

# THESE

présentée devant  
L'UNIVERSITE PAUL SABATIER de TOULOUSE  
en vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE  
spécialité :  
PHYSIQUE DE LA MATIERE

par  
Frédéric MOMPIOU

---

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA PLASTICITE DES  
QUASI-CRISTAUX ICOSAEDRIQUES  
AlPdMn ET AlCuFe

---

Soutenue le 2 juillet 2004 devant le jury composé de :

Mr J. BONNEVILLE	<i>Professeur (LMP-Université de Poitiers)</i>	Rapporteur
Mr A. GEORGE	<i>Directeur de Recherche (LPM-Ecole des Mines, Nancy)</i>	Rapporteur
Mr A. COUJOU	<i>Professeur (CEMES-Université P. Sabatier, Toulouse)</i>	Examinateur
Mr D. GRATIAS	<i>Directeur de Recherche (LEM-ONERA, Châtillon)</i>	Examinateur
Mr G. VANDERSCHAEVE	<i>Professeur (CEMES-INSA Toulouse)</i>	Examinateur
Mr D. CAILLARD	<i>Directeur de Recherche (CEMES)</i>	Directeur de thèse



Centre d'Elaboration de Matériaux  
et d'Etudes Structurales  
29, rue Jeanne Marvig  
BP 4347  
31055 TOULOUSE Cedex 4





*Sénateur John Pastore : Y-a t'il quelque chose à espérer de cet accélérateur, serait-ce du point de vue de la défense nationale ?*

*Robert R. Wilson : Non, monsieur. Je ne le pense pas.*

*Pastore : Vraiment pas ?*

*Wilson : Non, vraiment pas.*

*Pastore : Cela n'a rien à voir ?*

*Wilson : Cela ne concerne que le respect que nous avons les uns pour les autres, la dignité de l'homme, notre amour pour la culture. Il est question de savoir si nous sommes de bons peintres, de bons sculpteurs, de grands poètes. Je veux parler de toutes les choses que nous respectons, que nous honorons dans notre pays et qui nous rendent patriotes. Cela ne concerne pas directement la défense de notre pays, mais il s'agit d'œuvrer pour qu'il vaille la peine d'être défendu.*



# Remerciements

Je tiens à remercier en premier lieu les deux directeurs du laboratoire du CEMES (H. Dexpert et J. P. Launay) qui m'ont permis de mener ces recherches dans le calme et la tranquillité du campus de Marvig.

Mes remerciements viennent ensuite à mes deux rapporteurs Amand George et Joël Bonneville qui ont du patiemment éplucher mon manuscrit. Je les en remercie chaleureusement. Une pensée particulière à Joël avec qui j'ai eu souvent l'occasion de discuter de la "controverse glissement-montée" en particulier au cours d'une semaine à Boston où nous avons partager les joies de la collocation.

En arrivant en DEA, j'ignorais que j'allais me diriger vers le monde des dislocations et de la plasticité et c'est au détour d'une visite au CEMES et grâce au cours d'Armand Coujou que j'ai été poussé dans cette voie. Merci à lui de m'avoir fait en plus l'honneur de présider mon jury. Au cours de cette même année, c'est la rencontre avec Guy Vanderschaeve qui m'a finalement aiguillé vers la plasticité des quasi-cristaux. Je le remercie pour avoir su me mettre sur de bons rails et d'avoir toujours été disponible pour répondre à mes problèmes de contraste.

Mes remerciements vont bien sûr à Denis Gratias pour son enthousiasme à m'expliquer toutes les subtilités de l'espace à 6 dimensions. Chacune de ces visites à Toulouse a été pour moi une source de motivation et d'enrichissement. Merci à lui d'avoir été un aussi fervent "supporter" de mon travail.

Cette aventure n'aurait toutefois pas été possible sans la présence et le soutien de Daniel Caillard. Un grand merci à lui pour m'avoir fait partager son expérience de la plasticité et bien sûr des mécanismes thermiquement activés. Sa disponibilité et sa sérénité ont été pour moi des atouts décisifs dans le bon déroulement de mes travaux.

Cette aventure a évidemment bénéficié du soutien scientifique et technique d'un grand nombre de personnes que je voudrais remercier ici vivement. Il s'agit tout d'abord de Michaël Feuerbacher avec qui une collaboration fructueuse s'est établie. Un grand merci à lui entre autre pour avoir un peu dérouillé mon anglais. Merci également à Robert Fourmeaux et Yannick Lefrais

---

pour leur soutien technique. Désolé d'avoir "pollué" le 2010. Un merci inconditionnel à Jacques Crestou et ses doigts de fée pour m'avoir tant aidé et conseillé à préparer les échantillons. Merci également à André Faccioli pour ces découpes précieuses.

Je tiens également à remercier l'ensemble des membres de l'équipe  $MC^2$  (feu DIPM) pour leurs conseils et leurs encouragements. Merci en particulier à notre "chef" Alain, à Guy pour ses conseils avisés de pédagogue, à Marc pour m'avoir laissé utiliser le macintosh de l'équipe et à Florence pour avoir consacré un peu de temps à me montrer les branchements de l'A.O. inverseur. Une pensée également à Mustapha et Slim.

Ce passage au CEMES, n'aurait cependant pas été le même sans les doctorants et autres stagiaires avec qui j'ai passé de très bons moments. Merci tout d'abord à la fine équipe des aînés : Jérôme, Jojo et Papé (pour leur amitié), Greg (pour toutes ses excentricités), Béné et Suzel (pour leur touche féminine). Merci ensuite à la seconde génération : Cécile A. (pour sa bonne humeur et tout le reste), Martianne (pour ses gravures FIB), Christophe (pour son humour caustique voire sarcastique), Alex (pour son exemplarité en tant que président de Boul'doc), Florent (pour son enthousiasme communicative et ses images HREM), Nathalie (pour le volley), et puis aussi, Manue, Cécile G., Sam, Sonia, Pascal, Benjamin, Hubert, Arnaud, Thomas, Cyril, Nico, Olivier et tout les autres stagiaires...Merci aussi à Michel et ses imitations poilantes. Merci finalement à mes parents qui n'ont jamais douté de moi...





# Table des matières

<b>I</b>	<b>Quasi-cristaux, dislocations et plasticité</b>	<b>7</b>
I.1	Introduction . . . . .	7
I.2	Quasi-cristallographie élémentaire . . . . .	8
I.3	Quasi-cristaux icosaédriques . . . . .	11
I.4	Phonons, phasons et dislocations . . . . .	14
I.5	Propriétés géométriques des dislocations dans les quasi-cristaux. . . . .	15
I.6	Mouvement des dislocations . . . . .	19
I.7	Propriétés mécaniques . . . . .	20
I.8	Vecteurs de Burgers . . . . .	23
I.9	Modélisation de la plasticité . . . . .	24
I.9.1	Le modèle des clusters . . . . .	24
I.9.2	Le modèle de type Peierls . . . . .	26
I.9.3	Modélisation de la déformation macroscopique . . . . .	26
I.10	Plan de l'étude . . . . .	29
<b>II</b>	<b>Observation et caractérisation des défauts en microscopie électronique à transmission</b>	<b>31</b>
II.1	Introduction . . . . .	31
II.2	Contraste des dislocations . . . . .	32
II.2.1	Cas d'une dislocation parfaite . . . . .	32
II.2.2	Cas d'une dislocation imparfaite . . . . .	35
II.3	Contraste des défauts plans . . . . .	36
II.3.1	Cas des fautes simples . . . . .	36
II.3.2	Cas des parois d'antiphase et fautes complexes . . . . .	37
II.3.3	Cas des lamelles de phase décagonale . . . . .	39
II.4	Contraste de fond . . . . .	39

---

II.5	Conclusions . . . . .	44
<b>III</b>	<b>Plasticité d'AIPdMn à basse température : déformation à 20°C</b>	<b>47</b>
III.1	Introduction . . . . .	47
III.2	Détails Expérimentaux . . . . .	47
III.2.1	Déformation sous forte pression de confinement . . . . .	47
III.2.2	Préparation des échantillons . . . . .	49
III.2.3	Microscopie électronique en transmission . . . . .	50
III.3	Observations et interprétations . . . . .	50
III.3.1	Observations générales . . . . .	50
III.3.2	Emission de dislocations par les murs . . . . .	52
III.3.3	Dislocations aux extrémités des murs . . . . .	54
III.3.4	Analyse en faisceau convergent . . . . .	56
III.3.5	Evaluation d'une possible activité de glissement dévié . . . . .	56
III.3.6	Murs dans les échantillons déformés à 300°C . . . . .	59
III.4	Discussion . . . . .	61
III.5	Conclusions . . . . .	63
<b>IV</b>	<b>Plasticité d'AIPdMn à basse température : déformation à 300°C</b>	<b>65</b>
IV.1	Introduction . . . . .	65
IV.2	Observations et interprétations . . . . .	65
IV.2.1	Observations générales . . . . .	66
IV.2.2	Dislocations dans le plan 5 perpendiculaire à l'axe de compression . . . . .	68
IV.2.3	Dislocations dans les plans binaires inclinés . . . . .	76
IV.2.4	Dislocations dans les plans binaires parallèles à l'axe de compression . . . . .	78
IV.2.5	Caractère "lacunaire" ou "interstitiel" des fautes de phasons . . . . .	78
IV.3	Discussion . . . . .	80
IV.3.1	Dissociation et décomposition . . . . .	80
IV.3.2	Mobilité des dislocations en montée . . . . .	86
IV.3.3	Multiplication et montée des dislocations dans les plans binaires parallèles à l'axe de compression. . . . .	88
IV.4	Conclusions . . . . .	89
<b>V</b>	<b>Plasticité d'AIPdMn á haute température : observations <i>in-situ</i></b>	<b>91</b>
V.1	Introduction . . . . .	91

---

V.2	Détails expérimentaux . . . . .	92
V.3	Observations générales et interprétations . . . . .	93
V.3.1	Mouvements des dislocations dans des plans binaires . . . . .	93
V.3.2	Mouvements des dislocations dans des plans quinaires . . . . .	100
V.3.3	Mouvements des dislocations dans des plans ternaires . . . . .	105
V.3.4	Mouvements des dislocations sous contrainte uniaxiale . . . . .	109
V.3.5	Discussion . . . . .	110
V.3.6	Conclusions des observations générales . . . . .	112
V.4	Dynamique d'un dipôle de dislocations . . . . .	113
V.4.1	Observations . . . . .	113
V.4.2	Discussion . . . . .	118
V.4.3	Conclusions . . . . .	119
V.5	Mesures quantitatives . . . . .	120
V.5.1	Mesure de la vitesse des dislocations en fonction de leur longueur . . . . .	120
V.5.2	Mesure de la vitesse d'une dislocation en fonction de la contrainte locale . . . . .	124
V.6	Conclusions . . . . .	126
<b>VI</b>	<b>Modèle de Plasticité dans AIPdMn</b>	<b>129</b>
VI.1	Introduction . . . . .	129
VI.2	La montée dans la littérature . . . . .	130
VI.3	Mécanismes élémentaires de montée aux faibles contraintes . . . . .	133
VI.3.1	Absorption de lacunes assistée par la contrainte mécanique . . . . .	133
VI.3.2	Emission de lacunes assistée par la contrainte chimique . . . . .	135
VI.4	Montée par nucléation de paires de jogs . . . . .	135
VI.5	Modélisation de la plasticité . . . . .	138
VI.5.1	Faibles déformations, Estimation de la contrainte chimique . . . . .	138
VI.5.2	Fortes déformations, Estimation de la contrainte interne . . . . .	140
VI.5.3	Adoucissement (cas des quasi-cristaux) . . . . .	142
VI.6	Comparaisons avec l'expérience . . . . .	143
VI.6.1	Comportement en relaxation et contrainte interne . . . . .	143
VI.6.2	Dépendance en contrainte de la vitesse des dislocations . . . . .	144
VI.6.3	Effet de longueur et énergie d'activation . . . . .	146
VI.6.4	Origine de l'adoucissement . . . . .	149
VI.7	Conclusions . . . . .	151

---

VI.8 Annexe . . . . .	152
VI.8.1 Energie de formation d'une paire de jogs . . . . .	152
VI.8.2 Déformation nécessaire à l'établissement de la force chimique . . . . .	153
VI.8.3 Variation des exposants de contrainte et des contraintes interne et chimique en fonction de la contrainte appliquée . . . . .	153
VI.8.4 Courbure des dislocations dans le régime de vitesse indépendante de la longueur . . . . .	155
<b>VI Plasticité d'AlCuFe</b>	<b>157</b>
VII.1 Introduction . . . . .	157
VII.1.1 Observations d'échantillons prédéformés . . . . .	158
VII.1.2 Observations <i>in-situ</i> . . . . .	161
VII.1.3 Discussion . . . . .	164
VII.2 Conclusions . . . . .	164
<b>Conclusions et Perspectives</b>	<b>167</b>





# Chapitre I

## Quasi-cristaux, dislocations et plasticité

### I.1 Introduction.

1982 restera une date importante dans le monde de la cristallographie : celle de la découverte d'une structure ordonnée à longue distance mais non périodique. C'est alors qu'il regardait des alliages trempés à base d'aluminium et de manganèse que Dany Shechtman remarque avec étonnement des clichés de diffraction ponctuels caractéristiques de l'icosaèdre et par conséquent possédant des axes de symétrie d'ordre 5 (quinaire). Or depuis le début du 20<sup>ème</sup> siècle, on sait que ce type de symétrie est incompatible avec l'ordre cristallin. Il fallut deux ans à Shechtman pour se convaincre du fait qu'il observait de telles structures et non des macles inhabituelles qui pouvaient reproduire la symétrie icosaédrique. La face du monde en aurait été sauvée, mais l'échelle à laquelle devait se produire de telles macles, celle de l'atome, rendait caduque la notion même de macle : la compréhension de ces structures exigeait une interprétation nouvelle. En 1984, l'article fondateur de Shechtman, Blech, Cahn et Gratias [1] annonçait la découverte d'une structure possédant des symétries d'orientation sans symétries de translation. Un article publié la même année donnait ensuite une première interprétation de ces structures qui furent nommées "*quasi-cristaux*" [2]. Les cristallographes connaissaient déjà un type d'ordre non périodique. En effet les phases incommensurables découvertes en 1932 [3] étaient décrites comme le résultat de la superposition de deux périodicités dans le cristal dont le rapport des périodes n'est pas rationnel. Toutefois, les clichés de diffraction habituels de ce genre de structure étaient incompatibles avec ceux de Shechtman. L'explication était ailleurs. L'année 1985 fut marquée par le travail fondamental réalisé de façon concomitante par Katz et Duneau [4], Kalugin, Kitayev et Levitov

[5] et Elser [6] sur la description des quasi-cristaux en terme de cristallographie dans un espace à  $N$  dimensions. La simulation des diagrammes de diffraction obtenus par la méthode dite de "coupe et projection" donnait des résultats probants. On pensa alors que les seuls problèmes qui restaient à résoudre consistaient à obtenir des mono-grains de bonne taille et de bonne composition, jusqu'au moment où Bendersky découvrit un type nouveau de phase stable possédant une symétrie décagonale [7]. La synthèse de nombreuses phases stables ne fit alors que s'accélérer. On dénombre aujourd'hui une centaine de structures quasi-cristallines, principalement des alliages métalliques ternaires. A partir des phases icosaédriques AlPdMn, on a pu synthétiser au début des années 90 des mono-grains très purs de taille centimétrique [8], qui ont servi à tester la validité des premiers modèles de structures atomiques. Même si leurs structures restent relativement bien connues, les questions liées à leur mode de croissance et à leur stabilité demeurent problématiques. De nombreuses caractéristiques liées au caractère éminemment atypique de ces matériaux ont stimulé depuis plus de 20 ans l'ensemble des domaines de la physique. Citons entre autre le caractère isolant électrique et thermique des quasi-cristaux, étonnant pour un alliage métallique.

## I.2 Quasi-cristallographie élémentaire

Une large bibliographie est consacrée à ce sujet [9, 10, 11]. On se contentera de donner quelques éléments nécessaires à la compréhension de la géométrie particulière des dislocations dans cette structure. Le quasi-cristal le plus simple à 1 dimension est représenté par le modèle archétype de la chaîne de Fibonacci (figure I.1). Cette chaîne est obtenue par itération d'une

L  
 LC  
 LCL  
 LCLLC  
 LCLLCLCL

---

FIG. I.1: Exemple de structure non-périodique : la chaîne de Fibonacci. Elle est générée à partir de deux segments prototypes  $L$  et  $C$  en suivant la loi itérative  $L$  donne  $LC$  et  $C$  donne  $L$ . Cet archétype de quasi-cristal à 1 dimension bien que non-périodique est ordonné à longue distance.

procédure d'inflation basée sur deux segments de longueur différente, un long  $L$  et un court  $C$  de la façon suivante : chaque segment long rencontré est remplacé par la séquence  $LC$  et un segment court est remplacé par un long. Ceci constitue un pavage à 1 dimension qui est, comme

on peut facilement le démontrer, non-périodique. En particulier, le rapport entre le nombre de segments  $L$  et le nombre de segments  $C$  est égal, pour une chaîne infinie, au nombre d'or, noté  $\tau (\cong 1.6180339)$ . Le concept d'espace de plus grande dimension apparaît simplement de la façon suivante. La chaîne de Fibonacci apparaît naturellement si on considère un réseau carré que l'on aurait coupé par une droite de pente irrationnelle ( $\tan \alpha = 1/\tau$ ,  $\alpha \cong 31.71^\circ$ ), suivie de la projection des sommets sur la droite de coupe (figure I.2).

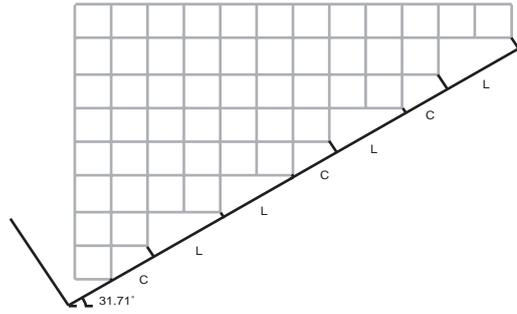


FIG. I.2: Génération de la chaîne de Fibonacci par coupe d'un réseau carré puis projection des sommets sur une droite de pente irrationnelle.

Le même raisonnement peut être appliqué en prenant un réseau cubique coupé par un plan d'orientation irrationnelle, comme le montre la figure I.3. Celle-ci peut être vue soit comme un empilement de cubes élémentaires à 3 dimensions soit comme un pavage non périodique du plan défini par trois types de losanges élémentaires. Bien que non-périodique, on peut définir dans le pavage une série de rangées denses rugueuses (plans denses à 3D) appelées "vers" que l'on peut voir comme l'intersection des plans denses du réseau périodique 3D avec le plan de coupe (figure I.3).

Ces deux exemples illustrent plusieurs propriétés des structures quasi-cristallines :

- Elles peuvent être définies par la "coupe et projection" de surfaces atomiques  $\sigma$  copiées à chaque nœud d'un réseau de Bravais ( $D$ ) de dimension  $N$ . La figure I.4a représente une chaîne de Fibonacci obtenue par cette méthode.
- L'espace de coupe  $E_{\parallel}$  est l'espace physique (de dimension  $d_{\parallel}$ ) contenant le quasi-cristal d'orientation irrationnelle par rapport au réseau périodique de départ, et les intersections des surfaces atomiques avec l'espace physique définissent les positions des espèces atomiques dans la structure (ceci impose des surfaces atomiques plates selon  $E_{\parallel}$ ). On définit de plus l'espace complémentaire  $E_{\perp}$ , appelé espace perpendiculaire, de dimension  $d_{\perp} = N - d_{\parallel}$ . Dans les deux exemples précédents il est de dimension 1.

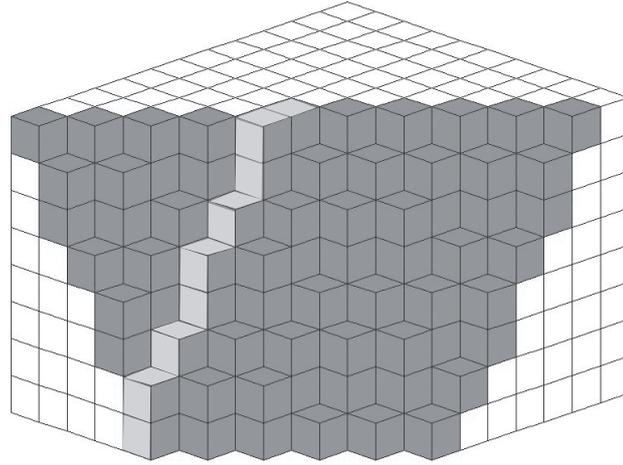


FIG. I.3: Génération d'un pavage plan non périodique par la coupe et projection d'un réseau cubique sur un plan d'orientation irrationnelle. Les plans denses quasi-cristallins sont ici les rangées rugueuses du pavage, appelées "vers" (en gris), définies par l'intersection des plans denses du réseau périodique avec le plan de coupe.

- Lors d'une translation uniforme de l'espace de coupe le long de  $E_{\perp}$ , de nombreuses surfaces atomiques ne sont plus intersectées alors que des nouvelles le sont (la longueur des surfaces atomiques est choisie de façon à conserver le nombre d'atomes constant lors d'une telle translation). Bien que la structure semble différente, elle est équivalente à la précédente (figure I.4b).

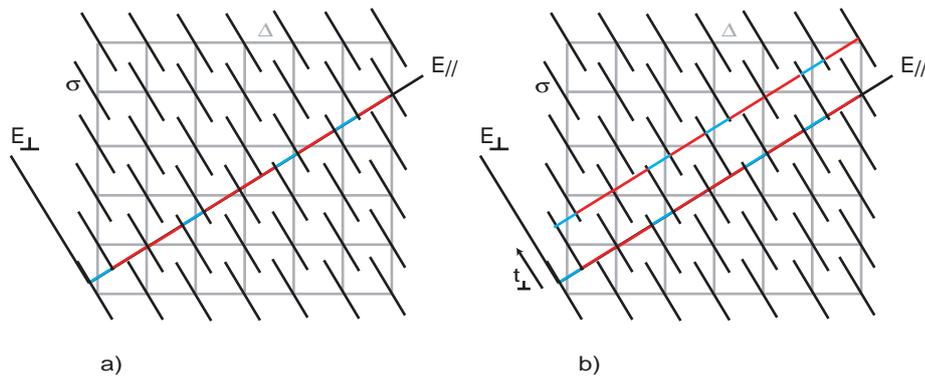


FIG. I.4: Définition générale de la "méthode de coupe et projection". (a) La structure quasipériodique (ici la chaîne de Fibonacci) est générée par l'intersection de l'espace de coupe  $E_{\parallel}$  avec les surfaces atomiques  $\sigma$  disposées sur le réseau périodique  $D$  et allongées selon  $E_{\perp}$ . (b) Lors d'une translation uniforme  $\vec{t}_{\perp}$  de l'espace de coupe  $E_{\parallel}$  selon  $E_{\perp}$ , la structure obtenue est différente mais localement indiscernable de la structure de départ.

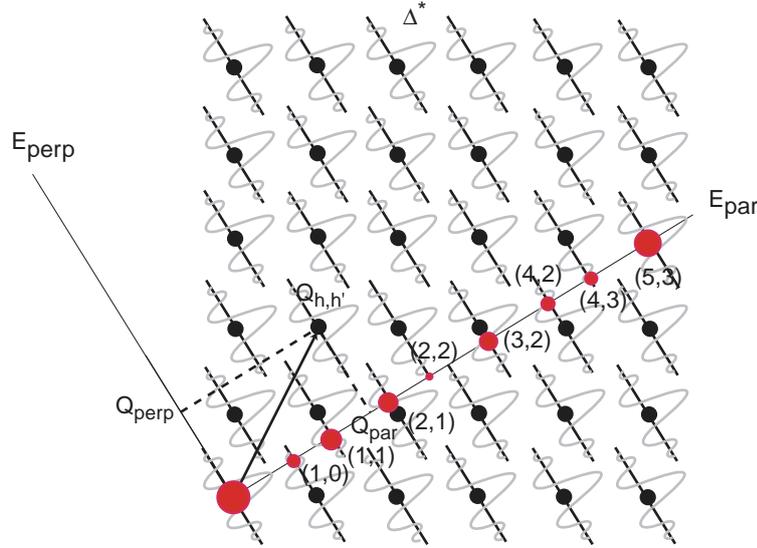


FIG. I.5: Principe de calcul du diagramme de diffraction d'un quasi-cristal. Les taches de diffraction sont obtenues par la projection le long de  $E_{\perp}$  des nœuds du réseau réciproque  $D^*$  sur  $E_{\parallel}$ . L'intensité des taches (en gris) dépend des coordonnées  $(h, h')$  du vecteur diffraction  $Q_{h,h'}$  (courbe grise). Les pics les plus intenses représentés dans  $E_{\parallel}$  forment une séquence non-périodique.

- Le diagramme de diffraction de la structure peut être simulé en calculant les composantes de Fourier de la structure obtenue par la méthode de "coupe et projection". Ces dernières sont déterminées par la projection sur  $E_{\parallel}$  le long de  $E_{\perp}$  des nœuds du réseau réciproque  $D^*$ . Il en résulte un spectre de diffraction dense composé de pics dont l'intensité dépend des coordonnées des nœuds par rapport à l'espace perpendiculaire (figure I.5).

### I.3 Quasi-cristaux icosaédriques

Nous limiterons nos considérations à cette phase dans la suite. Les clichés de diffraction de ces quasi-cristaux possèdent la symétrie de l'icosaèdre, à savoir des axes d'ordre binaire, ternaire et quinaire (figure I.6).

La figure I.7 illustre la manière d'indexer un réseau réciproque à deux dimensions. Elle montre que 4 vecteurs, deux selon chacune des directions  $e_x$  et  $e_y$ , sont nécessaires pour décrire l'ensemble des nœuds d'un diagramme de diffraction présentant une symétrie quinaire. L'ensemble des taches peut alors s'écrire sous la forme  $(e_x, e_y) = (n + m\tau, n' + m'\tau)$ . Il est à noter du fait de l'irrationalité du nombre d'or  $\tau$ , que les vecteurs diffraction peuvent alors être arbitrairement petits. Le réseau réciproque est donc dense. Le réseau direct peut être décrit dans ce cas par la coupe et projection d'un réseau périodique de dimension 4. De même, il a été rapidement reconnu

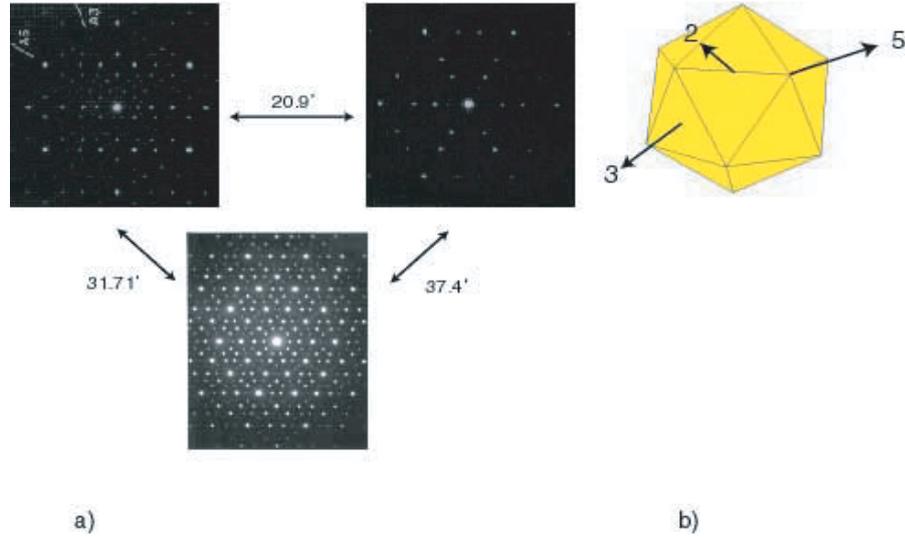


FIG. I.6: (a) Clichés de diffraction caractéristiques des structures icosaédriques. L'ensemble des axes de symétrie est compatible avec le groupe ponctuel de l'icosaèdre (b).

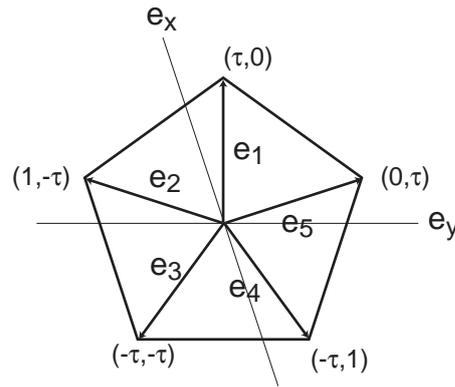


FIG. I.7: Analogie à 2D de l'indexation d'un cliché de diffraction présentant une symétrie pentagonale. Dans le repère  $(\vec{e}_x, \vec{e}_y)$  du plan, 4 vecteurs (2 par directions) :  $(0,1)$ ,  $(0,\tau)$ ,  $(1,0)$ ,  $(\tau,0)$  sont nécessaires pour décrire l'ensemble des nœuds du réseau réciproque. D'après [14]

que la symétrie icosaédrique pouvait se déduire d'un espace périodique à 6 dimensions, dont les 6 vecteurs unitaires du réseau se projettent sur  $E_{\parallel}$  selon les 6 directions quinaires joignant le centre aux sommets d'un icosaèdre (les réseaux réciproque et réel ont les mêmes symétries). Dans une base orthonormée de  $E_{\parallel}$ , 6 vecteurs sont donc nécessaires pour indexer les clichés de diffraction, 2 dans chaque direction, de normes irrationnelles entre elles. Ceci donne lieu à la notation de Cahn *et al.* [12] :  $(\vec{e}_{x_{\parallel}}, \vec{e}_{y_{\parallel}}, \vec{e}_{z_{\parallel}}) = \lambda(h + h'\tau, k + k'\tau, l + l'\tau)$ , avec  $\lambda = \frac{1}{\sqrt{2(2+\tau)}}$ .

De nombreux efforts ont été dédiés à la compréhension de la structure atomique. Pour chaque espèce atomique, il est nécessaire de définir la forme et la position de leur surface atomique dans le réseau 6D. Les investigations structurales [13, 14, 15] de AlPdMn s'accordent à dire

que sa structure est bien décrite par un réseau hyper-cubique à faces centrées, de paramètre  $A_0 = 0.645nm$ , de groupe ponctuel F235, composée de 3 surfaces atomiques notées  $n$ ,  $n'$  et  $bc$ , allongées selon  $E_{\perp}$ , et attachées respectivement à l'origine et aux nœuds  $(100000)$  et  $1/2(\bar{1}111\bar{1}\bar{1})$  (cf. figure I.8a). On omettra dans la suite le paramètre de maille  $A_0$  dans l'espace  $6D$ , et  $a_0 = \lambda A_0$  le paramètre de maille moyen dans  $E_{\parallel}$ , lorsque l'on désignera les vecteurs. Un choix raisonnable et simple de ces surfaces atomiques qui s'accorde avec les données de diffraction est constitué de trois triacontaèdres  $T_n$ ,  $T'_n$  et  $T_{bc}$ . La position réelle des atomes dans l'espace  $3D$  pourrait être déduite simplement de la méthode de coupe et projection, mais une analyse plus pertinente [14] montre que les atomes peuvent être regroupés en configuration atomiques les plus fréquentes sous forme d'amas. 95 % des atomes peuvent ainsi être regroupés sous forme de deux "clusters" de 33 et 51 atomes dont l'enchevêtrement reproduit la symétrie de l'icosaèdre (cf. figure I.8b).

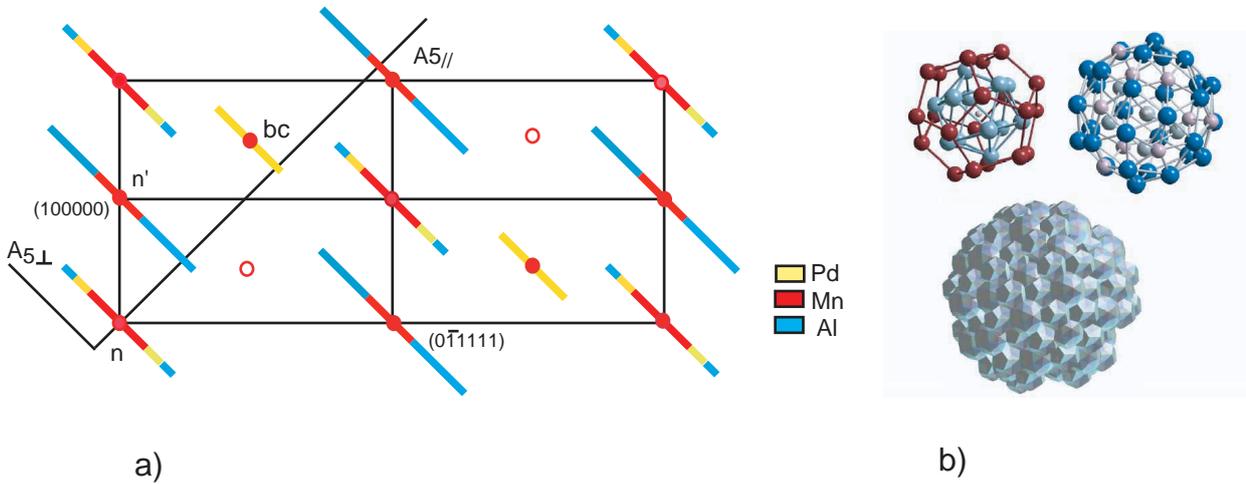


FIG. I.8: Structure de  $i$ -AlPdMn. (a) Description de la structure selon une coupe bi-dimensionnelle de l'espace  $6D$  engendrée par les directions quinaires  $A_{5\parallel}$  et  $A_{5\perp}$ . Elle peut être décrite comme un réseau hyper-cubique à faces centrées décoré par trois surfaces atomiques attachées aux nœuds  $n$ ,  $n'$  et  $bc$ . (b) Description de la structure dans  $E_{\parallel}$ . La majorité des atomes appartiennent à deux types d'amas atomiques (en haut) s'interpénétrant pour reproduire la symétrie icosaédrique (en bas).

## I.4 Phonons, phasons et dislocations

Le concept de dislocation a été introduit de façon théorique dans les quasi-cristaux [16, 17] peu de temps après leur découverte. Cependant, ce n'est que plusieurs années après que les premières dislocations furent observées en microscopie électronique par transmission [18, 19, 20]. On a alors consacré un large effort à la compréhension de ces défauts en terme de propriétés géométriques [21, 22, 23]. Ainsi, l'introduction de l'espace périodique de dimension 6 a conduit à une reformulation de la théorie élastique des dislocations [24, 25].

En reprenant notre exemple de chaîne de Fibonacci à 1D, obtenue par coupe et projection d'un réseau carré, nous allons voir comment les propriétés élastiques sont modifiées. Il est possible de déformer localement le réseau carré par l'introduction d'un déplacement soit le long de l'espace parallèle  $\vec{d}_{\parallel}$  soit le long de l'espace perpendiculaire  $\vec{d}_{\perp}$ . Dans le premier cas, le déplacement conduit localement à une variation dans la longueur de certains segments  $L$  et  $C$ , ce qui se traduit par un champ élastique dans l'espace physique  $\vec{u}_{\parallel}$  (figure I.9a). Dans le second cas, un déplacement local a pour conséquence un échange local des segments  $L$  et  $C$ . Ceci peut être interprété par des distorsions chimiques à l'échelle atomique dans l'arrangement du quasi-cristal. Elles n'induisent donc pas de contraintes élastiques à longue distance (figure I.9b). Ces défauts sont appelés "phasons" et le champ de déformation associé à l'espace perpendiculaire est appelé "champ de phasons" ( $\vec{u}_{\perp}$ ).

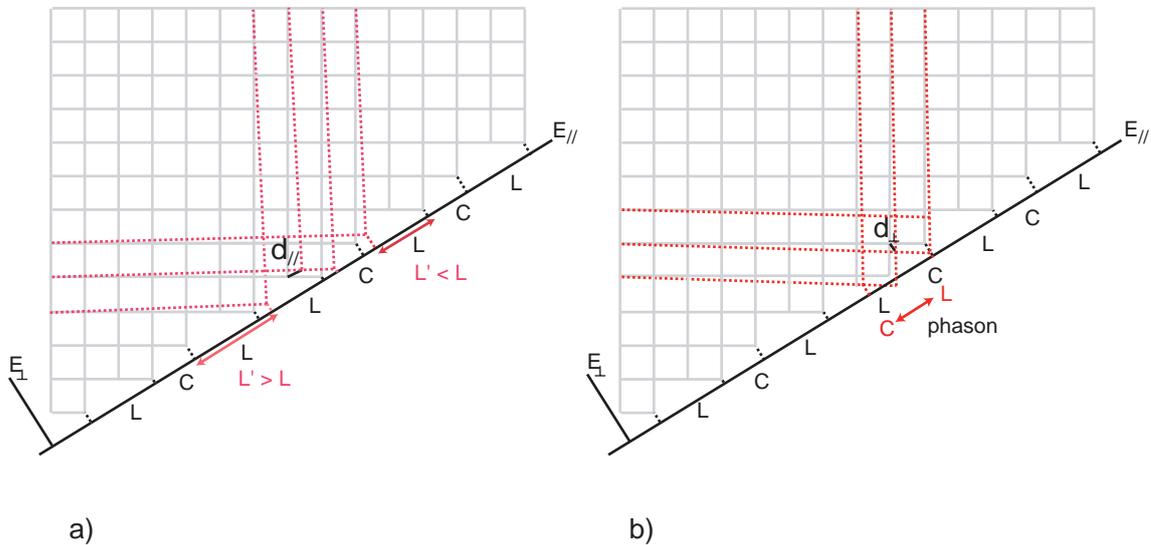


FIG. I.9: Illustration du concept de champ de déformation dans un quasi-cristal. (a) Une déformation locale le long de  $E_{\parallel}$  ( $\vec{d}_{\parallel}$ ) entraîne l'apparition d'un champ élastique ( $\vec{u}_{\parallel}$ ), alors que (b) une déformation le long de  $E_{\perp}$  ( $\vec{d}_{\perp}$ ) entraîne l'apparition d'imperfections chimiques (phasons) associées à un champ de phasons ( $\vec{u}_{\perp}$ ).

## I.5 Propriétés géométriques des dislocations dans les quasi-cristaux.

Les dislocations dans les quasi-cristaux peuvent être définies comme dans les cristaux par le processus de Volterra mais transposé dans un contexte à 6 dimensions. En réalité, on distingue deux situations dans lesquelles le processus de Volterra est effectué, soit dans l'espace physique soit dans l'espace à 6D, et conduisant respectivement à une dislocation soit imparfaite soit parfaite. Dans le premier cas, la coupe et projection de la structure sont réalisées avant le processus de Volterra, dans le second elles sont réalisées après.

Reprenons notre exemple de quasi-cristal à 2D généré par la coupe d'un réseau cubique à 3D. Effectuons tout d'abord le processus de Volterra dans l'espace à 2D (figure I.10). Si l'on enlève un demi quasi-plan ("vers") et que l'on recolle les deux lèvres de la coupure, on crée une dislocation entourée uniquement d'un champ élastique  $\vec{u}_{\parallel}$  définissant un vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel} = \oint d\vec{u}_{\parallel}$  contenu dans l'espace physique. Ici le champ élastique peut être vu comme la déformation des "vers" autour du cœur de la dislocation, comme les plans cristallographiques sont déformés autour d'une dislocation dans un cristal. Du fait de la non-périodicité du réseau dans l'espace physique, une faute est créée le long de la coupure et la dislocation est imparfaite. Cette faute, appelée "*faute de phasons*" est le résultat de la violation des règles d'accolements entre les pavés élémentaires. En effet, ces règles, symboliquement représentées par des flèches de même sens limitant les côtés des pavés, sont manifestement violées après recollement dans le plan de coupe.

Effectuons maintenant le processus de Volterra dans le réseau cubique à 3D en ajoutant un demi-plan. En recollant les lèvres, on obtient une dislocation parfaite dont le vecteur de Burgers  $\vec{B}$  est une arête d'un cube et a par conséquent une composante dans  $E_{\parallel}$  et  $E_{\perp}$  (figure I.11a). Après coupe et projection, la dislocation est entourée à la fois d'un champ élastique (distorsion des losanges élémentaires) et d'un champ de phasons notés par des points (figure I.11a). Un phason correspond à l'ajout ou le retrait d'un cube élémentaire (figure I.11b) ou, selon la vision bi-dimensionnelle, à une inversion dans les configurations hexagonales formées par les losanges élémentaires (figure I.11c). La dislocation reste caractérisée par un vecteur de Burgers à six dimensions.

