FROTTEMENT INTÉRIEUR ET MICRODÉFORMATION DANS LE FER CHARGÉ EN HYDROGÈNE

J. San Juan, G. Fantozzi, C. Esnouf, F. Vanoni* et A. Bernalte**

Groupe d'Etudes de Métallurgie Physique et de Physique des Matériaux (LA 341), I.N.S.A., Bât. 502, 69621 Villeurbanne Cedex, France

**C.E.N. Grenoble, D.R.F., 85 X, 38041 Grenoble Cedex, France*

***Dpto Electricidad y Magnetismo U.N.E.D., Apdo 50487 Madrid, Espagne*

Résumé - Nous avons étudié le comportement du pic de Snoek-Köster dû à l'hydrogène dans le fer pur. Les deux composantes haute température et basse température du pic sont attribuées à la création de doubles décrochements sur les dislocations non-vis contrôlé par la diffusion des atomes ou des amas d'hydrogène.

Abstract - The behaviour of the Snoek-Köster peak due to hydrogen in pure iron has been studied. The two components of the peak at high and low temperatures are attributed to the double-kink generation on non-screw dislocations in the presence of core mobile hydrogen atoms or clusters.

I - INTRODUCTION

L'article de revue de Hirth (1) en 1980 pose bien le problème du pic de Snoek-Köster dû à l'hydrogène S-K(H) dans le fer. Les résultats de frottement intérieur obtenus jusqu'à cette période (2-5), montraient un seul pic complémentaire du pic α , qui se déplaçait fortement vers les basses températures avec la température de recuit. Pourtant, les énergies d'activation mesurées étaient distribuées autour de deux valeurs : 0.21 eV et 0.32 eV.

Cette dispersion apparente des énergies d'activation est maintenant comprise: en effet, des résultats récents (6-9), montrent l'existence de deux composantes du pic S-K(H) ; une forte hydrogénation favorisant la composante haute température (HT) par rapport à la composante basse température (BT), (6, 8).

II - METHODE EXPERIMENTALE

Les expériences sont réalisées sur des plaquettes (0.5 x 5 x 40 mm) de Fer de haute pureté obtenu au C.E.N.G., recuit 10 h à 400°C sous hydrogène purifié (10). Un champ magnétique axial de 200 Oe est appliqué de façon à éliminer les effets du couplage magnéto-élastique.

Tous les échantillons sont préalablement bien déformés à température ambiante de 2% en traction plus 2% en torsion bidirectionnelle. Ces deux déformations permettent d'éliminer le pic β_{α} de frottement intérieur (11) et de créer les sites de piégeage de l'hydrogène lors de l'hydrogénation. Celle-ci est réalisée par électrolyse à température ambiante (5% de SO_4H_2 + CS_2) pendant 15 minutes avec un courant de 400 mA.

Les mesures de frottement intérieur sont réalisées à l'aide d'un pendule de torsion inversé équipé d'un microordinateur de table du type C.B.M. commodore 4032 (12).

III - RESULTATS EXPERIMENTAUX

Fer après hydrogénation

La Fig. 1 montre les spectres de frottement intérieur pour trois fréquences de sollicitation (1.2, 2.4 et 4.2 Hz), ainsi que la courbe de variation du module correspondant à la fréquence intermédiaire ; dans tous les cas l'amplitude de sol-

licitation est égale à $\epsilon_m = 5 \times 10^{-6}$. On peut observer clairement le décalage vers les hautes températures pour les deux composantes du pic S-K(H). Ce décalage est également mis en évidence après soustraction du fond continu selon une méthode décrite par ailleurs (13). Etant donné que la hauteur des deux composantes est indépendante de la fréquence (Fig. 2), nous avons pu déduire les énergies d'activation à partir du décalage moyen en température du flanc basse température du spectre pour la composante B.T. et du flanc haute température pour la composante H.T. Nous avons ainsi obtenu pour la composante B.T. : $E_{BT} = 0.21 \pm 0.02$ eV ; et pour la composante H.T. : $E_{HT} = 0.38 \pm 0.03$ eV.

Nous avons étudié l'effet de l'amplitude de sollicitation sur les deux composantes du pic S-K(H), (Fig. 3). Les résultats que nous avons obtenu précédemment (8) sont plus nettement confirmés : La composante B.T. est indépendante de l'amplitude de sollicitation, tandis que la composante H.T. dépend fortement de l'amplitude de vibration. On peut remarquer également l'augmentation du fond continu à très basse température avec l'amplitude de vibration.

