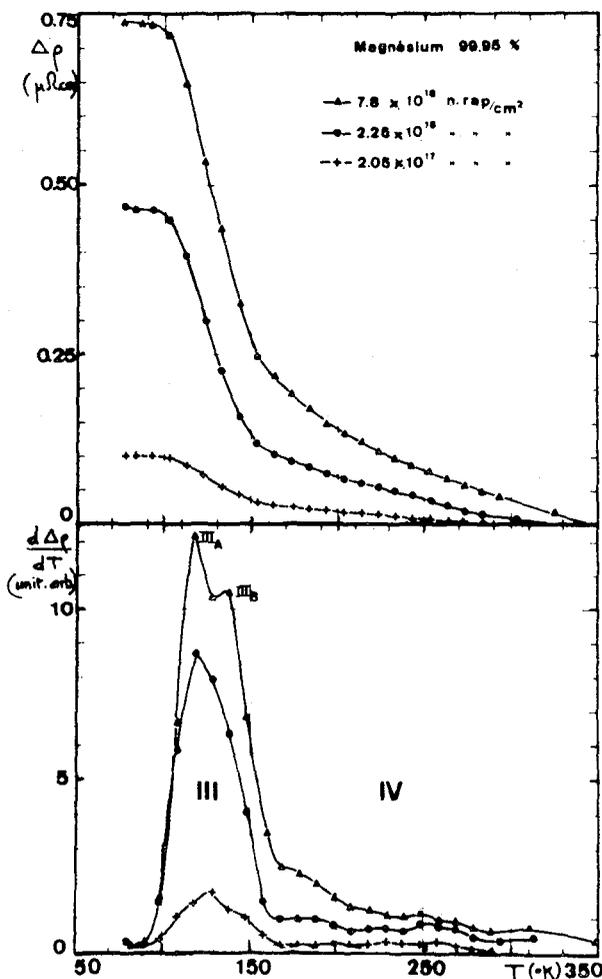


FIG. 4. — Restauration de la résistivité électrique du magnésium après irradiation par des neutrons à 80 °K. Courbes de recuits isochrones pour différents flux intégrés et courbes dérivées correspondantes [3].

les courbes caractéristiques obtenues pour les échantillons irradiés à des doses supérieures à 4×10^{18} n. rap./cm².

1. A la fréquence de 0,4 Hz, le frottement présente deux maxima (Fig. 5) qui se situent vers 130 °K et 145 °K. Par contre, à une fréquence un peu plus élevée de 2,7 Hz, on obtient un pic simple, qui a la forme d'un pic de Debye (Fig. 6). La largeur à mi-hauteur conduit à une énergie d'activation de 0,2 eV environ.

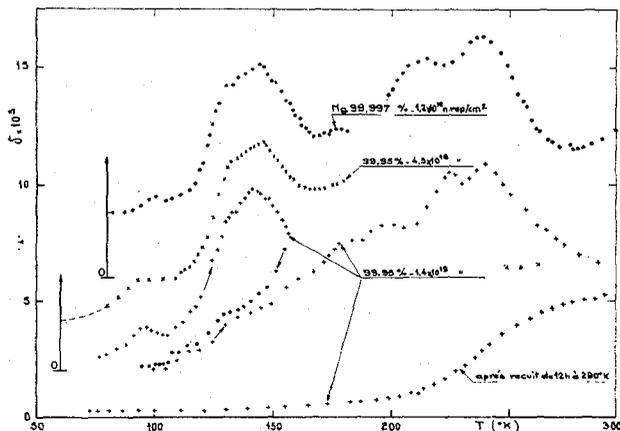


FIG. 5. — Variation du frottement intérieur en fonction de température à la fréquence de 0,4 Hertz. Les différentes courbes ont été décalées verticalement pour rendre plus claire la présentation.

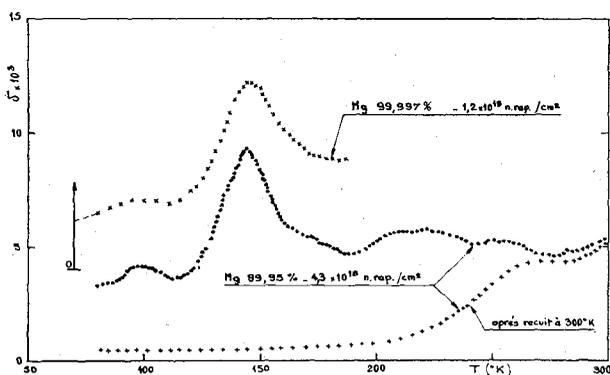


FIG. 6. — Variation du frottement intérieur en fonction de la température à la fréquence de 2,7 Hertz.