Dans le cas réel, si on effectue le processus de Volterra dans l'espace à 6D, il faut faire une coupe dans un plan à 5D qui contient le plan de coupe à 2D dans l'espace physique et l'espace perpendiculaire entier. Les lèvres de la coupure sont alors déplacées le long d'un vecteur de l'espace 6D, formant ainsi une ligne de dislocation à 4D qui contient la ligne à 1D dans l'espace physique et l'espace perpendiculaire entier. Une fois projetée, cette structure forme une

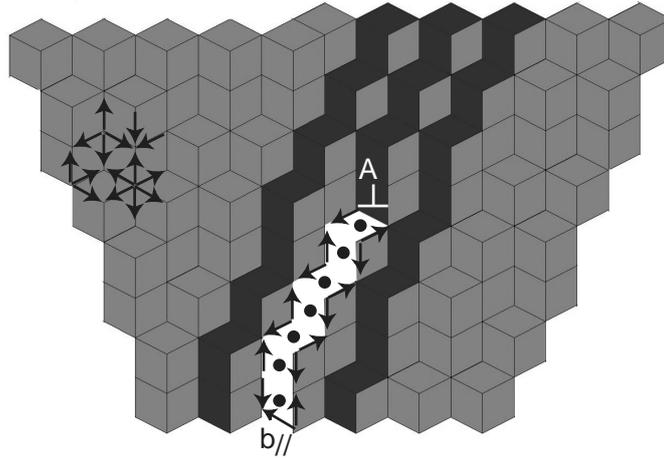


FIG. I.10: Illustration du processus de Volterra dans l'espace physique conduisant à la création d'une dislocation coin "imparfaite" par déplacement des lèvres de coupure d'une quantité  $\vec{b}_{\parallel}$ . Un champ élastique est créé autour du cœur de la dislocation tandis que le champ de phason est concentré dans son sillage (faute de phasons). Cette faute résulte de la violation des règles d'accolements entre les pavés adjacents (flèches).

dislocation parfaite de vecteur de Burgers  $\vec{B}$  avec une composante dans l'espace parallèle  $\vec{b}_{\parallel}$  et une composante dans l'espace perpendiculaire  $\vec{b}_{\perp}$  tel que  $\vec{B} = \vec{b}_{\parallel} + \vec{b}_{\perp}$  avec  $\vec{B} = \oint d\vec{U}$  sur un circuit fermé autour de la dislocation. Ainsi, une dislocation parfaite est entourée d'un champ élastique  $\vec{u}_{\parallel}$  et d'un champ de phasons  $\vec{u}_{\perp}$  tel que  $\vec{b}_{\perp} = \oint d\vec{u}_{\perp}$  et  $\vec{b}_{\parallel} = \oint d\vec{u}_{\parallel}$ . On peut également créer la même dislocation parfaite en deux étapes :

1. processus de Volterra dans l'espace physique conduisant à une dislocation imparfaite et à une faute de phasons.
2. réarrangement significatif, appelé aussi "repavage", qui disperse autour de la dislocation les phasons contenus dans la faute. Cette étape est parfaitement décrite par un déplacement des lèvres de coupure le long de  $E_{\perp}$ .

Ces deux étapes sont très bien vues dans la simulation d'une dislocation construite dans l'espace physique (figure I.12)[26]. Sur la figure I.12a, le quasi-cristal a été coupé le long de la ligne CS et les deux lèvres de la coupure ont été déplacées d'une quantité  $\vec{b}_{\parallel}$ .

Vue en incidence rasante le long de la direction indiquée par une flèche (figure I.12b), on remarque clairement la discontinuité des "plans atomiques" le long de la coupe. Après un déplacement de  $\vec{b}_{\perp}$ , la faute a disparu et la dislocation est devenue parfaite (figure I.12c, d). Si on suppose que les champs de déplacement sont distribués de façon isotrope autour de la

dislocation, on peut écrire dans le cas d'une dislocation vis

$$\begin{aligned} \vec{u}_{\parallel} &= \frac{\theta \vec{b}_{\parallel}}{2\pi}, \quad \vec{u}_{\perp} = \frac{\theta \vec{b}_{\perp}}{2\pi} \\ \frac{\partial \vec{u}_{\parallel}}{\partial l} &= \frac{\vec{b}_{\parallel}}{2\pi r}, \quad \frac{\partial \vec{u}_{\perp}}{\partial l} = \frac{\vec{b}_{\perp}}{2\pi r} \end{aligned} \quad (\text{I.1})$$

Ainsi le champ de phasons est similaire au champ de phonons, c'est à dire proportionnel à  $1/r$ . La distribution de phasons entraînée par un déplacement d'une dislocation coin parfaite parallèlement à un axe de symétrie d'ordre 10 dans une phase décagonale est représentée sur la figure I.13 [27]. Les points blancs et noirs correspondent à la disparition ou l'apparition d'atomes d'espèces différentes (chaque espèce correspond à une forme de point). La distribution semble satisfaire l'équation I.1 qui donne en coordonnées polaires  $\frac{\partial \vec{u}_{\perp}}{\partial x} = \frac{\vec{b}_{\perp}}{2\pi} \frac{\partial \theta}{\partial x} = -\frac{\vec{b}_{\perp}}{2\pi} \frac{\sin \theta}{r}$  où  $x$  est le déplacement horizontal. Jusqu'ici, nous avons parlé des phasons en terme de déplacement de site atomique, mais ils correspondent le plus souvent à la disparition d'une espèce atomique sur un

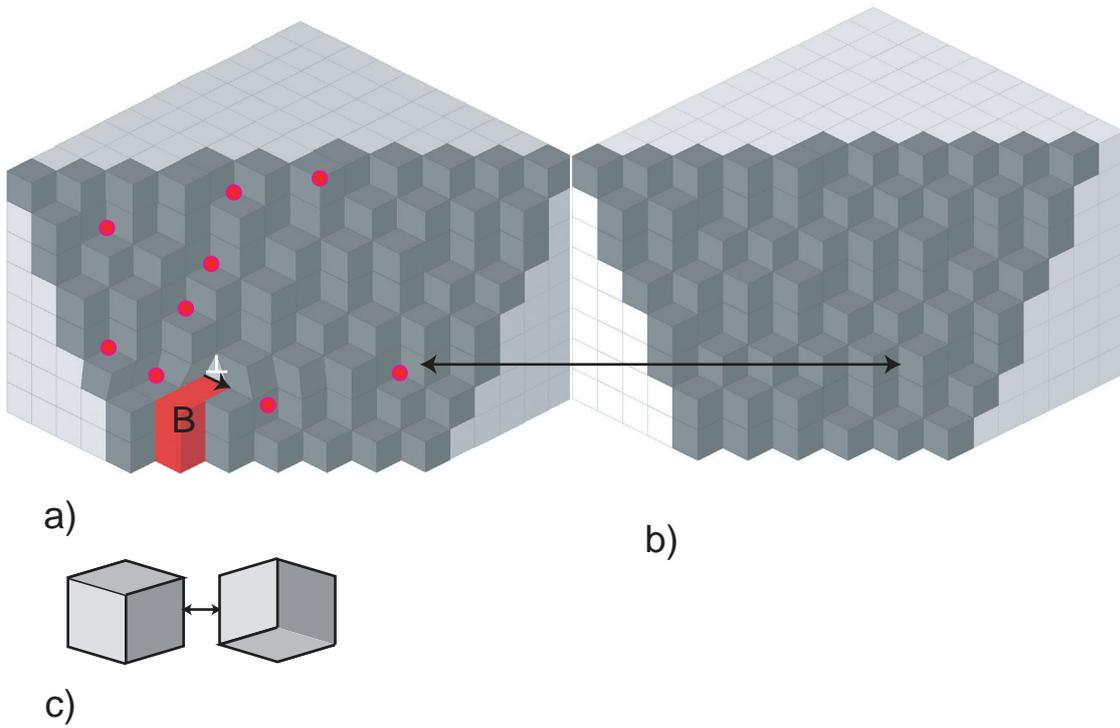


FIG. I.11: Illustration du processus de Volterra dans l'espace périodique suivi de la coupe et projection de la structure dans  $E_{\parallel}$  conduisant à la création d'une dislocation coin "parfaite" en déplaçant les lèvres de coupure d'une quantité  $\vec{B}$  (a). Les champs élastique et de phasons se trouvent répartis autour de la dislocation. Les points représentant les phasons individuels peuvent être identifiés par rapport à la structure non fautée (b) comme le résultat ici de l'ajout ou du retrait d'un cube élémentaire dans la structure à 3D ou comme une inversion des configurations hexagonales formées par les pavés élémentaires à 2D (c).

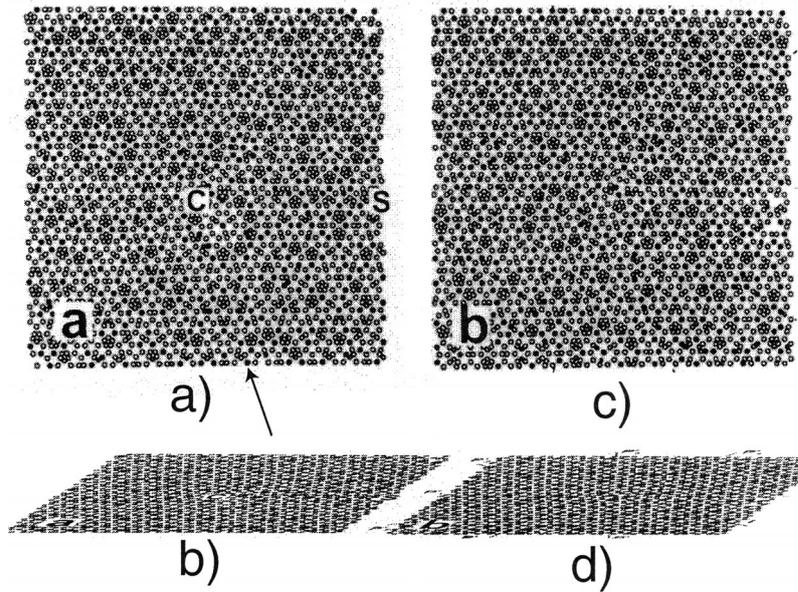


FIG. I.12: Création en deux étapes d'une dislocation parfaite dans un quasi-cristal icosaédrique. Le processus de Volterra est d'abord effectué dans l'espace physique le long de  $CS$  (a) créant une faute de phasons visible en incidence rasante selon la direction indiquée par la flèche (b). (c) Les lèvres de coupures sont déplacées le long de  $E_{\perp}$  conduisant à une dislocation parfaite et une disparition de la faute (d). D'après [26].

site et à l'apparition d'une espèce différente sur un autre site. Ainsi, les déplacements atomiques à courtes distances sont insuffisants à réaliser le repavage, qui nécessite la diffusion d'espèces atomiques sur de grandes distances.

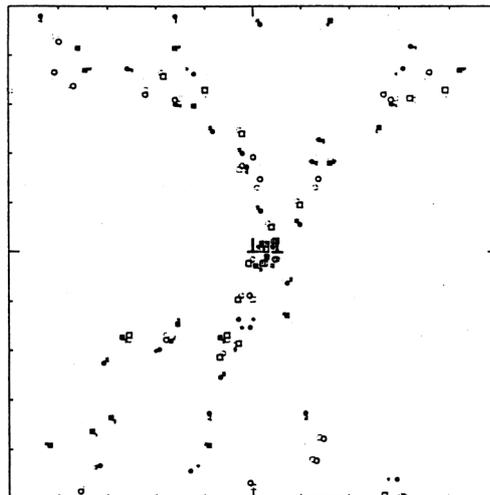


FIG. I.13: Distribution des phasons générés par un faible déplacement horizontal d'une dislocation parfaite dans un quasi-cristal décagonal. D'après [27].

## I.6 Mouvement des dislocations

Les dislocations dans les quasi-cristaux sont soumises, comme dans les cristaux, à des forces dues à l'existence d'un champ de contrainte. Les notions de glissement et de montée peuvent être définies de la même façon que dans les cristaux. On dit qu'une dislocation glisse si son vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel}$  est dans le plan de mouvement. Ce plan est la trace dans  $E_{\parallel}$  de l'hyperplan généré par la direction de la ligne de dislocation et de son vecteur de Burgers  $\vec{B}$ . Au contraire, la dislocation monte si la dislocation a une composante non nulle en dehors du plan de mouvement. Tandis que le glissement s'effectue sans transport de matière, la montée nécessite l'ajout ou le retrait de matière dans le plan de mouvement. Si on raisonne sur un pavage non-périodique, la façon la plus simple de mouvoir une dislocation est de procéder par duplication/annihilation de "vers". Dans ce cas le déplacement s'effectue perpendiculairement à leur plan, ce qui correspond à un processus de montée. La figure I.14 (en bas) montre un tel processus.

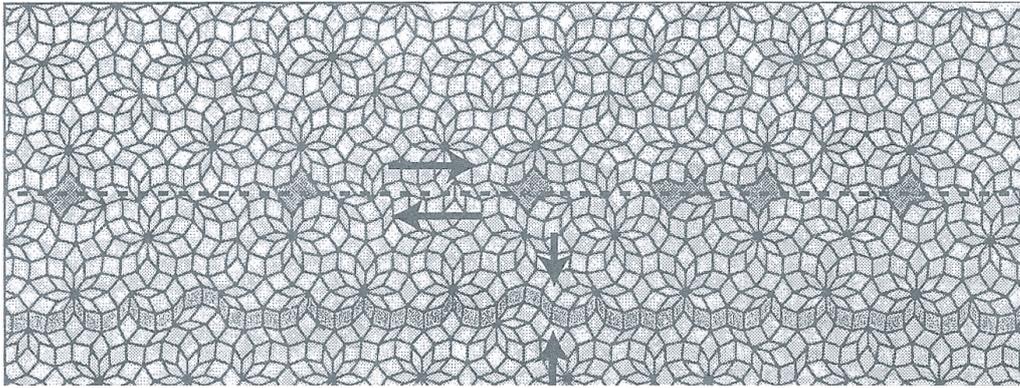


FIG. I.14: Illustration à 2D du processus de montée (en bas) et de glissement (en haut) dans un pavage non-périodique. Alors que la montée procède par duplication/annihilation de "vers" préservant les connexions du pavage, le glissement génère des imperfections non réparables.

Celui-ci conduit à la formation d'une faute de phasons dans le plan de mouvement mais préserve les connexions géométriques du pavage. A l'inverse, un cisaillement parallèle au plan de mouvement (figure I.14 en haut), qui correspond au glissement d'une dislocation, détruit le pavage en générant de nouvelles formes de pavés [28]. Ainsi, une différence entre la montée et le glissement est que la montée procède sans décohésion du pavage alors que le glissement y génère de nombreux dommages.

A basse température, et sous l'effet d'une contrainte, une dislocation parfaite initialement immobile de vecteur de Burgers  $\vec{B}$  (figure I.15a) se décompose en une dislocation mobile de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel}$  laissant derrière elle une faute de phasons caractérisée par un vecteur

déplacement  $\vec{R} = \vec{b}_{\parallel}$  (ou  $\vec{R} = -\vec{b}_{\perp}$  étant donné qu'un vecteur déplacement n'est défini qu'à une translation du réseau 6D près  $\vec{B} = \vec{b}_{\parallel} + \vec{b}_{\perp}$ ) (figure I.15b). Cette faute est bordée de l'autre côté par une dislocation immobile de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\perp}$ . Lorsque la température est plus élevée, la faute et la dislocation  $\vec{b}_{\perp}$  laissées dans le sillage disparaissent par repavage et, si la dislocation s'arrête, elle peut retrouver sa composante perpendiculaire (figure I.15c). A haute température et faible vitesse, le repavage est suffisamment rapide pour considérer que les dislocations se déplacent en restant parfaites.

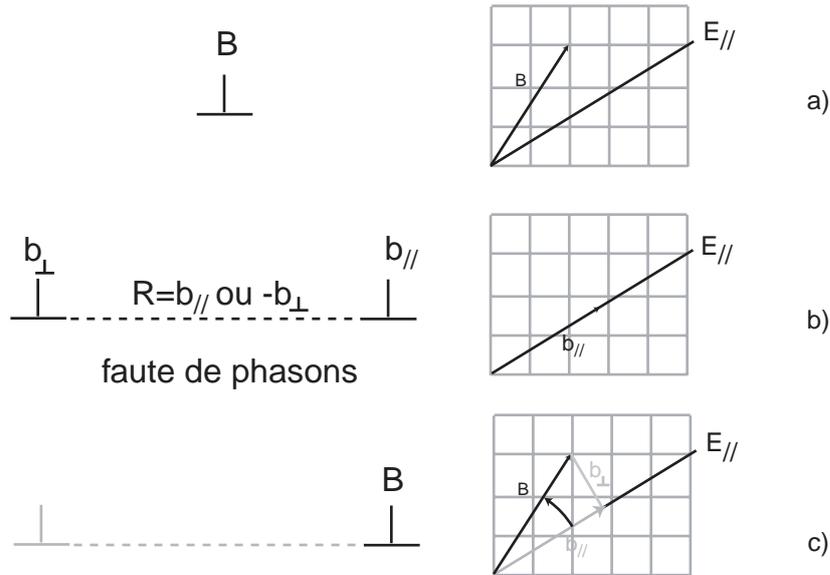


FIG. I.15: Décomposition sous contrainte d'une dislocation parfaite de vecteur de Burgers  $\vec{B}$  (a) en une dislocation imparfaite mobile  $\vec{b}_{\parallel}$  et une dislocation sessile  $\vec{b}_{\perp}$  bordant une faute de phasons de vecteur déplacement  $\vec{R} = \vec{b}_{\parallel}$  ou  $-\vec{b}_{\perp}$  (b). Sous l'effet de l'activation thermique (c), le repavage de la faute par diffusion des phasons autour de la dislocation conduit à la dislocation d'origine de vecteur de Burgers  $\vec{B}$ .

## I.7 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des quasi-cristaux sont inhabituelles pour des alliages métalliques et font l'objet d'interrogations multiples. Elles sont compilées dans le tableau I.1 (cf. [29]).

Les constantes élastiques ont été largement étudiées, en particulier en fonction de la température [36]. Les modules d'élasticité des quasi-cristaux, très élevés, sont du même ordre que ceux des composés à très grande maille (intermétalliques complexes, cf.  $Al_{13}Fe_4$ ), mais les modules de cisaillement sont plus faibles. Les tests d'indentation à faible pénétration indiquent une très grande dureté associée à une faible surface d'endommagement sous contact. Ceci est associé à

Structure	E (GPa)	H <sub>V</sub> (GPa)	H <sub>V</sub> /E	K <sub>IC</sub> (MPam <sup>1/2</sup> )	références
<i>i</i> – Al <sub>64</sub> Cu <sub>22</sub> Fe <sub>24</sub>	100± 10	9.95±0.10	0.1±0.01	1.64±0.16	[30]
<i>i</i> – Al <sub>70</sub> Pd <sub>20</sub> Mn <sub>10</sub>	186	9.3	0.05	0.3	[31, 32]
<i>i</i> – MgZnY	63	4.3	0.068	-	[33]
<i>d</i> – AlCuFeCr	100	8.5	0.085	1.9	[34]
<i>d</i> – AlCoNi	200	9	0.045	-	[32]
Al <sub>13</sub> Fe <sub>4</sub>	130	10.7±0.95	0.081	1.03±0.18	[30]
silicium	168	10.2	0.061	0.7	[35]
alliages base aluminium	70±5	1.75±0.1	0.025	40	-

TAB. I.1: Module élastique  $E$ , dureté  $H_V$  et résistance à la rupture  $K_{IC}$  de différentes phases quasi-cristallines et d'alliages intermétalliques.

un rapport H/E (dureté/module d'élasticité) anormalement élevé qui est à l'origine d'un coefficient de friction faible, d'où de très bonnes propriétés tribologiques de résistance à l'usure [37]. Les phases icosaédriques ont des constantes élastiques très isotropes [38] à cause de leur haute symétrie. Malgré tout, les quasi-cristaux sont extrêmement fragiles ce qui limite grandement leurs applications potentielles. Leur résistance à la rupture, mesurée à partir de fissures de type Palmqvist apparaissant sur les profils d'indentation à pénétration plus profonde, est extrêmement faible, plus faible encore que celle du silicium. A basse température, la plupart des quasi-cristaux présentent une morphologie de fracture fragile apparaissant par clivage le long des plans denses d'ordre 5.

Bien qu'extrêmement fragiles à basse température, les quasi-cristaux présentent une transition fragile-ductile dans un intervalle de température étroit. Par rapport à leur température de fusion, leurs températures de transition fragile-ductile sont élevées ( $>0.75 T_m$ ) comparées à celles d'alliages métalliques ou de céramiques. Dans la suite, on s'intéressera principalement aux propriétés des quasi-cristaux icosaédriques. Ceux-ci peuvent être déformés plastiquement à suffisamment haute température jusqu'à un taux supérieur à 50 %. A vitesse de déformation constante la déformation élastique est suivie par un fort durcissement (supérieur au module d'Young), un crochet de déformation, un cours stade de déformation quasi-stationnaire et un stade d'adoucissement. L'absence de durcissement après le crochet de compression est un comportement atypique, vrai à toutes les températures et observé dans la plupart des phases icosaédriques [39, 40, 41] avec une intensité variable. Il est maintenant bien établi que le mouvement et la multiplication

des dislocations sont responsables de la déformation plastique, au moins dans AlPdMn à haute température [42]. D'autres mécanismes impliquant du maillage [43], du glissement au joints de grains et de la diffusion atomique sont envisagés en association avec des mouvements de dislocations dans AlCuFe polycristallin. Dans AlCuFe, la transition fragile ductile est interprétée par une mobilité accrue des dislocations et non par une augmentation de leur densité [45]. Toujours dans AlPdMn, la plasticité par dislocations a été démontrée par les observations in-situ de dislocations mobiles sous contrainte à haute température [46, 47] et par l'observation post-mortem de l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation et de la température. La figure I.16a montre l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation dans AlPdMn à  $730^{\circ}\text{C}$ . Elle croît rapidement jusqu'aux alentours de 5% de déformation, ce qui indique une intense multiplication en début de déformation. Pour une déformation supérieure à 5%, la densité de dislocation décroît.

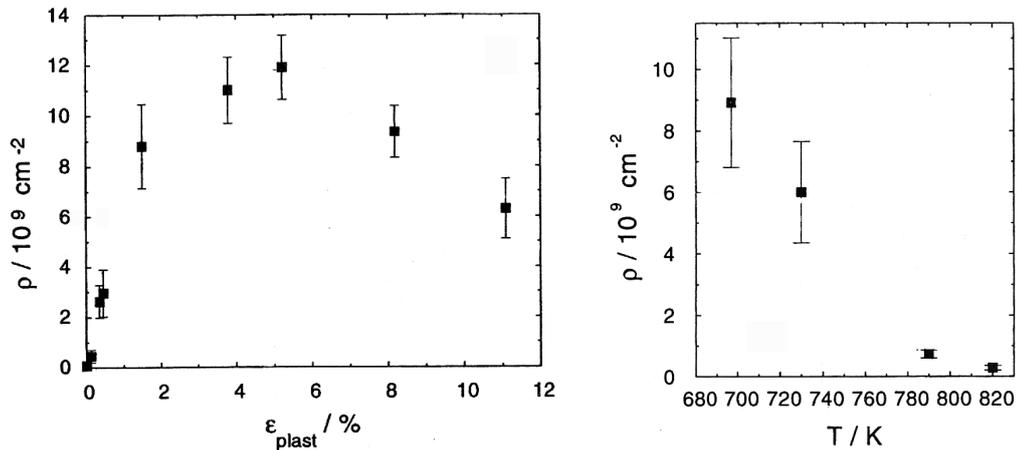


FIG. I.16: Evolution de la densité de dislocations avec la déformation à  $730^{\circ}\text{C}$  (a) et en fonction de la température (b). D'après [55].

Cette décroissance requiert un processus efficace de restauration pour compenser la multiplication des dislocations inhérente à la déformation. Ceci est également confirmé par les données de la figure I.16b montrant l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la température. Habituellement les mécanismes de multiplication et de restauration conduisent à un état d'équilibre (densité de dislocations et contrainte d'écoulement constantes). Il semble ainsi que la diminution de la densité de dislocation à  $\epsilon > 5\%$  soit associée à un phénomène d'adoucissement.

Les volumes d'activation obtenus par essais de relaxation varient entre  $0.16\text{nm}^3$  et  $1.2\text{nm}^3$  [48], soit de l'ordre d'une centaine de  $b_{\parallel}^3$  en choisissant  $b_{\parallel} = 0.183\text{nm}$ . Ils sont fortement

dépendants de la contrainte et leur variation est bien représentée par une fonction hyperbolique (figure I.17). La vitesse de déformation en fonction de la température suivant une loi de type Arrhénius, une enthalpie d'activation peut être extraite de l'ordre de 4eV à 6eV [49].

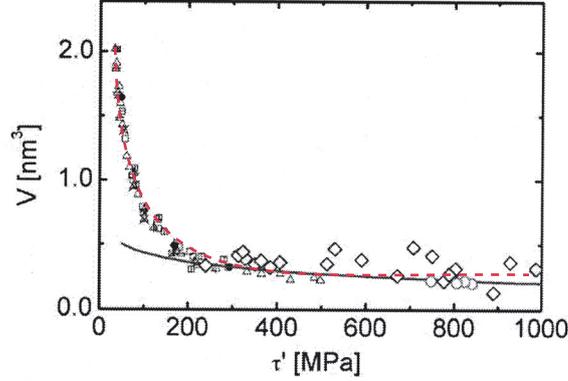


FIG. I.17: Variation du volume d'activation en fonction de la contrainte décrivant une loi hyperbolique (en pointillé) dans AlPdMn. Chaque symbole correspond à une expérience effectuée à une température donnée. En trait plein, la courbe théorique obtenue avec un modèle de glissement de Peierls. D'après [49].

## I.8 Vecteurs de Burgers

Des observations *post-mortem* d'échantillons d'AlPdMn en champ clair [20, 26] et de AlCuFe en haute résolution [50] montrent que les vecteurs de Burgers sont dirigés le long de directions binaires avec  $|\frac{b_{\perp}}{b_{\parallel}}| = \tau^3$  ( $|b_{\parallel}| = 0.297nm$ ), et  $|\frac{b_{\perp}}{b_{\parallel}}| = \tau^7$  ( $|b_{\parallel}| = 0.11nm$ ). L'analyse de dislocations imparfaites bordant des fautes de phasons [51, 52] conduit également à des vecteurs de Burgers binaires avec  $|b_{\parallel}| = 0.480nm$ . D'autres résultats ont été obtenus à partir d'observations en faisceau convergent (CBED) dans AlPdMn [53]. Ils montrent qu'après déformation 90 % des dislocations ont des vecteurs de Burgers avec des composantes dans  $E_{\parallel}$  dans des directions binaires, les autres ayant des composantes dans  $E_{\parallel}$  parallèles à des directions ternaires et quinaires. Les dislocations correspondantes sont parfaites et leurs vecteurs de Burgers sont des translations du réseau 6D. Elles peuvent avoir indifféremment un caractère coin, vis ou mixte. Dans la plupart des cas le rapport  $\xi = |\frac{b_{\perp}}{b_{\parallel}}|$  appelé paramètre d'accommodation de contrainte et indiquant la répartition de l'énergie élastique de la dislocation entre phonons et phasons, vaut  $\tau^5$  et tend à croître lorsque la déformation croît (figure I.18). Ceci indique que les dislocations mobiles sont capables de traîner des fautes de phasons avec une composante  $\vec{r}_{\perp}$  de plus en plus grande.

D'après [53], ceci peut être interprété par une diminution de l'énergie des fautes de phasons avec la déformation.

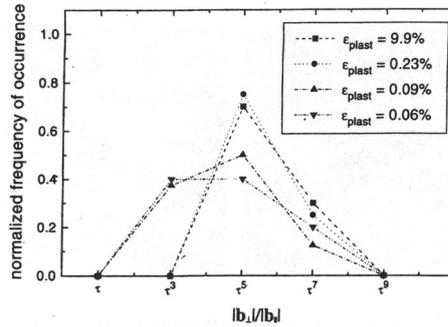


FIG. 1.18: Evolution du paramètre d'accommodation  $\xi = |b_{\perp}/b_{\parallel}|$  en fonction de la déformation pour des dislocations binaires. D'après [53].

## I.9 Modélisation de la plasticité

Depuis la mise en évidence du rôle des dislocations dans la plasticité, de nombreuses expériences ont été menées dans le but de comprendre leur mode de déplacement [26, 48, 54, 55]. Elles concluent toutes à un mécanisme de glissement. Cependant, si les vecteurs de Burgers peuvent être déterminés avec précision dans les échantillons déformés observés *post-mortem*, il est impossible de déterminer les plans de déplacement car les dislocations enchevêtrées forment un réseau tri-dimensionnel. A l'inverse, les premières observations in-situ [47] dans lesquelles une détermination précise du plan de déplacement est possible, ne permettaient pas de connaître le vecteur de Burgers. L'existence du glissement n'a donc jamais été réellement démontrée expérimentalement, bien qu'il ait été obtenu dans des simulations numériques sophistiquées basées sur la dynamique moléculaire ou de simples modèles de pavages à 2D ou 3D [56, 57, 58]. Principalement deux modèles de glissement ont tout d'abord été élaborés : le modèle des clusters [48] et le modèle de friction de type Peierls [27, 59, 60].

### I.9.1 Le modèle des clusters

Dans le modèle des clusters, les amas d'atomes de type Mackay sont supposés être des obstacles durs aux dislocations qui glissent. Cette hypothèse s'appuie sur des observations, en microscopie à effet tunnel, de ce type de clusters sur des surfaces clivées [61]. Si on suppose que les obstacles sont coupés individuellement par le passage d'une dislocation, le volume d'activation correspondant devrait être :  $V = b_{\parallel}ld$ , où  $l$  est la distance d'activation, c'est à dire la

distance entre la position stable de la dislocation avant l'activation et la position instable après l'activation, et  $d$  est la distance moyenne entre les clusters. Une première estimation [46] conduit à  $V \cong 0.4nm^3$  en prenant  $l = 1nm$ ,  $d = 2nm$  et  $b_{\parallel} = 0.183nm$ , ce qui correspond environ à la valeur moyenne expérimentale. Toutefois, les dislocations sont supposés glisser entre les plans denses de sorte que seule la couche externe des clusters doit être cisailée. On est ainsi conduit à une valeur maximale plus faible,  $V \cong 0.16nm^3$ , qui est environ 10 fois moins grande que la valeur maximale expérimentale. D'autre part, un tel obstacle semble trop large pour être franchi avec l'aide de l'activation thermique (la distance d'activation est généralement de l'ordre d'une distance interatomique). Ainsi, pour tenir compte de ce désaccord, un modèle de cisaillement collectif a été proposé [62]. Dans cette théorie de type Labusch-Schwartz, les clusters ne sont plus considérés comme des obstacles localisés mais comme des objets étendus. Cette hypothèse est proposée pour tenir compte de la structure des quasi-cristaux dans laquelle les clusters s'interpénètrent. Les critères d'application de cette théorie semblent satisfaits. Les obstacles étant dans ce cas franchis de façon collective, la position de la dislocation durant l'activation ne change plus seulement entre un obstacle et ses proches voisins (figure I.19a, en haut) mais dans une gamme plus large (en bas). En conséquence, le volume et l'enthalpie d'activation sont largement supérieurs aux valeurs déterminées dans le cas d'obstacles individuels.

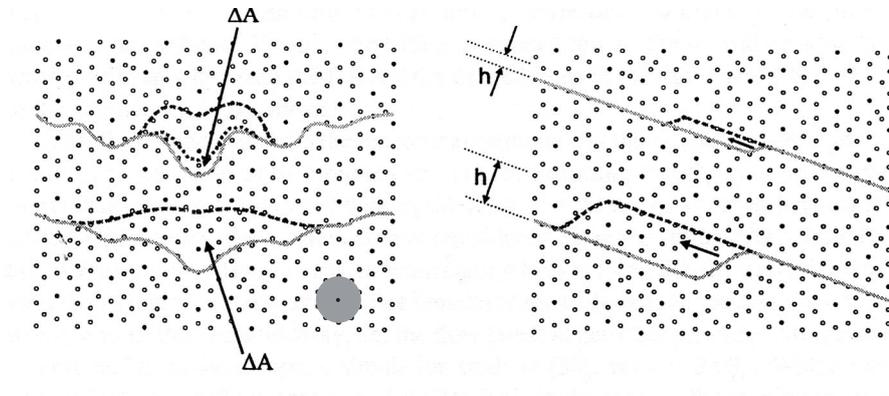


FIG. I.19: Modèles de glissement des dislocations. (a) Modèle des clusters : version originale (en haut) dans laquelle les clusters (un exemple est grisé) sont cisailés individuellement ce qui conduit à des volumes d'activation  $\Delta V = b\Delta A$  petits. En bas, version modifiée qui suppose un cisaillement collectif des clusters. (b) Modèle de Peierls à l'échelle atomique avec une hauteur de décrochement  $h$  faible (en haut) et à l'échelle des clusters (en bas). D'après [62] et le modèle atomique de Boudart et al. [15].

### I.9.2 Le modèle de type Peierls

Dans le modèle de type Peierls, la distribution géométrique des clusters dans des directions spécifiques est prise en compte et les dislocations sont supposées se déplacer dans un potentiel de Peierls quasi-périodique dont l'origine n'est pas précisée (étalement de cœur, liaisons pendantes...). Ce modèle est basé sur l'analogie qui existe entre le comportement des dislocations dans les semi-conducteurs et les quasi-cristaux (mouvement visqueux de dislocations rectilignes) [46]. Il est illustré par la figure I.19b. La dislocation forme des décrochements qui s'étendent rapidement et dont la hauteur  $h$  est déterminée par la largeur des vallées de moindre énergie où la dislocation adopte une position stable. De façon générale on considère que cette hauteur est de l'ordre de la distance inter-atomique de sorte que la probabilité de franchissement d'un col d'énergie soit assez grande. La principale objection contre ce modèle est que les volumes d'activation sont trop faibles quand  $h$  est de l'ordre de grandeur d'une distance inter-réticulaire moyenne. Pour remédier à cela, il a été proposé que des décrochements plus grands se forment à l'échelle des clusters [63, 64]. La dépendance en contrainte du volume d'activation calculée à partir de ce modèle suit les données expérimentales à basse température (forte contrainte) (figure I.17). Les résultats de simulations numériques montrent que les deux modèles (clusters et Peierls) prédisent les mêmes dépendances en contrainte et température des paramètres d'activation [58]. Les deux modèles rendent compte du mouvement visqueux des dislocations. Cependant le modèle de Peierls décrit en plus leur caractère rectiligne.

### I.9.3 Modélisation de la déformation macroscopique

A basse température, les modèles basés uniquement sur le glissement des dislocations semblent en mesure d'expliquer de façon satisfaisante les propriétés mécaniques. Toutefois, à haute température, le recours aux processus de restauration par montée s'est avéré nécessaire pour interpréter les courbes de déformation à basse contrainte [49, 65]. Les différents modèles de la plasticité de AlPdMn sont basés d'une part sur une loi dynamique du type

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right)$$

et d'autre part sur une loi d'évolution de la densité de dislocations dans laquelle la restauration par montée est prise en compte. Dans le modèle proposé par Messerschmidt *et al.* [49, 65] et qui tente d'expliquer le stade stationnaire de déformation, la dépendance en contrainte et en température de la densité de dislocations est simplement donnée par une loi d'évolution tenant

compte de la multiplication des dislocations et de la restauration :

$$\frac{d\rho}{dt} = w\tau^* \rho v - q\rho^2, q = q_0 \exp\left(-\frac{\Delta H_r}{kT}\right) \quad (\text{I.2})$$

où  $w$  est le taux de formation des dislocations,  $v$  leur vitesse et  $q$  leur taux d'annihilation. Le premier terme représente la multiplication des dislocations en supposant que le nombre de nouvelles dislocations est proportionnel à l'aire balayée par les dislocations existantes. Le second terme traduit la restauration qui est supposée se produire par l'annihilation mutuelle de dislocations (terme du deuxième ordre en  $\rho$ ) et qui est contrôlée par la montée ( $\Delta H_r$  étant l'enthalpie de restauration). En combinant la condition

$$\dot{\epsilon} = \rho b v$$

et la loi I.2, on aboutit à une modélisation simple [66] qui rend compte de l'évolution de la densité de dislocations, sans toutefois prédire la variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la température. L'enthalpie de restauration  $\Delta H_r$  mesurée expérimentalement est de 4 eV environ [55] ce qui est bien supérieur aux enthalpies de diffusion qui devraient contrôler la restauration [67]. L'interprétation avancée reste relativement vague et conclut à une énergie d'activation combinant les contributions provenant de la restauration et de la friction des clusters [49]. Ainsi, Messerschmidt *et al.* supposent qu'il existe une transition continue entre le modèle de friction sur clusters à basse température et un mécanisme de restauration par montée à haute température. L'idée que la montée pourrait jouer un rôle important dans la plasticité est désormais de plus en plus répandue [68], bien qu'aucun modèle ne présente pour le moment la montée comme mécanisme principal de déformation.

Un des points à vérifier lorsque l'on souhaite modéliser la plasticité est celui de l'adoucissement. L'explication avancée est basée sur la destruction des obstacles limitant le mouvement des dislocations (clusters) ou de façon équivalente par la mise en désordre de la structure par la formation de fautes de phasons. Le cisaillement des clusters par les dislocations a pour conséquence de réduire la contrainte de friction en détruisant partiellement la structure et en facilitant la formation des décrochements [48, 59].

Les paramètres macroscopiques de déformation ont été modélisés à partir des hypothèses précédemment exposées [69, 70]. Les modèles proposés par Guyot *et al.* [69] et Feuerbacher *et al.* [70] combinent à la fois une loi dynamique de type Kocks ( $v \propto \tau^m$ ) et une loi d'évolution de la densité des dislocations de type I.2 prenant en compte la mise en désordre de la structure. La loi de plasticité établie conduit à une localisation du glissement associée à un adoucissement.

Ces modèles semblent en bon accord avec les courbes de contraintes-déformation, mais leur pertinence semble toutefois mise en doute si on considère le grand nombre de variables ajustables.

## I.10 Plan de l'étude

L'étude présentée dans la suite est découpée en 7 chapitres. La majorité des résultats présentés sont relatifs à AlPdMn. Les premiers résultats obtenus dans AlCuFe seront présentés dans le dernier chapitre (Chapitre VII).

Le chapitre II sera tout d'abord consacré à la caractérisation des défauts en microscopie électronique par transmission dans les phases icosaédriques. On y détaillera en particulier les conditions de contraste des dislocations et des fautes de phasons.

Les chapitres III et IV présenteront ensuite les observations *post-mortem* en microscopie électronique réalisées dans des échantillons d'AlPdMn déformés à basse température sous pression de confinement. Les mécanismes de déformation y seront déterminés et discutés.

Dans le chapitre V, les observations de mouvements de dislocations *in-situ* à haute température seront présentées. On y discutera en particulier de la grande difficulté du glissement. Des mesures quantitatives sur la vitesse des dislocations en fonction de leur longueur et de la contrainte locale seront présentées. Dans le chapitre VI, un modèle de plasticité par montée sera proposé et discuté aussi bien pour un matériau cristallin que quasi-cristallin. Les prévisions théoriques seront comparées avec les résultats expérimentaux dans AlPdMn (chapitre VI).

L'étude se terminera par un rappel des résultats significatifs et des perspectives.



## Chapitre II

# Observation et caractérisation des défauts en microscopie électronique à transmission

### II.1 Introduction

La microscopie électronique à transmission (MET) est un outil privilégié pour étudier les dislocations dans les matériaux. Nous présenterons dans ce chapitre une méthode pour caractériser les dislocations et les fautes de phasons dans les quasi-cristaux par analyse des contrastes. Cette méthode est basée sur les mêmes concepts, issus de la théorie dynamique, que dans les cristaux. Le point important est qu'une translation d'une partie de l'espace physique  $E_{\parallel}$  d'un vecteur  $\vec{T} = \vec{t}_{\parallel} + \vec{t}_{\perp}$  de l'espace à 6 dimensions induit un déphasage des coefficients de Fourier du potentiel :

$$V_{\vec{T}}(\vec{G}) = V_0(\vec{G})e^{2i\pi\vec{G}\vec{T}} = V_0(\vec{G})e^{2i\pi(\vec{g}_{\parallel}\vec{t}_{\parallel} + \vec{g}_{\perp}\vec{t}_{\perp})}$$

où  $\vec{G} = \vec{g}_{\parallel} + \vec{g}_{\perp}$  est un vecteur diffraction de l'espace réciproque à 6 dimensions. Ainsi, tous les résultats obtenus dans les cristaux, pour lesquels le contraste ne dépend que des déphasages dans les coefficients de Fourier du potentiel, sont transposables aux quasi-cristaux, à condition que les vecteurs déplacements et les vecteurs diffraction soient remplacés par leurs équivalents à 6 dimensions.

