Glissement prismatique de Al_2O_3 déformé par compression

J. Cadoz, J. Castaing, J. Philibert

► To cite this version:

J. Cadoz, J. Castaing, J. Philibert. Glissement prismatique de Al_2O_3 déformé par compression. *Revue de Physique Appliquée*, 1981, 16 (4), pp.135-144. 10.1051/rphysap:01981001604013500 . jpa-00244906

HAL Id: jpa-00244906

<https://hal.science/jpa-00244906>

Submitted on 1 Jan 1981

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
62.20

Glissement prismatique de Al_2O_3 déformé par compression

J. Cadoz, J. Castaing et J. Philibert

Laboratoire de Physique des Matériaux, CNRS-Bellevue,
1, place Aristide-Briand, 92190 Meudon, France

(Reçu le 13 octobre 1980, révisé le 22 décembre 1980, accepté le 7 janvier 1981)

Résumé. — Des éprouvettes d' Al_2O_3 monocristalline ont été déformées suivant le système de glissement prismatique $\langle 10\bar{1}0 \rangle \{ 12\bar{1}0 \}$ de 1 400 °C à 1 800 °C et suivant des vitesses résolues de l'ordre de $3,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $3,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Les courbes τ - γ présentent trois stades avec des vitesses de consolidation $\theta_I \simeq \mu/150$ et $\theta_{II} \simeq \mu/70$ indépendants de T . Le stade de restauration τ_{III} est atteint après 2 à 5 % de déformation. La contrainte de cisaillement critique résolue peut être décrite par la relation :

$$\gamma = A(\tau/\mu)^m \exp[-(\Delta G_0 - \tau V)/kT]$$

où $2 < m < 4,5$ et $5 < V < 14 b^3$. Ces valeurs amènent à penser à un mécanisme de glissement visqueux des dislocations ou ΔG_0 , bien qu'élevée — entre 8 et 10 eV — serait liée à une énergie libre de diffusion.

Abstract. — Al_2O_3 samples have been deformed by compression along the prismatic glide system $\langle 10\bar{1}0 \rangle \{ 12\bar{1}0 \}$ from 1 400 °C to 1 800 °C at shear strain rates $\dot{\gamma} = 3,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ and $3,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. The τ - γ curves show three stages with work hardening rate $\theta_I \simeq \mu/150$ and $\theta_{II} \simeq \mu/70$ independant of T . A saturation stress is reached in stage III after 2 to 5 % strain.

The critical resolved shear stress τ can be described by the equation :

$$\gamma = A(\tau/\mu)^m \exp[-(\Delta G_0 - \tau V)/kT]$$

where $2 < m < 4,5$ and $5 < V < 14 b^3$. We believe in a viscous glide of the dislocations where ΔG_0 (between 8 and 10 eV) could be related to a free energy of diffusion.

1. Introduction. — La déformation plastique suivant le plan basal de $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ monocristallin, apparaît à partir de 900 °C [1]. D'autres systèmes de glissement ont également été sollicités. Ainsi, le glissement pyramidal a été étudié soit par fluage de filaments de saphir suivant l'axe c [2, 3], soit par déformation à vitesse constante par compression [4] ou par la méthode de flexion 4 points également suivant l'axe c [5]. Ce glissement n'a pu être déclenché en dessous de 1 600 °C.

L'étude du glissement prismatique reste encore très sommaire. Ainsi Govorkov *et al.* [6], avec des cristaux déformés en traction suivant un axe perpendiculaire à c ($\pm 2^\circ$) proposent une loi du type

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp(-\Delta H(\tau)/kT)$$

et supposent que la déformation est régie par un mécanisme de Peierls Nabarro. Cependant, ces résultats sont délicats à utiliser. En effet, d'une part ces auteurs ne présentent pas de courbe *contrainte-déformation* et ne précisent pas à quel stade de la déformation

sont faits les différents essais permettant de déterminer ΔH . Et d'autre part, ils déterminent le volume d'activation par relaxation mais ne parlent pas de l'influence de la restauration sur leurs mesures.

Plus récemment, Gooch et Groves [7] précisent la nature du système de glissement prismatique : $\{ 12\bar{1}0 \} \langle 10\bar{1}0 \rangle$, (voir aussi [8]). Ces mêmes auteurs, à la suite d'études par flexion de ce système de glissement, donnent une loi de la forme

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \tau^n \exp(-\Delta H/kT)$$

où $n \sim 19$ et ΔH varie de 5,7 à 8,4 eV de 1 200 °C à 1 650 °C. Mais de telles valeurs peuvent difficilement être reliées à un modèle microscopique.

Une autre étude sur des filaments a été faite dernièrement par Kotchick [3], mais les limites élastiques choisies correspondent en fait au stade III de la déformation.

Le but de notre travail consiste donc à préciser l'étude expérimentale du glissement prismatique $\{ 12\bar{1}0 \} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ et à analyser l'activation thermique

afin de comprendre le mécanisme de la cinétique de déformation.

