REVUE DE PHYSIQUE APPLIQUÉE

Classification
Physics Abstracts
7.222 — 7.166

OBSERVATIONS DES DISLOCATIONS ASSOCIÉES AU GLISSEMENT PRISMATIQUE DANS DES MONOCRISTAUX D'ALUMINE

J. CADOZ, D. HOKIM, M. MEYER et J. P. RIVIÈRE

Laboratoire de Physique des Matériaux, C. N. R. S., Bellevue, 92190 Meudon, France

(Reçu le 20 octobre 1976, accepté le 2 décembre 1976)

Résumé. — Après déformation d'éprouvettes monocristallines d'alumine mettant en œuvre le glissement prismatique, on a procédé à l'observation des dislocations par figures d'attaque chimique et par microscopie électronique en transmission à 100 kV et 1 MV. Les figures d'attaque chimique révèlent des bandes de glissement assez localisées à faible déformation. La microscopie électronique a permis d'étudier la morphologie des dislocations associées au glissement mettant en évidence l'importance des phénomènes de montée ou de glissement dévié.

Abstract. — Single crystal alumina was deformed by prismatic slip. Dislocations are observed by chemical etch pitting and transmission electron microscopy at 100 kV and 1 MV. At low strain, narrow glide bands are revealed by etch pitting. Transmission electron microscopy shows dislocation structures suggesting cross-slip or climb mechanisms.

1. Introduction. — De nombreux travaux ont été consacrés à l'étude du glissement basal de l'alumine en particulier par microscopie électronique en transmission [1]. Très peu d'études ont été faites sur l'observation du glissement prismatique. Seuls Gooch et Groves ont procédé après déformation plastique à des observations en microscopie électronique en transmission ; ils ont montré que le système $\{1\bar{2}10\} < 10\bar{1}0 >$ ⁽¹⁾ est actif au-dessus de 1 150° [2].

Dans le cadre d'une étude de la déformation plastique de l'alumine à haute température [3], nous avons entrepris de caractériser les plans de glissement actifs tant à l'échelle de l'éprouvette qu'à l'échelle microscopique. Nous en présentons ici les premiers résultats.

2. Techniques expérimentales. — **2.1 DÉFORMATION.** — Les éprouvettes monocristallines ⁽²⁾ sont des parallélépipèdes de $2 \times 2 \times 5 \text{ mm}^3$ environ dont deux faces latérales sont dans le plan basal $\{0001\}$. Elles sont déformées en compression à vitesse cons-

tante entre 1 400 °C et 1 800 °C dans l'air [3, 4] après avoir subi un recuit à 1 800 °C pendant 20 heures.

Suivant l'orientation des cristaux le facteur de Schmid est tel qu'on favorise ou bien un seul plan prismatique à 45° de la direction de compression, ou bien deux plans prismatiques.

Les courbes contrainte-déformation σ - ϵ sont décrites en détail ailleurs [3]. La déformation totale des éprouvettes est de l'ordre de 3 %. Au cours du glissement, la courbe σ - ϵ présente trois stades. Le stade I, au début de la déformation plastique présente un faible taux de consolidation. Il est suivi par le stade II ($0,5 \% < \epsilon < 1 \%$) où la consolidation est assez forte. Celle-ci diminue sensiblement dans le stade III. Les observations microstructurales ont été faites pour plusieurs déformations que nous définirons, dans la suite, en précisant le stade dans lequel l'essai mécanique a été interrompu.

2.2 OBSERVATIONS MACROSCOPIQUES. — Avant déformation, les faces latérales des éprouvettes sont polies à l'aide de poudre de diamant de 2 μm . Après déformation, on fait un premier examen de ces faces à l'aide d'un microscope optique utilisé en réflexion et équipé d'un accessoire de contraste interférentiel Nomarski. On observe ainsi les marches formées à la surface par les glissements.

(1) Cette notation utilise la maille élémentaire hexagonale basée sur le réseau des lacunes d'aluminium avec un rapport c/a de 2,73.