## II.2 Contraste des dislocations

Les contrastes des dislocations peuvent être aisément compris, dans le cas des quasi-cristaux comme dans celui des cristaux, dans le cadre de l'approximation de la colonne. Dans les cristaux, l'amplitude diffractée en un point donné est le résultat de la superposition de déphasages. Elle est donc proportionnelle à [71] :

$$\int_0^t e^{-2i\pi(\vec{g}\vec{u}+sz)} dz \quad (\text{II.1})$$

où  $s$  est la déviation locale à la condition de Bragg,  $\vec{u}$  le vecteur déplacement autour de la dislocation,  $\vec{g}$  le vecteur diffraction,  $z$  la direction du faisceau incident et  $t$  l'épaisseur de l'échantillon. Quand  $\vec{g}\cdot\vec{b} = 0$ , le contraste autour de la dislocation est nul seulement quand  $\vec{u}$  est parallèle  $\vec{b}$  en tout point, c'est à dire quand la dislocation est vis. Les dislocations coins et mixtes montrent dans les mêmes conditions un contraste résiduel. Dans un quasi-cristal, les positions atomiques dans une colonne située près d'une dislocation peuvent également se déduire de la structure parfaite par un vecteur déplacement. Toutefois, certaines positions ne peuvent pas être décrites de cette façon à cause de la présence du champ de phasons. C'est pourquoi il est nécessaire de traiter le problème dans l'espace 6D. Ainsi le facteur de phase de l'équation II.1 doit être remplacé par [72] :

$$e^{-2i\pi\vec{G}\vec{U}} = e^{-2i\pi(\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel}+\vec{g}_{\perp}\vec{b}_{\perp})}$$

où  $\vec{G}$  est un vecteur du réseau réciproque à 6D, et  $\vec{U}$  le vecteur déplacement à 6D autour de la dislocation. Il nous faut maintenant distinguer le cas d'une dislocation parfaite ( $\vec{B} = \vec{b}_{\parallel} + \vec{b}_{\perp}$  vecteur translation du réseau 6D) et d'une dislocation imparfaite ( $\vec{b}_{\perp} = 0$ ).

### II.2.1 Cas d'une dislocation parfaite

Le contraste disparaît dans deux conditions :

- condition d'extinction forte :  $\vec{g}_{\parallel} \perp \vec{b}_{\parallel}$  et  $\vec{g}_{\perp} \perp \vec{b}_{\perp}$ , c'est à dire  $\vec{G} \perp \vec{B}$ . Cette condition est satisfaite pour toutes les valeurs de  $\vec{g}_{\parallel}$  le long d'une rangée du cliché de diffraction ; elle correspond à la condition classique d'extinction.
- condition d'extinction faible :  $\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel} = -\vec{g}_{\perp}\vec{b}_{\perp}$ . Cette condition n'est satisfaite que pour une valeur déterminée de  $\vec{g}_{\parallel}$  le long d'une rangée de diffraction. Ici seules les dislocations parfaites qui ont une composante  $\vec{b}_{\perp}$  non nulle conduisent à ce genre d'extinction. Dans ces conditions, le déphasage induit par le champ élastique est exactement compensé par celui induit par le champ de phasons. Les conditions d'extinction faibles et fortes ont été observées expérimentalement par [20, 73]. La figure II.1c, d présente une extinction faible

pour une dislocation imagée avec 2 vecteurs de diffraction colinéaires mais de normes différentes [74].

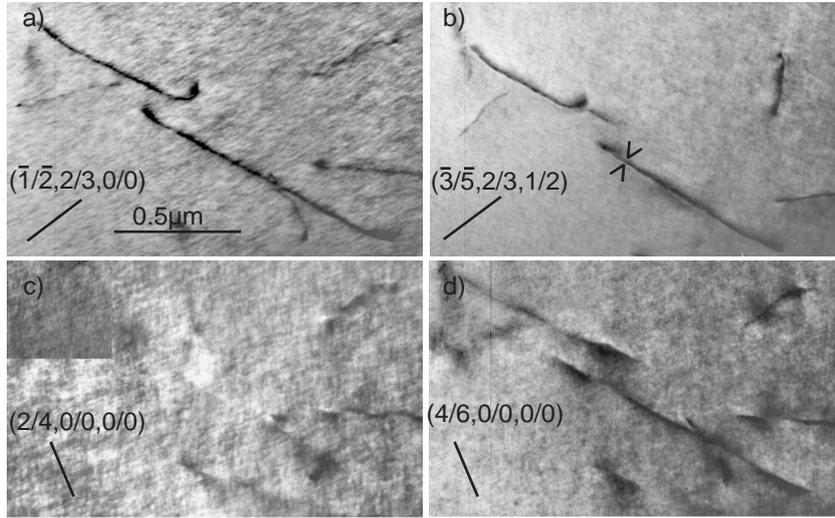


FIG. II.1: Dislocation parfaite dans AlPdMn brut de croissance. (a) contraste simple, (b) contraste double, (c) et (d) extinction faible et contraste simple pour deux vecteurs de diffraction colinéaires. D'après [74].

Dans tous les cas d'extinction, un contraste résiduel important peut être observé lorsque  $\vec{g}_{\parallel} \cdot (\vec{b}_{\parallel} \times \vec{u}_{\parallel})$  est grand. Nous avons clairement identifié ce type de contraste. La figure II.2a montre une dislocation parfaite formée de 2 segments, notés  $s_1$  et  $s_2$ , orientés selon les directions  $\vec{u}_1$  et  $\vec{u}_2$ . Les figures II.2b et c montrent la même dislocation en condition d'extinction forte pour  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ . Le contraste résiduel apparaît ici comme un contraste épais et symétrique, d'autant plus important que la direction du vecteur  $\vec{b}_{\parallel} \times \vec{u}_{\parallel}$  est proche de celle du vecteur diffraction. Par exemple, sur la figure II.2b, le segment  $s_1$  a un contraste résiduel fort alors que le segment  $s_2$  est invisible. Inversement, sur la figure II.2c, le segment  $s_2$  montre un contraste résiduel fort alors que  $s_1$  est invisible.

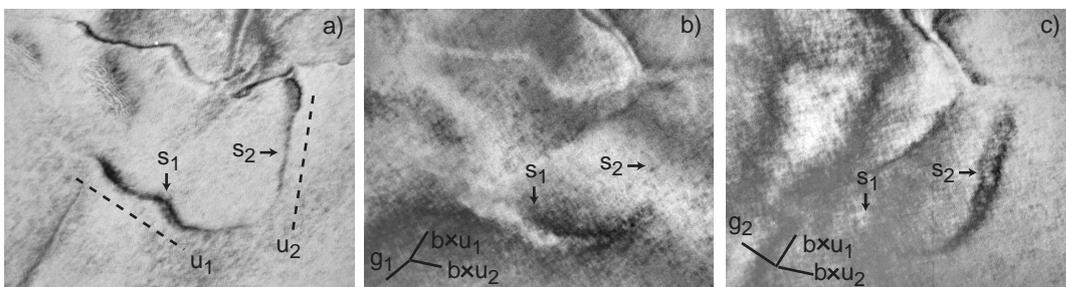


FIG. II.2: Image en champ clair de deux segments  $s_1$  et  $s_2$  d'une dislocation orientés dans les directions  $u_1$  et  $u_2$ . (a) en contraste. (b)(c) en contraste résiduel.

Dans les autres cas, la dislocation est visible et possède un contraste simple près de la position de Bragg dans le cas  $\vec{G}\vec{B} = 1$  (figure II.1a) et multiple dans les cas  $\vec{G}\vec{B} = n$  ( $n$  entier  $\neq 1$ ). La situation où  $n = 2$  (figure II.1b) conduit à un dédoublement de la ligne de la dislocation près du contour, comme cela a déjà été observé et simulé dans les cristaux [71]. Cette situation rappelle celle rencontrée en faisceau convergent [74, 75] où les lignes de Bragg sont divisées en  $n$  interfranges par le passage d'une dislocation,  $n$  étant donné par le produit scalaire  $\vec{G}\vec{B} = n$ . Un exemple est montré sur la figure II.3, dans le cas  $n = 3$  [76].

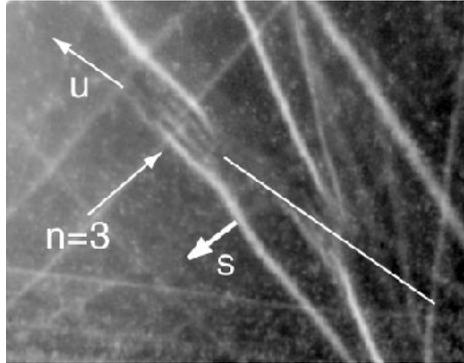


FIG. II.3: Cliché en faisceau convergent montrant la séparation d'une ligne de Bragg en plusieurs interfranges lors du passage de la ligne ( $u$ ) d'une dislocation dans AlPdMn. Le produit scalaire  $\vec{G}\vec{B}$  est directement donné par le nombre d'interfranges.

Il est intéressant de noter ici que les tentatives d'observation de dislocations en faisceau faible donnent de mauvais résultats. En particulier, en augmentant l'écart à l'angle de Bragg ( $s$ ), l'intensité du contraste diminue mais l'image de la dislocation ne s'affine pas. On peut tenter d'expliquer ce phénomène par les considérations suivantes. En conditions de faisceau faible, la finesse du contraste est liée au fait que les plans diffractants sont les plans les plus distordus près du cœur de la dislocation. Toutefois, il existe un nombre minimum de plans diffractants qui assurent une diffraction "cohérente". En conséquence, il existe une limite dans la résolution de la zone près du cœur. Ainsi, dans les cristaux, on ne peut observer la dissociation d'une dislocation en plusieurs partielles que si leur distance de séparation est de l'ordre d'une dizaine d'angströms. Dans les quasi-cristaux, la diffraction est un effet de moyenne sur un grand nombre de "plans denses" diffractants de distances inter-réticulaires différentes. Par conséquent, la limite de résolution est beaucoup plus faible sachant qu'un grand nombre de plans diffractants est requis. Il en résulte que l'épaisseur du contraste d'une dislocation reste grand.

### II.2.2 Cas d'une dislocation imparfaite

Dans le cas d'une dislocation imparfaite, nous avons établi expérimentalement les règles de contraste suivantes. Du fait que  $\vec{b}_\perp = 0$ , le critère d'extinction se réduit à  $\vec{g}_\parallel \vec{b}_\parallel = 0$  et celui de contraste multiple à  $\vec{g}_\parallel \vec{b}_\parallel \cong n$ , du fait de l'irrationalité des vecteurs dans  $E_\parallel$  et pourvu que  $\vec{g}_\perp \vec{b}_\perp \ll 1$ . Cette dernière condition est généralement vérifiée pour des dislocations dont le vecteur de Burgers a une faible composante dans  $E_\perp$ . La figure II.4 montre les différents types de contraste dans le cas  $n=1$  (dislocation A, figure II.4b),  $n=2$  (A, figure II.4c) et  $n=3$  (A, figure II.4d).

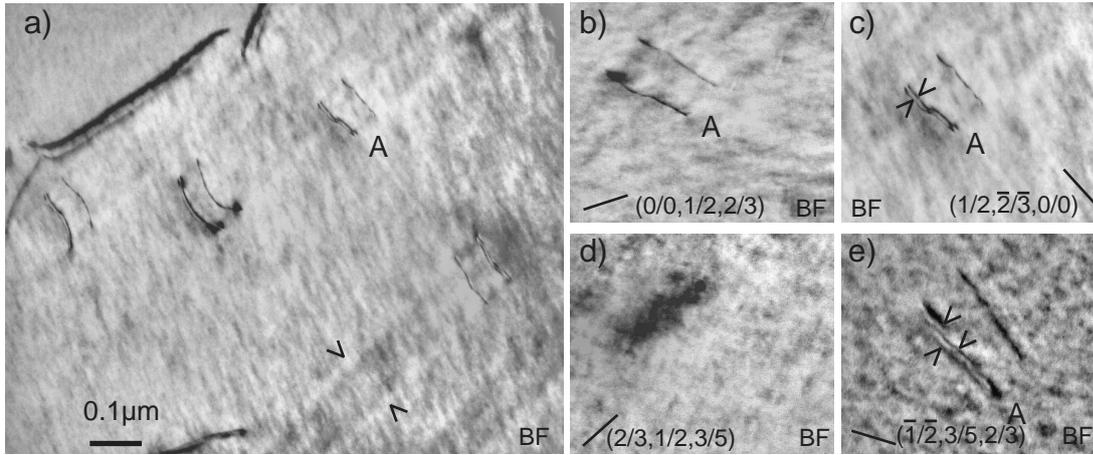


FIG. II.4: (a) Dislocations appariées traînant une faute de phasons apparaissant comme un système de franges (noter les 2 franges brillantes extérieures indiquées par les flèches). La dislocation A est montrée sous plusieurs conditions avec un contraste simple (b), double (c), une extinction (d) et un contraste triple (e).

Bien que la condition d'extinction faible ne puisse pas être satisfaite dans le cas d'une dislocation imparfaite, un contraste particulier apparaît lorsque le déphasage dans  $E_\parallel$  est petit devant l'unité, alors que le déphasage de la même dislocation une fois la faute de phasons repavée dans l'espace 6D vaudrait 0. Ce contraste est faible, et si la composante de contraste de type résiduel est également faible, la dislocation apparaît confondue avec la limite de la faute de phasons. Cette condition a été observée et appelée pseudo extinction faible (PEF) [68]. La figure II.5b montre une PEF (à comparer avec une condition de contraste simple sur la figure II.5a). Cette situation est tout à fait similaire à celle d'une dislocation partielle de Shockley de vecteur de Burgers  $\vec{b}_p$  dans un cristal cubique à faces centrées dans la condition  $\vec{g}\vec{b}_p = \pm\frac{1}{3}$  [77]

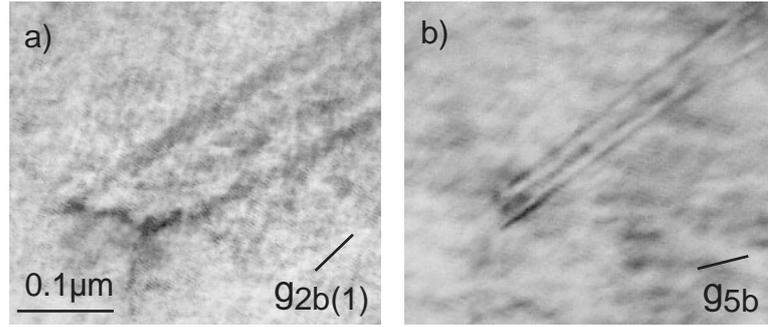


FIG. II.5: Dislocation imparfaite en contraste (a) et en condition de pseudo extinction faible (b).

## II.3 Contraste des défauts plans

### II.3.1 Cas des fautes simples

Les dislocations imparfaites traînent des fautes de phases dont le contraste dépend uniquement du déphasage  $\vec{G}\vec{R}$  où  $\vec{R}$  est le vecteur déplacement dans l'espace 6D. Ici, le vecteur déplacement se réduit à  $\vec{R} = \vec{r}_{\parallel}$  ou  $-\vec{r}_{\perp}$  (on note que ces deux valeurs ne se distinguent que par une translation du réseau 6D car  $\vec{r}_{\parallel} = \vec{R} - \vec{r}_{\perp}$ ). Ainsi, la faute peut être vue, dans le premier cas, comme créée par un déplacement dans l'espace physique ( $E_{\parallel}$ ), ou dans le second cas, comme une faute chimique créée par un déplacement dans l'espace perpendiculaire ( $E_{\perp}$ ). Envisagée de façon théorique [28], leur étude expérimentale est restée longtemps difficile [78], avant qu'une caractérisation complète devienne possible [51]. Comme dans les cristaux, elles se présentent sous la forme d'un système de franges claires et sombres d'égale épaisseur dans des plans inclinés, et dont la nature obéit aux règles établies par Gevers dans les cristaux (noter la présence de 2 franges brillantes externes, figure II.4a) [79]. La figure II.6 montre un contraste de faute de phases bordant une dislocation. En champ clair, le contraste est symétrique (les flèches indiquent deux franges externes brillantes)(figure II.6a). En champ sombre, le contraste est asymétrique (frange supérieure brillante et inférieure sombre)(figure II.6b). Etant donné qu'une faute de phases est caractérisée par un vecteur déplacement  $\vec{r}_{\parallel} = \vec{b}_{\parallel}$ <sup>1</sup>, elle apparaît hors contraste dans les mêmes conditions que la dislocation qui la traîne (figure II.6c). On vérifie également que le contraste des franges est inversé en imageant la faute avec le vecteur diffraction de signe opposé.

A cause de l'irrationalité du produit scalaire  $\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel}$ , il n'est pas possible d'obtenir comme dans les cristaux des conditions où la dislocation serait visible et les franges invisibles. Le contraste

<sup>1</sup>Ceci n'est rigoureusement vrai que si la faute n'est pas repavée. Seule une étude rigoureuse des franges permet de déterminer le vecteur déplacement [51]. Considérant que nos observations *post-mortem* ont été réalisées sur des échantillons déformés à basse température, on admettra cependant que  $\vec{r}_{\parallel} = \vec{b}_{\parallel}$ .

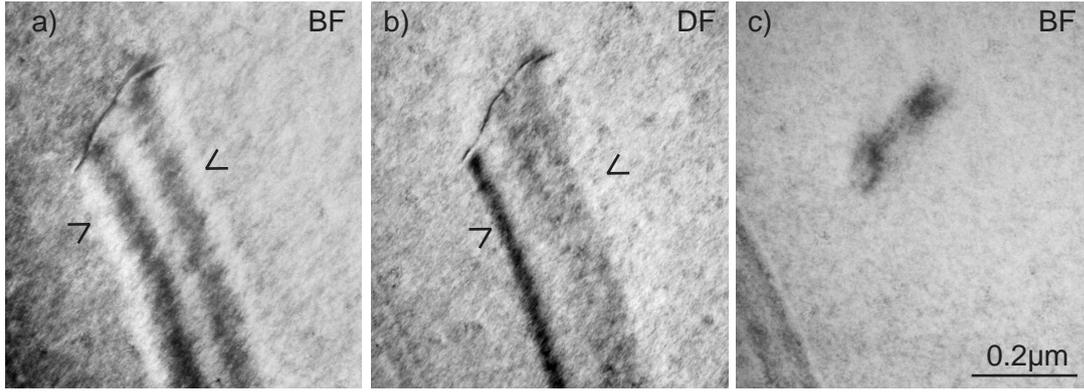


FIG. II.6: *Contraste d'une faute de phasons en champ clair (a), en champ sombre (b) et hors contraste (c).*

des franges peut être utilisé en vue de déterminer le caractère des fautes. Dans les cristaux c.f.c., la nature intrinsèque ou extrinsèque des fautes d'empilement peut être déterminée de la façon suivante. Le déphasage, noté  $\alpha$ , est donné par l'expression  $\alpha = 2\pi\vec{g}\vec{r}$ . En suivant les règles établies par Gevers [79], pour  $\alpha \neq \pi(2\pi)$ , c'est à dire quand le contraste est symétrique en champ clair, la frange externe est brillante lorsque  $\sin \alpha > 0$ , et sombre lorsque  $\sin \alpha < 0$ . Ainsi, connaissant le vecteur diffraction avec son signe, et le vecteur déplacement  $\vec{r}$  en norme et direction, il est possible de déterminer le signe de  $\vec{r}_{\parallel}$  d'après la nature de la frange externe. Les mêmes règles sont valides dans les quasi-cristaux, avec  $\alpha = 2\pi\vec{g}_{\parallel}\vec{r}_{\parallel}$  (voir chapitre IV).

### II.3.2 Cas des parois d'antiphase et fautes complexes

La structure icosaédrique peut être vue comme la projection d'un réseau hypercubique à faces centrées, de paramètre  $2A_0$  qui est sur-réseau du réseau primitif de paramètre  $A_0$  [80]. Ceci signifie que deux nœuds du sous réseau primitif ne sont pas équivalents, mais de nature chimique différente. Ainsi une paroi d'antiphase est créée dans le réseau  $6D$  lorsque le vecteur déplacement de la faute ne correspond pas à une translation parfaite du réseau  $6D$ . Dans le réseau  $6D$  définissant AlPdMn, les parois d'antiphase correspondent à des translations de type  $\vec{R} = k \sum_{i=1}^6 n_i \neq 2p$ , avec  $p$  entier. Dans l'espace physique, des fautes complexes constituées de la superposition d'une faute de phasons et d'une paroi d'antiphase ont déjà été observées dans des structures icosaédriques telles AlCuFe [81] et ZnMgDy [82]. Ces fautes peuvent être créées par le passage d'une dislocation dite superpartielle. En imageant la faute complexe avec un vecteur diffraction de surstructure, un contraste de type  $\pi$  apparaît, ce qui correspond à un produit scalaire  $\vec{g}_{\parallel}\vec{r}_{\parallel} \approx 0.5$ . Dans ce cas, le contraste de franges est symétrique en champ clair

et en champ sombre. La figure II.7b montre deux fautes complexes, imagées en champ sombre sur un spot de surstructure, entre deux dislocations superpartielles (notés 1 et 1') et derrière la dislocation notée 2. La même zone imagée en champ sombre avec un vecteur diffraction usuel (figure II.7c) donne le contraste asymétrique habituel.

La figure II.7c montre les spots utilisés pour ces deux champs sombres. Ils sont le long d'un axe d'ordre 5. Ils peuvent être repérés par 2 nombres,  $N$  et  $M$  tels que la norme du vecteur est donnée par  $|\vec{g}_{\parallel}| = \frac{\lambda}{a_0} \sqrt{N + M\tau}$ . D'après [83], les translations superpartielles du réseau, reliant  $n$  à  $n'$ ,  $n$  à  $bc$  et  $n$  à  $bc'$ , induisent des déphasages dépendant de  $N$  et  $M$  tels que l'intensité résultante soit respectivement proportionnelle à  $(-1)^N$ ,  $(-1)^M$  et  $(-1)^{(N+M)}$ . La figure II.8 montre les différentes translations superpartielles possibles, et leurs déphasages respectifs, dans une coupe du réseau 6D contenant une direction quinaire. Le déphasage étant égal à 0 ou  $\pi$  (c'est à dire l'intensité proportionnel à  $\pm 1$ ), les conditions de visibilité de la faute dépendent de la parité de  $N$  et  $M$ . Il est ainsi possible de déterminer le vecteur déplacement par l'étude du contraste.

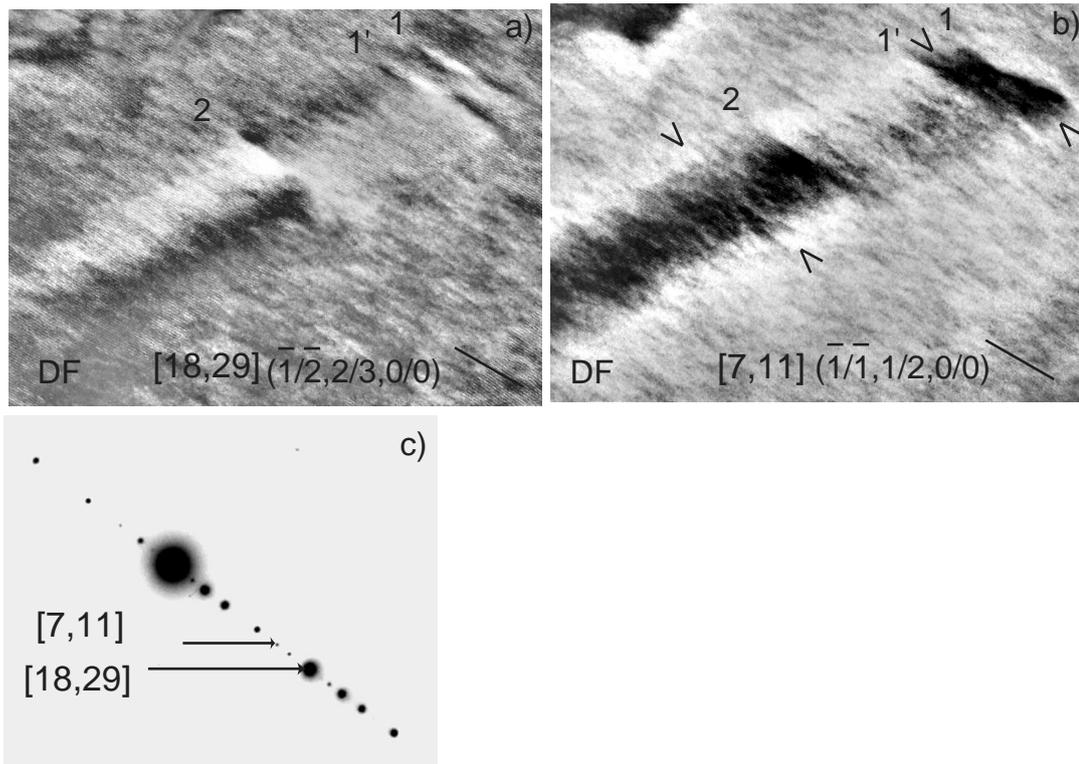


FIG. II.7: Image en champ sombre de deux fautes complexes, entre les dislocations 1 et 1', et derrière la dislocation 2 : (a) en utilisant un spot de diffraction usuel, (b) en utilisant un spot de surstructure. Les spots appartiennent à un axe quinaire (c).

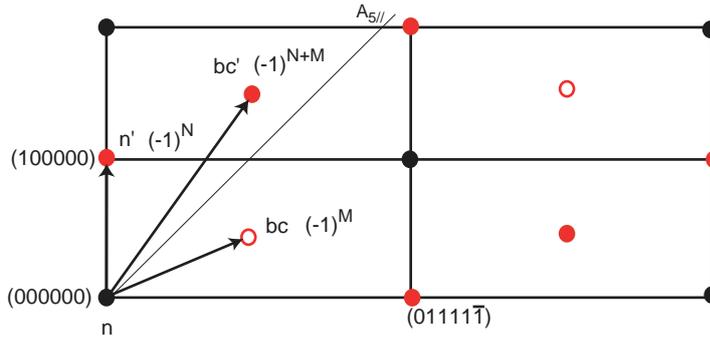


FIG. II.8: Translations imparfaites dans le réseau 6D se projetant le long d'une direction quinaire et leurs déphasages respectif.

### II.3.3 Cas des lamelles de phase décagonale

Un autre type de faute est également observé dans certains échantillons. Ces fautes sont contenues dans des plans quinaires et sont bordées de dislocations des deux côtés. La figure II.9 montre une telle faute, notée  $FD$ , bornée par deux dislocations notées  $d_1$  et  $d_2$ . Le contraste de la faute apparaît comme une série de franges sombres et brillantes (voir les flèches figure II.9a). Une analyse du contraste montre que le vecteur déplacement de la faute est orientée selon la direction quinaire normale au plan de faute. Les dislocations bordant la faute ont des vecteurs de Burgers orientés selon la même direction. Vu debout, le plan de faute apparaît comme une fine lamelle, ce qui n'est pas le cas pour une faute de phasons (figure II.9b). De telles fautes rappellent celles observées en haute résolution par Wang *et al.* [78]. Il s'agit selon les auteurs de lamelles de phase décagonale dont l'axe périodique coïncide avec une direction quinaire de la phase icosaédrique.

A haute température, les lamelles disparaissent par un changement de phase qui restaure la structure icosaédrique et redonne la dislocation d'origine. La figure II.10 montre cette transformation de phase *in-situ* à  $760^\circ\text{C}$ . On reconnaît la faute décagonale, notée  $FD$  bornée par deux dislocations (notées  $d_1$  et  $d_2$ ). Celle-ci disparaît en entraînant la dislocation  $d_2$  (noter le point fixe  $P$ ). Ce comportement est totalement différent de celui des fautes de phasons à haute température comme nous le verrons par la suite. Cette expérience prouve que la lamelle de phase décagonale s'est nucléée à partir d'une dislocation.

## II.4 Contraste de fond

Les images dans AIPdMn et AlCuFe sont généralement affectées par la présence d'un contraste de fond dit de "tweed". Ce contraste est particulièrement important dans AlCuFe, et il handicape

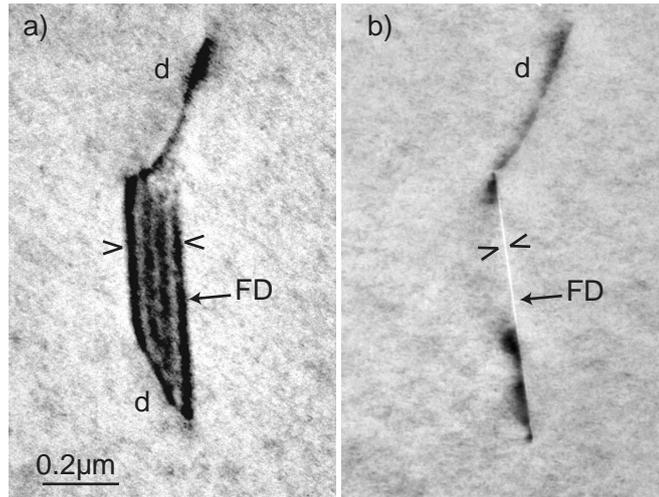


FIG. II.9: Faute décagonale (FD) bordée par deux dislocations (notées  $d$ ) vue, (a) dans un plan incliné, et (b) debout.

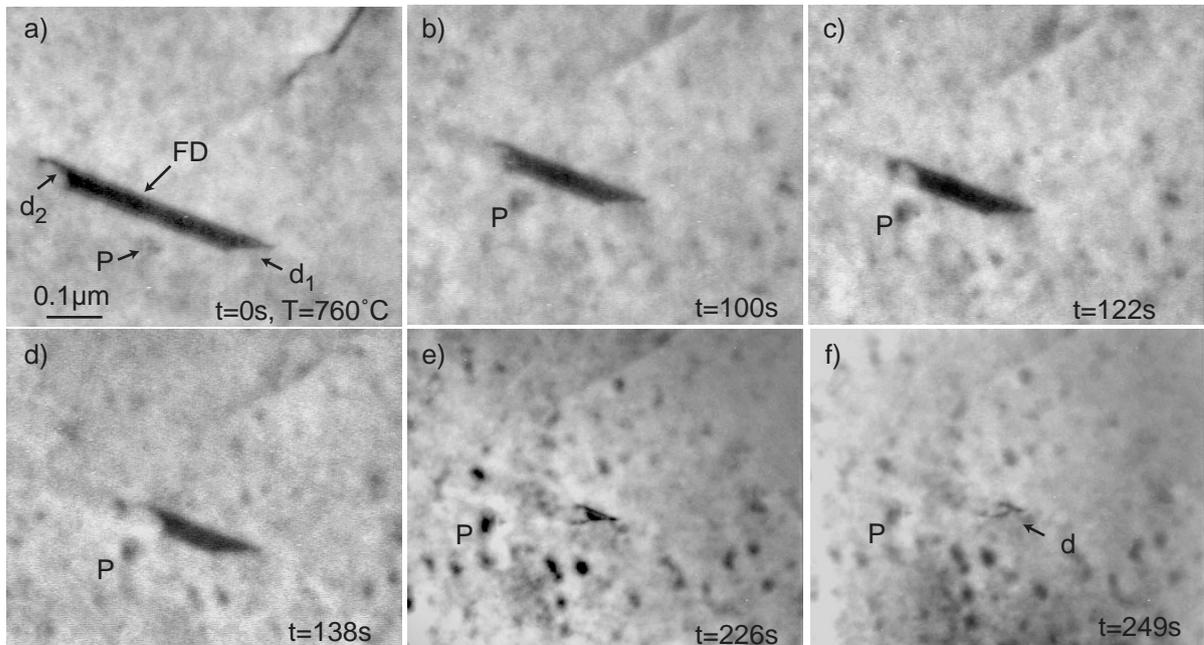


FIG. II.10: Faute décagonale (FD) disparaissant à haute température en entraînant une dislocation ( $d_2$ ) jusqu'à la restauration d'origine.  $P$  est un point fixe.

l'étude des dislocations. Dans AlPdMn, il est en général faible, mais ne dépend pas du mode de préparation des lames minces. Il semble donc être une propriété intrinsèque du matériau bien que son intensité semble varier d'un échantillon prélevé dans le lingot de départ à un autre.

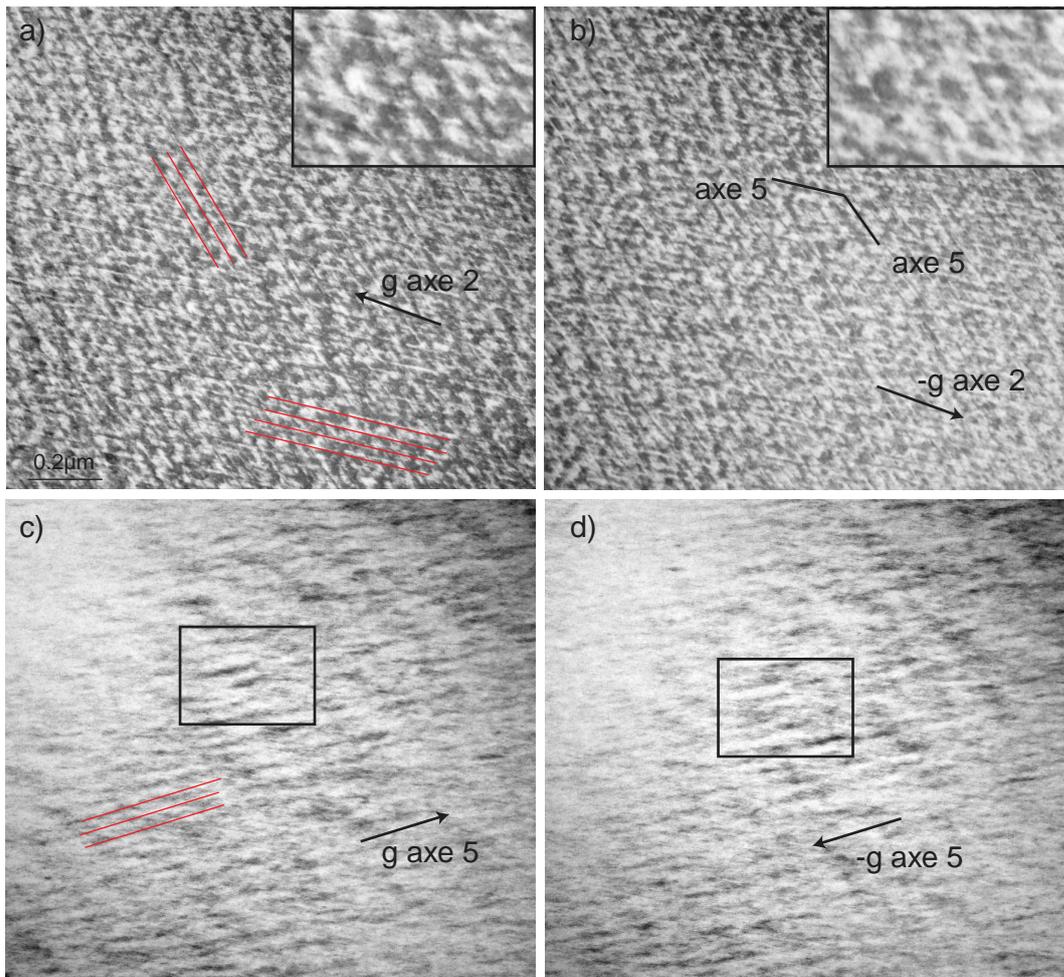


FIG. II.11: Contraste de "tweed" dans AlPdMn observé avec un vecteur diffraction binaire (a), (b) et quinaire (c),(d).

On peut établir les règles de contraste suivantes explicitées sur les figures II.11 et II.12.

- Le contraste se présente sous forme de "filaments" séparés en moyenne de  $30\text{nm}$  (figure II.11a).
- Ces "filaments" sont orientés soit selon deux directions quinaires distinctes en utilisant un vecteur diffraction binaire (figure II.11b), soit selon la direction quinaire parallèle au vecteur diffraction (figure II.11c).
- Le contraste est inversé lorsque la direction du vecteur diffraction est inversée (comparer les détails dans les encarts figure II.11a, b et c, d).
- Les "filaments" semblent plutôt situés près de la surface de la lame (voir la stéréographie figure II.12).
- A haute température ( $> 700^\circ\text{C}$ ), le contraste, devient plus faible mais ne disparaît pas totalement.

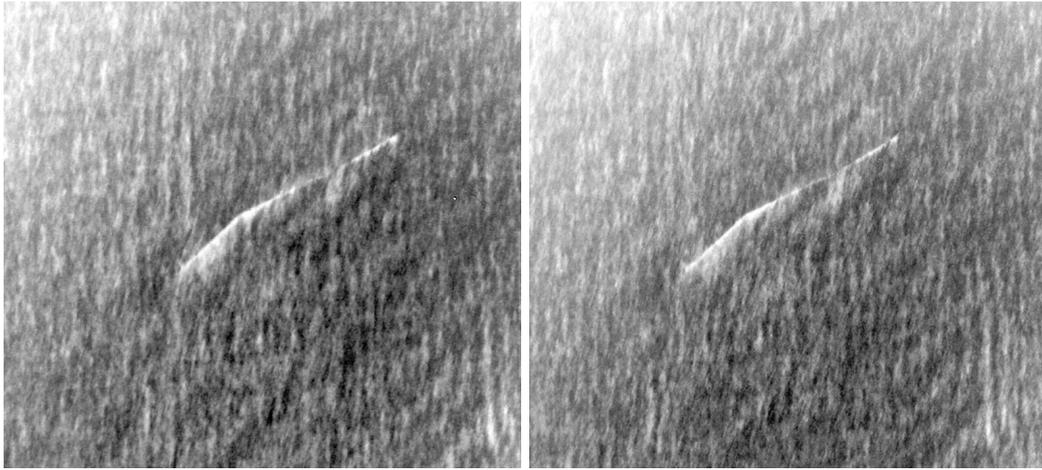


FIG. II.12: Stéréographie du contraste de "tweed" dans AlPdMn.

L'interprétation de ce contraste est difficile. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées :

- Il peut être dû à une relaxation de contraintes en surface. Par exemple, le contraste dit "*de velours côtelé*" résulte de la relaxation en surface des contraintes générées par des bandes de boucles de dislocations [84]
- Ce contraste peut résulter d'une rugosité particulière de la surface due à des vitesses d'amincissement différentes de zones plus ou moins dures
- Les "*filaments*" observés pourraient être des domaines de structure approximante séparés par des tubes de phasons. On peut illustrer schématiquement cette idée de la façon suivante (figure II.13) : la structure observée diffère de la structure réelle par la propagation (selon les directions quinaires) d'un champ de phasons qui "*module*" la structure (l'amplitude de la modulation est faible, et la période est grande). Cette variation continue du champ de phasons peut être approximée par une variation abrupte entre des domaines de structures approximantes séparées par des fautes de phasons (tubes de phasons à 3 dimensions).

Dans AlCuFe, l'observation de lamelles orientées dans les directions quinaires rappelle ce contraste de "*tweed*", bien qu'il soit nettement plus marqué. Ces lamelles correspondent à celles observées par [85, 86]. La figure II.14a montre deux familles de lamelles dans des plans quinaires. On montre, par l'analyse des contrastes, que le vecteur déplacement de part et d'autre des deux surfaces principales se trouve selon la normale à ces deux surfaces.

Une observation plus fine des taches de diffraction révèle des spots satellites (remarquer les flèches sur la figure II.14b) caractéristiques d'une phase approximante pentagonale [86]. D'après [85, 86], ces phases pentagonales apparaissent dans AlCuFe lors de l'élaboration et peuvent être éliminées par des recuits appropriés. On observe effectivement qu'en chauffant les échantillons

dans le microscope le contraste des lamelles semble s'amoinrir. D'après ces auteurs, une phase intermédiaire dite "modulée" peut être également identifiée. La formation de ces différentes phases proches de la structure icosaédrique est interprétée par la présence d'un champ de phasons modulé selon des directions quinaires [86]. Le même type d'interprétation pourrait être invoquée pour expliquer le contraste de fond dans AlPdMn. Toutefois, plusieurs interrogations subsistent, en particulier sur les variations du contraste en fonction de la direction du vecteur diffraction, et sur la localisation du contraste en surface.