2. Techniques expérimentales. — Les éprouvettes proviennent de monocristaux obtenus par la méthode Verneuil ⁽¹⁾. La découpe est faite à l'aide d'une scie diamantée à vitesse lente. L'orientation est déterminée par la méthode Laüe avec une précision de l'ordre de 2° [9]. Le maillage n'étant pas sollicité, les faces ne sont pas polies [10]. L'axe $\langle 0001 \rangle$ est perpendiculaire à la direction de la contrainte de compression. Les éprouvettes sont des parallélépipèdes de dimensions environ $2 \times 2 \times 5 \text{ mm}^3$.

Elles sont de 3 types :

(i) *Type A* : deux plans de glissement $\{\bar{1}210\}$ peuvent agir. Ils sont situés à 30° de part et d'autre de l'axe de compression ;

(ii) *Type B* : deux plans de glissement $\{\bar{1}210\}$ peuvent également être activés, mais ils sont situés à 60° de part et d'autre de l'axe de compression ;

(iii) *Type C* : un seul système de glissement $\{\bar{1}210\}$ est activé. Il est situé à 45° de l'axe de compression.

Le facteur de Schmid est de 0,433 pour les éprouvettes A et B et 0,5 pour C.

Avant déformation les éprouvettes sont recuites sous air à 1 820 °C pendant environ 20 h.

Les essais de compression sont faits à vitesse appli-

quée constante sous air entre 1 400 °C et 1 800 °C, à l'aide d'un montage réalisé dans une machine ISTRON [29]. Deux vitesses de traverses mobiles ont été utilisées :

$$V_1 = 5 \mu\text{m/min. et } V_4 = 50 \mu\text{m/min.}$$

La déformation de l'éprouvette est enregistrée par un système extensiométrique ayant une sensibilité inférieure à 0,1 μm . Les enregistrements *charge-temps* et *déformation-temps* sont convertis en courbes *contrainte résolue-déformation résolue* où cette dernière est prise égale : $\gamma = \Delta L/L_0 F$ (γ reste petit dans nos expériences). L_0 est la longueur initiale de l'éprouvette et F le facteur de Schmid. γ est relié à ε suivant la relation $\gamma = \varepsilon/F$. V_1 et V_4 correspondent alors à $\dot{\gamma} = 3,5 \times 10^{-5}$ ou $3,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

3. Courbes contrainte-déformation. — 3.1 RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX. — La forme des courbes *scission résolue en fonction de la déformation résolue* est habituelle (Fig. 1). Elle reste la même quelle que soit la température, la vitesse de déformation et le type de l'éprouvette. Elles présentent trois stades : stade I et stade III : stade de faible durcissement et stade II : stade de fort durcissement. Le stade I débute éventuellement par un crochet de contrainte.

Nous avons observé quelquefois un écoulement instable (surtout au stade I) cependant moins agité que celui observé par Gooch et Groves [5].

La limite élastique résolue choisie : τ_{CCR} — c'est-à-dire le début de la déformation plastique, correspond

Fig. 1. — : courbe contrainte de cisaillement τ en fonction de la déformation résolue γ . ---- : courbe vitesse de déformation résolue $\dot{\gamma}$ en fonction de la déformation résolue. Epreuve de type B : glissement double — $T = 1\,500\text{ °C}$. La vitesse de déformation appliquée est : $V_4 = 50 \mu\text{m/min.}$ soit $\dot{\gamma} = 3,8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. CCR : cission critique résolue.

[— : shear stress τ vs. shear strain γ . ---- : shear strain rate $\dot{\gamma}$ vs. shear strain γ . B type sample : double glide $T = 1\,500\text{ °C}$. The crosshead velocity is $V_4 = 50 \mu\text{m/min.}$ and corresponds to $\dot{\gamma} = 3.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. CCR : critical resolved shear stress.]

⁽¹⁾ « Le Rubis Synthétique des Alpes » 38 Jarrie (France).

Fig. 2. — a) Courbes CCR en fonction de T pour V_1 et V_4 :

	A	B	C
V_1	■	●	▲
V_4		★	⊗

b) Comparaison de nos résultats avec ceux de la référence [5] : ⊗ (la vitesse de déformation est $\sim V_1/10$) et de [37] : ● (vitesse de déformation $\sim V_4$). c) Courbes cisaillement critique résolue corrigée en fonction de la température.

[a] CCR vs. T for V_1 and V_4 :

	A	B	C
V_1	■	●	▲
V_4		★	⊗

b) Our results are compared with those of reference [5] : ⊗ (strain rate $\sim V_1/10$) and of [37] : ● (strain rate $\sim V_4$). c) Corrected critical resolved shear stress vs. T .

à l'intersection du stade I avec le domaine élastique, cette intersection étant déterminée par extrapolation quand il y a un crochet (Fig. 1). La variation de τ_{CCR} avec la température et pour les vitesses de déformation appliquées V_1 et V_4 , est portée figure 2.

La longueur X_I du stade I varie avec la contrainte (Fig. 3); et le taux de consolidation $\theta_I = d\tau/d\gamma$ de l'ordre de $\mu/150$ ne semble pas dépendre de la température et de la vitesse de déformation (Fig. 4a). Il en est de même dans le stade II avec $\theta_{II} = \mu/70$ (Fig. 4b). Dans le stade III, le taux de consolidation devient nul pour les déformations allant de 2 à 4 %.