(2) Les monocristaux nous sont gracieusement fournis par le Rubis synthétique des Alpes, P. U. K., 38, Jarrie, France.

Une attaque chimique permet alors de révéler les émergences des dislocations dans le plan basal. On utilise un bain de $\text{H}_3\text{PO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4$ équimolaires chauffé à reflux à 250 °C pendant 20 min.

2.3 OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES : MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE. — Des lames minces de trois types d'orientation sont taillées :

- parallèles au plan de glissement $\{11\bar{2}0\}$;
- perpendiculaires au plan de glissement et parallèles à la direction de glissement (lame dans le plan basal $\{0001\}$) ;
- perpendiculaires au plan de glissement et à la direction de glissement $\{\bar{1}100\}$.

Les lames sont d'abord amincies mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 0,08 mm, puis par bombardement ionique.

L'observation se fait par microscopie électronique en transmission, soit à 100 kV à l'aide d'un appareil JEOL 100 C, surtout pour la détermination des vecteurs de Burgers, soit à 1 MV, à l'aide de l'appareil C. N. R. S.-O. N. E. R. A. pour avoir une vue d'ensemble de la configuration des dislocations.

3. Résultats des observations macroscopiques. — Des observations ont été faites sur des éprouvettes déformées en glissement simple à 1 450 °C à différents stades de déformation ($\varepsilon < 3\%$). L'émergence des plans de glissement donne des lignes horizontales (Fig. 1b) visibles sans attaque chimique, sur les faces perpendiculaires au plan basal.

FIG. 1. — Observation du glissement simple obtenu à divers stades de la déformation à 1 450 °C sur trois éprouvettes différentes. Courbe schématique contrainte σ en fonction de la déformation ε , indiquant l'état mécanique des échantillons : a) émergences des dislocations dans le plan basal révélées par attaque chimique ; b) observation directe des marches dans les faces orthogonales au plan basal.

[Observation of the glide for various stages of strain at 1 450 °C on three different samples. The schematic representation of the stress-strain curve (σ versus ε) gives the mechanical state of the sample. a) Dislocations pits observed on the basal plane after chemical etching. b) Direct observation of glide steps on faces perpendicular to basal plane.]

L'attaque chimique met en évidence des bandes de glissement (Fig. 1a) révélées par les alignements de figures d'attaque associées aux émergences des dislocations. L'évolution du nombre et de la largeur de ces bandes est visible lorsque la déformation augmente (Fig. 1a). La surface de l'échantillon est progressivement recouverte de traces de glissement.

Le glissement simple ne met en jeu qu'un système de dislocations, mais il est mécaniquement instable (glissement de l'éprouvette sur les faces de compression) ; nous avons donc également étudié les propriétés mécaniques de cristaux sollicités pour le glissement double [3]. L'évolution des lignes de glissement a été observée sur un même échantillon au cours de la déformation (Fig. 2a). Les zones déformées, très étroites à

FIG. 2a. — Observation du glissement double obtenu à 1 450 °C : émergences des dislocations sur un même échantillon pour plusieurs déformations. Détails montrant l'intersection de bandes pour le stade de déformation.

[Double glide observed at 1 450 °C. a) Dislocations pits on the same sample for various strains.]

faible déformation, semblent s'élargir progressivement du début du stade I au début du stade II de manière analogue à ce qui a été observé dans MgO [6]. On peut également voir sur la figure 2b la correspondance entre les lignes observées dans deux faces orthogonales ; en suivant les bandes de glissement appelées α , β , γ et δ , on voit sur l'agrandissement que le contraste Normarski permet de distinguer les deux types de plans de glissement à leur émergence dans le plan orthogonal au plan basal.