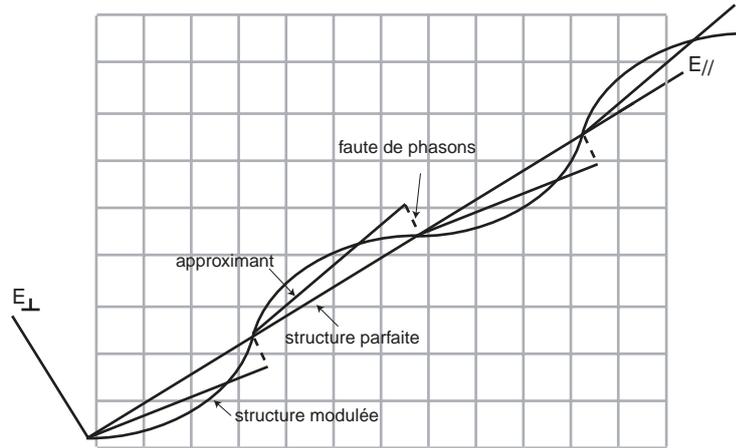


FIG. II.13: Illustration schématique de la transformation de phase induite par la présence d'un champ de phasons qui module la structure et crée des domaines de structures approximantes séparés par des fautes de phasons.

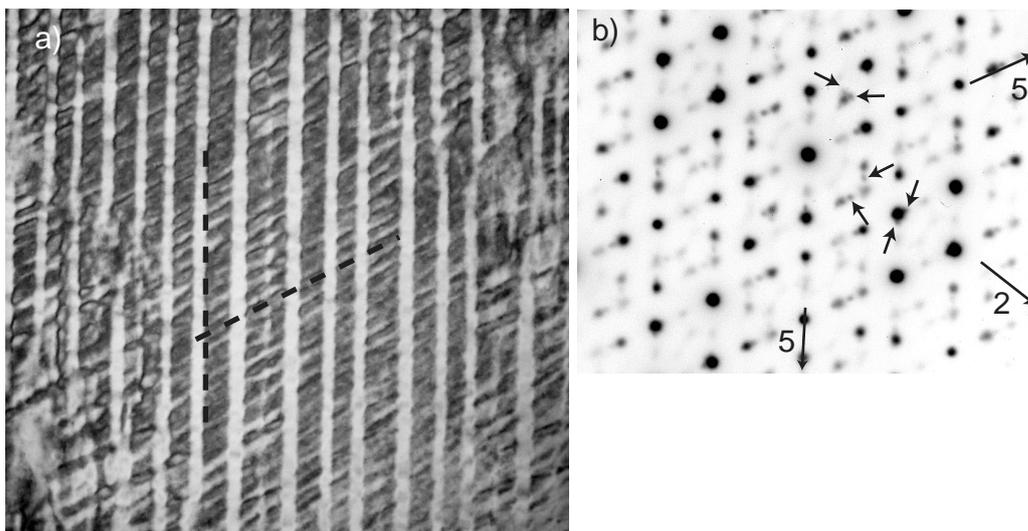


FIG. II.14: Lamelles de structure pentagonale dans des plans quinaires dans AlCuFe(a). Cliché de diffraction selon un axe de zone binaire. Des spots satellites supplémentaires (flèches) sont observés.

## II.5 Conclusions

Nous avons établi dans ce chapitre que les règles de caractérisation des défauts en microscopie électronique pouvait être étendue des cristaux aux phases quasi-cristallines icosaédriques, en particulier :

- La direction des vecteurs de Burgers des dislocations parfaites peut être déduite des conditions d’extinction forte, en prenant en compte le contraste résiduel. La longueur du vecteur peut se déduire des conditions d’extinction faible et de contrastes multiples.
- Les règles de contraste des dislocations parfaites peuvent être étendues aux dislocations imparfaites en supposant que le produit  $\vec{g}_\perp \vec{b}_\perp$  est petit devant 1. Dans ce cas, seule la condition d’extinction forte subsiste, la condition d’extinction faible étant remplacée par un nouveau type de contraste appelé pseudo-extinction faible.
- Le contraste des fautes de phasons et des fautes complexes (paroi d’antiphase + faute de phasons) suit les lois établies par Gevers pour les cristaux. En l’absence de repavage, leur vecteur déplacement est égal au vecteur de Burgers de la dislocation qui la traîne ( $\vec{r}_\parallel = \vec{b}_\parallel$ ). L’analyse du contraste de franges permet de déterminer leur caractère ”lacunaire” ou ”interstitiel”.
- Des lamelles de phase décagonale, bien que présentant des contrastes similaires, ne peuvent être confondues avec les fautes de phasons.
- L’observation d’un contraste dit ”tweedé” dans AlPdMn est à mettre en relation avec le contraste des phases modulées et approximantes dans AlCuFe





## Chapitre III

# Plasticité d'AlPdMn à basse température : déformation à 20°C

### III.1 Introduction

A basse température, le mouvement d'une dislocation se résume à celui de sa composante élastique (dislocation imparfaite de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel}$ ) qui laisse une faute de phasons dans son sillage. Il est donc possible d'identifier le plan de déplacement avec celui de la faute de phasons. De plus, comme nous venons de le voir, l'analyse des contrastes, permet de déterminer de façon non-ambiguë le vecteur de Burgers. Le mode de déplacement (glissement ou montée) est alors connu. Toutefois, du fait de la très grande fragilité du matériau à basse température (c'est à dire bien en dessous de la température de transition fragile ductile, qui est environ 0.7 fois la température de fusion), les techniques classiques de déformation ne peuvent pas être employées. Après avoir décrit le dispositif expérimental, nous présenterons et discuterons les résultats obtenus pour des échantillons déformés à 20°C puis dans le chapitre suivant ceux obtenus dans les échantillons à 300°C.

### III.2 Détails Expérimentaux

#### III.2.1 Déformation sous forte pression de confinement

Les échantillons ont été déformés à basse température dans une presse multi-enclumes à Clermont-Ferrand (Laboratoire Magmas et Volcans) par L. Bresson et P. Cordier. Il s'agit de cylindres d'AlPdMn mono-grain de composition  $70.1 \pm 0.7 \text{at. Al} - 20.4 \pm 0.2 \% \text{Pd} - 9.5 \pm 0.1 \text{at. \% Mn}$ , obtenus par croissance de Czochralski (Y. Calvayrac, Vitry) le long de la direction quinaire

[1/0,0/1,0/0]. La machine de déformation doit répondre à un double objectif : permettre une déformation uniaxiale de l'échantillon tout en exerçant une pression hydrostatique importante pour éviter la rupture. Le premier dispositif se compose d'un assemblage de pièces destinées à générer de fortes contraintes de compression [87]. On place un échantillon cylindrique de 3mm de haut et 3mm de diamètre dans un octaèdre dont une coupe est présentée sur la figure III.1a.

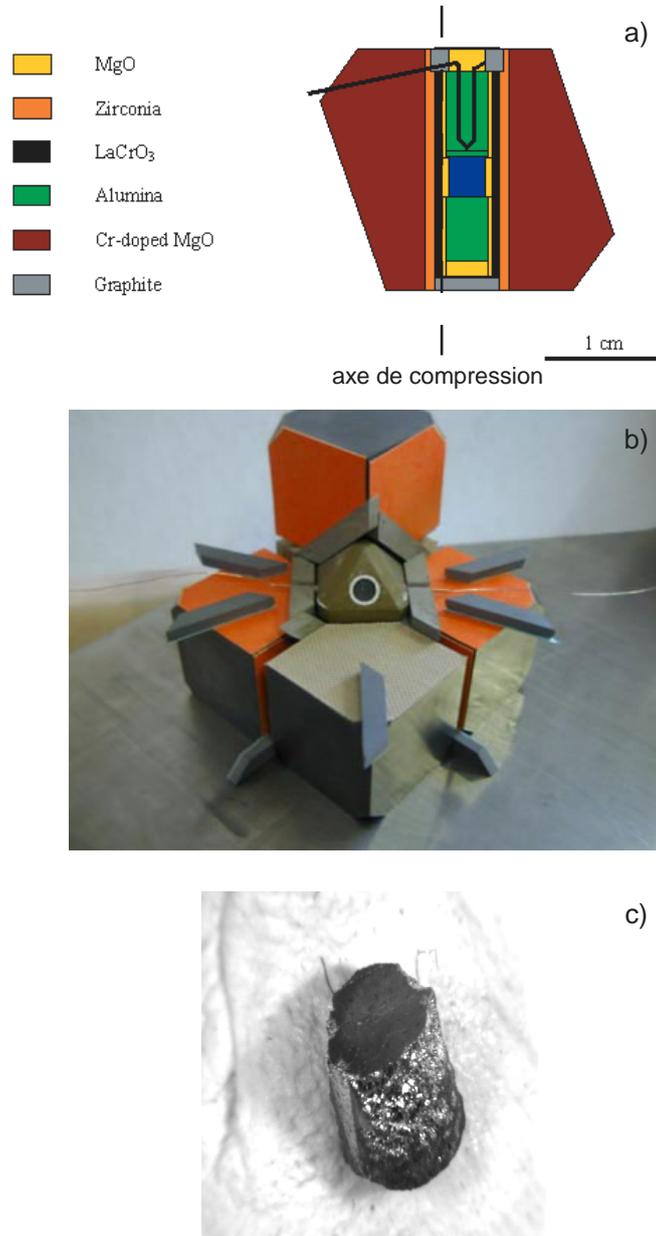


FIG. III.1: Dispositif expérimental permettant la déformation à basse température sous pression de confinement. (a) Coupe de l'octaèdre contenant l'échantillon et les pistons de compression en alumine. (b) Etage de compression formé par 8 enclumes cubiques. (c) Echantillon après déformation.

Un four en  $LaCrO_3$  muni d'un thermocouple peut être inséré dans le dispositif (dans le cas de l'échantillon déformé à  $300^\circ C$ ), de manière à contrôler la montée en température. Une enveloppe en zircone assure l'isolation thermique. L'échantillon, placé au centre du dispositif, est orienté selon un axe quinaire. Deux pistons cylindriques en alumine, beaucoup plus rigides que le reste de l'octaèdre, sont placés de part et d'autre de l'échantillon selon cet axe. Cette grande anisotropie dans l'assemblage engendre des contraintes de compression sur l'échantillon lors de la déformation. L'octaèdre est ensuite inséré dans un assemblage de 8 cubes tronqués en carbure de tungstène, eux mêmes enchâssés entre deux presses hydrauliques. La figure III.1b montre l'assemblage octaédrique et une partie de l'étage de compression formé par les enclumes cubiques. On applique ensuite une pression hydrostatique de l'ordre de plusieurs  $GPa$  sur l'échantillon. On peut estimer que la contrainte de compression est de l'ordre de plusieurs centaines de  $MPa$ . L'expérience de déformation se déroule de la façon suivante :

- Echantillon déformé à température ambiante : on augmente la pression à température ambiante jusqu'à  $5GPa$ , on maintient ces conditions pendant 2 heures. La décompression se fait enfin lentement pendant environ 14 heures.
- Echantillon déformé à  $300^\circ C$  : on augmente la pression jusqu'à  $7GPa$ . On augmente alors la température jusqu'à  $300^\circ C$  tandis que la pression est augmentée jusqu'à  $7.5GPa$  pour permettre une compression supplémentaire. On refroidit ensuite l'échantillon rapidement et on diminue lentement la pression pendant 22 heures.

On extrait finalement l'échantillon, toujours cylindrique, de son enveloppe. La déformation totale est estimée à 7% environ.

### III.2.2 Préparation des échantillons

On découpe le cylindre en tranche par électroérosion, soit perpendiculairement à l'axe de compression, soit selon des plans inclinés. Les échantillons, étant trop fragiles pour être polis directement, sont enrobés dans un mélange de résine et de poudre de molybdène, et sertis dans un cylindre de laiton. L'ensemble est ensuite aminci mécaniquement jusqu'à  $100\mu m$  puis par bombardement ionique conventionnel dans un amincisseur de type GATAN-DUOMIL refroidi. La poudre de molybdène permet en plus une meilleure évacuation de la chaleur provoquée par le faisceau d'ions. D'autres échantillons amincis avec un PIPS (high precision ion polishing system) ne présentent aucune faute de phases. Cet effet était attendu du fait de l'échauffement local important provoqué par cette méthode, qui peut donc induire le repavage des fautes [88].

### III.2.3 Microscopie électronique en transmission

Les échantillons ont été observés dans un microscope JEOL 2010 HC fonctionnant à 200kV, en condition de deux ondes, avec des vecteurs diffraction selon des axes binaires et quinaires. Dans les directions binaires, nous avons utilisé les vecteurs diffraction [20, 34] et [52, 84],  $\vec{g}_{2i(1)}$  et  $\vec{g}_{2i(2)}$  otés dans  $E_{\parallel}$ , où  $[N, M]$  est relié au module du vecteur diffraction  $\vec{G}$  dans l'espace 6D par la relation  $G^2 = N + M\tau$ . Les indices  $N$  et  $M$  sont donnés par [12]. Dans les directions quinaires, nous avons utilisé le vecteur diffraction usuel [18, 29], noté  $\vec{g}_{5i}$  dans  $E_{\parallel}$ , et celui correspondant à une tâche de surstructure de type [7, 11].

Les analyses en faisceau convergent ont été réalisées dans un microscope Philips CM30 fonctionnant à 300kV en mode nanoprobe. La technique de LACBED (Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction) permet d'obtenir des clichés composés de la superposition des lignes de Bragg (les spots de diffraction sont transformés en lignes) et de l'image d'une zone illuminée par un faisceau électronique fortement convergent et défocalisé. Pour plus de détails voir [89].

## III.3 Observations et interprétations

### III.3.1 Observations générales

La figure III.2 montre les caractéristiques générales des échantillons déformés à température ambiante. On y observe des "murs" contenant une grande densité de défauts (figure III.2a). Ces murs présentent des contrastes complexes indiquant qu'ils contiennent des concentrations importantes de contrainte. Ils sont en général non planaires, car leurs traces ne sont pas rectilignes, mais ils sont proches de plans binaires. Par exemple, le mur noté  $M_1$ , vu debout sur la figure III.2a, dévie significativement de la trace d'un plan binaire (ligne pointillée). Les désorientations induites par les murs sont plus petites que  $1^\circ$ . Comme on le voit sur la figure III.2a, les murs sont interconnectés et forment une structure tri-dimensionnelle. La figure III.2b est un agrandissement de l'encart de la figure III.2a montrant une cavité  $C$  à l'intersection de deux murs notés  $M_2$  et  $M_3$ . La figure III.2c montre, en tête d'un mur  $M$ , un empilement de dislocations notées  $d$ . Ces structures seront étudiées plus en détails par la suite. Sur la figure III.2d, quelques dislocations, notées  $d$ , ont été émises par le mur noté  $M_4$ ; elles traînent le contraste de franges caractéristique d'une faute de phasons (notée  $FP$ ). Ces dislocations seront décrites dans la section suivante.

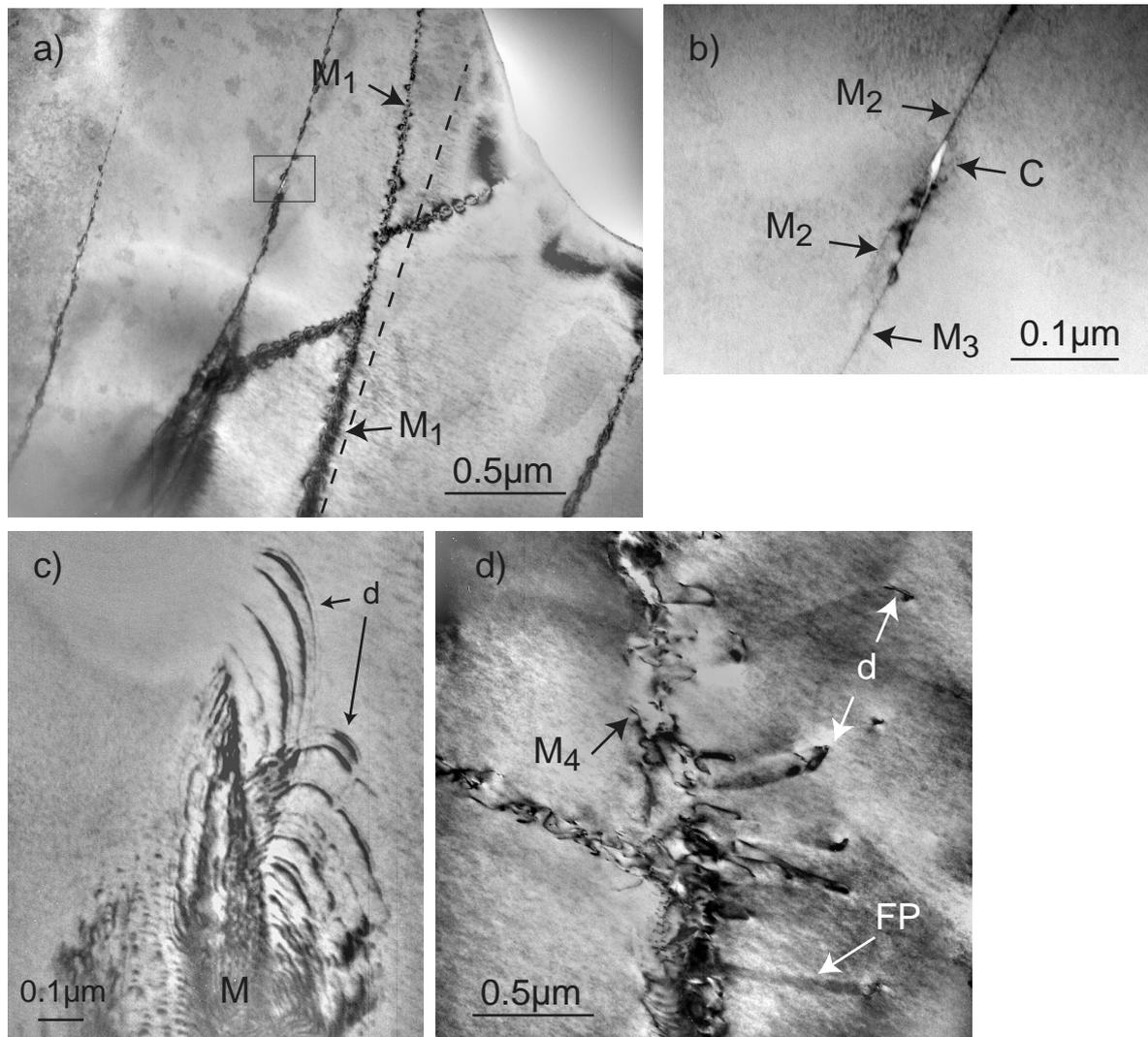


FIG. III.2: Vue générale dans les échantillons déformé à 20°C. a) Réseau tri-dimensionnel de murs non-planaires ( $M_1$ ) concentrant une grande quantité de défauts. Une cavité ( $C$ ) à l'intersection de deux murs ( $M_2$  et  $M_3$ ) est agrandie en b). c) Empilement de dislocations ( $d$ ) à l'extrémité d'un mur. d) Emission de dislocations ( $d$ ) traînant des fautes de phasons ( $FP$ ) depuis un mur ( $M_4$ ).

### III.3.2 Emission de dislocations par les murs

Nous avons analysé les dislocations émises par les murs dans des échantillons dont le plan de lame est à  $45^\circ$  environ de l'axe quinaire  $[1/0, 0/1, 0/0]$  de compression. Toutes les notations suivantes se réfèrent à la projection stéréographique de la figure III.3. La figure III.4 montre une telle dislocation traînant une faute de phasons dans plusieurs conditions de diffraction.

Le contraste de cette dislocation imparfaite obéit aux règles établies dans le chapitre II. On obtient des conditions d'extinction pour la dislocation et la faute, avec  $\vec{g}_{2a}$  (figure III.4a) et  $\vec{g}_{5a}$  (figure III.4b). Ceci montre que le vecteur de Burgers est parallèle à la direction binaire perpendiculaire à  $\vec{g}_{2a}$  et  $\vec{g}_{5a}$ , notée  $\vec{b}_A$  sur la figure III.3. Des informations supplémentaires peuvent être obtenues en considérant que la dislocation présente un contraste simple en  $\vec{g}_{5c}$  et  $\vec{g}_{2b(1)}$  (figure III.4e, f). Comme cela est résumé dans le tableau III.1, le vecteur de Burgers est  $\vec{b}_{\parallel A} = [\bar{1}/1, \bar{2}/1, \bar{3}/2]$ , de longueur  $b_{\parallel A} = 0.183nm$ . Le contraste faible de la dislocation obtenu en  $\vec{g}_{5b}$  et  $\vec{g}_{5d}$  (figure III.4c et d) correspond à la pseudo-extinction faible (PEF) décrite dans le chapitre II. D'après la direction de sa trace ( $tr P_A$ ) et la variation de sa largeur apparente en fonction de l'angle de tilt, le plan  $P_A$  de la faute de phasons est trouvé parallèle au plan binaire  $(1/1, 0/1, \bar{1}/0)$  perpendiculaire à la direction du vecteur de Burgers (voir figure III.3). Ainsi, les dislocations se sont déplacées dans ce plan par montée pure.

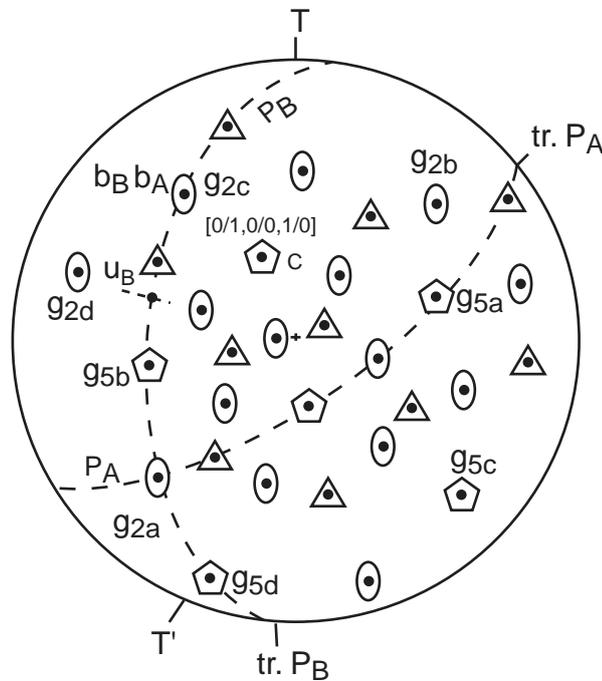


FIG. III.3: Projection stéréographique. C se réfère à l'axe de compression; T et T' aux axes de tilt utilisés.

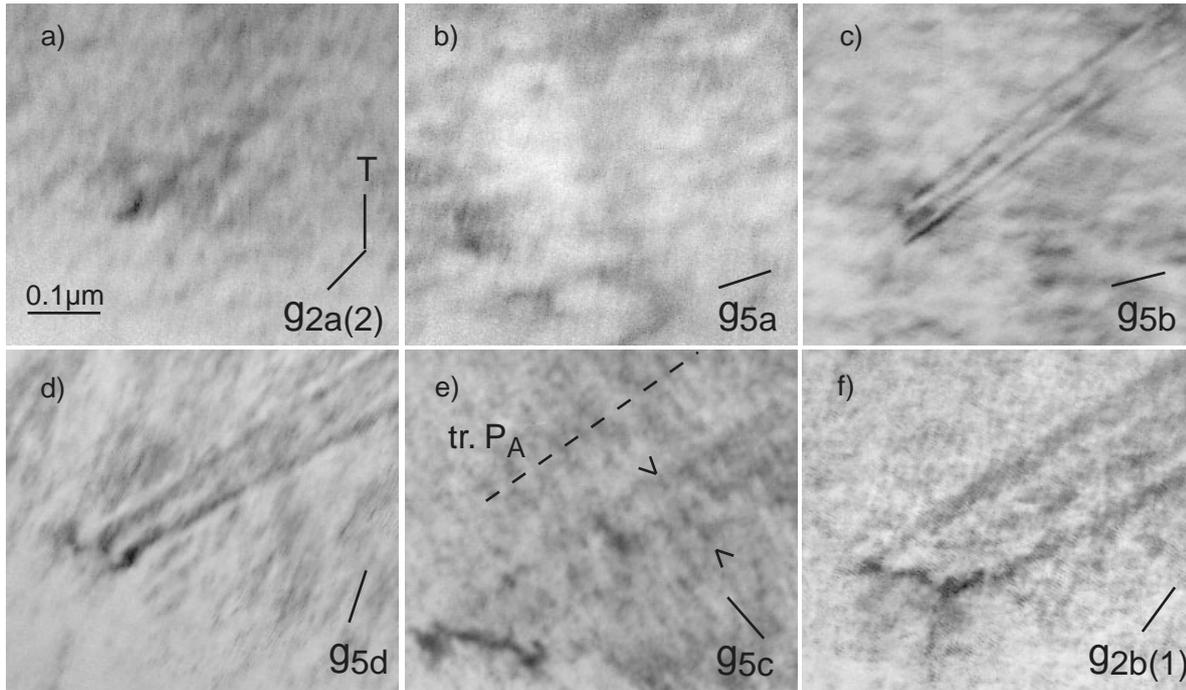


FIG. III.4: Analyse des contrastes d'une dislocation imparfaite émise par un mur. Noter les conditions d'extinction (a, b), de pseudo extinction faible (c, d) et de contraste simple (e, f).

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel A}$	$\vec{G} \vec{B}_A^1$	Figure III.4 <sup>2</sup>
$\vec{g}_{2a(1)}$	$\bar{1}/\bar{2}, 1/1, \bar{2}/\bar{3}$	0	0	(a) (E)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$\bar{2}/\bar{3}, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	0	0	id.
$\vec{g}_{5a}$	0/0, 1/2, 2/3	0	0	(b)
$\vec{g}_{5b}$	0/0, 1/2, $\bar{2}/\bar{3}$	0.44	0	(c) (PEF)
$\vec{g}_{5d}$	2/3, 0/0, 1/2	0.44	0	(d) (PEF)
$\vec{g}_{5c}$	2/3, 0/0, $\bar{1}/\bar{2}$	0.72	1	(e) (V)
$\vec{g}_{2b(1)}$	0/0, 0/0, 2/4	0.26	1	(f) (V)

TAB. III.1: Conditions de contraste de la dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel A} = [\bar{1}/1, 2/\bar{1}, 3/\bar{2}]$ . <sup>1</sup> $\vec{G} \vec{B}_A$  serait le déphasage si le repavage était possible; <sup>2</sup>E, extinction; V, visibilité; PEF, pseudo extinction faible

### III.3.3 Dislocations aux extrémités des murs

Des dislocations peuvent être observées à l'extrémité des murs, quand ceux ci sont proches du plan de lame comme le montre la figure III.2c. Plus loin des extrémités, les contrastes sont épais et forment des moirés difficiles à interpréter. La figure III.5 montre une analyse complète des 10 premières dislocations à l'extrémité d'un mur.

Les dislocations sont proches les unes des autres et aucune faute de phases n'est visible entre elles. Toutes les dislocations présentent le même contraste dans les mêmes conditions, et ont par conséquent le même vecteur de Burgers. On obtient des extinctions avec  $\vec{g}_{2a}$  et  $\vec{g}_{5a}$  (figure III.5a et b), des contrastes simples avec  $\vec{g}_{5b}$  et  $\vec{g}_{5c}$  (figure III.5c et d) et un contraste double (flèches) avec  $\vec{g}_{2c(2)}$  et  $\vec{g}_{2d(2)}$  (figure III.5e et f). Ceci conduit à un vecteur de Burgers binaire  $\vec{b}_{\parallel B} = [1/0, \bar{1}/1, \bar{2}/1]$  de longueur  $0.296nm$  (tableau III.2). Le plan du mur  $P_B$  apparaît légèrement sinueux car sa largeur apparente n'est pas constante et sa trace n'est pas rectiligne. Cependant la direction moyenne de sa trace ( $trP_B$ ) et la variation de sa largeur apparente en fonction de l'angle de tilt correspondent au plan binaire  $(\bar{1}/0, 1/1, 0/1)$  contenant le vecteur de Burgers (voir figure III.3). Puisque les dislocations sont dirigées en moyenne selon la direction pseudo-binaire  $\vec{u}_B$  (figure III.3), elles ont un caractère presque vis.

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel B}$	$\vec{G} \vec{B}_B$	Figure III.5 <sup>1</sup>
$\vec{g}_{2a(1)}$	$\bar{1}/\bar{2}, 1/1, \bar{2}/\bar{3}$	0	0	(a) (E)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$\bar{2}/\bar{3}, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	0	0	id.
$\vec{g}_{5a}$	$0/0, 1/2, 2/3$	0	0	(b)
$\vec{g}_{5b}$	$0/0, 1/2, \bar{2}/\bar{3}$	0.72	1	(c) (V)
$\vec{g}_{5c}$	$2/3, 0/0, \bar{1}/\bar{2}$	1.17	1	(d) (V)
$\vec{g}_{2c(2)}$	$3/5, 2/3, \bar{1}/\bar{2}$	2.34	2	(e) (D)
$\vec{g}_{2d(2)}$	$2/3, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	1.89	2	(f) (D)

TAB. III.2: Conditions de contraste de la dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel B} = [1/0, \bar{1}/1, \bar{2}/1]$ . <sup>1</sup>V, visibilité; E, extinction; D, contraste double

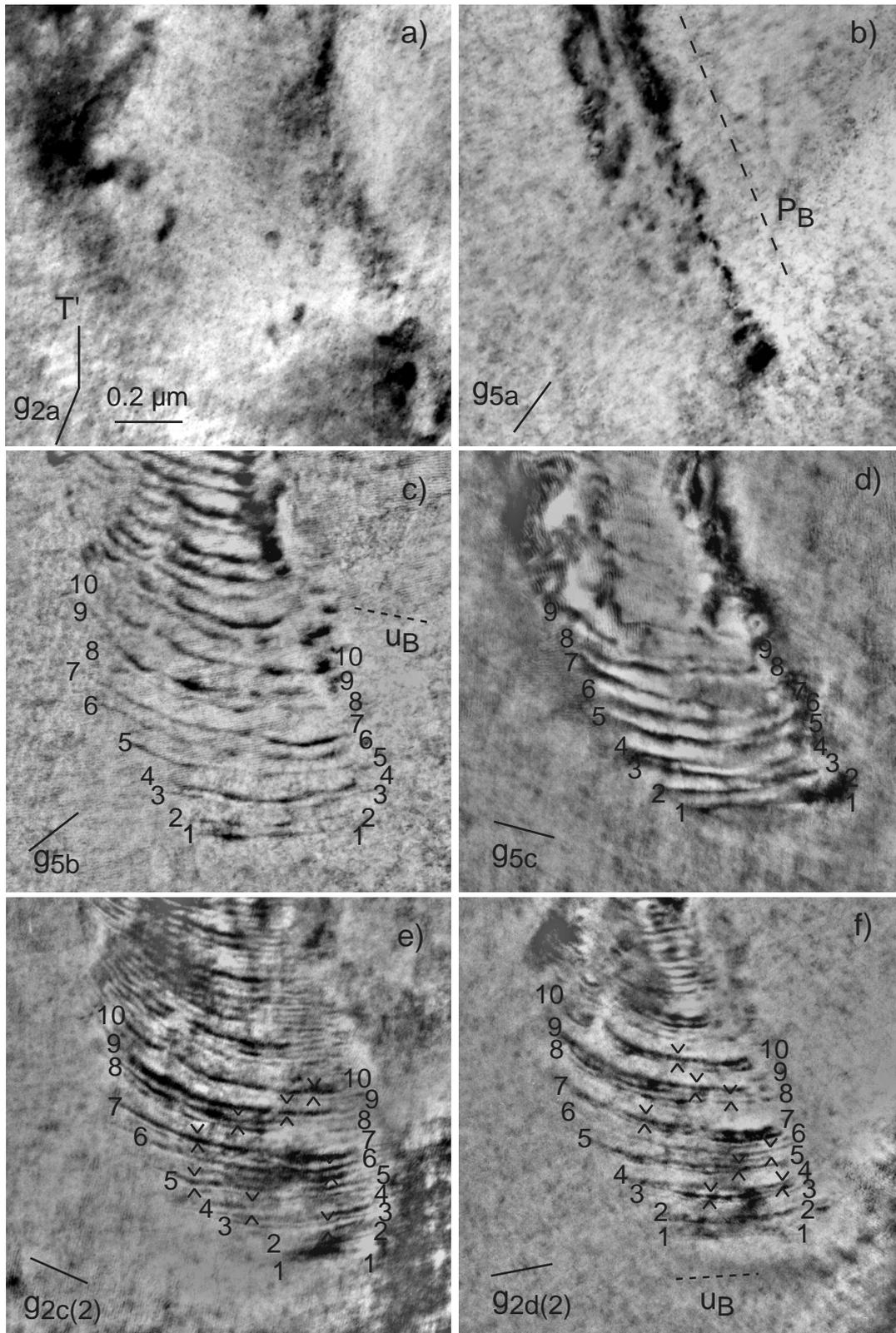


FIG. III.5: Analyse des contrastes des dix premières dislocations à l'extrémité d'un mur. Noter le contraste double en (e) et (f) (flèches).

### III.3.4 Analyse en faisceau convergent

Loin de la tête, le contraste des murs est difficile à interpréter. Cependant, la technique de LACBED fournit des informations supplémentaires. Sur la figure III.6a, un mur  $M$  est vu debout le long de la direction marquée par une ligne pointillée. Noter la faute de phases (FP) résultant de l'émission d'une dislocation. La figure III.6b montre que les lignes de Bragg (notées  $g[N, M]$ ) sont décalées lorsqu'elles traversent le mur, et que le décalage entre les points d'intersection de lignes de Bragg (flèches pointillées) est constant. Ce décalage est directement relié à la rotation de part et d'autre du mur. Puisqu'il est parallèle à la trace du mur, la rotation s'est effectuée dans le plan du mur, c'est à dire autour de la direction perpendiculaire au plan du mur. En d'autres termes le mur agit comme un sous-joint de torsion.

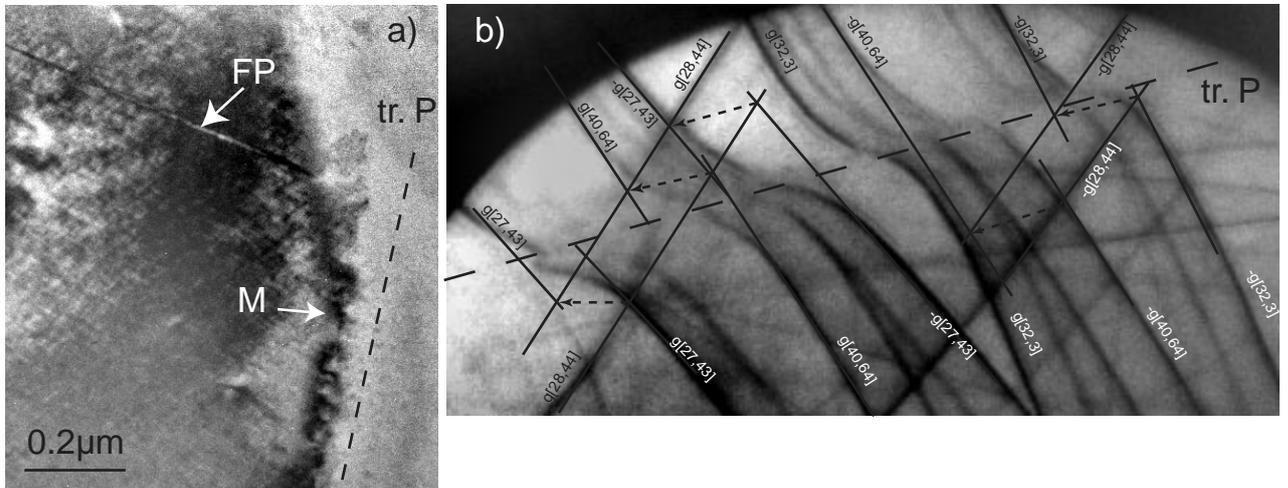


FIG. III.6: Résultats des expériences en LACBED : a) le mur  $M$  vu debout et b) le décalage des lignes de Bragg dans une direction parallèle au mur.

### III.3.5 Evaluation d'une possible activité de glissement dévié

Cette section est basée sur l'analyse d'un long mur pratiquement contenu dans le plan de lame, et contenant une grande densité de dislocations (figure III.7).

La variation de la largeur apparente du mur correspond essentiellement à une variation de l'épaisseur de la lame. Le mur est non-planaire et peut être considéré comme composé de trois plans différents notés  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$ , dont les traces respectives sont  $trP_1$ ,  $trP_2$  et  $trP_3$ . Les largeurs apparentes de  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$  ont été mesurées en fonction de l'angle de tilt sur les figures III.7a-d. Elles sont reportées sur la figure III.8b et ajustées par les courbes correspondant aux plans montrés par la figure III.8a et passant par  $trP_1$ ,  $trP_2$  et  $trP_3$ . Les barres d'erreurs dans

la direction des trois normales ( $\vec{n}_1$ ,  $\vec{n}_2$  et  $\vec{n}_3$ ) correspondent aux incertitudes sur les mesures de largeurs.

$P_2$  est pratiquement parallèle au plan binaire ( $\bar{1}/0, 1/1, 0/1$ ),  $P_3$  au plan binaire ( $0/0, 0/2, 0/0$ ) et  $P_1$  occupe une position intermédiaire. Ces trois plans s'intersectent approximativement le long de la direction notée  $d$  qui n'est pas une direction dense. Comme sur la figure III.5, la tête du mur en bas à gauche de l'image, est composée de dislocations rectilignes.

Nous avons tenté d'indexer les dislocations par l'analyse de leurs contrastes. Bien que l'indexation des dislocations par l'étude de leurs contrastes soit impossible, il apparaît que plusieurs vecteurs de Burgers soient présents dans les trois plans. En effet, l'aspect et le nombre de dislocations visibles sont clairement différents d'une condition de diffraction à une autre. La comparaison

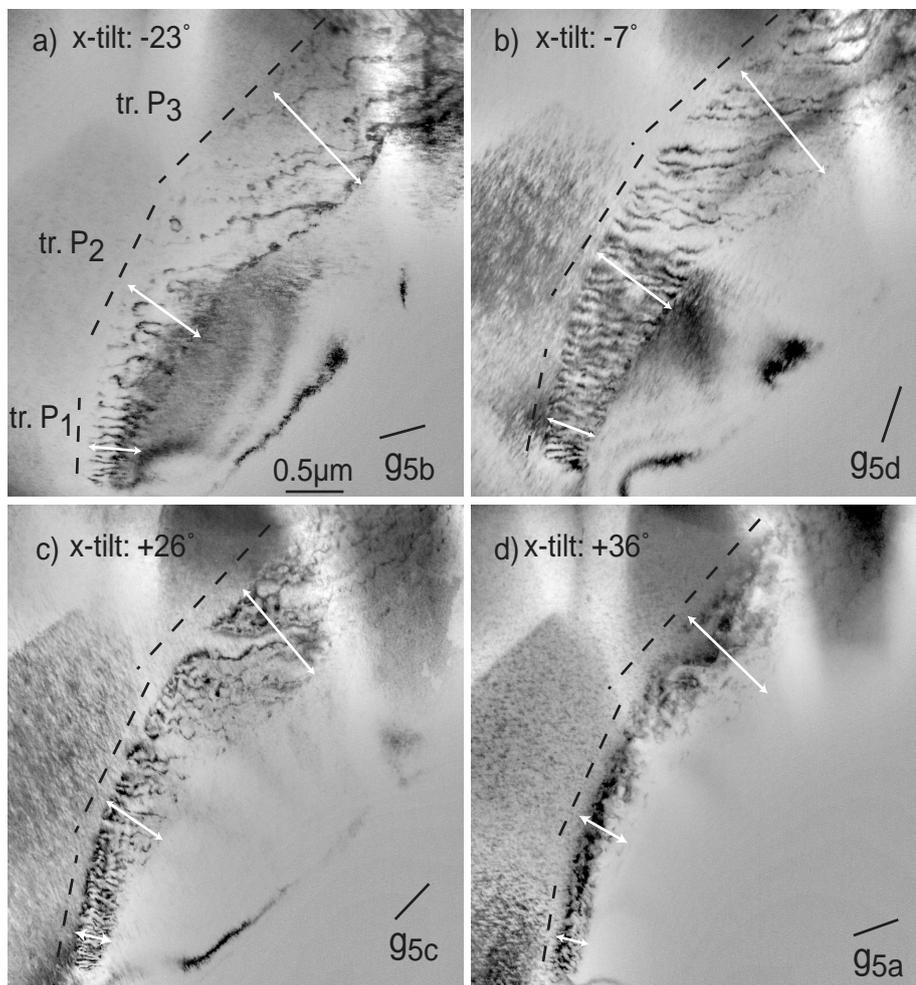


FIG. III.7: Analyse de l'extrémité d'un mur non-planaire contenant une grande densité de dislocations. Les lignes pointillées indiquent la trace des trois plans moyens ( $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$ ) du mur. Les flèches blanches indiquent les largeurs apparentes de  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$  dans différentes conditions d'inclinaisons.

des densités de dislocations visibles dans les plans  $P_1$  et  $P_2$  dans quatre conditions de diffraction différentes montre que les dislocations ont au moins deux vecteurs de Burgers différents. Par exemple, une densité de dislocations plus faible est observée en  $\vec{g}_{5b}$  par rapport à celle observée en  $\vec{g}_{5c}$  (figures III.7a et c, respectivement). Toutes les dislocations semblent hors contraste avec  $\vec{g}_{5a}$  (figure III.7d). Ceci indique qu'au moins un des vecteurs de Burgers est orienté selon la direction perpendiculaire à  $\vec{g}_{5b}$  et  $\vec{g}_{5a}$ , notée  $b_{\parallel}$ , différente de la direction  $d$  (figure III.8a). Ainsi, même si on ne peut exclure que chaque partie du mur se soit formée de manière indépendante par glissement, l'ensemble n'a pu se former par glissement et glissement dévié des mêmes dislocations dans les trois plans. En effet dans ce dernier cas, les vecteurs de Burgers devraient être contenus dans les trois plans.