La variation avec la température de la contrainte résolue correspondante (τ_{III}) est donnée figure 5. Kotchick [3] négligeant les deux premiers stades a pris ces valeurs pour la limite élastique.

Parallèlement à la contrainte de déformation de l'éprouvette, nous avons pu enregistrer la variation réelle de la vitesse de déformation (Fig. 1). Celle-ci n'est pas constante et dépend du durcissement.

Fig. 3. — Variation de la longueur du stade I : X_I , avec la contrainte.
[Variation of the length of the stage I : X_I , vs. the stress.]

Fig. 4. — a) Taux de consolidation dans le stade I : θ_I en fonction de T . b) Taux de consolidation dans le stade II : θ_{II} en fonction de T .
[a) Stage I workhardening rate θ_I vs. T . b) Stage II workhardening rate θ_{II} vs. T .]

Fig. 5. — Variation de τ_{III} avec la température, V_1 et V_4 et comparaison avec les valeurs de τ_{III} de D. Phillips (communication privée) et référence [3].

[Variation of τ_{III} with the temperature. The values are compared with reference [3] and D. Phillips (private communication).]

3.2 DISCUSSION. — 3.2.1 *Stade I et stade II.* — Les limites élastiques obtenues avec les différents types d'éprouvettes A, B ou C, montrent que la loi de Schmid est bien respectée (Fig. 2a).

Mitchell *et al.* [37] donnent des valeurs identiques aux nôtres lorsque la vitesse de déformation correspond à V_4 pour 1 600 °C et 1 700 °C (Fig. 2b).

Les résultats obtenus par Gooch et Groves [7] sont plus difficilement comparables, leurs éprouvettes ayant été déformées en flexion. D'une manière générale ce type d'essai donne des contraintes plus fortes pour une même vitesse de déformation [11, 12], ce qui est cohérent avec nos observations.

Au début de la déformation, quelques bandes de glissement apparaissent [8]. Elles s'élargissent et se multiplient jusqu'à couvrir tout le volume de l'éprouvette dont la résistance mécanique se met alors à augmenter plus vite : c'est l'apparition du stade II. Nous n'avons trouvé aucune explication dans la littérature à la variation de la longueur X du stade I avec la température (ou la contrainte) bien qu'un tel fait ait été observé dans le germanium [12, 13]; InSb [12], le silicium [14]... Nous pensons que l'augmentation de la contrainte permet à un plus grand nombre de dislocations mobiles de franchir les obstacles au glissement donc d'augmenter la longueur du stade I proportionnellement à τ^n avec $n = 2$. Mais cette analyse n'a pas été poussée plus loin.

Les taux de consolidation dans les stades I et II : θ_I et θ_{II} sont beaucoup plus élevés que ceux obtenus dans des covalents comme le germanium : $\theta_I \sim \mu/3\,000$ [12], le silicium : $\theta_{II} \sim \mu/500$ [14] ou des cristaux fortement ioniques comme MgO : $\theta_{II} \sim \mu/300$ [15]. Cependant des valeurs élevées ont été rencontrées pour NiO : θ_I ambiante $\sim \mu/130$, θ_I ambiante $\sim \mu/20$ dans le cas de CoO [16]. Ces résultats seront analysés dans un travail à paraître.

3.2.2 *Vitesse de déformation réelle.* — Nous avons vu, figure 1, que la vitesse réelle de déformation résolue : $\dot{\gamma} = d\gamma/dt$ varie avec la déformation. Aussi nous allons étudier la relation entre $\dot{\gamma}$ et la vitesse de déformation résolue appliquée par la machine : $\dot{\gamma}_a$ et déterminer la correction à apporter pour tracer les courbes $\tau_{CCR} - T$ à $\dot{\gamma}$ constante.

Soit :

$$\dot{\gamma}_a = \dot{\epsilon}_{el}/F + \dot{\gamma} \quad (1)$$

où $\dot{\epsilon}_{el}$ est la vitesse de déformation élastique de la machine et de l'éprouvette. Soit M le module élastique de l'ensemble machine-éprouvette et θ le taux de consolidation ($\theta = d\tau/d\gamma$).

En posant : $d\tau/dt = \theta\dot{\gamma} = M\dot{\epsilon}_{el}/F$, nous obtenons :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_a/[1 + \theta/M] \quad (2)$$

$\dot{\gamma}_a$ est une constante. M , module de rigidité du montage peut légèrement dépendre de la température.

D'après la relation (2), au cours de la déformation d'une éprouvette $\dot{\gamma}$ doit diminuer lorsque θ augmente et inversement. Cette variation est effectivement observée à chaque changement de régime de déformation plastique (Fig. 1). Johnston [17] avait déjà observé un tel effet dans la déformation de LiF.

Le rapport entre la vitesse de la traverse et la vitesse de déformation réelle peut évaluer avec la température. Pour le vérifier, nous avons porté figure 6 la variation de $\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_a$ avec la température. Ce rapport est sensiblement constant jusqu'à vers 1 550 °C pour V_1 et 1 650 °C pour V_4 . M ainsi déterminé correspond au module du montage à froid : $M \sim 7,5 \times 10^{-9}$ Pa. Ensuite $\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_a$ décroît lorsque la température augmente en raison du ramolissement de la machine (M) puisque θ_I est constant.