2. Cependant, ces effets, quelle que soit la fréquence, se recuisent à la température où on les observe, ce qui hypothèque l'estimation précédente. Il est donc également impossible d'obtenir une énergie d'activation au moyen d'un déplacement en fréquence. Il ne s'agit peut-être pas de pics vrais, puisqu'on n'observe pas de maximum, lorsqu'on fait la mesure à température décroissante (Fig. 5).

3. Une autre caractéristique intéressante de cette anomalie est la variation de son amplitude en fonction de la dose. Elle est pratiquement inexistante, dans les échantillons irradiés à des doses faibles, inférieures à

2×10^{17} ; inversement, son amplitude n'augmente plus pour les doses neutroniques supérieures à 4×10^{18} . Il faut par ailleurs signaler sa bonne reproductibilité tant en amplitude qu'en position pour une dose neutronique donnée.

4. Ces effets ne semblent pas liés à la présence d'impuretés dans le magnésium étudié, puisqu'ils sont les mêmes pour le matériau contenant 500 p. p. m. d'impuretés et pour celui à 30 p. p. m. (Fig. 5 et 6).

Pour étudier leur dépendance de l'amplitude, ces pics ont été tracés à différents niveaux de vibration. Dans la gamme des déformations utilisées, c'est-à-dire entre 1 et 6×10^{-5} , le frottement ne dépend pas de l'amplitude.

Ces « pics » se déformant lorsqu'on fait varier la fréquence et se recuisant à la température où on les observe, il n'est pas possible de déterminer s'ils sont activés thermiquement. Par suite, il est difficile de préciser le mécanisme physique responsable de cette anomalie de frottement. Il est possible que cet effet soit similaire à celui trouvé au-dessus de la température ambiante, lequel peut être associé sans ambiguïté à la dissolution de petits amas.

RESTAURATION AU-DESSUS DE LA TEMPÉRATURE AMBIANTE. — Nous ne discuterons pas le domaine intermédiaire situé entre la fin du stade III et l'ambiante. Ce domaine correspond sans doute au dépiéage thermique des lacunes. Le recuit des défauts dépiégés peut se faire par annihilation sur des amas d'interstitiels, ce qui prolonge la restauration du module observé en III B (Fig. 2 et 3), ou par agglomération sur des amas de lacunes.

Au-dessus de la température ambiante, on observe une anomalie importante de frottement qui apparaît sur la branche ascendante du pic de joints de grains. (Fig. 7) Ce frottement se produit dans une zone de tem-

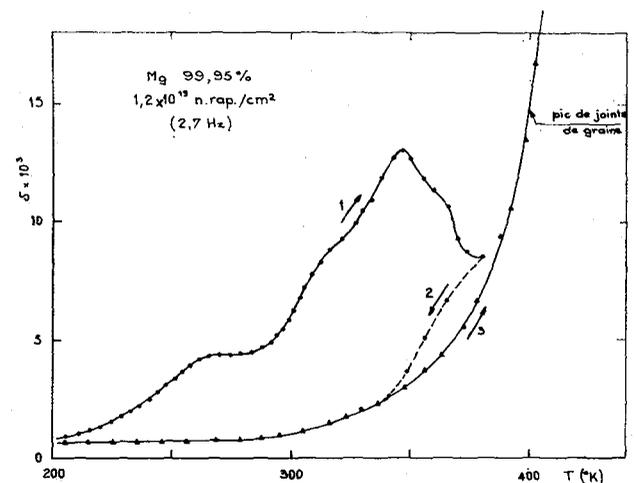


FIG. 7. — Frottement intérieur après recuit prolongé à la température ambiante :

1. première montée linéaire de température ;
2. refroidissement après montée à 380 °K.
3. deuxième montée linéaire.

pérature où l'on sait que tous les défauts isolés produits par l'irradiation sont recuits. Par contre, la microscopie montre qu'il existe encore des points noirs à ces températures. Ces points noirs ont été observés sur des échantillons irradiés dans l'état massif, puis recuits à la température ambiante et amincis [19]. La taille de ces amas est très faible et ne permet pas leur identification, mais on peut voir qu'ils se recuisent entre 80 et 110 °C. L'anomalie de frottement se recuit précisément dans ce même domaine de température, ce qui indique clairement qu'elle est associée à la dissolution de ces points noirs. Le mécanisme est peut-être le même qu'au cours du stade III B, bien que cette fois, contrairement à ce qui se passe dans le stade III B, le module ne présente pas de variation importante. Cette différence suggère qu'il ne s'agit plus cette fois uniquement d'amas de type interstitiel, mais peut-être d'une population mélangée d'amas des deux types, interstitiel et lacunaire.