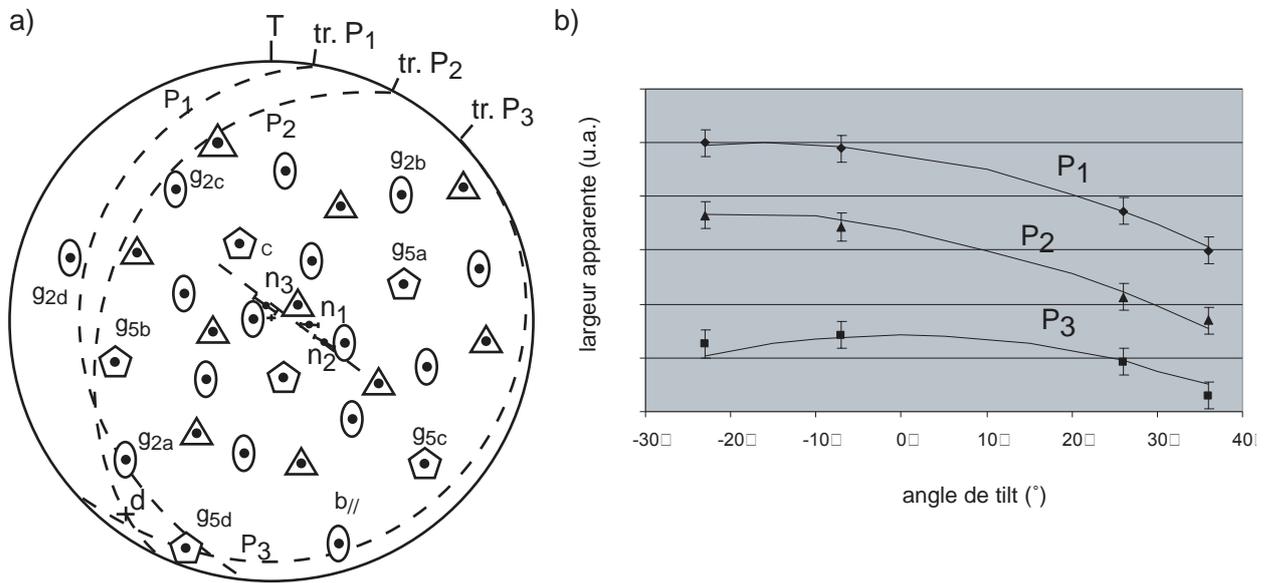


FIG. III.8: a) Projection stéréographique correspondant à la figure III.7. b) Variation de la largeur apparente des plans  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$  en fonction de l'angle de tilt. Les courbes passant par les points expérimentaux correspondent aux plans indiqués sur la figure III.8a.

### III.3.6 Murs dans les échantillons déformés à 300°C

De plus amples détails seront donnés sur les observations faites dans les échantillons déformés à 300°C dans le chapitre IV. Les considérations suivantes concernent la comparaison entre les deux types d'échantillons.

Nous avons également observé des murs dans les échantillons déformés à 300°C. Ils sont nettement moins nombreux qu'après déformation à 20°C, et on trouve une densité de dislocations beaucoup plus importante entre eux. Les murs présentent les mêmes caractéristiques décrites précédemment : contraste épais, caractère non-planaire, émission de dislocations. La figure III.9 montre deux fautes de phases émergeant d'un mur noté  $M$ , traînées par les dislocations notées  $d_e$ .

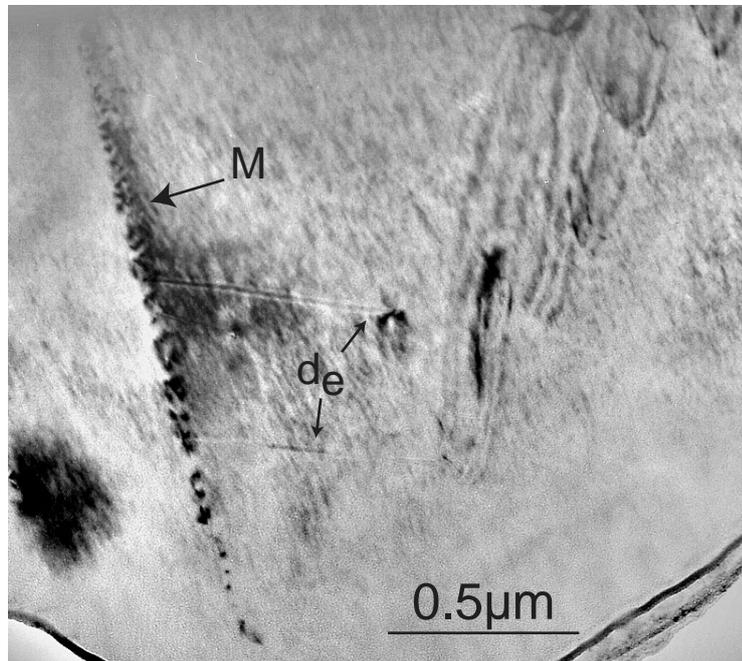


FIG. III.9: Emission de dislocations ( $d_e$ ) d'un mur  $M$  dans un échantillon déformé à 300°C.

La figure III.10 présente des boucles de dislocations émises depuis un mur. Elles se situent dans le plan binaire  $P_e$   $[0/2, 0/0, 0/0]$  (figure III.10g) comme l'attestent 1) la direction de la trace ( $trP_e$ ), et 2) la variation de largeur apparente des boucles mesurée pour 3 angles d'inclinaison différents (figure III.10a-c). Les valeurs expérimentales reportées sur la figure III.10e sont en accord avec la courbe correspondant au plan  $P_e$ . Les boucles de dislocations sont hors contraste en  $\vec{g}_{2a}$  et  $\vec{g}_{5b}$  (figure III.10d et f, respectivement). Le vecteur de Burgers est donc parallèle à la direction binaire  $\vec{b}_{\parallel e}$  à  $31.71^\circ$  de la normale au plan de déplacement (figure III.10g). Ainsi, les boucles se sont déplacées par un mouvement impliquant une composante de montée importante, appelé par la suite montée mixte. Les contrastes simples en  $\vec{g}_{5a}$ ,  $\vec{g}_{2b}$  et  $\vec{g}_{5c}$  (figure III.10a, b et c, respectivement) nous donnent  $\vec{b}_{\parallel e} = [1/0, 1/\bar{1}, \bar{2}/1]$  de norme  $0.296nm$  (tableau III.3).

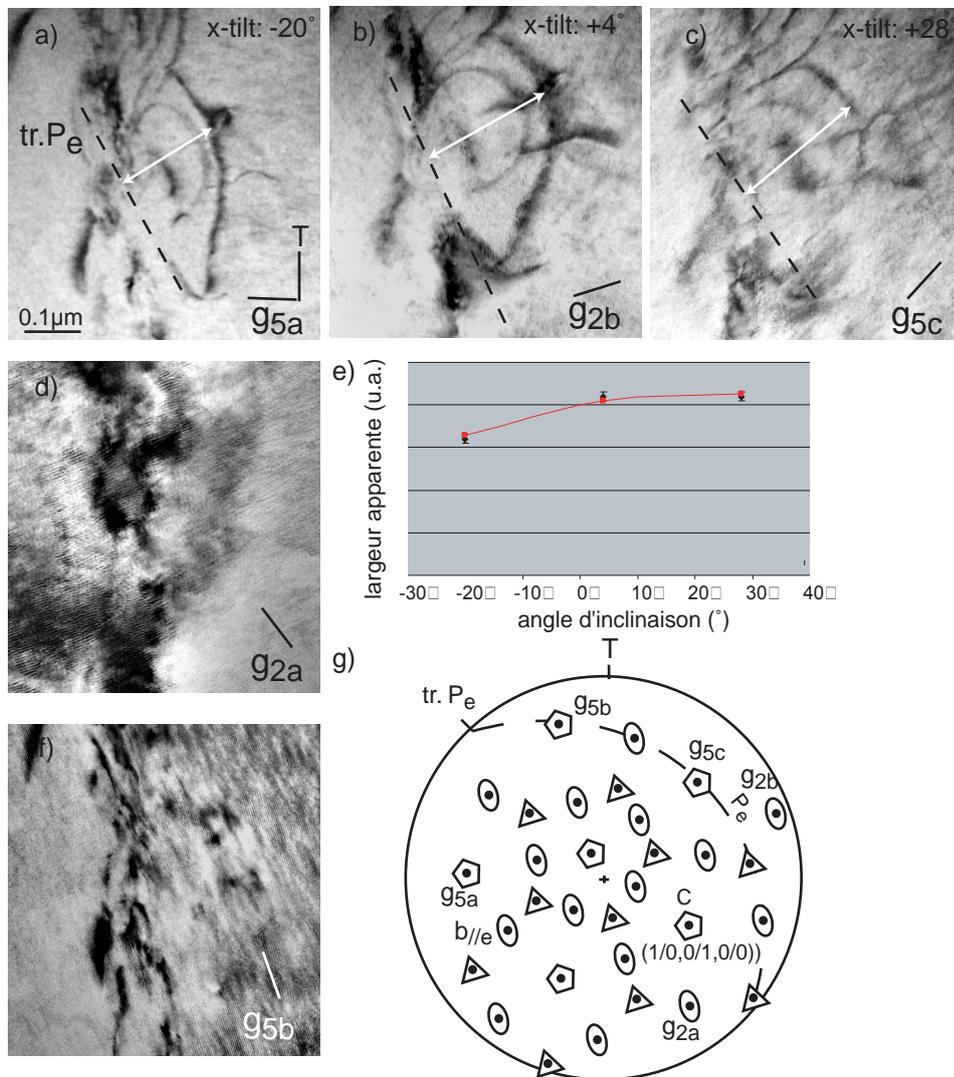


FIG. III.10: Analyse de boucles de dislocations émises par un mur dans un échantillon déformé à 300°C.

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel e}$	$\vec{G} \vec{B}_e$	Figure III.10 <sup>1</sup>
$\vec{g}_{2a(1)}$	1/1, 2/3, $\bar{1}/\bar{2}$	0	0	(d) (E)
$\vec{g}_{2a(2)}$	1/2, 3/5, $\bar{2}/\bar{3}$	0	0	id.
$\vec{g}_{5b}$	0/0, 1/2, $\bar{2}/\bar{3}$	0	0	(f) (E)
$\vec{g}_{5a}$	2/3, 0/0, $\bar{1}/\bar{2}$	1.17	1	(a) (V)
$\vec{g}_{2b(1)}$	$\bar{1}/\bar{1}$ , 2/3, 1/2	-1.17	-1	(b) (V)
$\vec{g}_{5c}$	0/0, 1/2, 2/3	-0.72	-1	(c) (V)

TAB. III.3: Conditions de contraste de la dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel e} = [1/0, 1/\bar{1}, \bar{2}/1]$ . <sup>1</sup> V, visibilité; E, extinction

### III.4 Discussion

Les échantillons déformés à 20°C et 300°C présentent des caractéristiques communes : la présence de murs de déformation depuis lesquels des dislocations individuelles sont émises par montée. Leur densité est toutefois considérablement plus importante dans les échantillons déformés à 20°C. L'observation de mouvements de dislocations par montée à des températures aussi basses semble surprenant si on considère que les vitesses de diffusion des espèces chimiques correspondantes doivent être extrêmement petites. Cependant, les essais mécaniques révèlent que l'énergie d'activation décroît avec une contrainte croissante [49]. A basse température mais à forte contrainte, à cause des incompatibilités de déformation sous une pression de confinement importante, l'énergie d'activation pourrait ainsi être réduite de façon significative et rendre compte de tels mouvements. La décroissance de l'énergie d'activation aux contraintes élevées sera discutée au chapitre VI.

Les observations de dislocations aux extrémités des murs, avec des vecteurs de Burgers parallèles aux plans des murs, confirment les investigations de Texier et al. [90]. Cependant, contrairement à ces auteurs, nous avons conclu que ces dislocations ne se sont pas déplacées par glissement. La formation des dislocations aux extrémités des murs peut être interprétée par un mécanisme de fissuration et recollement. La déformation a lieu tout d'abord par déplacement le long d'une fissure non-planaire suivie d'un recollement assisté par la pression hydrostatique. Dans la situation décrite ici, des fissures sont produites principalement en mode III, c'est à dire par rotation autour d'une direction située en tête de fissure et perpendiculaire au plan de fissure. Cette conclusion est cohérente avec 1) les résultats des expériences de LACBED et 2) une accommodation par des dislocations vis en tête de fissure (on notera qu'une seconde famille de dislocations vis serait

nécessaire pour former un joint de torsion sans contraintes à longue distance).

Des observations similaires ont été effectuées dans des "wafers" de silicium recollés après une rotation relative perpendiculairement au plan de leur interface [91]. Des fissures et recollements ont été également observées dans du silicium indenté [92, 93], et dans du saphir où des réseaux de dislocations et des contrastes de moiré ont été trouvés près de têtes de fissure [94]. On a enfin observé des réseaux de dislocations dans des échantillons de saphir rayés et indentés [95]. Ceci a été interprété comme le résultat de recollements spontanés. Dans nos observations, des cavités aux jonctions entre deux murs renforcent l'idée d'un processus de fissuration avec un recollement imparfait, où de grandes incompatibilités de déformation sont présentes. Le fait que la microstructure loin de la tête de fissure est de plus en plus complexe peut être interprété en considérant que les surfaces de la fissure ne sont pas planes. Ainsi, après rotation, les deux surfaces de la fissure ne se correspondent plus parfaitement, surtout loin de la tête de fissure, ce qui génère de fortes déformations et contraintes locales. De trop grandes contraintes peuvent être cependant relaxées par l'émission de dislocations qui montent et traînent des fautes de phasons. Au contraire, près de la tête de la fissure, les deux surfaces peuvent être parfaitement accommodées par un réseau de dislocations vis parallèles. Un mono-grain d'AlPdMn quasi-cristallin indenté à basse température par Wollgarten *et al.* [96] a montré une structure de grains présentant les mêmes caractéristiques : contours de déformation épais et dislocations émises par de nombreuses fissures. Ces auteurs interprètent leurs résultats comme du glissement aux joints de grains, mais indiquent que le "cold welding" peut participer à la connexion des fissures. Des observations en section transverse de rayures diamant dans AlPdMn ont également montré la présence de fissures partiellement recollées sous la rayure [97].

Un autre point doit être finalement discuté. Il s'agit de l'absence de fautes de phasons dans le sillage des dislocations en tête de fissure. Cette caractéristique apparaît sur la figure III.2c mais elle est surtout visible dans les observations de Texier *et al.* [90]. Or un mécanisme de glissement devrait comme en montée conduire à la formation des fautes de phasons. Leur absence indique donc qu'il s'agit d'un autre processus. Ceci peut être expliqué en supposant que seulement une partie de la rotation relative entre les deux parties de la fissure est accommodée par des dislocations. Ainsi, contrairement à ce qui se passe dans le cas du glissement ou de la montée, le vecteur déplacement à travers le plan de la fissure pourrait ne pas être uniforme entre deux dislocations adjacentes. Il en résulterait une variation complexe du déphasage qui pourrait ne pas conduire au contraste habituel de franges.

### III.5 Conclusions

Les observations dans les échantillons déformés à température ambiante et à 300°C conduisent aux conclusions suivantes :

- A 20°C, la déformation est le résultat de la formation de réseaux de murs non-planaires. Ces murs présentent un contraste complexe en général et un contraste de dislocations à leurs extrémités. Ils émettent latéralement des dislocations par montée.
- A 20°C, la géométrie des murs et la nature des dislocations à leurs extrémités sont incompatibles avec une possible formation par glissement et glissement dévié.
- Les murs sont le résultat d'une déformation par fissuration suivie d'un recollement assisté par la pression hydrostatique. Les dislocations observées en tête de murs sont le résultat d'un tel recollement.
- Des observations similaires ont été obtenues dans des échantillons déformés à 300°C, avec un nombre moins grand de fissures et plus de dislocations se déplaçant par montée. Le chapitre IV est consacré à l'étude plus complète de ces dislocations.



## Chapitre IV

# Plasticité d'AlPdMn à basse température : déformation à 300°C

### IV.1 Introduction

L'observation de quelques mouvements de dislocations par montée dans les échantillons déformés à 20°C (voir le chapitre III) est apparue comme une surprise, étant donnée la faible température de déformation, et le fait que la montée requiert des processus de diffusion thermiquement activés. Comme nous l'avons vu à la fin du chapitre III, la densité de dislocations traînant des fautes de phasons est plus importante dans les échantillons déformés à 300°C, et la majorité d'entre elles ne se trouvent pas associées à des phénomènes de relaxation de contraintes au niveau des fissures, mais participent directement à la plasticité. Dans ce chapitre, nous décrirons et interpréterons ces microstructures de dislocations et de fautes de phasons.

### IV.2 Observations et interprétations

Dans la suite, étant donné qu'à basse température le repavage peut être considéré comme négligeable, les vecteurs de Burgers des dislocations sont réduits à leur composante dans l'espace physique ( $\vec{b}_\perp = 0$ ). Les lames minces observées en vue plane ont été découpées selon des plans soit perpendiculaires (orientation 1), soit inclinés de 20° (orientation 2) par rapport à l'axe de compression quinaire (1/0, 0/1, 0/0). Les projections stéréographiques correspondantes sont présentées sur les figures IV.1a et b respectivement.

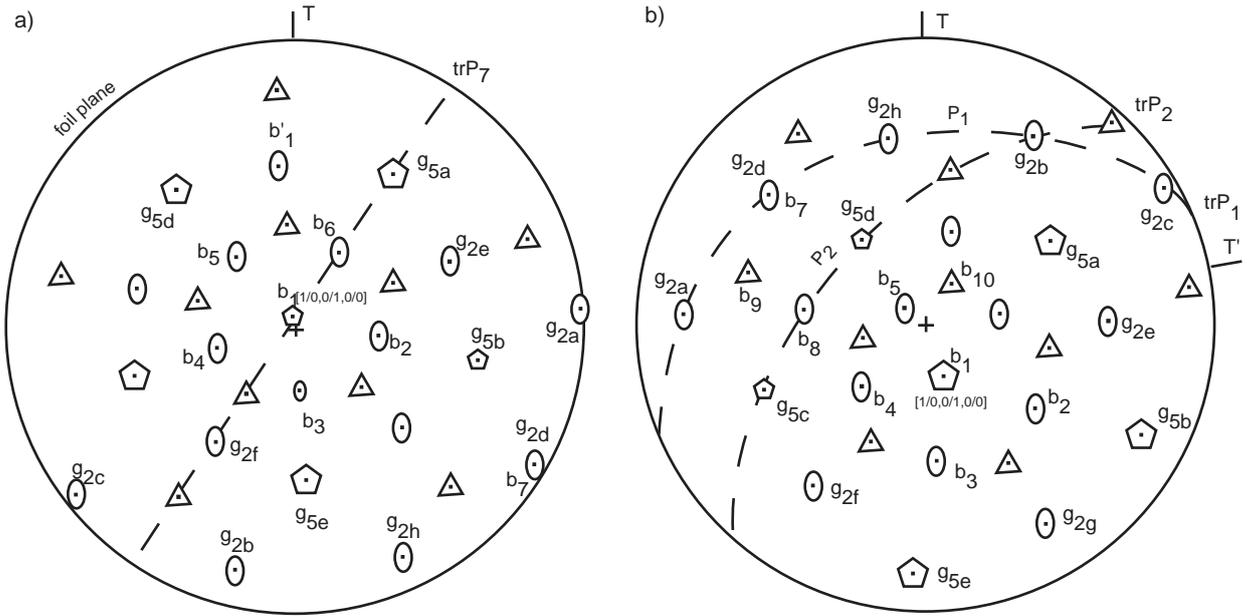


FIG. IV.1: Projection stéréographique des échantillons observés. (a) Orientation 1 perpendiculaire et (b) Orientation 2 inclinée de 20° par rapport à l'axe de compression l'axe de compression. T et T' sont les axes de tilt utilisés dans l'étude.

#### IV.2.1 Observations générales

Dans les échantillons découpés selon l'orientation 1, on observe une grande densité homogène de dislocations longues et courbées (figure IV.2a). Ceci montre que les dislocations se sont déplacées dans le plan de lame, c'est à dire dans le plan perpendiculaire à l'axe de compression. Aucune frange de faute de phasons n'a pu être observée dans leur sillage, excepté quand l'épaisseur de la lame est irrégulière, c'est à dire quand la surface de la lame est localement différente de la surface moyenne. Ceci indique que les fautes de phasons sont présentes, mais qu'elles sont très peu visibles car l'intensité des ondes électroniques oscillant dans la lame en fonction de la distance à la surface, seules les fautes inclinées apparaissent sous la forme d'un système de franges.

On a réalisé une analyse de contraste en utilisant les vecteurs diffraction indiqués sur la projection stéréographique (figure IV.1a). Plusieurs familles de dislocations ont été identifiées. Un grand nombre de dislocations sont hors contraste avec les vecteurs diffraction binaires parallèles au plan de lame. Ce sont les dislocations de type  $d_1$ . La figure IV.2 montre ces dislocations en conditions de contraste résiduel pour les vecteurs diffraction  $\vec{g}_{2a}$  (figure IV.2c),  $\vec{g}_{2d}$  (figure IV.2d),  $\vec{g}_{2h}$  (figure IV.2b). Leur vecteur de Burgers est donc parallèle à la direction quinaire de l'axe de compression (ici normale au plan de la figure IV.2). On peut vérifier alors que le

contraste résiduel est d'autant plus important que le produit  $\vec{g} \cdot \vec{b}_{\parallel} \times \vec{u}$  est grand, et qu'il est maximum lorsque  $\vec{g} \perp \vec{u}$ . D'autres dislocations notées  $d'_1$  sont également présentes. Leurs conditions d'extinction (en  $\vec{g}_{2a}$ , figure IV.2c, et  $\vec{g}_{5b}$ , figure IV.2e) démontrent que leur vecteur de Burgers est orienté hors du plan de déplacement, selon un axe binaire incliné de  $58^\circ$  par rapport à l'axe de compression.

Dans les échantillons découpés selon la seconde orientation, on observe d'autres familles de dislocations. Elles sont constituées de dislocations s'étant déplacées dans des plans binaires. La famille principale est composée de dislocations se déplaçant dans des plans parallèles à l'axe de compression.

Sur la figure IV.3a, elles sont vues presque debout (*e.g.* la dislocation notée 7) et traînent des fautes de phasons non-planaires apparaissant comme de fines lignes brillantes parallèles à  $tr.P_{1\parallel C}$  et  $tr.P_{2\parallel C}$ . On montre que le vecteur de Burgers de la dislocation 7 est  $\vec{b}_{\parallel 7}$  normal au plan de déplacement  $P_{2\parallel C}$ . La figure IV.2f montre le même type de dislocations dans l'orientation 1. Les fautes de phasons sont vues debout dans le plan binaire  $P_7$  parallèle à l'axe de compression (voir

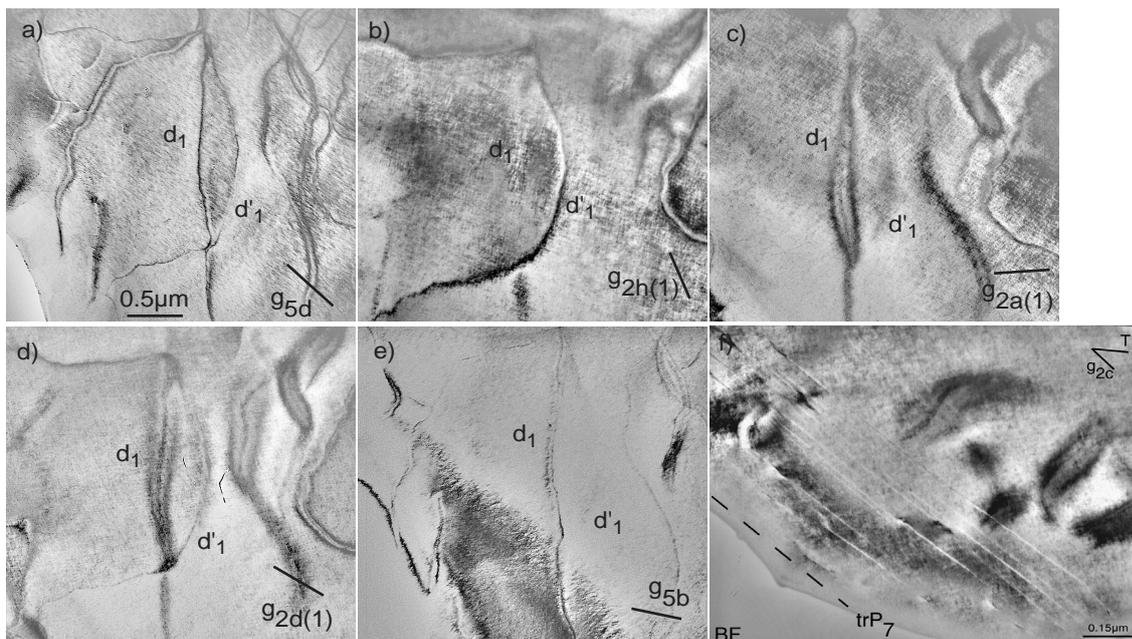


FIG. IV.2: Dislocations dans le plan perpendiculaire à l'axe de compression (orientation 1).  $d_1$  est une dislocation de vecteur de Burgers quinaire selon l'axe de compression (ici normal au plan de l'image), et  $d'_1$  a un vecteur de Burgers binaire. On vérifie bien les règles de contraste résiduel sur  $d_1$ . f) Dislocations et fautes de phasons dans un plan parallèle à l'axe de compression ( $tr.P_7$ ) vu debout dans l'orientation 1. Noter le contraste résiduel des dislocations dans le plan perpendiculaire en haut à droite.

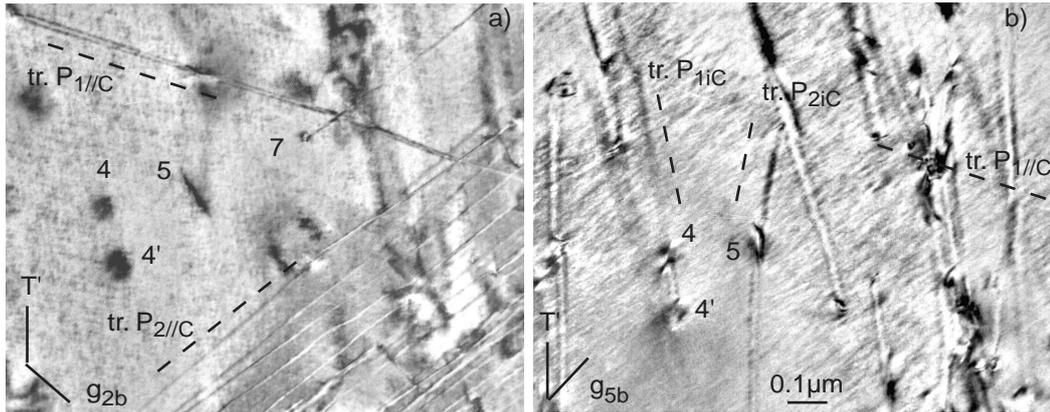


FIG. IV.3: Vue générale des familles de dislocations se déplaçant dans les plans  $P_{\parallel C}$  parallèles à l'axe de compression (dislocation 7) et dans les plans inclinés  $P_{iC}$  (dislocations 4, 4' et 5).

figure IV.1a). Noter le fort contraste résiduel des dislocations quinaires dans le plan de lame. Les autres dislocations observées, notées 4, 4' et 5, se sont déplacées dans des plans binaires inclinés à  $31.71^\circ$  par rapport à l'axe de compression. Les dislocations 4 et 4' apparaissent hors contraste sur la figure IV.3a. Elles sont clairement visibles sur la figure IV.3b alors que les dislocations dans le plan  $P_{2\parallel C}$  sont invisibles et celles dans le plan  $P_{1\parallel C}$  sont complètement debout. Ces dislocations ont des vecteurs de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 4}$  et  $\vec{b}_{\parallel 5}$  perpendiculaires aux plans de déplacement.

Ces observations générales montrent que toutes ces dislocations se sont déplacées par montée. Aucune évidence de glissement n'a été observée. Nous allons décrire maintenant plus en détail les différents systèmes de montée.

## IV.2.2 Dislocations dans le plan 5 perpendiculaire à l'axe de compression

Les observations suivantes ont été réalisées dans des échantillons de seconde orientation (voir figure IV.1b). Les fautes dans le plan quinaire  $(1/0, 0/1, 0/0)$  sont maintenant clairement visibles. Le mouvement des dislocations dans ces plans apparaît vraiment planaire. Les dislocations forment un arrangement typique composé d'une paire de dislocations en tête séparées de quelques dizaines de nanomètres suivie de dislocations de vecteurs de Burgers différents réagissant les unes avec les autres.

### IV.2.2.1 Paires de dislocations en tête

La figure IV.4 montre deux dislocations de tête, noté 1 et 1', traînant une faute, pour différentes conditions de diffraction. La direction de la trace de la faute ( $tr P_1$ ), et la variation de sa largeur apparente en fonction de l'angle de tilt, correspondent exactement au plan quinaire de

compression  $(1/0, 0/1, 0/0)$ , noté  $P_1$ , déjà identifié dans la section précédente. On vérifie ici que la

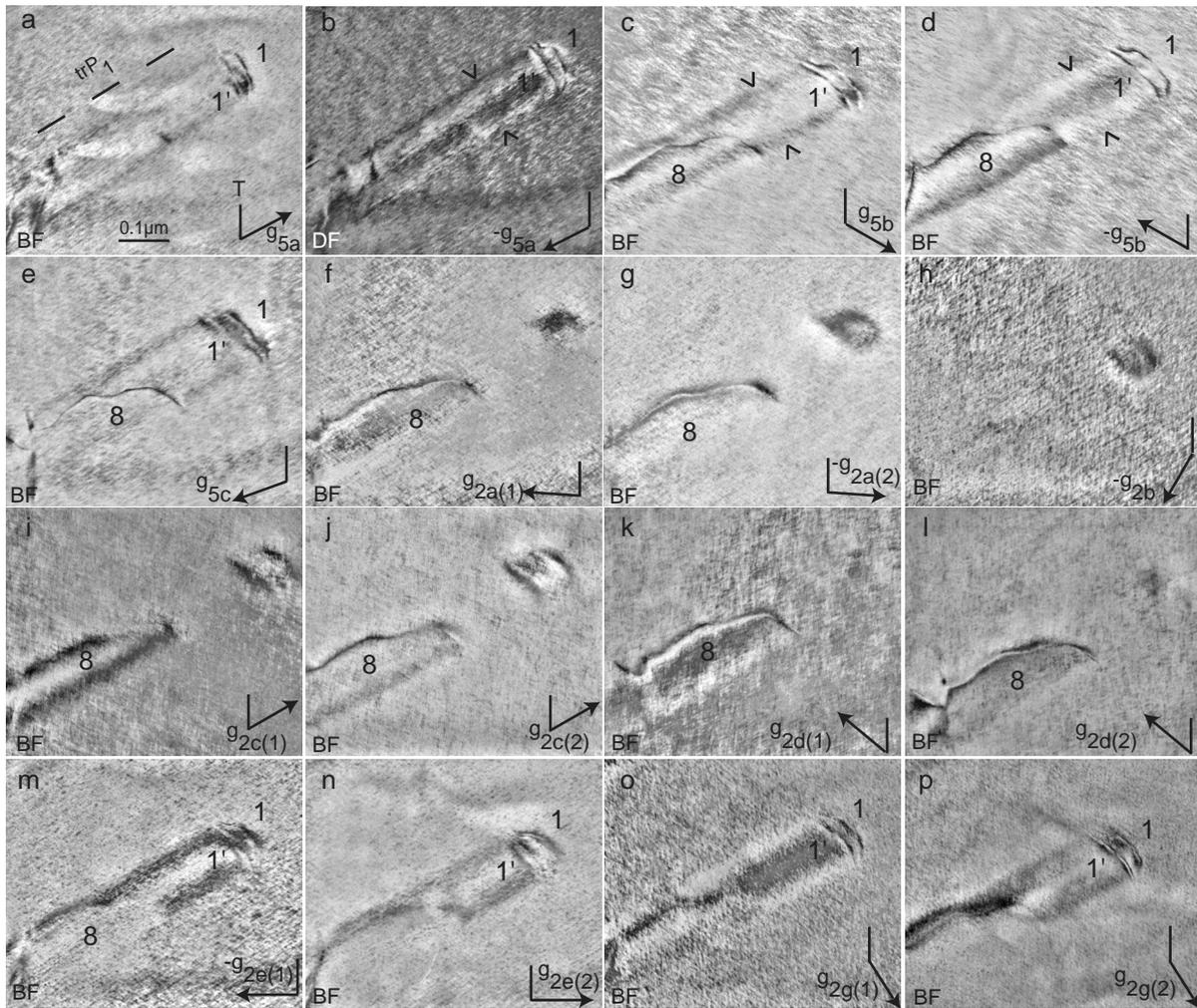


FIG. IV.4: Dislocations dans le plan perpendiculaire à l'axe de compression (orientation 2). La superdislocation dissociée en deux dislocations partielles 1 et 1' est suivie par une dislocation notée 8. Le contraste de frange de la faute de phase traînée par la paire 1-1' est indiqué par des flèches (b) en champ clair et (c) en champ sombre.

faute laissée par la paire de dislocations obéit aux règles de contraste établies précédemment. Le contraste est symétrique en champ clair et inversé quand on change  $+\vec{g}$  en  $-\vec{g}$  (marqueurs sur les figures IV.4c et d), et asymétrique en champ sombre (flèches sur la figure IV.4b). Les dislocations de tête se trouvent hors contraste pour  $\vec{g}_{2d(1)}$  et  $\vec{g}_{2d(2)}$  (figures IV.4k et l). Elles présentent un fort contraste résiduel pour  $\vec{g}_{2a(1)}$  et  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figures IV.4f et g),  $\vec{g}_{2b(1)}$  et  $\vec{g}_{2b(2)}$  (figure IV.4h),  $\vec{g}_{2c(1)}$  et  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figure IV.4i et j). On remarque de plus que dans ces conditions, la faute est également hors contraste. Ceci prouve que le vecteur de Burgers est perpendiculaire à  $\vec{g}_{2a}$ ,  $\vec{g}_{2b}$ ,  $\vec{g}_{2c}$  et  $\vec{g}_{2d}$ , c'est à dire parallèle à la direction  $[1/0, 0/1, 0/0]$  notée  $\vec{b}_{\parallel 1}$ . Ces dislocations sont les mêmes que

celles observées avec la première orientation. Des informations supplémentaires sont obtenues grâce aux contrastes doubles observés en  $\vec{g}_{2e(2)}$  (figure IV.4n) et  $\vec{g}_{2g(2)}$  (figure IV.4p). L'ensemble des résultats sont reportés dans le tableau IV.1.

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 1}$	$\vec{G} \vec{B}_1^1$	Figure IV.4 <sup>2</sup>	Figure IV.5 <sup>2 3</sup>
$\vec{g}_{5a}$	0/0, 1/2, 2/3	0.94	1	(a), (b)	
$\vec{g}_{5b}$	$\bar{1}/\bar{2}$ , 2/3, 0/0	0.94	1	(c), (d)	(a)
$\vec{g}_{5b[7,11]}$	$\bar{1}/\bar{1}$ , 1/2, 0/0	0.59	0.5		(b)
$\vec{g}_{5c}$	2/3, 0/0, $\bar{1}/\bar{2}$	0.94	1	(e)	
$\vec{g}_{2a(1)}$	$\bar{2}/\bar{3}$ , 1/2, 1/1	0	0	(f) (E)	(c) (E)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$\bar{3}/\bar{5}$ , 2/3, 1/2	0	0	(g) (E)	(d) (E)
$\vec{g}_{2b(1)}$	0/0, 0/0, $\bar{2}/\bar{4}$	0	0	(h) (E)	(e) (E)
$\vec{g}_{2b(2)}$	0/0, 0/0, $\bar{4}/\bar{6}$	0	0	id.	id.
$\vec{g}_{2c(1)}$	1/2, $\bar{1}/\bar{1}$ , $\bar{2}/\bar{3}$	0	0	(i) (E)	(f) (E)
$\vec{g}_{2c(2)}$	2/3, $\bar{1}/\bar{2}$ , $\bar{3}/\bar{5}$	0	0	(j) (E)	
$\vec{g}_{2d(1)}$	$\bar{2}/\bar{3}$ , 1/2, $\bar{1}/\bar{1}$	0	0	(k) (E)	(g) (E)
$\vec{g}_{2d(2)}$	$\bar{3}/\bar{5}$ , 2/3, $\bar{1}/\bar{2}$	0	0	(l) (E)	(h) (E)
$\vec{g}_{2e(1)}$	$\bar{1}/\bar{1}$ , 2/3, 1/2	1.17	1	(m)	
$\vec{g}_{2e(2)}$	$\bar{1}/\bar{2}$ , 3/5, 2/3	1.89	2	(n) (D)	
$\vec{g}_{2g(1)}$	$\bar{1}/\bar{1}$ , 2/3, $\bar{1}/\bar{2}$	1.17	1	(o)	(i)
$\vec{g}_{2g(2)}$	$\bar{1}/\bar{2}$ , 3/5, $\bar{2}/\bar{3}$	1.89	2	(p) (D)	(j) (D)

TAB. IV.1: Conditions de contraste des dislocations superpartielles de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 1} = [1/0, 0/1, 0/0]$ . <sup>1</sup> $\vec{G} \vec{B}_1$  serait le déphasage si le repavage été possible; <sup>2</sup>E, extinction; <sup>3</sup> D, contraste double

Si les dislocations étaient parfaites, leur vecteur de Burgers serait  $B_1 = [100000]$ . Etant donné que le repavage est absent à basse température, le vecteur de Burgers est réduit à sa composante dans l'espace parallèle  $\vec{b}_{\parallel 1} = [1/0, 0/1, 0/0]$ , de longueur  $0.456nm$ .

Sachant que  $[100000]$  n'est pas une translation du réseau hypercubique à faces-centrées  $6D$ , mais simplement une translation du sous-réseau primitif  $6D$ , on peut conclure que les paires de dislocations résultent de la projection dans l'espace physique d'une superdislocation de vecteur de Burgers  $[200000]$ , dissociée en deux superpartielles séparées par une faute complexe contenant une paroi d'antiphase (voir chapitre II). Les contrastes de cette faute et de la dislocation 8 sont analysés dans la suite. Puisque le vecteur de Burgers de la paire de dislocations de tête est  $2\vec{b}_{\parallel 1}$ , projection d'une translation d'un vecteur du réseau  $6D$  ( $2\vec{B}_1$ ), la faute traînée dans le sillage de la paire de dislocations est une faute de phasons.