Des observations ont également été faites sur des échantillons déformés en glissement simple à 1 800 °C. S'il est pratiquement impossible d'observer directement des marches horizontales, l'attaque chimique révèle des bandes de glissement encore très bien définies (Fig. 3), malgré la très haute température ($0,9 T_F$). Il

FIG. 2b. — Observation des glissements sur deux faces orthogonales d'un même échantillon.

[b) Glide steps and dislocations pits observed on two perpendicular faces of a same sample.]

faut également noter l'apparition d'alignements de figures d'attaque à l'extérieur des bandes de glissement.

L'absence de marches dans le plan basal figure 1 et 2 indique que la direction macroscopique de glissement est perpendiculaire à l'axe c . Le système qui opère au cours de la déformation est donc $\{1\bar{2}10\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$. Les figures d'attaque semblent montrer que les dislocations régissant la déformation sont surtout de caractère coin et les petites instabilités de l'écoulement plastique [3] sont probablement liées à l'apparition de nouvelles bandes de glissement.

4. Résultats des observations microscopiques. —

4.1 VECTEUR DE BURGERS DES DISLOCATIONS. —

L'essentiel du travail a porté sur l'examen en micros-

FIG. 3. — Observation des figures d'attaque sur une éprouvette déformée en glissement simple à 1 800 °C jusqu'à la fin du stade I. [Observation of etch pits on double glide strained sample (End of stage I — 1 800 °C).

copie électronique en transmission d'échantillons déformés en glissement simple en vue d'étudier la sous-structure des dislocations.

La détermination du vecteur de Burgers présente des difficultés liées au fait que l'alumine n'est pas un cristal cubique.

En utilisant un vecteur $g = [0006]$, il est facile de voir que le vecteur de Burgers est dans le plan basal. Il est difficile de trouver d'autres conditions d'extinction pour préciser la direction du vecteur de Burgers dans le plan basal. Une étude récente [5] a montré que cette direction est du type $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ en accord avec nos observations macroscopiques. L'analyse systématique du contraste des dislocations reste à faire.

4.2 EVOLUTION DE LA SOUS-STRUCTURE DES DISLOCATIONS DANS UN GLISSEMENT SIMPLE. — Les résultats se limitent à une description. Il est en effet difficile de tenir compte, lors du découpage des lames, de l'hétérogénéité de déformation montrée à l'échelle macroscopique dans le paragraphe précédent. Ceci est particulièrement sensible lorsque l'on veut faire les observations dans le plan de glissement, à faible déformation, malgré la forte épaisseur des lames utilisées dans le microscope à 1 MV (1 à 2 μm).

La figure 4a est l'observation d'une lame parallèle au plan de glissement. On peut noter la tendance des dislocations à être parallèles à l'axe c ce qui confirme le caractère coin suggéré par les figures d'attaque. De nombreuses boucles isolées ou alignées sont également visibles. Leur origine ainsi que leur nature sont en cours d'étude.

FIG. 4. — Observation au début du stade I des dislocations de l'alumine déformée à 1 450 °C ; microscopie électronique en transmission à 1 MV. *a*) lame parallèle au plan de glissement ($11\bar{2}0$) ; *b*) lame ($\bar{1}100$) perpendiculaire à la direction de glissement.

[Observation of dislocations in alumina deformed at 1 450 °C — beginning of stage I (TEM at 1 MeV). *a*) Thin foil parallel to the glide plane ($11\bar{2}0$). *b*) ($\bar{1}100$) thin foil perpendicular to the glide direction.]

FIG. 5a. — Observation des dislocations au début du stade II de déformation plastique de l'alumine à 1 450 °C ; microscopie électronique à 1 MV. Lame (0001) perpendiculaire au plan de glissement.

[Observation of dislocations in alumina deformed at 1 450 °C — beginning of stage II (TEM at 1 MeV).
a) (0001) foil (perpendicular to the glide plane)].

FIG. 5b. — Lame (1100) perpendiculaire à la direction de glissement. [b) $\bar{1}100$ foil (perpendicular to the glide direction).]