Nos essais de déformation ont été faits à vitesse appliquée constante. Mais l'exploitation de la variation de la limite élastique avec la température en terme de glissement activé thermiquement, impose de les exprimer à vitesse de déformation réelle constante. La correction à faire sur la contrainte suppose que l'on connaisse la loi reliant $\dot{\gamma}$ et τ . On verra au paragraphe 4 qu'elle est de la forme

$$\dot{\gamma} = A(\tau/\mu)^m \exp[-(\Delta G_0 - \tau v)].$$

L'analyse numérique des deux formes approchées de cette loi : $\dot{\gamma} = A'(\tau/\mu)^m \exp(-\Delta G_0/kT)$ et

$$\dot{\gamma} = A'' \exp[-(\Delta G_0 - \tau v)/kT]$$

donnant des rapports $\ln(\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_{1m})/\ln(\dot{\gamma}_{4m}/\dot{\gamma}_{1m})$ sensiblement égaux (où $\dot{\gamma}_{1m}$ et $\dot{\gamma}_{4m}$ sont les vitesses de déformation mesurées), nous avons calculé les valeurs corrigées de τ en utilisant la loi exponentielle. Pour $\dot{\gamma}$ choisi nous pouvons déterminer τ :

$$\ln(\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_{1m})/\ln(\dot{\gamma}_{4m}/\dot{\gamma}_{1m}) = (\tau - \tau_1)/(\tau_4 - \tau_1). \quad (3)$$

Nous avons utilisé :

$$\dot{\gamma} = 3,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} \quad \text{ou} \quad \dot{\gamma} = 3,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}.$$

Les points $\tau(T)$ corrigés sont portés sur la figure 2c.

3.2.3 *Crochet de compression.* — L'étude de l'évolution des courbes *contrainte en fonction du temps* et de la *déformation en fonction du temps* montre que le crochet est lié à une apparition brutale de la déformation plastique, il y a donc 2 cas de figures (Fig. 7).

1) L'évolution de la déformation du stade élastique au stade plastique est graduelle. Il n'y a pas de crochet. Cette absence est due à un déclenchement progressif de la déformation plastique provenant d'un léger défaut du parallélisme des faces de compression (machine-éprouvette).

2) L'évolution est brutale. Il y a apparition d'un crochet de compression. Dans ce cas, l'énergie accumulée par le montage dans le stade élastique est dissipée au début de la déformation plastique par un surplus de dislocations mobiles. Cela a pour conséquence de rendre la vitesse réelle de déformation supérieure à la vitesse appliquée (Fig. 1). Donc, d'après la relation (2), θ doit être négatif, ce qui correspond bien à une chute de contrainte et à un crochet sur la courbe de la figure 7 [11].

Le crochet apparaît d'autant plus net qu'il y a eu prédéformation et que l'on n'a pas bougé l'éprouvette en cours de manipulation.

3.2.4 *Stade III.* — Les contraintes données par Phillips (1978 communication privée) et [3] correspondent tout à fait à nos valeurs de la figure 5. Il

Fig. 6. — Variation avec la température de la vitesse de déformation mesurée de l'éprouvette : ● correspond à V_1 ; ★ correspond à V_4 .
[Measured strain rate of the sample vs. the temperature : ● V_1 ; ★ V_4 .]

Fig. 7. — a) — : variation de τ avec t pour une vitesse appliquée, V_a constante. ● ● ● : variation de γ avec t . Courbe 1 : la déformation de l'éprouvette augmente graduellement : il n'y a pas de crochet de compression. Courbe 2 : la déformation augmente brusquement : il y a un crochet de traction. b) Courbes τ - γ correspondantes.

[a) — : τ vs. time t for a constant applied strain rate V_a . ● ● ● : γ vs. t . Curve 1 : The deformation of the sample increase gradually. There is no yield point. Curve 2 : the deformation increase suddenly. There is a yield point. b) Corresponding τ - γ curves.]

semblerait que la nature du cristal : Czochralski (Phillips, 1978, communication privée), filaments [3] ou Verneuil (notre cas) importe peu pour le niveau τ_{III} , de même que pour le niveau de τ_I , comme nous l'avons noté plus haut.

4. Glissement activé thermiquement. — 4.1 FORMULISME-RAPPELS. — Comme nous l'avons vu au paragraphe 3.1 et figure 2, la limite élastique du système prismatique diminue rapidement lorsque la température augmente entre 1 400 °C et 1 800 °C. La déformation est donc activée thermiquement. Dans ce cas la vitesse de déformation peut être reliée à τ et T par une relation très générale :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0(\tau) \exp(-\Delta G(\tau)/kT) \quad (4)$$

où $\Delta G(\tau)$ est l'enthalpie libre d'activation thermique, V est le volume d'activation :

$$V = -(\partial \Delta G / \partial \tau)_T, \text{ avec } \Delta G = \Delta H - T \Delta S.$$

V et ΔH peuvent s'exprimer sous la forme suivante :

$$V = kT(\partial \ln \dot{\gamma} / \partial \tau)_T - kT(\partial \ln \dot{\gamma}_0 / \partial \tau)_T \quad (5)$$

et

$$\Delta H = kT^2(\partial \ln \dot{\gamma} / \partial T)_\tau - kT^2(\partial \ln \dot{\gamma}_0 / \partial T)_\tau \quad (6)$$

on écrit

$$kT(\partial \ln \dot{\gamma} / \partial \tau)_T = V_e \quad (5bis)$$

et

$$kT^2(\partial \ln \dot{\gamma} / \partial T)_\tau = \Delta H_e \quad (6bis)$$

V_e et ΔH_e sont les deux seules grandeurs accessibles expérimentalement.