### IV.2.2.2 Analyse de la faute complexe

La figure IV.5 montre un autre arrangement typique composé d'une paire de dislocations en tête (1 et 1') suivie de la dislocation 9. La faute entre les deux dislocations 1 et 1' est la projection d'une paroi d'antiphase dans l'espace physique. C'est donc une faute complexe avec deux composantes : une paroi d'antiphase et une faute de phasons. Imagée avec un vecteur diffraction de surstructure  $\vec{g}_{5b[7,11]} = [\bar{1}/\bar{1}, 1/2, 0/0]$ , la paroi d'antiphase induit un déphasage de  $\pi$ , et la faute de phasons induit un petit déphasage supplémentaire de  $0.085 \times 2\pi$ . Le déphasage total est donc de  $0.585 \times 2\pi$  comme mentionné dans le tableau IV.1. Etant donné que cette valeur est très proche de  $\pi$ , ceci conduit au contraste symétrique en champ sombre observé sur la figure

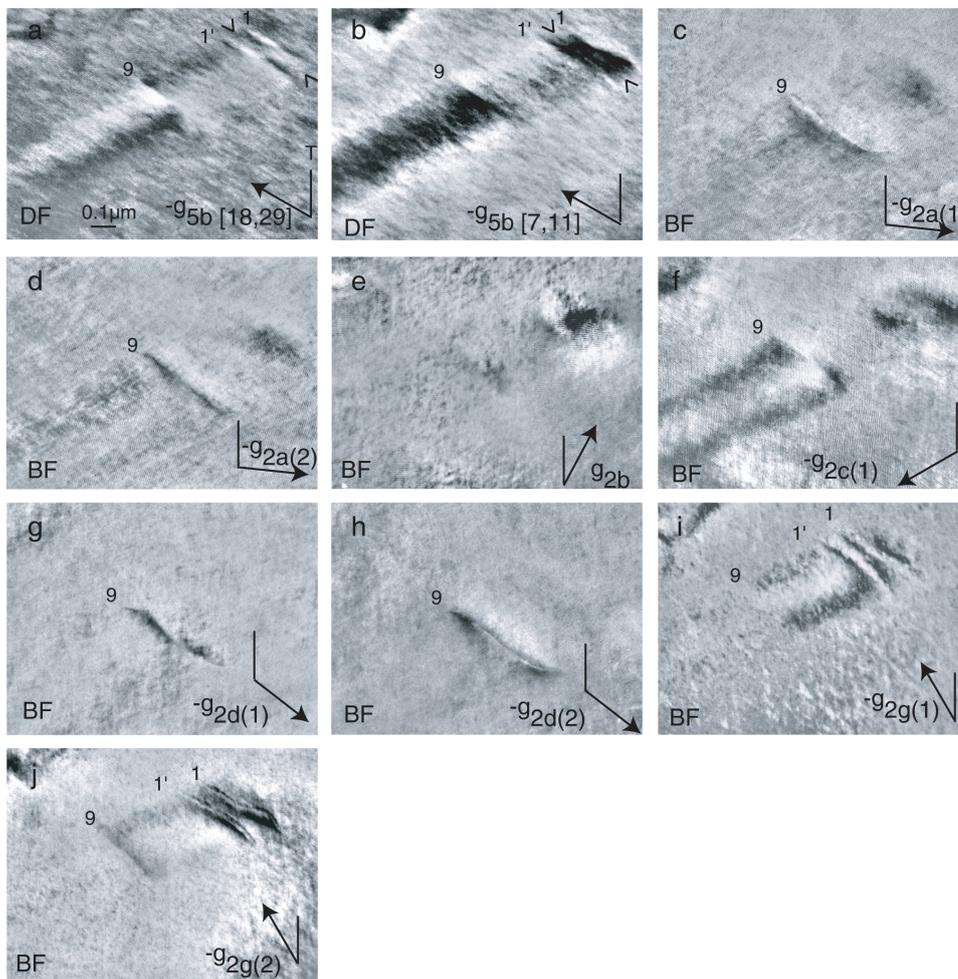


FIG. IV.5: Dislocations dans le plan quinaire perpendiculaire à l'axe de compression. La superdislocation 1-1' est suivie par une dislocation superpartielle notée 9. Noter le contraste de la faute complexe (paroi d'antiphase + faute de phasons) en champ sombre imagée avec un vecteur diffraction de surstructure  $\vec{g}_{5b[7,11]}$  en (b).

IV.5b (marqueurs). L'image obtenue avec le vecteur diffraction usuel  $\vec{g}_{5b[18,29]} = [\bar{1}/2, 2/3, 0/0]$ , montrée en comparaison sur la figure IV.5a, donne un contraste de franges asymétrique, en accord avec la valeur du déphasage correspondant, égale à  $0.94 \times 2\pi$ .

Comme, nous l'avons vu au chapitre II, les différents types de dislocations superpartielles peuvent être déterminés par l'inspection du seul déphasage laissé dans leur sillage (*c.f.* figure II.8). Celui-ci dépend des grandeurs  $N$  et  $M$ . La superpartielle de type  $[100000]$  est la seule pour laquelle l'intensité résultante due uniquement à la paroi d'antiphase, proportionnelle à  $(-1)^N = \exp -2i\pi\vec{G}\vec{R}$  (le fond continu a une intensité proportionnel à  $+1$  en l'absence de faute de phasons), est en accord avec les observations, c'est à dire égale à  $-1$  pour  $N = 7$  et  $M = 11$  (contraste symétrique de type  $\pi$  en champ sombre) et égale à  $1$  pour  $N = 18$  et  $M = 29$  (contraste de franges asymétrique en champ sombre due à la faute de phasons) [83].

Le contraste  $\pi$  est effacé par la seconde superpartielle 1' de la paire (figure IV.4b). Il est remplacé par le contraste normal asymétrique correspondant à un déphasage deux fois plus grand égal à  $1.17 \times 2\pi$ . Le contraste de type  $\pi$  est cependant restauré par une troisième dislocation notée 9 décrite dans la section suivante.

### IV.2.2.3 Dislocations dans le sillage des dislocations de tête

La dislocation 8 qui suit la superdislocation 1-1' de tête dans le même plan quinaire (figure IV.4) est analysée dans le tableau IV.2. Elle est hors contraste en  $\vec{g}_{5a}$  (figure IV.4a et b) et  $\vec{g}_{2b(1)}$  et  $\vec{g}_{2b(2)}$  (figure IV.4h). Son vecteur de Burgers est donc orienté selon la direction binaire notée  $\vec{b}_{\parallel 8}$  (figure IV.1b). Sur la base du contraste double en  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figure IV.4g) et  $\vec{g}_{2d(2)}$  (figure IV.4l), son vecteur de Burgers est  $\vec{b}_{\parallel 8} = [\bar{2}/2, 0/0, 0/0]$  de longueur  $0.296nm$ . On note également la présence de pseudo extinctions faibles en  $\vec{g}_{2e(1)}$  (figure IV.4m) et  $\vec{g}_{2g(1)}$  (figure IV.4o). On vérifie dans ces cas que le déphasage de la dislocation, proportionnel à  $\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 8} = -0.44$ , est largement inférieur à l'unité et de valeur opposée au déphasage induit par la faute de phasons ( $\vec{G}\vec{B}_8 = 0$ ) (tableau IV.2). Elle apparaît alors comme la simple limite de la faute.

La dislocation superpartielle 9 montrée sur la figure IV.5 a un vecteur de Burgers d'un autre type. Sur la base de son invisibilité en  $\vec{g}_{2b}$  (figure IV.5e) et du contraste double en  $\vec{g}_{2d(2)}$  (figure IV.5h), son vecteur de Burgers est  $\vec{b}_{\parallel 9} = [\bar{1}/0, 2/\bar{1}, 0/0]$  (voir la table IV.3) (son signe sera discuté plus loin). Il est parallèle à la direction ternaire notée  $\vec{b}_{\parallel 9}$  sur la figure IV.1b. Sa longueur est de  $0.257nm$ , égale à la plus petite distance inter atomique dans le modèle structural de Boudart *et al.* [15]. Puisqu'il se trouve à seulement  $11^\circ$  du plan  $(1/0, 0/1, 0/0)$  de déplacement, le mouvement de cette dislocation implique une large composante de cisaillement.

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel 8}$	$\vec{G}\vec{B}_8^1$	Figure IV.4 <sup>2</sup>
$\vec{g}_{5a}$	0/0, 1/2, 2/3	0	0	(a), (b) (E)
$\vec{g}_{5b}$	$\bar{1}/\bar{2}$ , 2/3, 0/0	-0.72	-1	(c), (d)
$\vec{g}_{5c}$	2/3, 0/0, $\bar{1}/\bar{2}$	0.72	1	(e)
$\vec{g}_{2a(1)}$	$\bar{2}/\bar{3}$ , 1/2, 1/1	-1.17	-1	(f)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$\bar{3}/\bar{5}$ , 2/3, 1/2	-1.89	-2	(g) (D)
$\vec{g}_{2b(1)}$	0/0, 0/0, $\bar{2}/\bar{4}$	0	0	(h), (E)
$\vec{g}_{2b(2)}$	0/0, 0/0, $\bar{4}/\bar{6}$	0	0	id.
$\vec{g}_{2c(1)}$	1/2, $\bar{1}/\bar{1}$ , $\bar{2}/\bar{3}$	0.72	1	(i)
$\vec{g}_{2c(2)}$	2/3, $\bar{1}/\bar{2}$ , $\bar{3}/\bar{5}$	1.17	1	(j)
$\vec{g}_{2d(1)}$	$\bar{2}/\bar{3}$ , 1/2, $\bar{1}/\bar{1}$	1.17	1	(k)
$\vec{g}_{2d(2)}$	$\bar{3}/\bar{5}$ , 2/3, $\bar{1}/\bar{2}$	1.89	2	(l) (D)
$\vec{g}_{2e(1)}$	$\bar{1}/\bar{1}$ , 2/3, 1/2	-0.44	0	(m) (PEF)
$\vec{g}_{2e(2)}$	$\bar{1}/\bar{2}$ , 3/5, 2/3	-0.72	-1	(n)
$\vec{g}_{2g(1)}$	$\bar{1}/\bar{1}$ , 2/3, $\bar{1}/\bar{2}$	-0.44	0	(o) (PEF)
$\vec{g}_{2g(2)}$	$\bar{1}/\bar{2}$ , 3/5, $\bar{2}/\bar{3}$	-0.72	-1	(p)

TAB. IV.2: Conditions de contraste des dislocations superpartielles de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 8} = [\bar{2}/2, 0/0, 0/0]$ . <sup>1</sup> $\vec{G}\vec{B}_8$  serait le déphasage si le repavage était possible; <sup>2</sup>E, extinction; D, contraste double; PEF, pseudo extinction faible

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel 9}$	$\vec{G}\vec{B}_9^1$	Figure IV.5 <sup>2</sup>
$\vec{g}_{5b}$	0.95	1	(a)
$\vec{g}_{5b[7,11]}$	0.59	0.5	(b)
$\vec{g}_{2a(1)}$	1.17	1	(c)
$\vec{g}_{2a(2)}$	1.89	2	(d) (D)
$\vec{g}_{2b(1)}$	0	0	(e) (E)
$\vec{g}_{2b(2)}$	0	0	id.
$\vec{g}_{2c(1)}$	-0.72	-1	(f)
$\vec{g}_{2d(1)}$	1.17	1	(g)
$\vec{g}_{2d(2)}$	1.89	2	(h) (D)
$\vec{g}_{2g(1)}$	0.72	1	(i)
$\vec{g}_{2g(2)}$	1.17	1	(j)

TAB. IV.3: Conditions de contraste des dislocations superpartielles de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 9} = [\bar{1}/0, 2/\bar{1}, 0/0]$ . <sup>1</sup> $\vec{G}\vec{B}_1$  serait le déphasage si le repavage était possible; <sup>2</sup>E, extinction; D, contraste double

#### IV.2.2.4 Décomposition des dislocations dans les plans quinaires

La figure IV.6 montre des dislocations se déplaçant dans le même plan d'ordre 5 que précédemment. Une dislocation isolée, notée 1', est suivie d'un groupe de 3 dislocations réagissant entre elles, notées 1, 3 et 10. Toutes les dislocations et les fautes de phases sont hors contraste avec  $\vec{g}_{2a(1)}$  et  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figure IV.6d). Les dislocations 1 et 1' sont également invisibles en  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figure IV.6e) et  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figure IV.6f) et ont un contraste double en  $\vec{g}_{2f(2)}$  (figure IV.6h). Ce sont les dislocations superpartielles quinaires étudiées précédemment, de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 1} = [1/0, 0/1, 0/0]$ , et de longueur  $0.456nm$  (tableau IV.4).

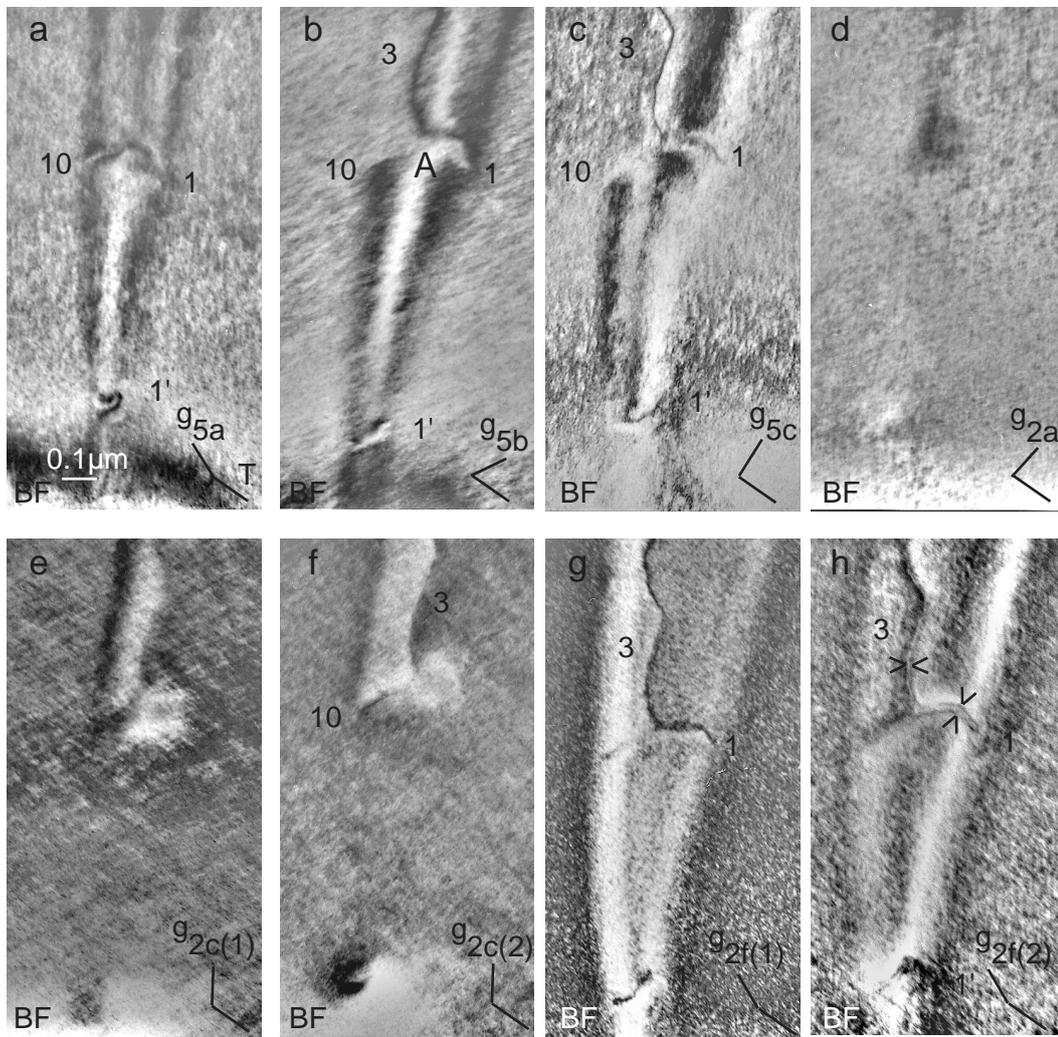


FIG. IV.6: Réaction entre les trois dislocations 1, 3 et 10 dans le plan quinaire perpendiculaire à l'axe de compression. La dislocation superpartielle 1 se décompose en une dislocation normale 3 et une superpartielle 10.

La dislocation 3 est hors contraste pour  $\vec{g}_{5a}$  (figure IV.6a) et pour  $\vec{g}_{2a(1)}$  et  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figure IV.6d), et elle a un contraste double en  $\vec{g}_{2f(2)}$  (figure IV.6h). Son vecteur de Burgers est donc binaire,  $\vec{b}_{\parallel 3} = [2/\bar{1}, 1/0, 1/\bar{1}]$ , de longueur  $0.296nm$ . On peut noter le contraste de pseudo-extinction faible en  $\vec{g}_{2c(1)}$  (figure IV.6e). La dislocation 10 est hors contraste pour  $\vec{g}_{2a(1)}$  et  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figure IV.6a) et en  $\vec{g}_{2f(1)}$  (figure IV.6g) et  $\vec{g}_{2f(2)}$  (figure IV.6h). Noter la continuité du contraste de franges de part et d'autre de la dislocation en contraste résiduel. Son vecteur de Burgers est donc parallèle à la direction ternaire notée  $\vec{b}_{\parallel 10}$  (figure IV.1b). En prenant en compte le contraste simple en  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figure IV.6f) et les contrastes de pseudo-extinction faible, par exemple en  $\vec{g}_{5c}$  (figure IV.6c), on obtient un vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 10} = [\bar{1}/1, \bar{1}/1, \bar{1}/1]$  de longueur  $0.257nm$ . Comme les dislocations 1 et 1', la dislocation 10 est la projection dans l'espace physique d'une superpartielle du réseau 6D hypercubique à faces centrées.

Les dislocations 1, 3 et 10 réagissent alors selon l'équation :

$$[1/0, 0/1, 0/0] \Rightarrow [2/\bar{1}, 1/0, 1/\bar{1}] + [\bar{1}/1, \bar{1}/1, \bar{1}/1]$$

$\vec{g}$	Fig.	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 1}$	$\vec{G} \vec{B}_1^1$	$1^2 \ 3$	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 3}$	$\vec{G} \vec{B}_3^1$	$3^2 \ 3$	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 10}$	$\vec{G} \vec{B}_1^1$	$10^2 \ 4$
IV.6										
$\vec{g}_{5a}$	(a)	0.95	1	V	0	0	E	0.95	1	V
$\vec{g}_{5b}$	(b)	0.95	1	V	0.72	1	V	0.22	0	PEF
$\vec{g}_{5c}$	(c)	0.95	1	V	0.72	1	V	0.22	0	PEF
$\vec{g}_{2a(1)}$	(d)	0	0	E	0	0	E	0	0	E
$\vec{g}_{2a(2)}$	id.	0	0	id.	0	0	id.	0	0	id.
$\vec{g}_{2c(1)}$	(e)	0	0	E	0.45	0	PEF	-0.45	0	PEF
$\vec{g}_{2c(2)}$	(f)	0	0	E	0.72	1	V	-0.72	-1	V
$\vec{g}_{2f(1)}$	(g)	1.17	1	V	1.17	1	V	0	0	E
$\vec{g}_{2f(2)}$	(h)	1.89	2	D	1.89	2	D	0	0	E

TAB. IV.4: Conditions de contraste des dislocations de vecteurs de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 1} = [1/0, 0/1, 0/0]$ ,  $\vec{b}_{\parallel 3} = [2/\bar{1}, 1/0, 1/\bar{1}]$  et  $\vec{b}_{\parallel 10} = [\bar{1}/1, \bar{1}/1, \bar{1}/1]$ . <sup>1</sup>Les déphasages seraient  $\vec{G} \vec{B}_i^1$  si le repavage était possible; <sup>2</sup>V, visibilité; E, extinction; <sup>3</sup>D, contraste double; <sup>4</sup>PEF, pseudo extinction faible

## IV.2.3 Dislocations dans les plans binaires inclinés

La figure IV.7 montre deux paires de dislocations traînant des fautes de phasons. La trace, notée  $trP_2$ , et la variation apparente de la largeur de la faute avec l'angle de tilt, correspondent au plan perpendiculaire à la direction  $\vec{b}_{\parallel 2}$  (voir figure IV.1b).

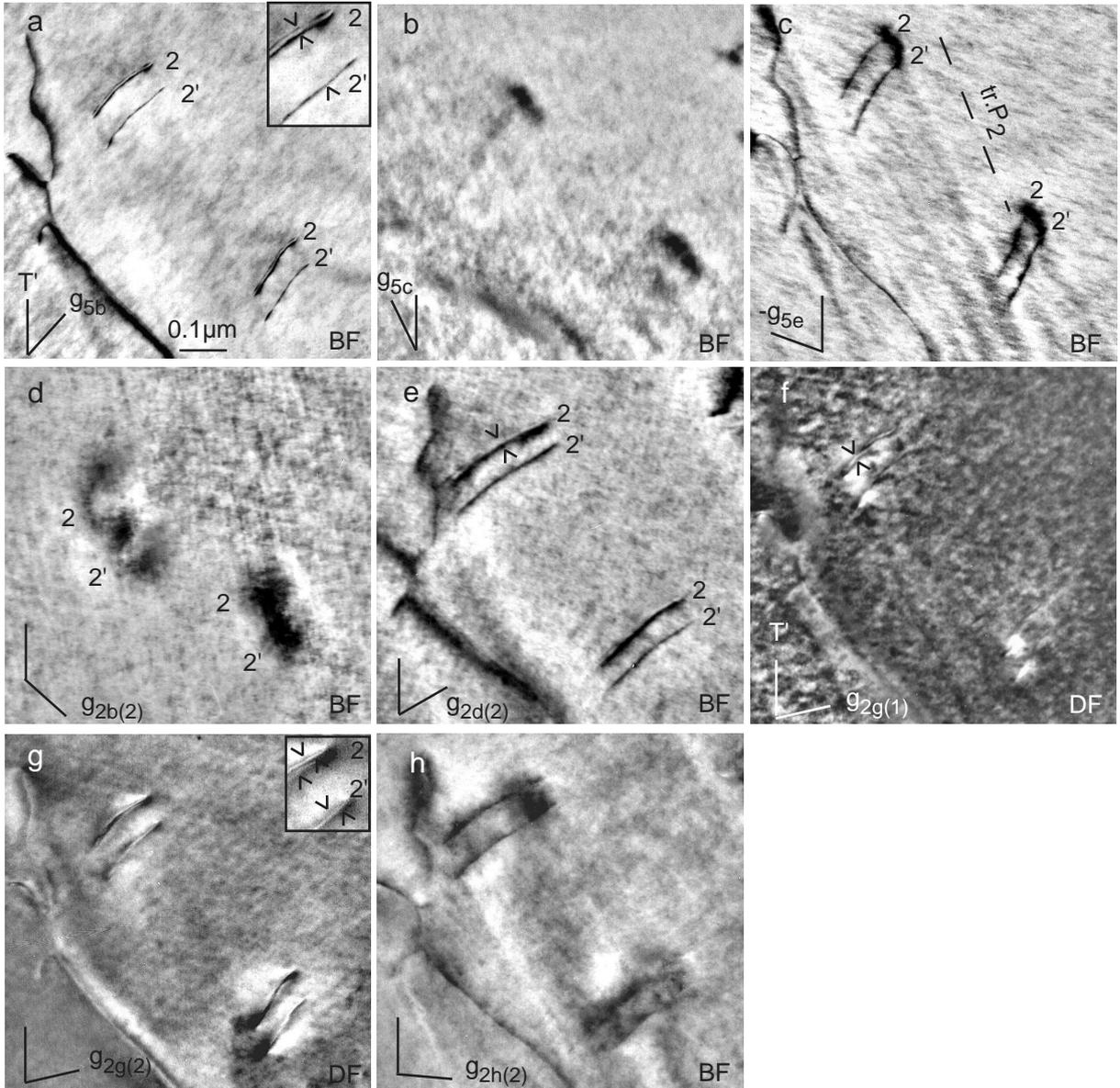


FIG. IV.7: Paires de dislocations dans les plans inclinés à  $31.71^\circ$  de l'axe de compression. Noter le contraste double sur les dislocations de tête en (a), le contraste triple sur les dislocations de tête et le contraste double sur les dislocations dans le sillage en (g)

La dislocation de tête est notée 2, et la seconde est notée 2'. Puisque ces deux dislocations sont hors contraste pour  $\vec{g}_{5c}$  (figure IV.7b) et  $\vec{g}_{2b(2)}$  (figure IV.7d), leur vecteur de Burgers est parallèle à la direction binaire  $\vec{b}_{\parallel 2}$ . Ceci correspond à un mouvement par montée pure.

La dislocation de tête a un contraste double en  $\vec{g}_{5b}$  (figure IV.7a), alors que la dislocation 2' n'a qu'un contraste simple dans les mêmes conditions. La même remarque s'applique pour  $\vec{g}_{2d(2)}$  (figure IV.7e) et  $\vec{g}_{2g(1)}$  (figure IV.7f). On peut remarquer un contraste triple sur la dislocation de tête et un contraste double sur la dislocation 2' en  $\vec{g}_{2g(2)}$  (figure IV.7g). L'ensemble des résultats, résumé dans le tableau IV.5, est cohérent avec un vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 2} = [0/0, 2/0, 0/0]$  de longueur  $0.480nm$ , pour la dislocation de tête, et  $\vec{b}_{\parallel 2'} = [0/0, 2/\bar{2}/0/0]$  de longueur  $0.296nm$  pour la seconde dislocation. La longueur totale du vecteur de Burgers des deux dislocations dissociées est donc  $0.776nm$ . Il est intéressant de noter que cette longueur est  $\tau$  fois plus grande que celle mesurée dans une étude précédente [51]. La largeur de dissociation est de  $70nm$  environ.

$\vec{g}$	Fig.IV.7	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 2}$	$\vec{G} \vec{B}_2^1$	2 <sup>2</sup> <sup>3</sup>	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 2'}$	$\vec{G} \vec{B}_2^1$	2' <sup>2</sup>
$\vec{g}_{5b}$	(a)	1.89	2	D	1.17	1	V
$\vec{g}_{5c}$	(b)	0	0	E	0	0	E
$\vec{g}_{5e}$	(c)	1.17	1	V	0.72	1	V
$\vec{g}_{2b(2)}$	(d)	0	0	E	0	0	E
$\vec{g}_{2d(2)}$	(e)	1.89	2	D	1.17	1	V
$\vec{g}_{2g(1)}$	(f)	1.89	2	D	1.17	1	V
$\vec{g}_{2g(2)}$	(g)	3.07	3	T	1.89	2	D
$\vec{g}_{2h(2)}$	(h)	-1.17	-1	V	-0.72	-1	V

TAB. IV.5: Conditions de contraste des dislocations de vecteurs de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 2} = [0/0, 2/0, 0/0]$ ,  $\vec{b}_{\parallel 2'} = [0/0, \bar{2}/2, 0/0]$ , <sup>1</sup> Les déphasages seraient  $\vec{G} \vec{B}_i$  si le repavage était possible; <sup>2</sup> V, visibilité; E, extinction; D, contraste double, <sup>3</sup> T, contraste triple

#### IV.2.4 Dislocations dans les plans binaires parallèles à l'axe de compression

La figure IV.8 montre une analyse des dislocations vues debout dans un échantillon d'orientation 1 (voir figure IV.2f). La trace ( $trP_7$ ) et la variation de largeur apparente de la faute en

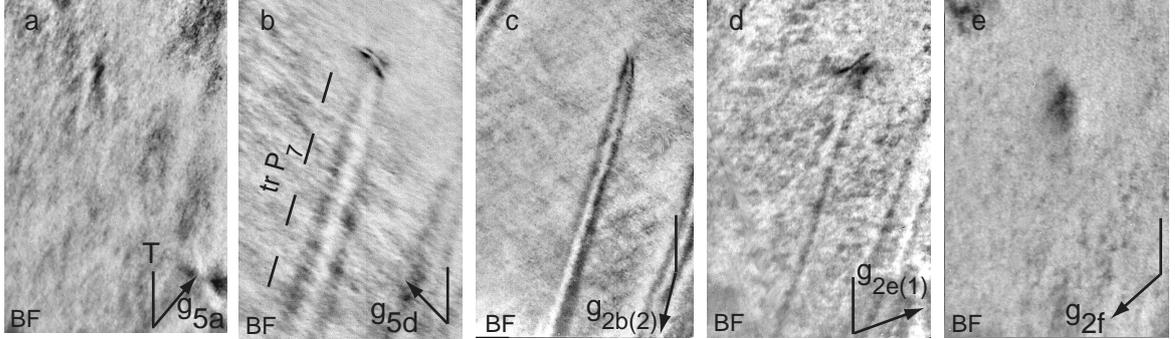


FIG. IV.8: Dislocation 7 dans un plan binaire parallèle à l'axe de compression (orientation 1).

fonction du tilt, correspondent au plan binaire  $(1/1, 0/\bar{1}, 1/0)$  perpendiculaire à la direction  $\vec{b}_{\parallel 7}$ , et parallèle à l'axe de compression.

Les fautes de phasons et les dislocations sont ensemble hors contraste en  $\vec{g}_{5a}$  (figure IV.8a),  $\vec{g}_{2f(1)}$  et  $\vec{g}_{2f(2)}$  (figure IV.8e). Ceci conduit à un vecteur de Burgers orienté dans la direction  $\vec{b}_{\parallel 7}$  perpendiculaire au plan de faute. Sur la base du contraste double <sup>1</sup> en  $\vec{g}_{5d}$  (figure IV.8b), on détermine le vecteur de Burgers comme étant  $\vec{b}_{\parallel 7} = [0/1, \bar{1}/0, \bar{1}/1]$ , de longueur  $0.480nm$  (tableau IV.6).

#### IV.2.5 Caractère "lacunaire" ou "interstitiel" des fautes de phasons

Comme nous l'avons vu au chapitre II, la nature de la frange externe d'une faute de phasons dépend du caractère de la faute, en fonction du déphasage  $\alpha = 2\pi\vec{g}_{\parallel}\vec{r}_{\parallel}$  imposé par celle-ci. Le vecteur déplacement  $\vec{r}_{\parallel}$  de la faute est choisi égal au vecteur de Burgers de la dislocation correspondante. Dans tout les cas, il a une composante perpendiculaire au plan de la faute. On utilisera par analogie la dénomination "caractère lacunaire" pour les fautes de phasons obtenues en enlevant de la matière, et "caractère interstitiel" pour celles obtenues en ajoutant de la matière. La normale à la faute est orientée comme indiqué par Gevers (figure IV.9). Le vecteur déplacement est normal à la faute pour toutes les dislocations de tête. Lorsque il est orienté comme la normale à la faute,  $\vec{N}$  (direction  $\vec{r}_2$ ), la faute a un caractère "interstitiel". Elle a un caractère lacunaire dans le cas contraire.

<sup>1</sup>le contraste double pourrait être du à une décomposition, en deux dislocations de vecteurs de Burgers respectivement  $\tau$  fois et  $\tau^2$  fois plus petit, comme suggéré par [51]. Le vecteur de Burgers total serait le même.

$\vec{g}$	Figure IV.8	$\vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 7}$	$\vec{G} \vec{B}_7^1$	$7^2$	$\sin 2\pi \vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 7}^3$	Frange externe
$\vec{g}_{5a}$	(a)	0	0	E		
$\vec{g}_{5d}$	(b)	1.89	2	D	-0.64	Sombre
$\vec{g}_{2b(2)}$	(c)	-1.17	-1	V	-0.88	Sombre
$\vec{g}_{2e(1)}$	(d)	-1.17	-1	V	-0.88	Sombre
$\vec{g}_{2f(1)}$	(e)	0	0	E		
$\vec{g}_{2f(2)}$	id.	0	0	id.		

TAB. IV.6: Conditions de contraste des dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 7} = [0/1, \bar{1}/0, \bar{1}/1]$ , <sup>1</sup>Les déphasages seraient  $\vec{G} \vec{B}_7$  si le repavage était possible; <sup>2</sup>V, visibilité; E, extinction; D, contraste double, <sup>3</sup>Les valeurs de  $\sin 2\pi \vec{g}_{\parallel} \vec{b}_{\parallel 7}$  et la nature de la frange externe sont en accord avec le caractère "interstitiel" de la faute de phasons

Si on considère que la faute de phasons traînée par les paires de dislocations dans le plan quinaire perpendiculaire à l'axe de compression (figure IV.4), on obtient  $\vec{r}_{\parallel} = -\vec{N} = [2/0, 0/2, 0/0]$ , ce qui montre que la faute a un caractère "lacunaire". La montée a ainsi procédé par absorption de lacunes ou par émission d'interstitiels. Le même résultat est obtenu pour les dislocations qui se déplacent par montée dans les plans binaires presque perpendiculaire à l'axe de compression (figure IV.7). Inversement, les fautes de phasons dans les plans binaires parallèles à l'axe de compression (figure IV.8 ont un vecteur déplacement  $\vec{r}_{\parallel} = \vec{N} = [0/1, \bar{1}/0, \bar{1}/1]$ , c'est à dire

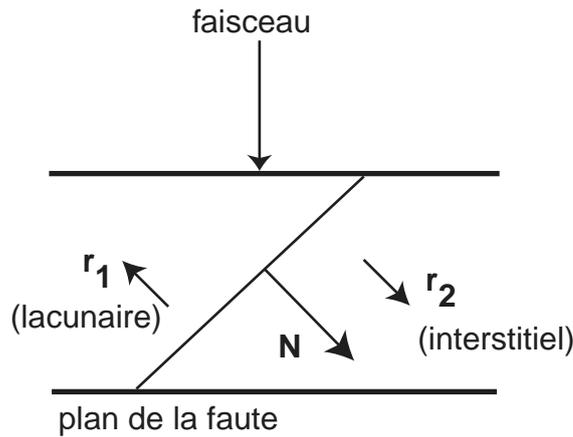


FIG. IV.9: Règles de Gevers [79] appliquées à la détermination du caractère "lacunaire" ou "interstitiel" d'une faute de phasons

qu'elles ont un caractère "interstitiel" (voir le tableau IV.6). La montée, dans ce cas, a procédé par émission de "lacunes".

### IV.3 Discussion

Ces résultats montrent que la montée des dislocations est un mécanisme de déformation très actif. Elle est même de plus en plus active (voir chapitre III) lorsque la température augmente ce qui est normal puisqu'il s'agit d'un processus fortement thermiquement activé. Même à la moitié de la température de fusion, il n'y a pas d'indication de mouvement par glissement. On analysera tout d'abord les dissociations et décompositions des dislocations. On discutera ensuite les forces de montée agissant sur les différents systèmes de montée.

#### IV.3.1 Dissociation et décomposition

Puisque les dislocations sont imparfaites et qu'elles restent connectées par des fautes de phasons, il n'y a pas de différence claire entre dissociation et décomposition. Nous utiliserons la première terminologie quand les deux composantes restent proches, et la seconde dans le cas contraire. La discussion qui suit se distingue de celle faite par Wang *et al.* [78], par le fait que ces auteurs considéraient uniquement des dislocations parfaites.

##### IV.3.1.1 Dissociation des dislocations quinaires

Comme nous l'avons vu précédemment, les superdislocations de vecteur de Burgers quinaire se dissocient dans l'espace  $6D$  en deux superpartielles séparées par une paroi d'antiphase (APB), comme dans les intermétalliques classiques. Cependant après projection dans l'espace physique, les deux superpartielles sont séparées par une faute complexe, qui peut être décrite par la superposition d'une paroi d'antiphase, d'énergie  $\gamma_{APB}$  et d'une faute de phasons, d'énergie  $\gamma_1$ , traînée par la première superpartielle. Si ces deux énergies sont additives, l'énergie de la faute complexe est  $\gamma_{APB} + \gamma_1$ . La faute de phasons traînée par la superdislocation a une énergie de surface  $2\gamma_1$  (figure IV.10a).

Soit  $F_i$  la force de répulsion élastique entre les deux superpartielles. Les deux superpartielles sont soumises à la même force appliquée  $\tau_c \vec{b}_{\parallel 1}$ , où  $\tau_c$  est la contrainte de montée (calculée plus loin). On peut alors décomposer les forces sur les deux superpartielles en une partie symétrique  $\gamma_{APB} - F_i$  qui tend à diminuer ou augmenter la distance de dissociation  $d$ , et une partie asymétrique  $\tau_c b_{\parallel 1} - \gamma_1$ , qui est à l'origine du mouvement (figure IV.10b)

Si on suppose que les superdislocations dissociées sont à leurs positions d'équilibre, l'énergie de

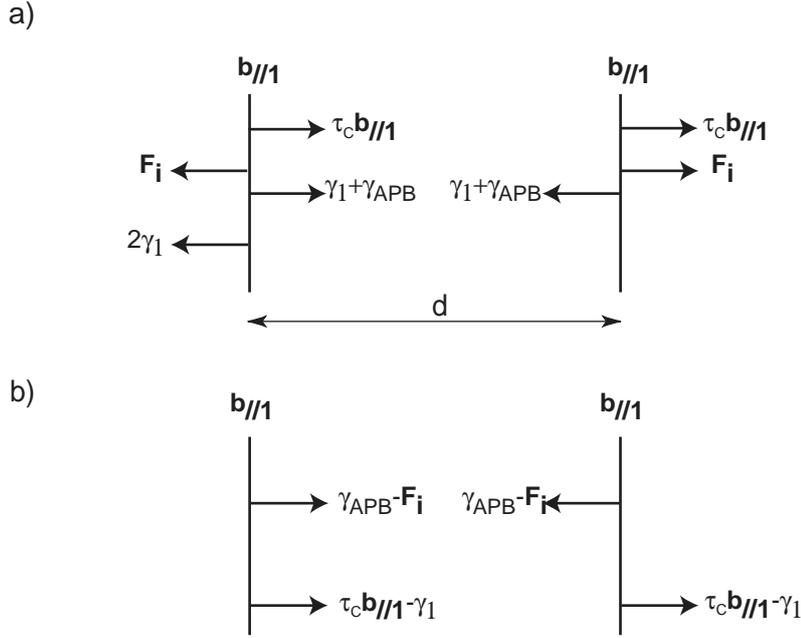


FIG. IV.10: Forces agissant sur les superdislocations dans le plan quinaire. Les composantes symétriques et asymétriques sont montrées en (b).

la paroi d'antiphase peut être déduite de la condition moyenne d'équilibre  $\gamma_{APB} = F_i$  :

$$\gamma_{APB} = \frac{\mu b_{//1}^2}{2\pi(1-\nu)d}$$

où  $b_{//1}$  est le module du vecteur de Burgers de chaque superpartielle dans l'espace physique ( $b_{//1} = 0.456nm$ ),  $\mu$  est le module de cisaillement ( $\mu = 62.5GPa$  à  $300^\circ C$ , d'après [36]),  $(1-\nu) \approx 0.75$  et  $d \approx 40nm$  en moyenne ( $30nm < d < 60nm$ , sur dix mesures). Ceci conduit à  $\gamma_{APB} = 69mJm^{-2}$ .  $\gamma_{APB}$  se situe entre les énergies de faute d'empilement dans Ni et Cu. C'est plus de deux fois l'énergie de paroi d'antiphase dans les plans  $\{100\}$  dans  $Ni_3Al$  [98].

On ne peut cependant pas estimer dans cette expérience l'énergie de surface  $2\gamma_1$  de la faute de phases traînée par la superdislocation.

### IV.3.1.2 Dissociation des dislocations binaires

Les forces agissant sur les dislocations de la figure IV.7 sont décrites schématiquement sur la figure IV.11.