D'autre part, l'épinglage des dislocations induit par l'irradiation persiste au-delà de ce recuit des points noirs, et même au-delà de la température de recristallisation repérée par le pic de joints de grains [20], puisqu'il faut chauffer jusque vers 200 °C pour obtenir la désancrage. On peut difficilement attribuer cet épinglage à des défauts d'irradiation, même si l'énergie

de liaison entre ces défauts et les dislocations est élevée. Il est possible que cet ancrage soit dû à des atomes étrangers formés par réaction nucléaire à partir des impuretés présentes dans le matériau utilisé [20].

Conclusion. — Nous venons de voir que les défauts créés par l'irradiation à 80 °K modifient de façon sensible le frottement intérieur et les modules élastiques du magnésium. On retiendra en particulier que, pour des doses neutroniques élevées, les modules diminuent, et que cette diminution peut atteindre 7 % dans le cas du module de cisaillement.

Il est possible que, pour l'essentiel, cet abaissement du module soit lié aux distorsions du réseau induites par la présence d'atomes interstitiels susceptibles d'entraîner une modification locale importante des constantes élastiques. Il existe une autre interprétation, basée sur le concept de « déformabilité » d'un défaut ponctuel, qui suggère que les effets observés sont des effets apparents, inhérents à la méthode de mesure des modules élastiques macroscopiques. Seule la détermination des constantes élastiques du magnésium irradié pourrait permettre de choisir entre ces deux interprétations. Cette étude est en cours par mesure de la vitesse de propagation du son dans le matériau considéré.

Bibliographie

- [1] DELAPLACE (J.), HILLAIRET (J.), NICOUDE (J. C.), SCHUMACHER (D.) et VOGL (G.), *Phys. Stat. Sol.*, 1968, **30**, 119.
- [2] NICOUDE (J. C.), DELAPLACE (J.) et SCHUMACHER (D.), *Physics Letters*, 1968, **28 A**, 2.
- [3] NICOUDE (J. C.), Thèse, Paris, 1970.
- [4] HILLAIRET (J.), MAIRY (C.), ESPINASSE (J.), LEVY (V.), *Acta Metallurgica*, 1970, **18**; 1285.
- [5] HILLAIRET (J.), TRABUT (L.), LE DIOURON (R.), Rapport C. E. A., R. 4033, 1970.
- [6] MARTIN (G.), DELAPLACE (J.) et HILLAIRET (J.), Note C. E. A. 535, 1965.
- [7] LE DIOURON (R.), Thèse Grenoble, 1969.
- [8] DIENES (G. J.), *Phys. Rev.*, 1952, **86**, 228 et 1952, **87**, 666.
- [9] NABARRO (F. R. N.), *Phys. Rev.*, 1952, **87**, 665.
- [10] BRUGGEMANN (B. A. G.), *Ann. Phys.*, 1937, **29**, 160.
- [11] MAC KENZIE (K.), *Proc. Roy. Soc.*, 1960, **B 63**, 1.
- [12] ESHELBY (J. D.), *Act. Met.*, 1955, **3**, 487.
- [13] ESHELBY (J. D.), *J. Appl. Phys.*, 1954, **25**, 255.
- [14] TOWNSEND (J. R.), DICARLO (J. A.), NIELSEN (R. L.) et STABELL (D.), *Acta Met.*, 1969, **17**, 425.
- [15] HOLDER (J.), GRANATO (A. V.), *Phys. Rev.*, 1969, **182**, 729.
- [16] KONIG (D.), VOLKL (J.) et SCHILLING (W.), *Phys. Stat. Sol.*, 1964, **7**, 577 et **7**, 591.
- [17] MELNGAILIS (J.), *Phys. Stat. Sol.*, 1966, **16**, 247.
- [18] BOURRET (A.), Communication privée.
- [19] LEVY (V.), Communication privée.
- [20] DELAPLACE (J.), NICOUDE (J. C.), TRABUT (L.), *J. Mat. Nucl.*, 1970, **34**, 1369.