On montre que [18] :

$$\Delta H_e = -TV_e(\Delta \tau / \Delta T)_\tau. \quad (7)$$

Et si on admet que $\dot{\gamma}_0$ ne dépend pas explicitement de la température mais seulement du module de cisaillement μ et de $(\tau - \tau_i)$ la contrainte effective, il vient :

$$\dot{\gamma}_0 = A((\tau - \tau_i)/\mu)^m \quad (8)$$

où A et m sont des paramètres. Alors en supposant les obstacles élastiques et la force de rappel exercée sur la dislocation proportionnelle au module de cisaillement, Schoeck [19] donne :

$$\Delta G = \frac{[\Delta H_e + V_e(\tau - \tau_i)(T/\mu) \cdot (d\mu/dT)]}{1 - T/\mu(d\mu/dT)}. \quad (9)$$

Cette expression prend en compte le terme entropique ΔS en supposant qu'il est déterminé par la variation du module avec la température.

Nous nous plaçons dans le cas simple où :

$$\Delta G = \Delta G_0 - \tau V \quad (9bis)$$

et V est constant. ΔG_0 est l'enthalpie libre à fournir

par activation thermique au système lorsque la contrainte effective est nulle.

La relation (4) devient :

$$\dot{\gamma} = A(\tau/\mu)^m \exp[-(\Delta G_0 - \tau V)/kT]. \quad (10)$$

4.2 DÉTERMINATION DU VOLUME D'ACTIVATION ET DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION. — La figure 2 suggère de considérer la contrainte interne τ_i comme nulle. μ est connu par ailleurs [20].

V_e et ΔH_e ont été déterminés à partir des relations (5bis) et (6bis) en assimilant $(\partial \ln \dot{\gamma} / \partial \tau)_T$ à $\ln(\gamma_4/\gamma_1)/(\tau_4 - \tau_1)|_T$ et $(\partial \ln \dot{\gamma} / \partial T)_\tau$ à $\ln(\gamma_4/\gamma_1)/(T_4 - T_1)|_\tau$.

Les valeurs extrêmes possibles sont calculées en prenant sur la figure 2 : $\Delta_{\max} = \tau_{4\max} - \tau_{1\min}$ et $\Delta_{\min} = \tau_{4\min} - \tau_{1\max}$ sont portées dans le tableau I.

Tableau I. — Volume d'activation expérimental V_e et énergie d'enthalpie expérimentale ΔH_e pour 1 500 °C et 1 700 °C.

[Experimental activation volume : V_e and experimental enthalpy energy : ΔH_e for 1 500 °C and 1 700 °C.]

	$\Delta_{\max}$	$\Delta_{\min}$	T
V_e	$3 \times 10^{-27} \text{ m}^3$	$9 \times 10^{-27} \text{ m}^3$	1 500 °C
	$3,5 \times 10^{-27} \text{ m}^3$	$10 \times 10^{-27} \text{ m}^3$	1 700 °C
ΔH_e	7,4 eV	5,6 eV	1 500 °C
	22,4 eV	16 eV	1 700 °C

ΔH_e peut être obtenu à partir de V_e en utilisant la relation (7). Les résultats se situent dans les mêmes fourchettes.

Nous avons également utilisé la méthode de Guir et Pratt [21] pour déterminer V_e et une méthode de relaxation de la température (la contrainte est maintenue fixe et sont enregistrées la variation de longueur de l'éprouvette et la variation de T) pour déterminer ΔH_e (cf. [22]). Mais des essais complémentaires resteraient à faire pour obtenir avec ces deux méthodes une dispersion des résultats inférieure à celle donnée ci-dessus.

4.2.1 Volume d'activation. — Les relations (5) et (8) donnent avec $\tau_i = 0$, $V = V_e - mkT/\tau$. Nous avons à déterminer deux inconnues : m et V . En choisissant m constant tel que V soit indépendant de τ et de T , nous obtenons :

$$\Delta_{\max} : m = 2 \quad V = 2,6 \times 10^{-27} \text{ m}^3 \text{ soit } 5 b^3$$

$$\Delta_{\min} : m = 4,5 \quad V = 7,6 \times 10^{-27} \text{ m}^3$$

soit $14 b^3$

$$\text{où } b = 8,22 \text{ \AA}.$$

4.2.2 *Enthalpie libre d'activation.* — La connaissance de V_e et ΔH_e rend maintenant possible la détermination de ΔG (relation (9)). Nous avons porté (Fig. 8a) le domaine possible pour ΔG en fonction de T en utilisant les valeurs extrêmes de ces deux paramètres (courbe en tirets). La courbe $\Delta G(T)$ qui doit passer par l'origine présentera alors une concavité négative ce qui correspond bien à une valeur positive de m [23].