La dislocation de tête a un vecteur de Burgers  $\vec{b}_{//2}$  de longueur  $0.480nm$ , et la seconde dislocation a un vecteur de Burgers  $\vec{b}_{//2'} = \vec{b}_{//2}/\tau$ , de longueur  $0.296nm$ . Si la faute de phases tirée par la première dislocation a une énergie de surface  $\gamma_2$ , la faute traînée par la dislocation de vecteur de Burgers total  $(1 + 1/\tau)\vec{b}_{//2} = \tau\vec{b}_{//2}$  a une énergie de surface  $\gamma_2/\tau$  (l'énergie de surface,

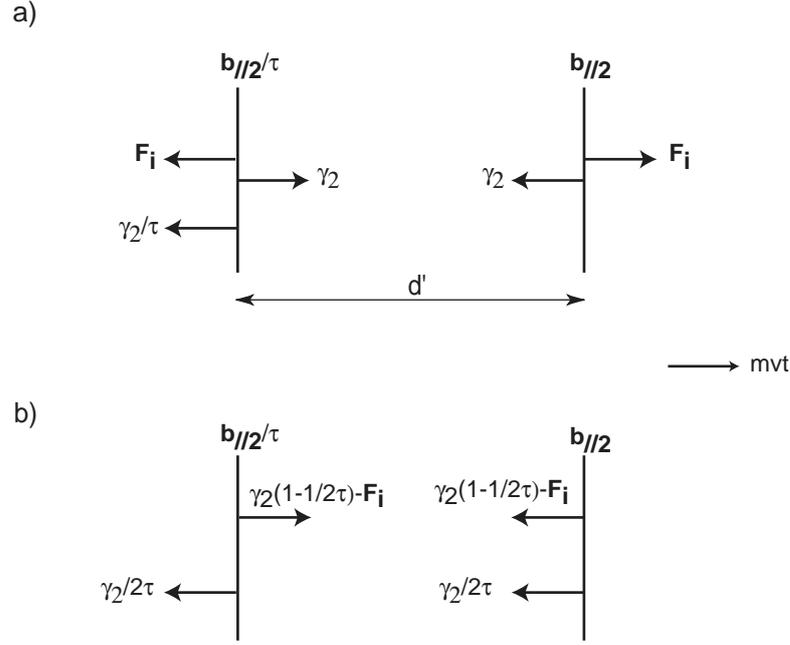


FIG. IV.11: Forces agissant sur les paires de dislocations dans les plan binaire. Les composantes symétrique et asymétrique sont montrées en (b).

supposée proportionnelle à la composante manquante du vecteur de Burgers de la dislocation correspondante dans l'espace perpendiculaire, est divisée par  $\tau$  lorsque la composante parallèle est multipliée par  $\tau$ ).

La configuration d'équilibre sous contrainte ne peut pas être établie de façon non-ambiguë car les forces s'opposant au mouvement des deux dislocations sont *a priori* différentes. Dans ces conditions, les composantes des forces nécessaires au mouvement des dislocations sont également différentes et ne peuvent pas être assimilées à la partie asymétrique des forces, comme précédemment. On suppose donc que la distance d'équilibre de dissociation est la même qu'en l'absence de contrainte (figure IV.11). Dans ces conditions, la partie asymétrique  $\gamma_2/2\tau$  des forces correspond à la force de rappel  $\gamma_2/\tau$  de la faute de phasons traînée par la paire de dislocations, partagée entre les deux dislocations. La partie symétrique, qui détermine la distance de dissociation  $d'$ , est donc  $\gamma_2(1 - 1/2\tau) - F_i$ . En considérant que la partie symétrique est nulle à l'équilibre, on obtient :

$$\gamma_2\left(1 - \frac{1}{2\tau}\right) = \frac{\mu b_{\parallel 2}^2}{2\pi(1 - \nu)\tau d'}$$

La largeur moyenne de dissociation  $d' \approx 70\text{nm}$  donne  $\gamma_2 = 39\text{mJm}^{-2}$ . En supposant que l'énergie de la faute de phasons varie comme  $b_{\perp}$ , la faute de phasons traînée par la paire de dislocations

a une énergie de surface  $\gamma_2/\tau = 24mJm^{-2}$ . Cette valeur est plutôt faible, du même ordre de grandeur que l'énergie de faute d'empilement dans Ag. Ceci conduit à une valeur de la contrainte de rappel égale à  $\gamma_2/\tau b_{\parallel 2} = 31MPa$ .

En appliquant les mêmes hypothèses à la dissociation des dislocations quinaires, et en supposant que l'énergie de la faute de phasons  $\gamma_1$  est proportionnelle à la norme de la composante perpendiculaire manquante  $\vec{b}_{\perp}$  de la dislocation, indépendamment du plan de faute et de la direction de  $\vec{b}_{\perp}$ , on obtient  $2\gamma_1 = (\gamma_2 = 39mJm^{-2}) \times 0.912/0.776 = 46mJm^{-2}$ , avec 0.912nm et 0.480nm les longueurs des composantes perpendiculaires manquantes de  $2\vec{b}_{\parallel 1}$  et  $\vec{b}_{\parallel 2}$  respectivement. Ceci conduit à une force de rappel de l'ordre de  $2\gamma_1/2b_{\parallel 1} = 50MPa$ . L'énergie de la faute complexe serait dans ces conditions de l'ordre de  $\gamma_{APB} + \gamma_1 = 92mJm^{-2}$ .

### IV.3.1.3 Décomposition des dislocations superpartielles

La décomposition d'une superpartielle quinaire en une superpartielle ternaire et une dislocation normale binaire (figure IV.6) est énergiquement favorable parce que les vecteurs de Burgers des dislocations résultantes forment un angle de  $69^\circ$  dans l'espace physique (figure IV.12).

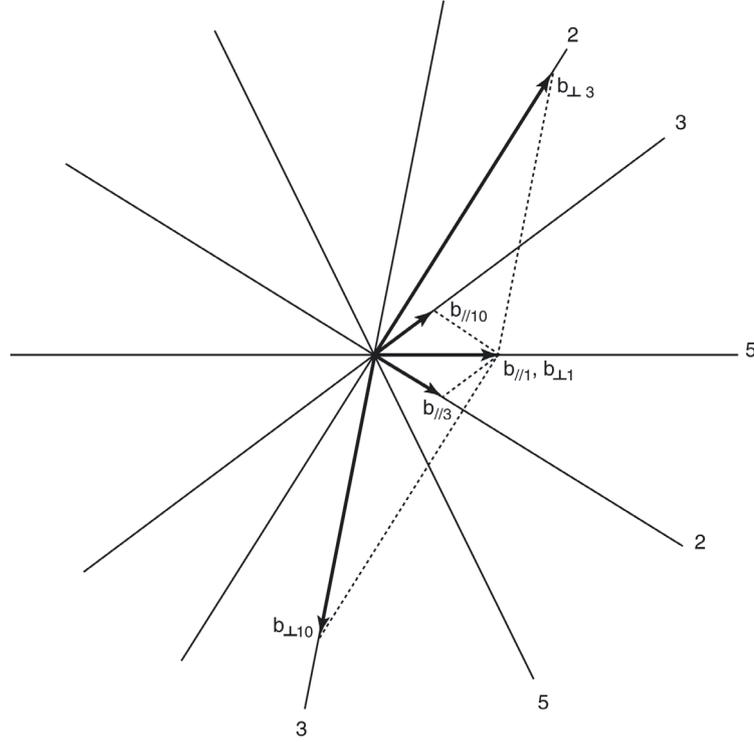


FIG. IV.12: Réaction de décomposition d'une dislocation superpartielle quinaire ( $\vec{b}_{||10}$ ) en une dislocation binaire ( $\vec{b}_{||3}$ ) et une superpartielle ternaire ( $\vec{b}_{||10}$ ) (voir la figure IV.6). La réaction entre les composantes perpendiculaires manquantes est aussi montrée.

En effet, l'énergie élastique, proportionnelle à  $b_{||}^2$ , est diminuée par la décomposition, en accord avec  $b_{||3}^2 + b_{||10}^2 < b_{||1}^2$ . La dislocation de tête 10 traîne une faute de phasons dont l'énergie est proportionnelle à  $b_{\perp 10}^2$ , ce qui est en grande partie compensé par la faute traînée par la dislocation 3 (figure IV.12). Cependant, comme la faute qui est devant la dislocation 10 est inconnue, le rôle des fautes dans la décomposition ne peut pas être déterminé.

Les dislocations  $\vec{b}_{||8}$  et  $\vec{b}_{||9}$ , observées dans le sillage des dislocations superpartielles  $2\vec{b}_{||1}$ , ont probablement la même origine. La dislocation binaire  $\vec{b}_{||8}$  vue sur la figure IV.4 pourrait résulter de la décomposition d'une dislocation superpartielle  $2\vec{b}_{||}/\tau$  selon  $2\vec{b}_{||}/\tau \Rightarrow \vec{b}_{||8} + \vec{b}_{||2}$  soit  $[\bar{2}/2, 2/0, 0/0] \Rightarrow [\bar{2}/2, 0/0, 0/0] + [0/0, 2/0, 0/0]$ . Cette réaction semble possible bien que  $\vec{b}_{||8}$  et  $\vec{b}_{||2}$  soient à angle droit, de telle sorte qu'il n'y a pas de diminution de l'énergie élastique en première approximation. Toutefois, la présence de la dislocation  $\vec{b}_{||8}$  provoque une diminution de l'énergie de faute traînée par les dislocations superpartielles de tête  $2\vec{b}_{||1}$ . En effet, on constate dans ce cas que la norme de la composante perpendiculaire manquante de  $2\vec{b}_{||1} + \vec{b}_{||8}$  est plus faible que celle de

$2\vec{b}_{\parallel 1}$ , l'énergie de faute étant réduite  $1 - \frac{|2\vec{b}_{\perp 1} + \vec{b}_{\perp 8}|}{|2\vec{b}_{\perp 1}|} \approx 25\%$ . Pour les mêmes raisons énergétiques, des superdislocations ( $2\vec{b}_{\parallel}/\tau$ ) sont attendues dans le sillage des dislocations de tête. Dans ce cas, en remarquant que la composante perpendiculaire manquante de  $2\vec{b}_{\parallel 1} + 2\vec{b}_{\parallel 1}/\tau = 2\tau\vec{b}_{\parallel}$  est  $-2\vec{b}_{\perp 1}/\tau$ , on est conduit à une réduction de  $1 - 1/\tau \approx 40\%$  de l'énergie de la faute de phasons. La dislocation ternaire vue sur la figure IV.5 a un vecteur de Burgers  $\vec{b}_{\parallel 9} = [\bar{1}/0, 2/\bar{1}, 0/0]$ . Le vecteur de Burgers opposé peut être rejeté car il conduirait pour  $\vec{g}_{2g(1)}$  et  $\vec{g}_{2g(2)}$  à un déphasage total incompatible avec le faible contraste de franges observé derrière la dislocation. Notons que la dislocation 9 supprime elle aussi une fraction substantielle de l'énergie de la faute de phasons créée par la superdislocation  $2\vec{b}_{\parallel 1}$  d'environ 30%. Elle peut être obtenue par une décomposition  $\vec{b}_{\parallel 2} \Rightarrow \vec{b}_{\parallel 1} + \vec{b}_{\parallel 9}$ , bien que cela ne soit pas *a priori* énergétiquement favorable ( $\vec{b}_{\parallel 1}$  et  $\vec{b}_{\parallel 9}$  forment un angle de  $100^\circ$ ).

Il est important de noter que seules les deux superpartielles de tête se trouvent couplées alors que les superpartielles suivantes sont isolées et plus enclines à se décomposer. L'origine de ce comportement n'est pour le moment pas compris.

### IV.3.2 Mobilité des dislocations en montée

#### IV.3.2.1 Contraintes de montée sur les dislocations

Selon Hirth et Lothe [99], la pression hydrostatique  $P$  n'induit pas de force de montée dans les cristaux. Cependant,  $P$  fait diminuer la concentration des lacunes de  $c_0$ , en l'absence de pression, à  $c_0^{(P)} = c_0 \exp -P\Omega/kT$ , où  $\Omega$  est le volume atomique moyen. Par conséquent, cela entraîne une diminution du coefficient d'auto-diffusion. Nous supposons que les mêmes conclusions s'appliquent aux quasi-cristaux. Les forces externes agissant sur les dislocations sont donc uniquement dues à la contrainte de compression. Nous allons montrer que le facteur de Schmid, défini pour le glissement peut être également défini pour la montée (mixte ou pure). Soit  $\alpha$  l'angle entre le vecteur de Burgers de la dislocation et l'axe de compression, et  $\beta$  l'angle entre la normale au plan de déplacement et l'axe de compression. Lorsqu'une dislocation traverse entièrement la section de l'échantillon, le travail effectué par la contrainte externe appliquée  $\sigma$  est  $\sigma S_0 b \cos \alpha$ , où  $S_0$  est la section de l'échantillon. Ceci est égal au travail de la force  $F$  par unité de longueur agissant sur la dislocation qui balaye une aire  $S_0 / \cos \beta$ , ce qui conduit à  $F = \sigma b \cos \alpha \cos \beta$ . La contrainte de montée est ainsi  $\tau_c = \sigma \cos \alpha \cos \beta$ , et le facteur de Schmid est  $\cos \alpha \cos \beta$ , comme dans le cas du glissement. Il est intéressant de noter que le facteur de Schmid maximum est 1 lorsque la montée est permise (cas de la montée pure avec  $\alpha = \beta = 0$ ) alors qu'il n'est que de 0.5 en glissement.

Les forces motrices  $\tau_c b_{\parallel}$  sont diminuées par les énergies de surface des différentes fautes comme estimées précédemment.

#### IV.3.2.2 Vitesse des dislocations en montée

Dans les cristaux, et dans l'approximation des faibles contraintes, la vitesse de montée peut s'écrire (voir chapitre VI) :

$$v = \frac{D_{sd}}{b \cos \psi} \frac{\Omega \tau}{kT} c_j \quad (\text{IV.1})$$

où  $D_{sd}$  est le coefficient d'auto-diffusion des lacunes,  $\psi$  l'angle entre le vecteur de Burgers et la normale au plan de montée ( $\psi = 0$  dans le cas de la montée pure),  $\Omega$  le volume atomique moyen et  $c_j$  la concentration de jogs (crans) sur la ligne de dislocation. Cette expression est supposée valide dans le cas des quasi-cristaux.

### IV.3.2.3 Comparaison entre montée pure dans les plans quinaires et binaires

La déformation plastique a été produite par la combinaison de plusieurs systèmes de montée pure : les dislocations quinaires dans le plan quinaire perpendiculaire à l'axe de compression, et les dislocations binaires dans les plans binaires inclinés à  $31.71^\circ$  (les dislocations dans les plans parallèles à l'axe de compression n'apportent aucune déformation). La quantité totale de montée dans le plan quinaire, d'un côté, et dans les plans binaires inclinés à  $31.71^\circ$ , de l'autre côté, sont comparables. Si on considère la quantité de déformation par plan, le plan quinaire est le plus actif. Ceci peut être relié à un facteur de Schmid plus élevé (1, comparé à  $\cos 31.71^\circ = 0.85$  dans les plans binaires). La plus grande contrainte résolue dans le plan quinaire est ainsi contrebalancée par une énergie de faute de phasons plus élevée ( $46mJm^{-2}$  contre  $24mJm^{-2}$  dans les plans binaires). Cependant, les contraintes de rappel correspondantes ( $50MPa$  et  $31MPa$ , respectivement) sont certainement négligeables en regard de la contrainte de compression. En conclusion, le système le plus actif (le système quinaire) a la contrainte motrice la plus grande. Les mobilités des dislocations dans les plans quinaires et binaires apparaissent donc similaires.

### IV.3.2.4 Comparaison entre montée pure et mixte dans les plans quinaires

Les superdislocations ont un facteur de Schmid de 1. Leur vitesse est celle d'une superpartielle, c'est à dire

$$v \propto \frac{1}{b_{\parallel}} \frac{\Omega \sigma_c}{kT} c_j$$

où les forces de rappel des fautes de phasons ont été négligées. Les dislocations qui se déplacent dans leur sillage par montée mixte ont un facteur de Schmid plus petit que 1 parce que l'angle  $\alpha$  entre leurs vecteurs de Burgers et l'axe de compression est non nul. Leur vitesse attendue est donc :

$$v' \propto \frac{1}{b_{\parallel} \cos \psi} \frac{\Omega \sigma_c \cos \alpha}{kT} c_j$$

ce qui avec  $\alpha = \psi$  se réduit à

$$v' = \frac{1}{b_{\parallel}} \frac{\Omega \sigma_c}{kT} c_j$$

Bien que  $v' = v$ , le mouvement de l'ensemble des dislocations semble contrôlé par le mouvement de la paire de dislocations de tête. On a donc en réalité  $v' > v$ . Dans ces conditions, la montée mixte devrait être observée isolément ce qui n'est pas le cas. Le chapitre VI tentera de décrire les mécanismes de montée plus en détail.

### IV.3.3 Multiplication et montée des dislocations dans les plans binaires parallèles à l'axe de compression.

Puisque ces systèmes de montée ont un facteur de Schmid nul, ils ne sont soumis à aucune contrainte mécanique. Ils doivent donc être soumis à un autre type de contrainte. Le mécanisme de déformation sera décrit plus en détail au chapitre VI. On se contentera ici d'en tracer les grandes lignes. Après une certaine quantité de déformation par montée, la densité moyenne de lacunes absorbées par les dislocations quinaires décroît nécessairement. Cet appauvrissement qui freine les dislocations peut se traduire comme nous le verrons au chapitre VI par l'apparition d'une contrainte chimique négative (notée  $-\tau_{ch}$ ). L'effet durcissant de la contrainte chimique peut cependant être compensé par la nucléation et la multiplication de dislocations agissant comme sources de lacunes, par exemple celles qui montent dans les plans binaires parallèles à l'axe de compression (voir figure IV.13). Ces dislocations sont ainsi soumises à une contrainte chimique positive opposée  $\tau_{ch}$ . Leur multiplication commence lorsque  $\tau_{ch}$  est suffisamment grand, c'est à dire après une certaine quantité de déformation. La déformation se produit donc par un mécanisme de montée concertée avec échange de matière entre les deux systèmes de dislocations comme dans les expériences de Le Hazif *et al.* [101] dans le béryllium et de Edelin *et al.* [102] dans le magnésium. Nous verrons au chapitre VI que la force chimique mise en jeu est de l'ordre de la moitié de la contrainte appliquée, et qui permet d'expliquer certains aspects des propriétés mécaniques d'AlPdMn.

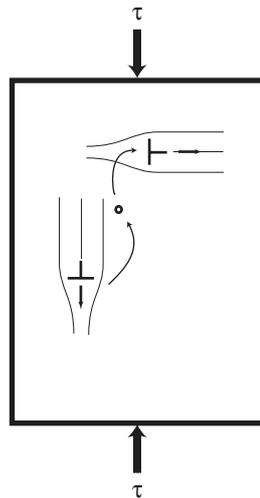


FIG. IV.13: Flux de lacunes entre les dislocations qui montent dans les plans parallèles et perpendiculaire à l'axe de compression.

## IV.4 Conclusions

Les observations que nous avons réalisées dans AlPdMn déformé sous contrainte de confinement à 300°C nous ont conduit aux résultats suivants :

- De très nombreux mouvements de dislocations traînant des fautes de phasons se sont produits pendant la déformation.
- Tous les mouvements de dislocations ont une composante de montée. Aucune évidence de glissement n'a été trouvée.
- Des paires de dislocations se sont déplacées par montée pure dans des plans binaires. Les deux dislocations ont des vecteurs de Burgers de longueur 0.480nm et 0.296nm, dans le rapport  $\tau$ . L'énergie de la faute de phasons qui les sépare, correspondant à la dislocation de longueur 0.480nm, est  $39mJm^{-2}$ . La contrainte de rappel des fautes de phasons traînées par les dislocations mobiles est certainement négligeable par rapport à la forte contrainte appliquée à 300°C.
- Des superdislocations se sont déplacées par montée pure dans des plans quinaires. Elles sont dissociées en deux superpartielles dont la longueur du vecteur de Burgers est 0.456nm. Elles sont séparées par une faute complexe qui est la projection d'une paroi d'antiphase dans l'espace physique. L'énergie de paroi d'antiphase est de l'ordre de  $69mJm^{-2}$ .
- Des dislocations se sont déplacées par montée mixte dans le sillage des superdislocations dans les plans quinaires. Elles ont des vecteurs de Burgers ternaire et binaire. Elles résultent probablement de la décomposition d'une dislocation quinaire, comme le montre la décomposition d'une superpartielle quinaire (longueur du vecteur de Burgers 0.456nm) en une dislocation binaire (longueur du vecteur de Burgers 0.296nm) et d'une superpartielle ternaire (longueur du vecteur de Burgers 0.257nm).
- La montée des dislocations dans les plans perpendiculaires à l'axe de compression obéit à la loi de Schmid. Elles se déplacent par absorption de "lacunes" (ou émission "d'interstitiels"). Les dislocations montant dans les plans binaires parallèles à l'axe de compression ne sont pas sensibles à la contrainte appliquée. Cependant, elles fournissent des "lacunes" aux (ou absorbent les "interstitiels" produits par les) dislocations quinaires.



# Chapitre V

## Plasticité d'AlPdMn á haute température : observations *in-situ*

### V.1 Introduction

Contrairement aux expériences de déformation á basse température au cours desquelles le repavage des fautes de phasons est négligeable, les expériences á haute température produisent des dislocations derrière lesquelles aucune faute de phasons ne peut être observée. Ce domaine de température est au dessus de la température de transition fragile-ductile á pression ambiante ( $> 0.7T_m$  soit  $> 550^\circ C$ ). Il est difficile dans ces conditions d'identifier le plan de déplacement des dislocations, donc leur mode de mouvement, par des observations *post-mortem*. Par contre, toutes les caractéristiques du mouvement peuvent être obtenues par des expériences *in-situ*. Nous présenterons deux types de résultats : ceux pour lesquels les dislocations se déplacent sous l'effet d'une contrainte interne et ceux pour lesquels l'échantillon est déformé en traction uniaxiale. Les premières expériences ne permettent pas de maîtriser l'orientation de la contrainte mais sont plus faciles á réaliser. Après avoir présenté les détails expérimentaux, nous présenterons les observations générales, puis nous nous attacherons au cas particulier de la formation et de l'évolution d'un dipôle de dislocations. Des mesures quantitatives des vitesses de dislocations en fonction de leur longueur et de la contrainte locale nous permettront d'amorcer une discussion sur la valeur de la dépendance en contrainte de la vitesse des dislocations, et d'introduire un modèle de montée pour la plasticité qui sera explicité dans le chapitre VI.

## V.2 Détails expérimentaux

Les échantillons d'AlPdMn ont été obtenus par croissance de Czochralski le long d'une direction quinaire (Y. Calvayrac, CECM Vitry et M. Feuerbacher, IFF Jülich). Ils ont été découpés perpendiculairement à la direction quinaire de croissance  $[1/0, 0/1, 0/0]$ , perpendiculairement à la direction binaire  $[1/1, 0/1, \bar{1}/0]$ , et à la direction pseudo-binaire  $[2/1, 1/2, 1/1]$ . Ils seront référencés dans la suite comme les échantillons quinaires, binaires et pseudo-binaires, respectivement. Ces échantillons ont été préparés pour les observations en MET par amincissement mécanique, suivi soit d'un bombardement ionique dans un amincisseur de type GATAN-DUOMILL refroidi, soit d'une attaque chimique dans un bain acide orthophosphorique 66%-acide nitrique 17%-acide sulfurique 17% à  $85^{\circ}\text{C}$ .

Dans une première série d'expériences, des échantillons ont tout d'abord été chauffés dans un JEOL 2010 muni d'un porte-objet double tilt haute température. Un soin tout particulier a été pris pour s'assurer du bon contact thermique entre l'échantillon et le four du porte-objet. Dans ces conditions, nous avons vérifié par des expériences de fusion *in-situ* que la température de l'aire observée est égale à celle du four à  $5^{\circ}\text{C}$  près. La dynamique des dislocations est enregistrée à l'aide d'une caméra vidéo. Les plans de déplacement des dislocations sont déduits de la direction des traces de mouvement et de la variation de leur largeur apparente en fonction de l'angle de tilt. Pour une caractérisation plus fine, certaines dislocations mobiles ont été figées par refroidissement rapide à la température ambiante, et leurs vecteurs de Burgers ont été déterminés par analyse des contrastes. Les clichés de diffraction réalisés à haute température et après refroidissement montrent de façon non-ambiguë que la structure icosaédrique est préservée pendant l'expérience.

Dans une deuxième série d'expériences, des micro-éprouvettes ont été déformées selon un axe binaire dans un porte objet de traction haute température. Les micro-éprouvettes sont collées sur deux rondelles de molybdène fendues dans l'épaisseur à l'aide d'un ciment haute température. L'ensemble est enchâssé dans le porte-objet sur deux pitons solidaires des mors en alumine. Un de ces mors est alors déplacé selon l'axe du porte objet (c'est à dire selon l'axe de tilt) par un moteur. Le chauffage de l'échantillon s'effectue par l'intermédiaire de résistances en tungstène dans un four en tantale. Le contrôle de la température est effectué par un étalonnage de la courbe  $T = f(I)$  par fusion d'un ensemble de matériaux,  $I$  étant le courant délivré dans les résistances. L'ensemble de ces éléments sont visibles sur la figure V.1a. La figure V.1b montre une simulation de la contrainte uniaxiale autour du trou de polissage. On voit que les zones de contrainte maximum où la déformation est initiée correspondent aux zones minces parallèles à

l'axe de traction [100]. Les observations ont été réalisées dans ces zones où l'on peut considérer que la contrainte est parallèle à l'axe de traction. Les expériences ont été effectuées suffisamment rapidement pour éviter une dégradation excessive des échantillons, et les clichés de diffraction ont été examinés au cours des expériences afin de s'assurer qu'aucune transition de phase ne s'est produite.

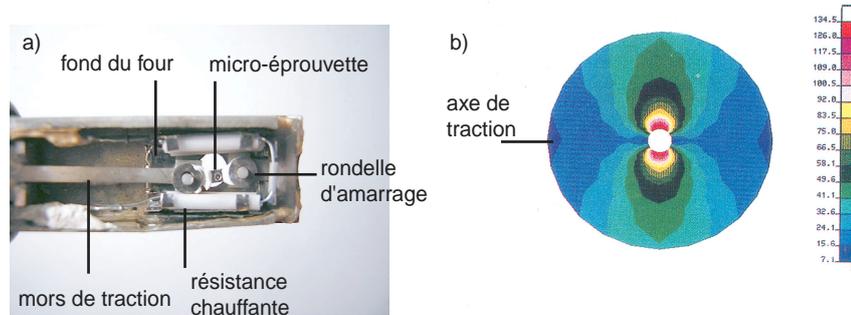


FIG. V.1: a) Nez du porte-objet de traction haute température utilisé pour les expériences de déformation *in-situ*. b) Calcul de la répartition des contraintes autour d'un trou de polissage (au centre). D'après [100].

### V.3 Observations générales et interprétations

#### V.3.1 Mouvements des dislocations dans des plans binaires

La figure V.2 montre une série d'images, extraites d'une séquence vidéo, d'une dislocation se déplaçant, à  $720^{\circ}\text{C}$ , dans un plan binaire d'un échantillon binaire. La vitesse de la dislocation est relativement élevée ( $1.6\mu\text{m/s}$ ), ce qui explique son aspect flou. La dislocation traîne deux traces sombres sur les deux surfaces de l'échantillon, notées  $t_1$  et  $t_2$ , qui n'évoluent pas au cours du temps.

Comme dans les cristaux ordinaires, ces traces résultent de la difficulté à propager le déplacement induit par la dislocation jusqu'à la surface, en raison de la présence d'une couche d'oxyde. Une frange sombre est également visible entre les traces, sur une distance  $\lambda$  depuis la dislocation. Elle est interprétée comme un contraste de faute de phasons disparaissant en  $0.4\text{s}$  par repavage, c'est à dire par dispersion des phasons.

La figure V.3 montre une séquence équivalente à  $700^{\circ}\text{C}$  dans un échantillon quinaire. Le mouvement est visqueux et la vitesse moyenne est nettement plus faible et égale à  $0.15\mu\text{m/s}$ . Un contraste de franges attribuable à une faute de phasons est également visible (remarquer les deux franges externes brillantes et la frange centrale sombre). Ce contraste a totalement disparu

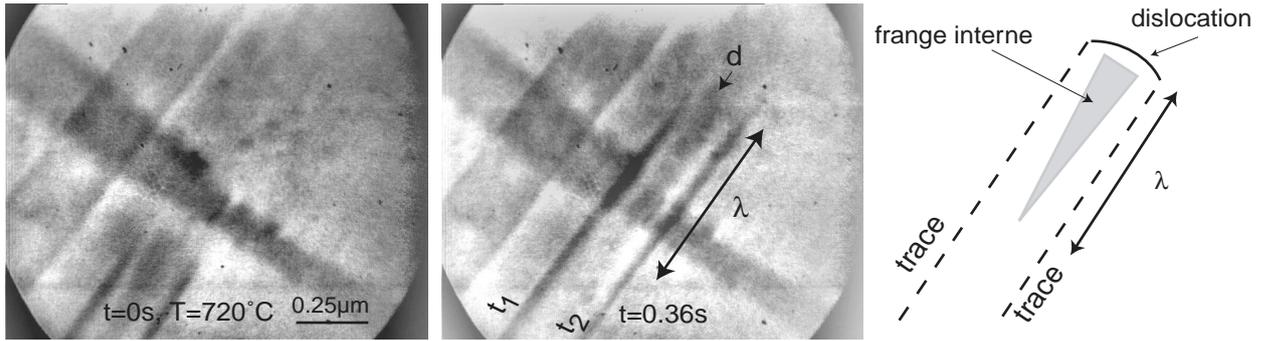


FIG. V.2: *Mouvement d'une dislocation dans un plan binaire à 720°C. La dislocation (d) apparaît floue du fait de sa grande vitesse. Les traces sur les surfaces sont notées  $t_1$  et  $t_2$ .*

12s plus tard (voir figure V.3c). La dispersion, moins rapide qu'à 720°C, est donc thermiquement activée. Dans la suite, les dislocations qui ne forment pas de franges de phasons seront considérées comme parfaites. Ces dislocations sont observées à haute température et/ou à faible vitesse de déplacement.

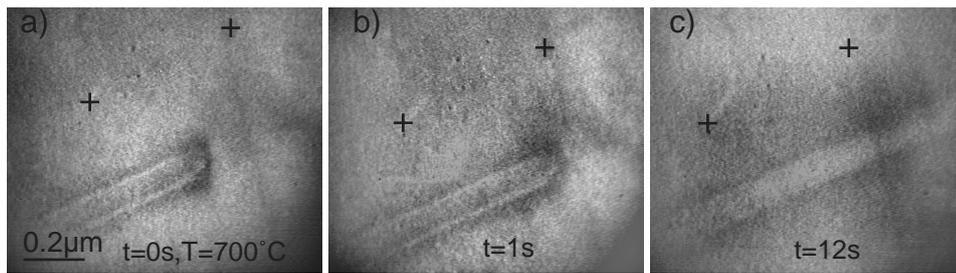


FIG. V.3: *Mouvement d'une dislocation dans un plan binaire à 700°C. Noter le contraste de frange dans le sillage de la dislocation (a,b) qui a disparu en (c). Les croix marquent des points fixes dans l'échantillon.*

La figure V.4 montre une dislocation se déplaçant à 750°C dans un plan binaire d'un échantillon binaire. Sa vitesse est de l'ordre de 40nm/s (figures V.4 a-c). Son plan de déplacement est le plan binaire  $(1/1, 0/\bar{1}, 1/0)$ , noté  $P_2$  sur la projection stéréographique (voir figure V.4j). La direction de la ligne de dislocation correspond à une direction binaire notée  $u$ . Le contraste a été analysé après refroidissement de l'échantillon. Deux extinctions fortes en  $\vec{g}_{2a}$  (figure V.3d) et en  $\vec{g}_{5a}$  (figure V.4e) conduisent à un vecteur de Burgers orienté selon la direction binaire  $[1/1, 0/\bar{1}, 1/0]$ , notée  $\vec{b}_{\parallel 1}$ , normale au plan de mouvement. On notera que les traces en surface sont également hors contraste, ce qui s'explique simplement si on suppose que ce contraste provient d'un champ de déformation élastique parallèle à  $\vec{b}_{\parallel}$ . Le mouvement de la dislocation correspond donc à un processus de montée pure. Les conditions de contraste simple en  $\vec{g}_{2b(2)}$

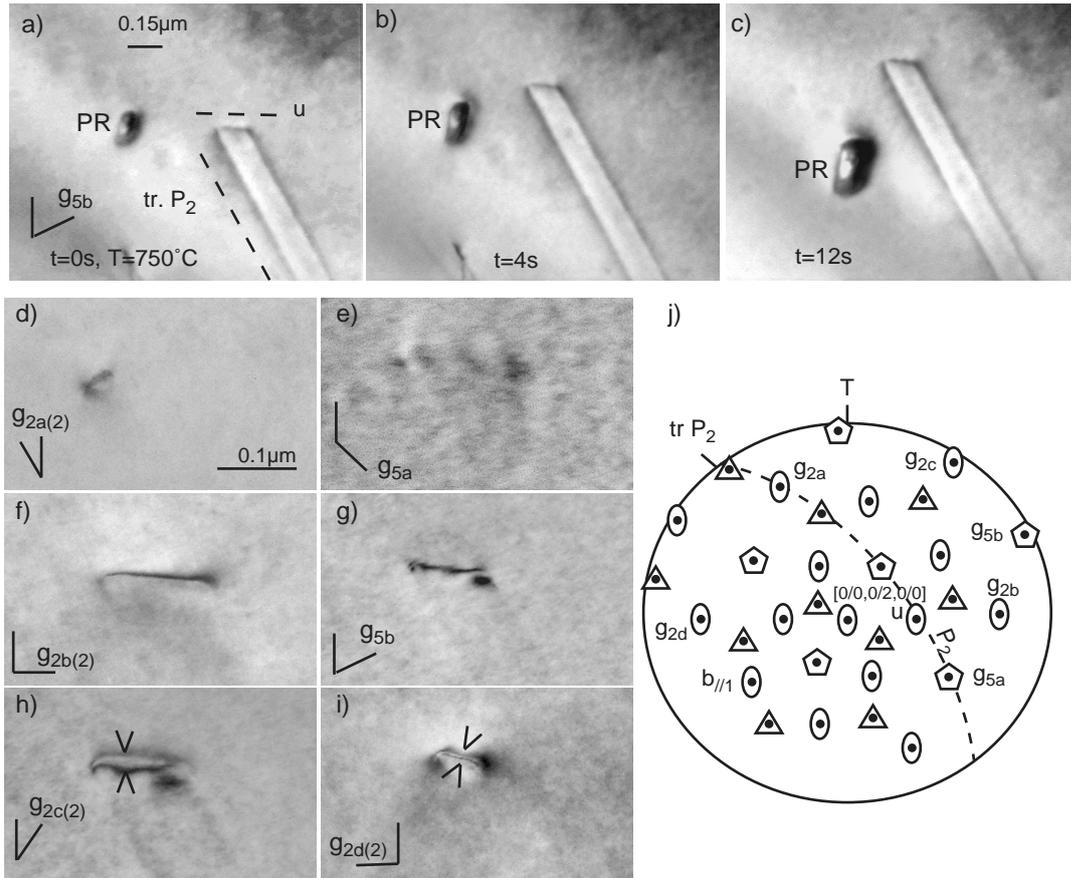


FIG. V.4: Mouvement d'une dislocation dans le plan binaire  $P_2$  à  $750^\circ\text{C}$ . La haute température et la faible vitesse de la dislocation ne permettent pas d'observer de faute de phasons dans son sillage (a-c). Noter la croissance d'un précipité PR en même temps. Les conditions d'extinction (d-e), de contraste simple (f-g) et de contraste double (h-i), conduisent au vecteur de Burgers noté  $b_{\parallel 1}$  sur la projection stéréographique (j).

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{G}$	$\vec{G}\vec{B}_1$	Figure V.4 <sup>1</sup>
$\vec{g}_{5a}$	$0/0, 1/2, 2/3$	$112\bar{1}\bar{1}$	0	(e) (E)
$\vec{g}_{5b}$	$2/3, 0/0, 1/2$	$12\bar{1}\bar{1}1$	1	(g) (V)
$\vec{g}_{2a(1)}$	$1/2, 1/1, \bar{2}/\bar{3}$	$10\bar{1}02\bar{2}$	0	(d) (E)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$2/3, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	$20\bar{2}03\bar{3}$	0	id.
$\vec{g}_{2b(2)}$	$2/3, 1/2, 3/5$	$133002$	1	(f) (V)
$\vec{g}_{2c(2)}$	$4/6, 0/0, 0/0$	$130\bar{2}32$	2	(h) (D)
$\vec{g}_{2d(2)}$	$\bar{2}/\bar{3}, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	$0\bar{3}220\bar{3}$	-2	(i) (D)

TAB. V.1: Conditions de contraste de la dislocation binaire de la figure V.4 de vecteur de Burgers  $\vec{B}_1 = [010\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ ,  $\vec{b}_{\parallel 1} = [1/0, 1/\bar{1}, 2/\bar{1}]$  de norme  $0.296\text{nm}$ . <sup>1</sup>E, extinction; V, visibilité; D, contraste double

(V.3f) et en  $\vec{g}_{5b}$  (V.4g), et de contraste double en  $\vec{g}_{2c(2)}$  (V.3h) et en  $\vec{g}_{2d(2)}$  (V.4i), donnent finalement  $\vec{B}_1 = [010\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ , dont la composante dans  $E_{\parallel}$  est  $\vec{b}_{\parallel 1} = [1/0, 1/\bar{1}, 2/\bar{1}]$  de norme  $0.297nm$  (voir tableau V.1). Il s'agit du même type de dislocation déjà observé dans les échantillons déformés à plus basse température (voir chapitre IV) et dans les échantillons brut de croissance [51].

La figure V.5 est un montage d'une série d'images extraites d'une séquence vidéo, vues en incidence rasante. La dislocation notée  $d$  se déplace dans un plan binaire. Les traces laissées dans le sillage ont cependant un aspect sinueux, ce qui montre que le mouvement n'est pas véritablement planaire, comme cela avait déjà été observé dans des observations *post-mortem* antérieures [52, 51].

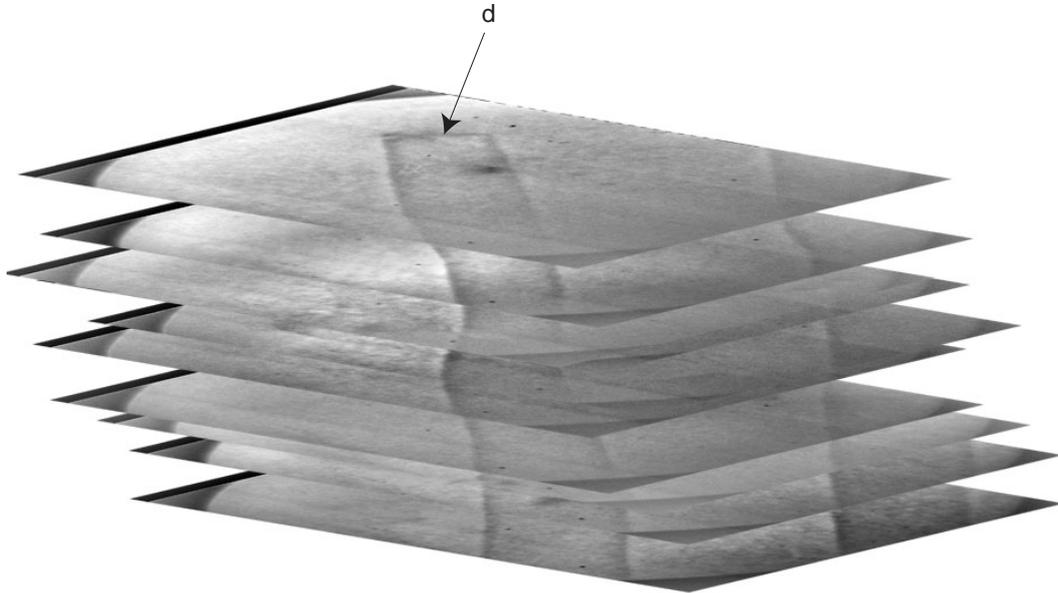


FIG. V.5: Traces sinueuses laissées par la dislocation  $d$  se déplaçant dans un plan binaire, vues en incidence rasante.