Fer hydrogéné et déformé à 85 K

Nous avons étudié l'effet d'une déformation à basse température sur le pic de S-K(H), et l'évolution du spectre avec la température de recuit. La Fig. 4 montre le spectre de frottement intérieur immédiatement après déformation de $\pm 1\%$ en torsion à 85 K (courbe 2). On peut remarquer la diminution de la hauteur des deux composantes ainsi que son élargissement du côté basses et hautes températures par rapport au spectre après hydrogénation (courbe 1). Un recuit à 240 K (courbe 3) fait disparaître l'élargissement basse température du pic et développe préférentiellement la composante H.T.

L'effet des recuits ultérieurs est indiqué par la Fig. 5. La composante H.T. du pic S-K(H) atteint son maximum pour des températures de recuit comprises entre 240 K et 260 K. Le pic γ situé vers 290 K présente une hauteur maximale lors de la première montée en température, comme cela a été observé pour des échantillons non hydrogénés (9). Pour des recuits au-dessus de 290 K, nous observons une rapide disparition de la composante H.T. du pic S-K(H), une disparition moins rapide de la composante B.T. et la disparition du pic γ . Un recuit à 350 K élimine complètement toutes ces manifestations anélastiques.

IV - DISCUSSION

La relaxation S-K(H) est généralement attribuée à l'interaction dislocation-hydrogène. La première interprétation proposée par Schoeck (14) attribue le pic S-K au trainage des atomes d'hydrogène par les dislocations selon le modèle de la corde vibrante. Plus récemment, Seeger (15) et Hirth (1) ont proposé indépendamment un modèle basé sur la création de doubles décrochements en présence d'interstitiels d'hydrogène mobiles.

La présence de deux composantes constituant le pic S-K(H) rend plus complexe son interprétation. La composante BT a été attribuée par la plupart des auteurs (5-7) à l'interaction des dislocations non-vis (71°) avec les atomes d'hydrogène, certains auteurs utilisant le modèle de la corde vibrante, d'autres le modèle des décrochements.

La composante HT a été attribuée par Vetter et al. (16) et Kê et al. (6) au mouvement des décrochements géométriques sur les dislocations vis contrôlé par le trainage des atomes d'hydrogène. D'autre part, Sakamoto et Shimada (7) attribuent cette composante à l'interaction des dislocations non-vis avec des amas d'hydrogène. Enfin, Hirth (1) propose pour la composante HT la création de doubles décrochements sur les dislocations vis en présence d'atomes d'hydrogène dans le cœur de la dislocation.

Dans le cas de l'hydrogène dans le fer, le modèle de Schoeck, prédit un volume d'activation de l'ordre de quelques centaines de b^3 . Or, des expériences de micro-déformation donnent un volume d'activation de l'ordre de $10 b^3$ pour les deux composantes du S-K(H), (8). D'autre part, nous avons également montré que les deux composantes sont dues à l'interaction des dislocations non vis avec l'hydrogène. En effet, pour une forte hydrogénation, seule la composante HT apparaît ; si cette composante est due aux dislocations vis, les dislocations non-vis devraient donner

lieu soit au pic α soit à la composante BT, ce qui n'est pas le cas. Les résultats de la Fig. 5 confirment d'ailleurs cette hypothèse : en effet, nous pouvons observer que la hauteur du pic δ est indépendante de l'hydrogénation. Les mêmes résultats ont été obtenus par Matsui et Schultz (17). On peut donc exclure l'interprétation de Hirth pour la composante H.T.

D'autre part, en ce qui concerne le modèle du mouvement des décrochements géométriques, les expériences réalisées avec l'application d'une contrainte statique (8) montrent que cette application développe la composante H.T., alors que l'effet inverse devrait être observé (18). Par conséquent le modèle ne peut convenir pour interpréter la composante H.T.

Enfin, Seeger (19) a proposé un modèle du pic de S-K qui fait apparaître deux pics suivant la densité des décrochements, ayant une différence d'énergie d'activation de l'ordre de l'énergie de création d'un décrochement. Or la différence observée expérimentalement est beaucoup plus grande que celle prévue par le modèle, qui ne peut donc être retenu.

Nous pouvons ainsi proposer l'interprétation suivante :

- * La composante BT du pic S-K(H) dans le fer est due à la création thermiquement activée de doubles décrochements sur les dislocations non-vis contrôlée par la diffusion des atomes d'hydrogène sur la ligne de la dislocation.
- * La composante HT est due au même processus mais contrôlé par la diffusion de petits amas d'hydrogène Hc (probablement de nature diatomique).

En effet, le volume d'activation mesuré pour les deux composantes est en accord avec le processus de création des doubles décrochements (18). Le fait d'observer une dépendance plus forte avec l'amplitude de vibration de la composante HT peut être expliqué de la manière suivante. A basse température, les amas d'hydrogène restent immobiles et la longueur active responsable de la composante BT est la distance L_{HC} entre amas. Par contre à haute température, les amas d'hydrogène deviennent mobiles et la longueur active pour la composante HT est alors égale à la distance L_N entre points d'ancrage durs (Fig. 6). Comme $L_N \gg L_{HC}$, la composante HT sera plus sensible à la contrainte appliquée alternative ou statique.