V et ΔG alors déterminés permettent d'obtenir (relation (9bis)) une valeur de ΔG_0 constante comprise entre 8 et 10 eV (Fig. 8b).

Fig. 8. — a) Domaine possible pour la courbe $\Delta G = \Delta G_0 - \tau V$ en fonction de la température. b) Comparaison du domaine possible de ΔG_0 mesuré avec la littérature pour la diffusion de l'oxygène.

[a] Possible values for $\Delta G = \Delta G_0 - \tau V$ vs. T . b) Possible values for ΔG_0 compared with those of the literature for diffusion of oxygen.]

4.3 DISCUSSION. — Les valeurs typiques de ΔG_0 et V suivant le mécanisme actif, ont été résumées par Evans [38]. On sait par ailleurs que m est généralement compris entre 3 et 5 [28]. La comparaison avec les résultats obtenus devrait permettre de mieux cerner le processus régissant le stade I de la déformation.

Le premier problème a été la détermination de

ΔG_0 , V et m . En effet nous pensons que la relation à utiliser est la relation (4). Mais pour des raisons de commodité, elle est généralement simplifiée sous la forme :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp(-\Delta G(\tau)/kT) \quad (11)$$

aux fortes contraintes ou :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \tau^m \exp(-\Delta G_0/kT) \quad (12)$$

aux faibles contraintes.

Dans notre cas, ces relations donnent des résultats difficilement interprétables si le même mécanisme régit la déformation dans la gamme de température étudiée. Nous avons trouvé avec la relation (11) que $\Delta G(\tau)$ augmente avec l'inverse de la température, et avec la relation (12) que m déterminé est supérieur à 12. Cette valeur est d'ailleurs proche de celle donnée par Gooch *et al.* [5]. Aucune de ces deux relations ne semble donc convenir. Seule la relation (10) a permis de cerner m entre 2 et 4,5. L'incertitude sur ΔG_0 et V est donc nécessairement importante. Cependant, les valeurs du volume d'activation comprises entre $5 b^3$ et $14 b^3$ laissent trois possibilités pour le mécanisme de déformation.

4.3.1 *Mécanisme de Peierls* : [24]. — Le fait que $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ présente un certain caractère covalent — responsable de sa température de fusion élevée et sa fragilité jusqu'à $0,5 T_F$ (900°C) a amené plusieurs auteurs à penser que le mécanisme dominant était un mécanisme de Peierls [5, 6]. Il est cependant difficile d'aller plus loin dans cette interprétation, car le domaine de température étudié est trop restreint ($\Delta T = 400^\circ$) et surtout trop éloigné de 0 K température vers laquelle par extrapolation, nous aurions pu déterminer la contrainte de Peierls τ_p et l'énergie libre de Peierls : ΔG_p .

4.3.2 *Le mouvement de la dislocation est contrôlé par la montée.* — On fait appel à des modèles de fluage stationnaire régis par la diffusion correspondant à deux processus [27, 28] :

a) Restauration dynamique de la sous-structure des dislocations.

b) Montée pure des dislocations.

Dans tous ces modèles, le terme préexponentiel dépend de la contrainte : τ^m où m varie de 2 à 3 et l'énergie d'activation est proche de celle de l'énergie d'autodiffusion de l'espèce ionique la plus lente.

Nous pensons pouvoir écarter (4.3.2) a) et b). En effet nous savons que l'apparition de la déformation plastique n'est pas liée à une sous-structure de dislocations qui n'existe pas encore. D'autre part les lignes de glissement sont facilement observées [8].

4.3.3 *Le glissement de la dislocation est contrôlé par la diffusion (glissement visqueux).* — Le fait que la dislocation $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ responsable de la déformation [28] soit dissociée en montée (Phillips, Cadoz à paraître)

nous incite à penser que c'est le glissement visqueux qui gouvernerait la déformation. Le déplacement de la faute d'empilement non glissile régit le mouvement de la dislocation. L'évocation d'un tel mécanisme n'est pas nouvelle. Déjà Clauer *et al.* [25] et [30] émettaient une telle idée pour expliquer le fluage sigmoïdal de UO_2 hyperstœchiométrique.

Ce glissement visqueux est différent du glissement d'une dislocation entraînant un nuage d'impuretés non saturé (processus appelé souvent *microfluage* [26]). En effet la viscosité est due au trainage de la faute d'empilement, elle est proportionnelle à la largeur de la faute h et inversement proportionnelle à la vitesse de migration des atomes sous l'effet de la contrainte $\eta \propto h/v_m$. Cette migration permet un réarrangement atomique local ; il peut être décrit par un coefficient de diffusion effectif, qui correspond à la migration d'une entité comportant anions et cations, de volume effectif V . La probabilité de saut de cette entité dans le sens de l'axe de la contrainte est proportionnelle à $\exp(-(U_D - \tau V)/kT)$, et dans le sens opposé à $\exp(-(U_D + \tau V)/kT)$ d'où une vitesse de migration nette (U_D est l'énergie de diffusion) :

$$v_m \propto \exp(-(U_D + \tau V)/kT) - \exp(-(U_D - \tau V)/kT) = \sinh(\tau V/kT) \exp(-U_D/kT).$$