Détails .1

.3

.2

FIG. 5b. — Les détails 1), 2) et 3) sont agrandis et montrés pour une autre inclinaison β de la lame dans le microscope.

[The details 1, 2 and 3 are enlarged and shown for another tilt of the foil on the microscope.]

FIG. 6. — Observation des dislocations au début du stade III ; $T = 1\,450\text{ }^{\circ}\text{C}$, microscopie à 1 MV ; lame $(\bar{1}100)$ perpendiculaire à la direction de glissement.

[Observation of dislocations in alumina deformed at $1\,450\text{ }^{\circ}\text{C}$ — beginning of the stage III (TEM at 1 MeV). $(\bar{1}100)$ foil normal to the glide direction.]

L'observation dans les lames parallèles au plan de base, révèle la présence de bandes de forte densité de dislocations, séparées par des régions non déformées de plusieurs dizaines de microns de large (Fig. 5a). Les contrastes observés correspondent surtout aux boucles et aux segments de dislocation vus en bout.

Les figures 4b, 5b et 6 montrent les configurations observées dans des lames perpendiculaires au plan de glissement et au plan basal au début des stades I, II et III. Il faut noter, au fur et à mesure de la déformation, une délocalisation du plan de glissement des dislocations, due à la montée ou peut-être au glissement dévié et une diminution de la densité des dislocations au début du stade III.

On note la présence de formations hélicoïdales (Fig. 5b, détail 1).

4.3 EXAMEN DES BOUCLES DE DISLOCATIONS. — On observe deux types de boucles : soit alignées suivant l'axe c , soit isolées. Dans ce cas, elles pourraient provenir de formations hélicoïdales (Fig. 5b, détail 1) et (Fig. 7), ou d'un autre de type de réaction encore mal défini.

FIG. 7. — Configuration hélicoïdale ; microscopie électronique à 1 MV sur une lame parallèle au plan de glissement ; glissement double.

[Helicoidal configuration on a foil parallel to one of the glide planes in a double glide deformation (TEM at 1 MeV).]

FIG. 8. — Interaction entre dislocation de glissement et boucles ; microscopie électronique à 100 kV ; lame parallèle au plan de glissement. Observation en fond noir ; glissement simple. [Interaction between glide dislocation and loops. Foil parallel to the glide plane (simple glide). (TEM at 100 keV). Dark field observation.]

La formation des alignements se fait probablement comme dans le cas du glissement basal. Pletka *et al.* [1] ont suggéré pour le glissement basal qu'un dipôle se formerait par interaction de dislocations de vecteurs de Burgers opposés glissant en sens inverse. La montée entraîne le pincement du dipôle et la formation de boucles alignées (Fig. 4b, 5b, détail 3).

Le mouvement des dislocations peut être freiné par des boucles (Fig. 8).

4.4 GLISSEMENT DOUBLE. — Lorsqu'on déforme une éprouvette en glissement double, on peut observer en microscopie électronique en transmission des interactions entre dislocations appartenant aux deux plans de glissement symétriques par rapport à la contrainte (Fig. 9). L'analyse des vecteurs de Burgers des dislocations photographiées sur la figure 9a montre qu'il se produit des réactions du type de celles schématisées sur la figure 10. Ces réactions peuvent conduire à un mécanisme de durcissement [3].

Une autre configuration typique du glissement double est illustrée par la figure 11a. Deux dislocations de vecteurs de Burgers différents b_1 et b_2 forment un dipôle très étroit ; en effet, on peut trouver des vecteurs g qui éteignent les dislocations b_1 ou b_2 , le dipôle

FIG. 9. — Interaction de dislocations au début de la déformation plastique de l'alumine, en glissement double à 1 450 °C ; microscopie électronique à 100 kV ; plan de la lame : $\{11\bar{2}0\}$.

[Dislocation interaction at the beginning of stage I in alumina. Double glide at 1 450 °C (TEM at 100 keV).]