D'autre part, une déformation à basse température produit un désancrage aussi bien des atomes d'hydrogène que des amas, provoquant une diminution de la hauteur des deux composantes. un recuit à 240 K permet la diffusion de l'hydrogène vers les dislocations en favorisant la formation des amas et développant ainsi la composante HT (fig. 4). Des recuits à plus haute température dissocient d'abord les amas d'hydrogène, puis provoquent la disparition de l'hydrogène par diffusion. Ainsi, la composante HT disparaît avant la composante BT (Fig. 5).

Enfin, l'élargissement du côté basse température du pic après déformation plastique à 85 K peut être attribué à un processus d'interaction entre les atomes d'hydrogène et les défauts ponctuels du type autointerstitiel créés lors de la déformation plastique. De plus, l'élargissement côté haute température et son recuit préférentiel (Fig. 4 et 5) est tout à fait compatible avec le modèle des doubles décrochements (18).

REFERENCES

- (1) Hirth J.P. : Met. Trans. A : 11A, p. 861 (1980)
- (2) Gibala R. : Acta Met. 15, p. 428 (1967).
- (3) Iakita K., Sakamoto K. : Scripta Met. 10, p. 399 (1976).
- (4) Kronmüller H., Steeb H., König N. : Il Nuovo Cimento 33B, p. 205 (1976).
- (5) Ritchie I.G., Dufresne J.F., Moser P. : Phys. Stat. Sol. (a) 52, p. 331 (1979).
- (6) Kê T.S., Kronmüller H., Seeger A., Suu Z.Q. : Hydrogen Effects in Metals (ed. by I.M. Bernstein, A.W. Thompson) The Met. Soc. of AIME (1981), p. 281
- (7) Sakamoto K., Shimada M. : ICFUAS-7, Journal de Physique C5, 42, p. 109 (1981).
- (8) San Juan J., Fantozzi G., Esnouf C., Vanoni F. : Proc. "Hydrogène et Matériaux H-3" (ed. P. Azou) Paris (1982) vol. 1, B-8.
- (9) Dufresne J.F. : Thèse Université de Grenoble (1982)
- (10) Vanoni F. : Thèse Université de Grenoble (1973).

- (11) San Juan J., No' L., Remon A., Esnouf C., Fantozzi G., Bernalt A. *Anales de Física A* : 79, p. 34 (1983).
- (12) Bouvier-Volaille J.L., San Juan J. : cette conférence
- (13) No' L., San Juan J., Esnouf C., Fantozzi G., Bernalt A. : cette conférence
- (14) Schoeck G. : *Acta Met.* 11 p. 617 (1963).
- (15) Seeger A. : *Phys. Stat. Sol. (a)* 55 p. 457 (1979).
- (16) Vetter K., Steeb H., Kronmüller H. : *Proc. "Hydrogène dans les Métaux H-2"* Paris (1977), 2C5.
- (17) Matsui H., Schultz H. : *ICiFUAS-7, Journal de Physique C5*, 42 p. 115 (1981).
- (18) Fantozzi G., Esnouf C., Benoit W., Ritchie I.G., : *Progress In Materials Science*, 27, p. 311 (1982).
- (19) Seeger A. : *Scripta Met.*, 16, p. 241 (1982).

REMERCIEMENTS

J. San Juan remercie le Dpto de Física del Estado Solido de la Universidad del Pais Vasco pour son soutien financier.

Fig.1.- Spectres de frottement interne du Fer pur chargé en hydrogène pour trois fréquences différentes : (1) 1.2Hz; (2) 2.4Hz (3) 4.2Hz

Fig.2.- Déplacement du pic avec la fréquence après soustraction du fond continu : (1) 1.2Hz; (2) 4.2Hz . Energies d'activation des composantes B.T. et H.T. du pic Snoek-Köster (H).

Fig.3.- Spectres de frottement intérieur pour différentes amplitudes de sollicitation ϵ_m : (1) 2.5×10^{-6} ; (2) 1×10^{-5} ; (3) 2×10^{-5} ; (4) 3.8×10^{-5}

Fig.4.- Influence d'une déformation basse température sur le spectre de frottement intérieur : (1) Avant déformation; (2) après déformation à 85K; (3) après recuit à 240K.

Fig.5.- Evolution du spectre de frottement interne avec la température de recuit . Après recuit à : (1)260K; (2)290K; (3)320K; (4)350K-

Fig.6.- Modèle d'interaction dislocation-hydrogène dans le Fer pour le pic Snoek-Köster (H).
○ atome d'hydrogène ; ● amas d'hydrogène