Il n'est pas licite de linéariser le terme en $\sinh$. En effet, avec $V \sim 5b^3$ et $b \sim 0,9$ nm, à 1 700 K et sous une contrainte τ de 100 MPa, l'argument $\tau V/kT \sim 11$, de sorte que $\sinh$ est assimilable à une exponentielle :

$$v_m \propto \exp(-(U_D + \tau V)/kT).$$

Un raisonnement analogue à celui développé par Weertman [30] pour des dislocations soumises à une force de trainage visqueux peut être utilisé, à la différence qu'ici la viscosité n'est pas newtonienne car : 1) h peut dépendre de la contrainte, 2) la fonction $\sinh$ ne peut pas être linéarisée. Le résultat de Weertman peut se généraliser sous la forme $\dot{\gamma} \propto \tau^n/n$. Avec $n = h(\tau)/v_m$ il vient $\dot{\gamma} \propto \tau^m \exp[-(U_D - V)/kT]$. On retombe bien sur une loi du type (10).

La valeur obtenue pour m est en accord satisfaisant avec les valeurs proposées.

Nous avons porté (Fig. 8b) l'évolution de ΔG_{0D} ($\Delta G_{0D} = U_D - T \Delta S$) avec T , à partir des valeurs données dans la littérature [31, 32, 33, 34] : pour l'oxygène et [36] pour l'aluminium, ainsi que le domaine possible pour ΔG_0 expérimental. Malgré des incertitudes de mesure élevées, ΔG_0 est cependant supérieur à ΔG_{0D} . Mais, en fait la comparaison avec les données de diffusion est difficile, pour 4 raisons au moins :

— incertitude sur l'entité qui diffuse. Si la faute se trouvait dans le plan de base, on sait qu'elle correspondrait à un mauvais arrangement des cations uniquement, et le glissement mettrait en jeu la diffusion

de l'aluminium [35]. Ici nous avons affaire à une faute plus complexe du fait de la dissociation en montée ;

— incertitude sur les coefficients de diffusion de l'aluminium. Le coefficient d'autodiffusion de l'aluminium n'a été mesuré que sur des échantillons polycristallins ([36] : $U_D = 4,3$ à $5,7$ eV). Pour l'oxygène au-dessus de 1 500 °C [33-34] ; [31] et [32], $U_D \sim 7$ à 8 eV ;

— la faute peut être le lieu d'un écart à la stœchiométrie ; autrement dit la dislocation peut être entourée d'un nuage de défauts ponctuels. L'existence de ce nuage est suggérée par la présence d'un crochet sur les courbes contraintes-déformation et d'un écoulement instable (effet Portevin-Le Chatelier) ;

— la largeur de dissociation h peut dépendre de la température et de la contrainte, sa valeur d'équilibre requérant des températures assez élevées — cette variation introduit éventuellement une dépendance supplémentaire en température. Si les parties glissent sans se recombinaison, du fait du caractère complexe de la faute, on peut s'attendre à une énergie d'activation assez élevée, de l'ordre de grandeur de l'autodiffusion de l'oxygène.

5. Conclusions. Résumé. — Nous avons pu déformer Al_2O_3 monocristallin dans l'air suivant le système prismatique $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ $\{ 1\bar{2}10 \}$ de 1 400 °C à 1 800 °C et pour des vitesses appliquées de

$$1,66 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} \quad \text{et} \quad 1,66 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}.$$

Les courbes $\tau(\dot{\gamma})$ obtenues présentent trois stades. L'évolution de la vitesse de déformation suivant la consolidation a été étudiée. Et le contrôle de l'évolution de la rigidité de la machine avec la température nous a amené à corriger les courbes $\tau_{CCR}-T$ en les ramenant à une vitesse de déformation réelle constante. Il nous a alors été permis d'étudier cette déformation en terme de glissement activé thermiquement. Pour obtenir des valeurs significatives nous avons été conduit à choisir une relation de la forme :

$$\dot{\gamma} = (A(\tau/\mu)^m) \exp[-(\Delta G_0 - \tau V)/kT]$$

où $2 < m < 4,5$ $V \sim 5$ à $14b^3$ et ΔG_0 de l'ordre de ~ 8 à 10 eV. Mis à part le caractère partiellement covalent de Al_2O_3 α , nous n'avons trouvé aucune présomption en faveur d'un mécanisme de Peierls. Par contre, la dissociation en montée de la dislocation $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ responsable du glissement observé, suggère plutôt un mécanisme de glissement visqueux par trainage de la faute d'empilement. La vitesse de déformation serait alors gouvernée par le déplacement de la faute, c'est-à-dire par la migration des espèces, probablement des cations et des anions, donc en fait par la plus lente (l'oxygène). Il resterait à préciser la géométrie de la faute, l'origine des dislocations $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ et l'évolution de leur dissociation sous l'action d'une contrainte favorisant leur glissement.

Récemment, des essais de déformation sous pression

hydrostatique ont permis de déformer les éprouvettes suivant le glissement prismatique jusqu'à 200 °C [39]. La relation entre γ , τ et T utilisée à haute température ne semble pas convenir à basse température et indique

certainement l'existence de deux mécanismes de déformation : un domaine basse température de 200 °C vers 1 000 °C et un domaine haute température de 1 400 °C à 1 800 °C.