FIG. 10. — Représentation schématique de l'interaction de dislocations appartenant à deux plans prismatiques.

[Sketch of the interaction of dislocations lying in two prismatic planes.]

FIG. 11. — Interaction de dislocations associées au glissement prismatique double de l'alumine à 1 450 °C ; microscopie électronique à 100 kV : *a*) lame parallèle à un des deux plans de glissement ; *b*) Schéma du glissement dévié et de l'interaction de dislocations appartenant à deux plans de glissement prismatique.

[Dislocation interactions connected with double prismatic glide in alumina at 1 450 °C (TEM at 100 keV). *a*) foil parallel to one of the two glide planes. *b*) Sketch of the cross-slip and of the interaction of dislocations lying in two prismatic glide planes.]

$(b_1 + b_2)$ n'étant pas alors en extinction. Ce dipôle est parallèle à l'axe c , mais parfois apparaît une variation brutale de direction. On peut interpréter cette observation en supposant l'existence de glissement dévié.

Deux arcs de dislocations glissant dans deux plans prismatiques symétriques interagissent et forment un dipôle parallèle à l'axe c , intersection des deux plans de glissement (Fig. 11*b*). Si une des dislocations a subi un glissement doublement dévié, il forme un autre dipôle situé à proximité du premier (Fig. 11*b*). Ce glissement dévié pourra avoir lieu si le vecteur de Burgers de la dislocation appartient à un autre plan de glissement. Un plan pyramidal du type $\{1212\}$ remplit ces conditions.

Il contient bien le vecteur de Burgers $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ et sa trace sur le plan de glissement prismatique fait un angle de 53° avec l'axe c . On mesure des valeurs comprises entre 51° et 56° (Fig. 11*a*) ce qui tend à soutenir l'hypothèse proposée. Notons que le système $\{1212\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ a déjà été observé [7].

5. Conclusions. — L'ensemble de ce travail est en cours de développement ; l'effort porte en particulier sur l'étude de la croissance des bandes de glissement en liaison avec le durcissement et également sur l'évolution par recuit des dipôles et des boucles en liaison avec la diffusion dans l'alumine. Cette étude a permis de mettre en évidence de manière éclatante l'existence du glissement prismatique et le caractère hétérogène de la déformation à ses débuts. Grâce à la microscopie électronique à haute tension, on a pu faire des observations sur des lames très épaisses (1 à 2 μm), révélant la complexité des arrangements de dislocations difficilement visibles à 100 kV. On observe une répartition très hétérogène des dislocations et une forte influence de la montée ou du glissement dévié.

Remerciements. — Les auteurs remercient A. Marraud et A. Jouniaux pour leur accueil au microscope à haute tension. Ils sont également reconnaissants à J. Castaing et J. Philibert pour leur contribution à ce travail. J. Cadoz sait gré à la Société PECHINEY-UGINE KUHLMAN pour son soutien financier.

Bibliographie

- [1] PLETKA, B. J., MITCHELL, T. E. et HEUER, A. H., *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 388.
 - [2] GOOCH, D. J. et GROVES, G. W., *Phil. Mag.* **28** (1973) 623.
 - [3] CADOZ, J., CASTAING, J. et PHILIBERT, J., à paraître.
 - [4] CADOZ, J., CASTAING, J., DOLIN, C., GERVAIS, H. et PELLISIER, B., *Revue Phys. Appl.* **10** (1975) 247.
 - [5] BILDE-SORENSEN, J. B., THOLEN, A. R., GOOCH, T. J. et GROVES, G. W., *Phil. Mag.* **33** (1976) 877.
 - [6] WASHBURN, J. et GORUM, A. E., *Mém. Sci. Rev. Metall.* **LVII bis** (1960) 67.
 - [7] ROZHANSKII, V. N., NAZAROVA, M. P., SVETLON, I. L. et KALASHNIDOVA, J. K., *Proceeding of a Conference on deformation hardening of single crystals*, Charkov (1969).
-