Bibliographie

- [1] WACHTMAN, J. B., MAXWELL, L. J., *J. Am. Ceram. Soc.* **40** (1957) 377.
- [2] TRESSLER, R. E., BARBER, D. J., *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 13.
- [3] KOTCHICK, D. M., Ph. D. Thesis, Pennsylvania State University (1978).
- [4] CADOZ, J., PELLISSIER, B., *Scr. Metall.* **10** (1976) 597.
- [5] GOOCH, D. J., GROVES, G. W., *Phil. Mag.* **28** (1973) 623.
- [6] GOVORKOV, V. G., KOZLOWSKAYA, E. P., VOINOVA, N. N., *Phys. Status Solidi (a)* **11** (1972) 411.
- [7] GOOCH, D. J., GROVES, G. W., *J. Mater. Sci.* **8** (1973) 1238.
- [8] CADOZ, J., HOKIM, D., MEYER, M., RIVIÈRE, J. P., *Revue Phys. Appl.* **12** (1971) 473.
- [9] BRETHERAU, T., CADOZ, J., DOLIN, C., PELLISSIER, B., SPENDEL, M., *Ind. Céram.* **694** (1976) 293.
- [10] BERTOLOTTI, R. L., SCOTT, W. D., *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1971) 286.
- [11] GILMAN, J. J., JOHNSTON, W. G., *Dislocations and Mechanical Properties of Crystals*, International Conference held at Lake Placid New York (J. Wiley Inc.) 1956, pp. 116-163.
- [12] ALEXANDER, H., HAASEN, P., *Solid State Phys.* **22** (1968) 27.
- [13] KOJIMA, K., SUMINO, K., *Cryst. Lattice Defects* **2** (1971) 147.
- [14] MOUSSET, C., Thèse de 3^e Cycle, Poitiers (1979).
- [15] SRINIVASAN, M., STOEBE, T. G., *J. Appl. Phys.* **41** (1970) 372.
- [16] CASTAING, J., SPENDEL, M., PHILIBERT, J., DOMINGUEZ, A., MARQUEZ, R., *Revue Phys. Appl.* **15** (1980) 277.
- [17] JOHNSTON, W. G., GILMAN, J. J., *J. Appl. Phys.* **30** (1959) 129.
- [18] SASTRY, D. H., LUTON, M. J., JONAS, J. J., *Phys. Status Solidi (a)* **33** (1976) 173.
- [19] SCHOECK, G., *Phys. Status Solidi (b)* **8** (1965) 499.
- [20] SOGA, N., ANDERSON, O. L., *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 355.
- [21] GUIU, F., PRATT, P. L., *Phys. Status Solidi* **6** (1964) 111.
- [22] CADOZ, J., Thèse de Doctorat d'Etat, Orsay (1978).
- [23] SUREK, T. K., KUON, L. G., LUTON, M. J., JONAS, M. J., *John E. Dorn. Memorial Symposium*, Cleveland Ohio (1972).
- [24] GUYOT, P., DORN, J. E., *Can. J. Phys.* **45** (1967) 983.
- [25] CLAUER, A. H., SELTZER, M. S., WILCOX, B. A., *Ceramics in Severe Environments, Mater. Sci. Res.* **5** (1971) 261.
- [26] FRIEDEL, J., *Dislocations* (Pergamon Press) 1964.
- [27] BRETHERAU, T., CASTAING, J., RABIER, J., VEYSSIERE, P., *Adv. Phys.* **28** (1979) 835.
- [28] CADOZ, J., CASTAING, J., PHILIBERT, J., *Microscopical Society of Canada* **1** (1978) 706.
- [29] CADOZ, J., CASTAING, J., DOLIN, C., GERVAIS, H., PELLISSIER, B., *Revue Phys. Appl.* **10** (1975) 247.
- [30] WEERTMAN, J., *J. Appl. Phys.* **28** (1957) 1185.
- [31] REED, D. J., Ph. D. Thesis MIT (1977).
- [32] REDDY, K. P. R., *M. of Sc. CWRU Cleveland* (1978).
- [33] OISHI, Y., KINGERY, W. D., *J. Chem. Phys.* **33** (1962) 480.
- [34] OISHI, Y., ANDO, K., MATSUHIRO, K., *Yogyo-Kyotai-Ski* **85** (1977) 10.
- [35] VEYSSIERE, P., RABIER, J., GAREM, H., GRILHE, J., *Phil. Mag.* **38** (1978) 61.
- [36] PALADINO, A. E., KINGERY, W. D., *J. Chem. Phys.* **37** (1962) 957.
- [37] MITCHELL, T. E., PLETKA, B. J., PHILLIPS, D. S., DONLON, W. T., HEUER, A. H., *Ceramic Microstructures* (1976) 686.
- [38] EVANS, A. G., RAWLINGS, R. D., *Phys. Status Solidi* **34** (1969) 9.
- [39] CASTAING, J., CADOZ, J., KIRBY, S. H., soumis à *J. Am. Ceram. Soc.*