La figure V.6 montre un processus de multiplication dans un échantillon binaire. La dislocation se déplace dans le plan binaire proche du plan de lame. Au cours de son mouvement, elle se trouve ancrée à un obstacle  $P$  (figure V.6b) et divisée en deux segments notés 1 et 2. Les mouvements indépendants et non-planaires de ces deux segments conduisent à la formation d'une boucle ouverte, notée 3 (figure V.6c) qui s'étend par la suite (figure V.6c-e). La boucle ouverte intersecte une surface de l'échantillon le long de la trace  $t$  sur la figure V.6e. Ce processus de multiplication est similaire à celui déjà observé dans le magnésium déformé par glissement prismatique [103]. Cependant, dans le cas présent, le processus opère probablement

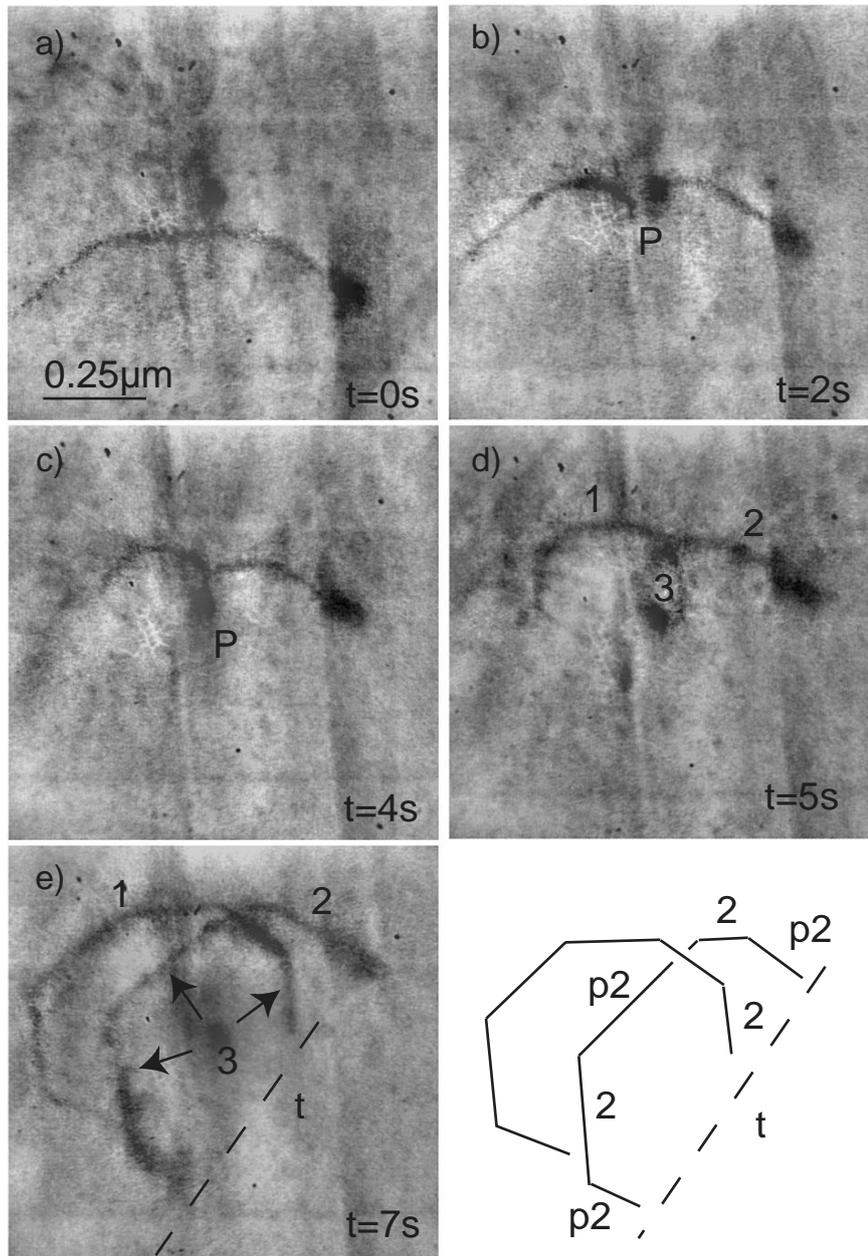


FIG. V.6: Multiplication d'une dislocation à partir d'une boucle ouverte dans un plan binaire à 720°C. *P* est un point d'ancrage. Noter l'existence de segments rectilignes le long des directions binaires et pseudo-binaires.

par montée. Noter que les dislocations présentent des segments selon des directions binaires et pseudo-binaires, notées 2 et  $p2$  respectivement (figure V.6e).

La figure V.7 montre un exemple de réaction, à  $740^{\circ}\text{C}$  entre d'une part les dislocations notées  $d_1$  et  $d_2$ , et d'autre part les dislocations  $d_2$  et  $d_3$ . Les dislocations  $d_1$  et  $d_3$  qui se déplacent *a priori* par montée dans les plans binaires parallèles inclinés à  $60^{\circ}$  du plan de lame, mais dans des directions opposées, ont probablement des vecteurs de Burgers opposés. La dislocation  $d_2$  est immobile dans un plan proche du plan de lame. Dans le premier cas (interaction  $d_1 - d_2$ ), le franchissement est très difficile, probablement en raison de la formation d'une jonction attractive (noter la réaction de jonction attractive hors contraste figure V.7b). Dans le deuxième cas, le franchissement est beaucoup plus facile, car l'interaction entre les deux dislocations est répulsive. En effet, si la réaction  $\vec{b}_1 + \vec{b}_2$  est énergétiquement favorable, la réaction  $-\vec{b}_1 + \vec{b}_2$  ne l'est pas. La réaction de jonction  $\vec{b}_1 + \vec{b}_2$  forme un ancrage très fort qui nous permet d'estimer la

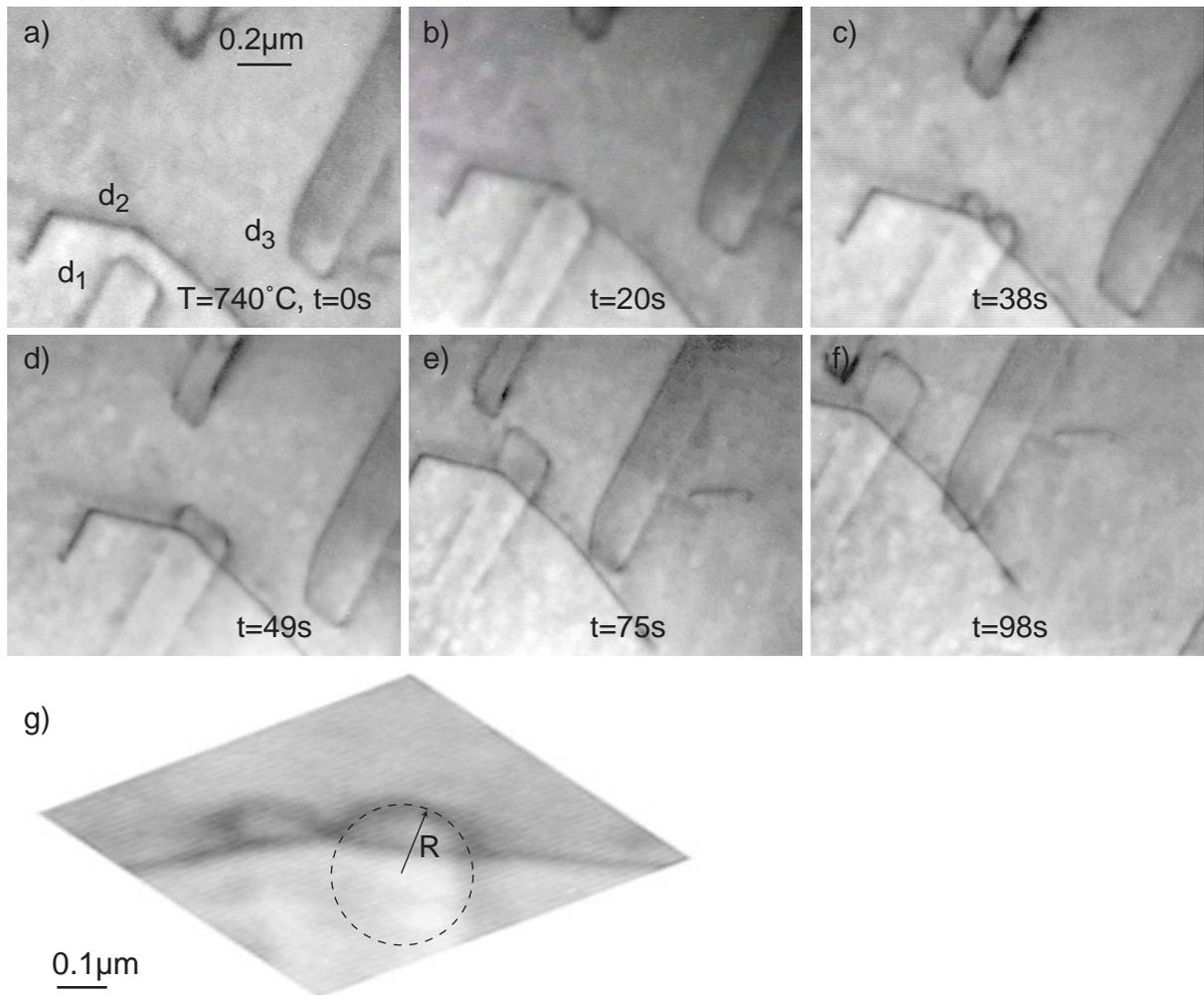


FIG. V.7: Réaction de jonction attractive entre  $d_1$  et  $d_2$  (b), et répulsive entre  $d_2$  et  $d_3$  (e-f).

contrainte locale de montée par la détermination du rayon de courbure de la dislocation lors du franchissement.

Contrairement aux cas des cristaux covalents, la mesure du rayon de courbure ne peut pas s'effectuer aux points de raccordement entre des segments de dislocation rectilignes en mouvement (par exemple sur la figure V.6). Des tentatives de mesures de contrainte dans ces conditions n'ont en effet donné aucun résultat reproductible. Une mesure fiable de la contrainte nécessite, dans le cas de la montée, un ancrage local très fort. La figure V.7c montre l'image de la dislocation corrigée de l'inclinaison du plan de mouvement. La dislocation étant *a priori* coin, sa courbure est celle d'un arc de cercle. Le rayon de courbure  $R$  est directement trouvé par la superposition d'un cercle de rayon  $R$  et de la dislocation. On trouve  $R = 140 \pm 20nm$ . La contrainte locale de montée est alors donnée par :

$$\tau = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)R} \ln \frac{R}{b} \approx \frac{\mu b}{2(1-\nu)R} \quad (V.1)$$

En prenant  $\mu = 53GPa$  á  $740^\circ C$ ,  $b \approx 0.3nm$ ,  $(1-\nu) \approx 0.75$ , on trouve  $\tau = 75 \pm 10MPa$ . Cette valeur est étonnamment basse car pour une telle température et une telle vitesse de dislocation, on s'attend á des niveaux de contrainte nettement supérieurs. En effet, dans un essai de déformation macroscopique, la vitesse des dislocations peut être déterminée d'après la loi d'Orowan par l'expression  $v = \dot{\epsilon}/\rho b$ . En prenant,  $\dot{\epsilon} = 10^{-5}s^{-1}$ ,  $b = 3.10^{-10}m$ ,  $\rho \approx 10^{13}m^{-2}$  á  $740^\circ C$  [55], on trouve une vitesse de l'ordre du  $nm/s$ , qui est du même ordre de grandeur que les vitesses mesurées *in-situ*. Toutefois, la contrainte appliquée correspondante est de l'ordre de  $300MPa$ , c'est á dire 4 á 5 fois plus grande que celle mesurée *in-situ*. Ce désaccord apparent sera expliqué dans le chapitre VI.

### V.3.2 Mouvements des dislocations dans des plans quinaires

La figure V.8 montre une dislocation qui se déplace à  $740^{\circ}\text{C}$  dans un plan quinaire d'un échantillon binaire. Le mouvement est aussi visqueux que dans un plan binaire, mais plus planaire, comme on peut le voir sur la vue en incidence rasante de la figure V.9 (à comparer avec la figure V.5). Les vitesses des segments rectilignes  $d_1$  et  $d_2$ , parallèles à des directions binaires, ne sont pas constantes. Entre les vues (a) et (d),  $d_1$  est plus rapide que  $d_2$ , ce qui conduit à son raccourcissement au profit de  $d_2$ . Ensuite, entre les vues (e) et (i),  $d_2$  est plus rapide que  $d_1$ , ce qui conduit à la tendance inverse.

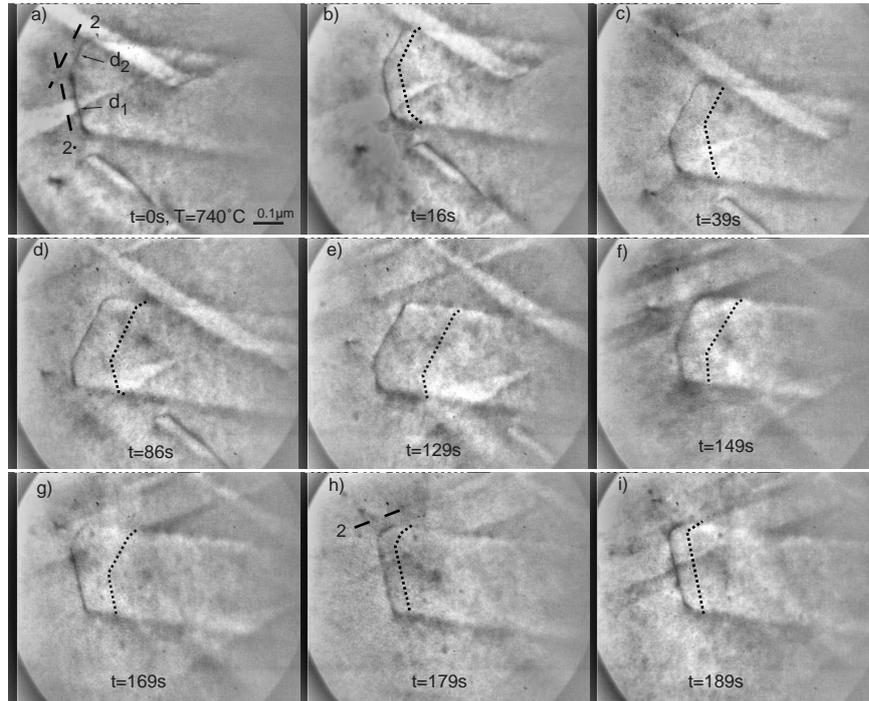


FIG. V.8: *Mouvement d'une dislocation dans un plan quinaire, à  $740^{\circ}\text{C}$ . Les lignes en pointillés marquent la position de la dislocation de l'image précédente.*

Sur la figure V.10a, la même dislocation, qui se déplace dans le même plan que précédemment, est formée de segments rectilignes parallèles à plusieurs directions binaires et pseudo-binaires. Ces directions sont notées respectivement 2 et  $p2$  sur la figure V.10a. Le segment parallèle à une direction pseudo-binaire sur la figure V.10a a changé d'orientation sur la figure V.10b. Il évolue encore par rotation autour d'un point d'épingleage noté  $P$  sur les figures V.10b-c. Un "macro-jog" est alors formé au niveau de  $P$  (figure V.10d-e). Quand la dislocation s'échappe de ce point d'épingleage, elle retrouve sa forme rectiligne par un déplacement latéral rapide de ce "macro-jog" (V.10f-g).

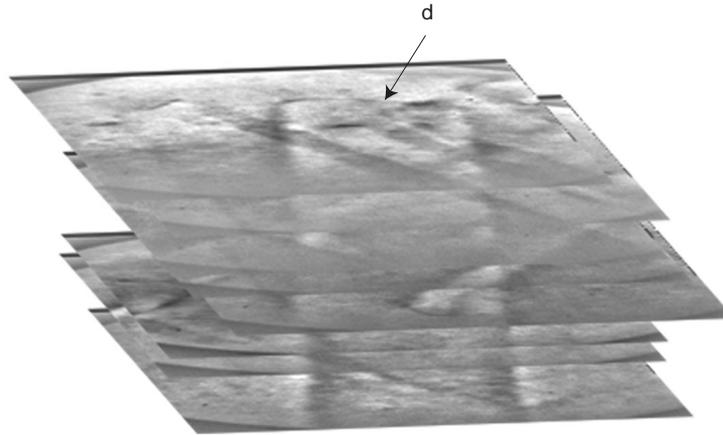


FIG. V.9: Traces rectilignes laissées par une dislocation  $d$  se déplaçant dans un plan quinaire, vue en incidence rasante.

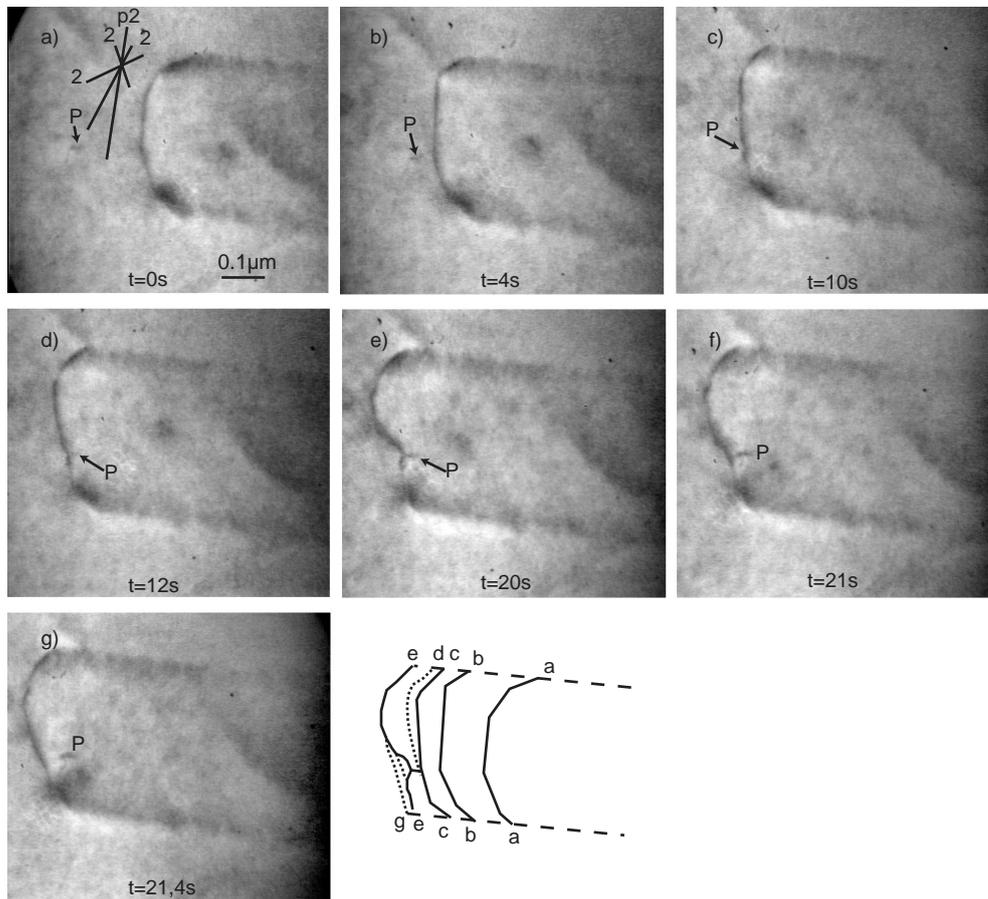


FIG. V.10: Mouvement d'une dislocation dans un plan quinaire (le même que celui de la figure V.8). Noter le segment parallèle à une direction pseudo-binaire en (a), l'ancrage à l'obstacle  $P$ , et le mouvement rapide du "macro-jog" après désancrage (e)-(g).

Cette séquence montre que :

- Les dislocations dans les plans quinaires tendent à s'aligner le long des directions binaires et pseudo-binaires, bien que ces dernières soient observées moins fréquemment que les premières.
- Le mouvement latéral des "macro-jogs" peut être beaucoup plus rapide que le mouvement des segments rectilignes (environ 15 fois sur l'exemple montré figure V.10).

La figure V.11 est une illustration d'un comportement fréquemment observé aux surfaces libres d'une lame mince. Il s'agit de la même dislocation que sur la figure V.10 constituée de deux segments parallèles à deux directions binaires (figure V.11). Cette dislocation se déplace à vitesse constante, puis son extrémité inférieure accélère, ce qui forme un "macro-jog" noté *MJ* à la surface correspondante de l'échantillon (figure V.11b). Le "macro-jog" se déplace ensuite rapidement le long de la dislocation (figures V.11b-c) et celle-ci recouvre une forme polygonale avec un segment le long d'une direction pseudo-binaire (figure V.11d). Cette direction semble cependant peu stable puisque seulement deux directions binaires subsistent dans la suite du mouvement (figure V.11e). Ceci montre une nouvelle fois que, dans un plan quinaire, les directions pseudo-binaires sont moins stables que les directions binaires.

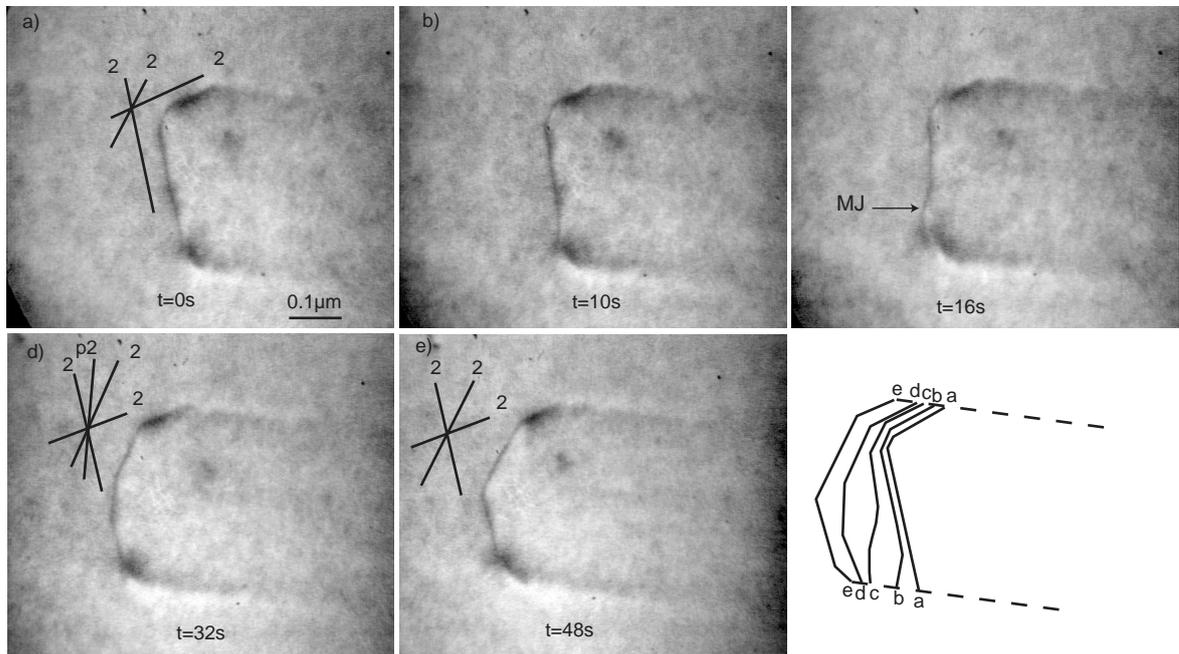


FIG. V.11: *Mouvement d'une dislocation dans un plan quinaire (le même que sur les figures V.8 et V.10). Noter la nucléation facile d'un "macro-jog" à la surface en (b)(c), et le segment parallèle à une direction pseudo-binaire en (d).*

La figure V.12 montre une autre dislocation se déplaçant dans un autre plan quinaire (figures V.12a-c). Sa trace est notée  $trP(5)$  sur la projection stéréographique (voir V.12h). Le plan de déplacement  $P_5$  est identifié comme le plan quinaire  $(1/0, 0/1, 0/0)$ . La dislocation est orientée selon la direction binaire  $d$ . Elle se trouve hors contraste avec les vecteurs diffraction  $\vec{g}_{2a(1)}$  et  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figure V.12d) (avec un fort contraste résiduel),  $\vec{g}_{2b(1)}$  et  $\vec{g}_{2b(2)}$  (figure V.12e),  $\vec{g}_{2c(1)}$  et  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figure V.12f), tous contenus dans le plan de déplacement. Puisque, de plus, un contraste double est observé en  $\vec{g}_{2d(1)}$  (figure V.12g), ainsi qu'un contraste simple en  $\vec{g}_{5a}$  (figure V.12a-c) le vecteur de Burgers peut être déterminé comme étant  $\vec{B}_2 = [\bar{1}111\bar{1}]$ , dans l'espace  $6D$ . Sa composante dans  $E_{\parallel}$  est  $\vec{b}_{\parallel 2} = [\bar{2}/2, 2/0, 0/0]$  de norme  $0.563nm$  (voir tableau V.2). Il s'agit d'une superdislocation dont le vecteur de Burgers est  $\tau$  fois plus petit que celui observé dans les échantillons déformés à basse température. Cette superdislocation apparaît ici non dissociée.

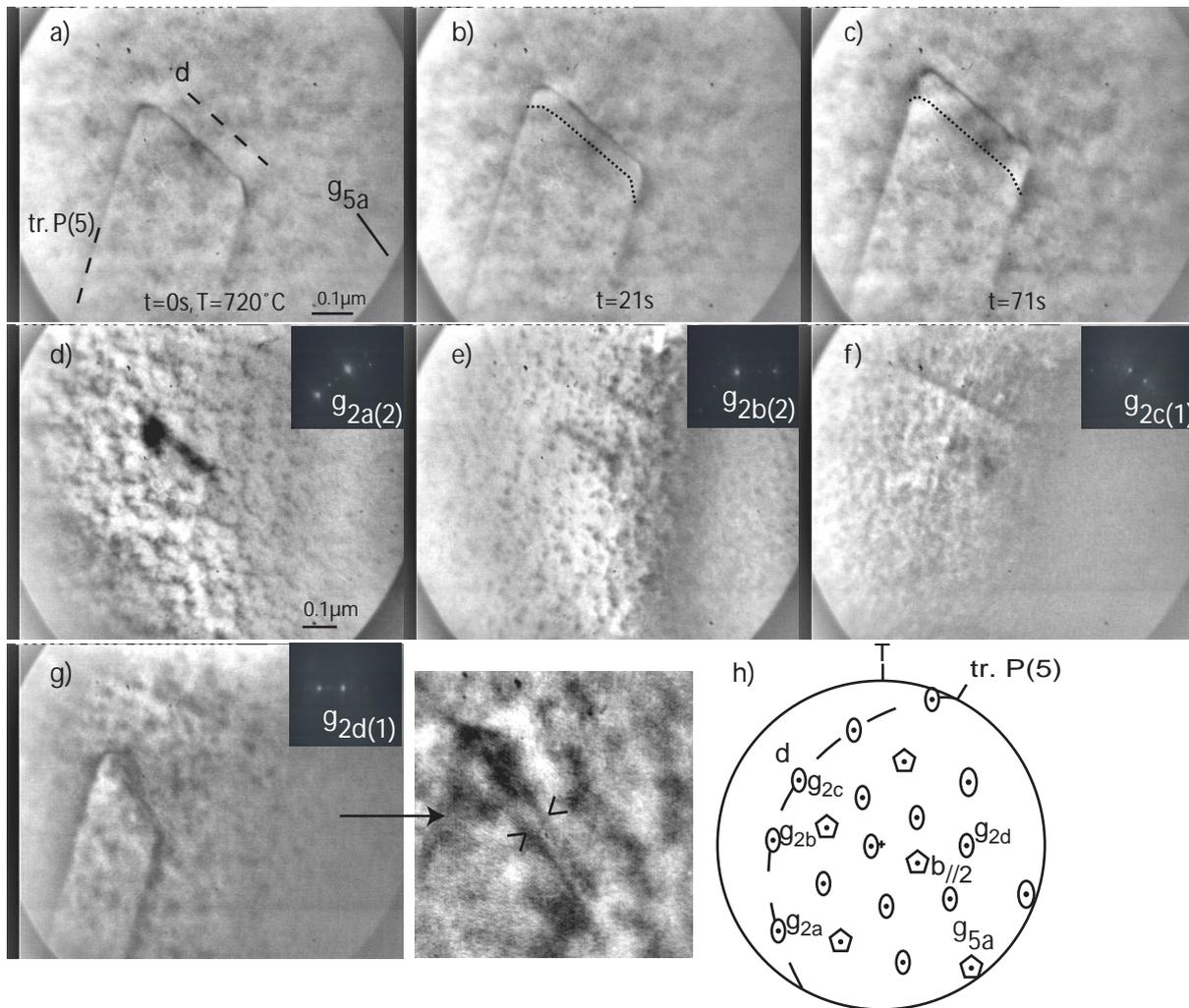


FIG. V.12: Mouvement d'une dislocation dans un plan quinaire, à  $720^{\circ}C$ , et analyse des contrastes (voir texte).

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{G}$	$\vec{G}\vec{B}_2$	Figure V.12 <sup>1</sup>
$\vec{g}_{2a(1)}$	0/0, 0/0, $\bar{2}/\bar{4}$	0 $\bar{1}$ 201 $\bar{2}$	0	(d) (E)
$\vec{g}_{2a(2)}$	0/0, 0/0, $\bar{4}/\bar{6}$	0 $\bar{2}$ 302 $\bar{3}$	0	id.
$\vec{g}_{2b(1)}$	1/2, $\bar{1}/\bar{1}$ , $\bar{2}/\bar{3}$	00 $\bar{2}$ 1 $\bar{2}$ 1 $\bar{1}$	0	(e) (E)
$\vec{g}_{2b(2)}$	2/3, $\bar{1}/\bar{2}$ , $\bar{3}/\bar{5}$	00 $\bar{3}$ 2 $\bar{3}$ 2 $\bar{2}$	0	id.
$\vec{g}_{2c(1)}$	2/3, $\bar{1}/\bar{2}$ , $\bar{1}/\bar{1}$	01 $\bar{1}$ 220	0	(f) (E)
$\vec{g}_{2c(2)}$	3/5, $\bar{2}/\bar{3}$ , $\bar{1}/\bar{2}$	02 $\bar{2}$ 330	0	id.
$\vec{g}_{2d(1)}$	1/1, 2/3, 1/2	212100	2	(g) (D)
$\vec{g}_{5a}$	$\bar{1}/\bar{2}$ , 2/3, 0/0	1 $\bar{1}$ 12 $\bar{1}$ 1 $\bar{1}$	1	(a-c) (V)

TAB. V.2: Conditions de contraste de la dislocation quinaire de la figure V.12 de vecteur de Burgers  $\vec{B}_2 = [\bar{1}1111\bar{1}]$ ,  $\vec{b}_{\parallel 2} = [\bar{2}/2, 2/0, 0/0]$  de norme 0.563nm. <sup>1</sup>E, extinction; V, visibilité; D, contraste double

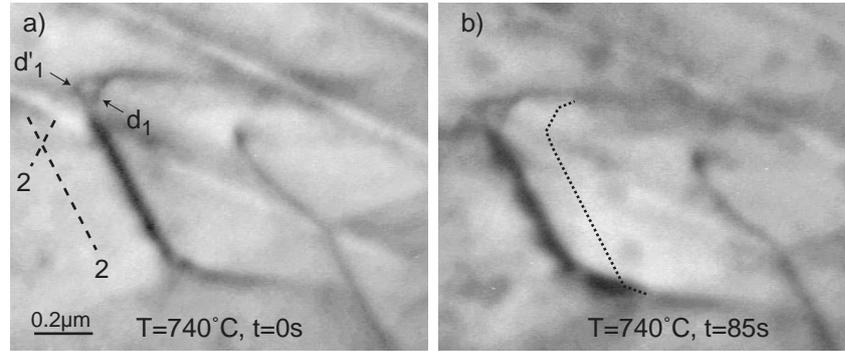


FIG. V.13: Mouvement d'une dislocation partiellement dissociée en deux segments  $d_1$  et  $d'_1$  dans un plan quinaire

Cependant, des dissociations peuvent être observées dans des situations analogues (dislocations dans des plans quinaires). Par exemple, la figure V.13 montre une dislocation quinaire formée de deux segments rectilignes selon des directions binaires, notés  $d_1$  et  $d_2$ , se déplaçant dans un plan quinaire. Un segment supplémentaire  $d'_1$  apparaît en dédoublement du segment  $d_1$  dans la partie courbée. Cette situation pourrait être typique d'une dissociation en deux dislocations superpartielles.

La figure V.14, extraite d'une séquence vidéo, montre deux dislocations ( $d_1$  et  $d_2$ ) se déplaçant par montée pure dans le plan quinaire  $P_5$  à 730°C, dans un échantillon pseudo-binaire. Les dislocations sont constituées de trois segments rectilignes orientés selon les trois directions binaires  $\vec{u}_1$ ,  $\vec{u}_2$  et  $\vec{u}_3$ . Après quelques secondes, les deux dislocations interagissent, et s'annihilent ensuite

(voir figure V.14c), comme c'est le cas pour deux dislocations de vecteurs de Burgers opposés. Le contraste restant dû aux traces de mouvement aux surfaces libres, n'évolue pas (figure V.14d).

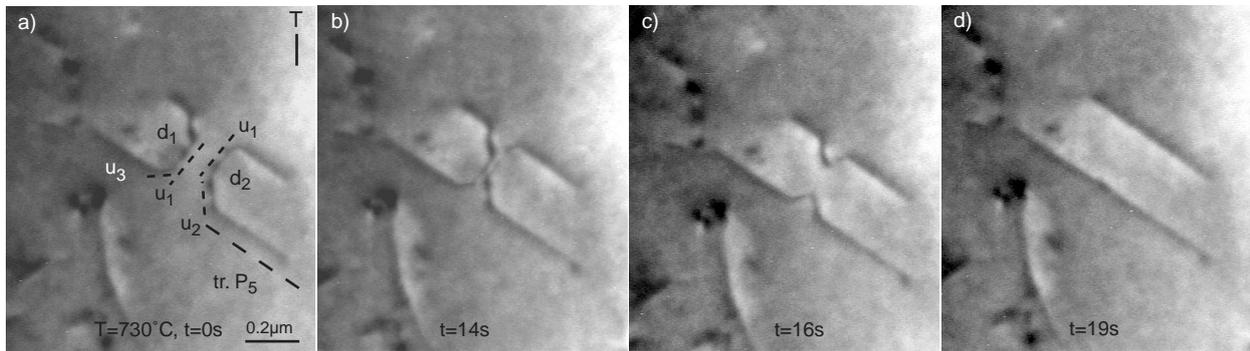


FIG. V.14: Séquence dynamique montrant l'annihilation de deux dislocations de vecteurs de Burgers opposés ( $d_1$  et  $d_2$ ) se déplaçant dans le plan quinaire  $P_A$  à  $730^\circ\text{C}$ .

### V.3.3 Mouvements des dislocations dans des plans ternaires

La figure V.15 montre une paire de dislocations se déplaçant dans des plans ternaires ( $1/1, 1/1, 1/1$ ), notés  $P_3$  sur la figure V.16l, dans un échantillon quinaire chauffé à  $700^\circ\text{C}$ .

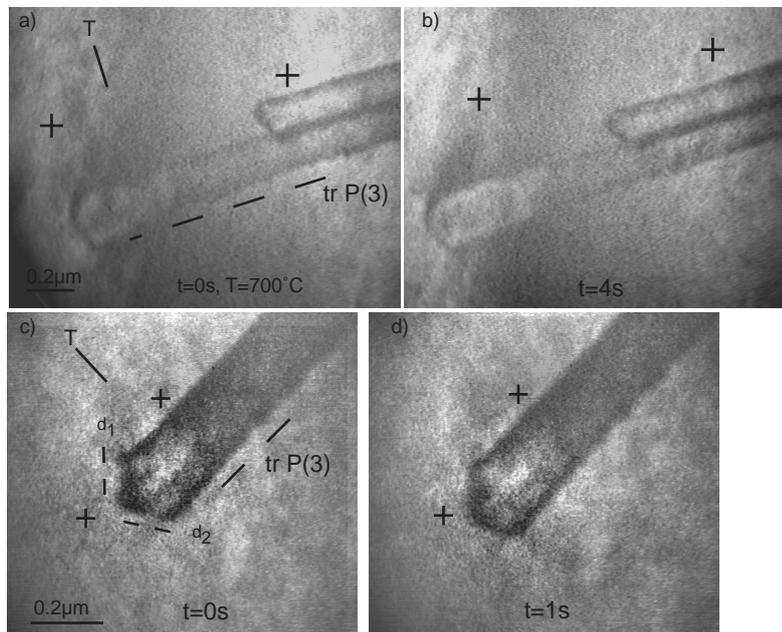


FIG. V.15: Mouvement de dislocations dans un plan ternaire, à  $700^\circ\text{C}$ . Les croix représentent des points fixes dans l'échantillon. Les segments rectilignes le long de directions binaires sont visibles sur les agrandissements (c-d).

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{G}$	$\vec{G}\vec{B}_3$	Figure V.16 <sup>1</sup>
$\vec{g}_{2a(1)}$	$\bar{1}/\bar{2}, 1/1, \bar{2}/\bar{3}$	$0\bar{2}\bar{1}10\bar{2}$	-2	(a) (D)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$\bar{2}/\bar{3}, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	$0\bar{3}\bar{2}20\bar{3}$	-2	(b) (D)
$\vec{g}_{2b(1)}$	$0/0, 0/0, \bar{2}/\bar{4}$	$0\bar{1}\bar{2}01\bar{2}$	-2	(c) (D)
$\vec{g}_{2b(2)}$	$0/0, 0/0, \bar{4}/\bar{6}$	$0\bar{2}\bar{3}02\bar{3}$	-2	(d) (D)
$\vec{g}_{2c(1)}$	$1/2, \bar{1}/\bar{1}, \bar{2}/\bar{3}$	$00\bar{2}\bar{1}2\bar{1}$	0	(e) (EF)
$\vec{g}_{2c(2)}$	$2/3, \bar{1}/\bar{2}, \bar{3}/\bar{5}$	$00\bar{3}23\bar{2}$	-2	(f) (D)
$\vec{g}_{2d(1)}$	$1/2, 1/1, \bar{2}/\bar{3}$	$10\bar{1}02\bar{2}$	0	(g) (E)
$\vec{g}_{2d(2)}$	$2/3, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	$20\bar{2}03\bar{3}$	0	(h) (E)
$\vec{g}_{2e(1)}$	$2/3, \bar{1}/\bar{2}, \bar{1}/\bar{1}$	$01\bar{1}220$	0	(j) (E)
$\vec{g}_{2e(2)}$	$3/5, \bar{2}/\bar{3}, \bar{1}/\bar{2}$	$02\bar{2}330$	0	(k) (E)
$\vec{g}_{5a}$	$0/0, 1/2, \bar{2}/\bar{3}$	$1\bar{1}\bar{1}11\bar{2}$	0	(i)(EF)

TAB. V.3: Conditions de contraste de la dislocation ternaire de la figure V.16 de vecteur de Burgers  $\vec{B}_3 = [000222]$ ,  $\vec{b}_{\parallel 3} = [\bar{2}/2, \bar{2}/2, \bar{2}/2]$  de norme  $0.513nm$ . <sup>1</sup>E, extinction; D, contraste double; EF, extinction faible

Les dislocations sont formées de deux segments rectilignes orientés selon les directions binaires  $d_1$  et  $d_2$  formant un angle de  $120^\circ$  (voir l'agrandissement figure V.15c-d). Ces dislocations ont été refroidies á température ambiante et leur contraste a été étudié comme précédemment (voir figure V.16 et tableau V.3). Les résultats principaux sont les suivants :

- Une extinction forte est observée en  $\vec{g}_{2d(1)}$ ,  $\vec{g}_{2d(2)}$ , et en  $\vec{g}_{2e(1)}$ ,  $\vec{g}_{2e(2)}$  (figures V.16g, h, j, k, respectivement).
- Un contraste double est observé en  $\vec{g}_{2a(1)}$ ,  $\vec{g}_{2a(2)}$ , en  $\vec{g}_{2b(1)}$ ,  $\vec{g}_{2b(2)}$  et en  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figures V.16a, b, c, d et f respectivement).

Les conditions d'extinction forte montrent que la composante du vecteur de Burgers dans  $E_{\parallel}$  est perpendiculaire á  $\vec{g}_{2d}$  et  $\vec{g}_{2e}$ , c'est á dire selon la direction ternaire  $(1/1, 1/1, 1/1)$  perpendiculaire á  $P_3$ . En exploitant les conditions de contraste double, le vecteur de Burgers de la dislocation est déterminé comme étant  $\vec{B}_3 = [000222]$  dont la composante dans  $E_{\parallel}$  est  $\vec{b}_{\parallel 3} = [\bar{2}/2, \bar{2}/2, \bar{2}/2]$  de norme  $0.513nm$  (voir tableau V.3). On voit que la médiocre visibilité de la dislocation en  $\vec{g}_{2c(1)}$ , et son invisibilité en  $\vec{g}_{5a}$  (figures V.16e et i respectivement) sont dues á des conditions d'extinction faible. On note que les traces restent cependant visibles pour les raisons invoquées précédemment (paragraphe V.3.1). Cette dislocation est une super-dislocation qui pourrait se décomposer en deux dislocations superpartielles du même type que celle observée dans les échantillons déformés á  $300^\circ C$ .

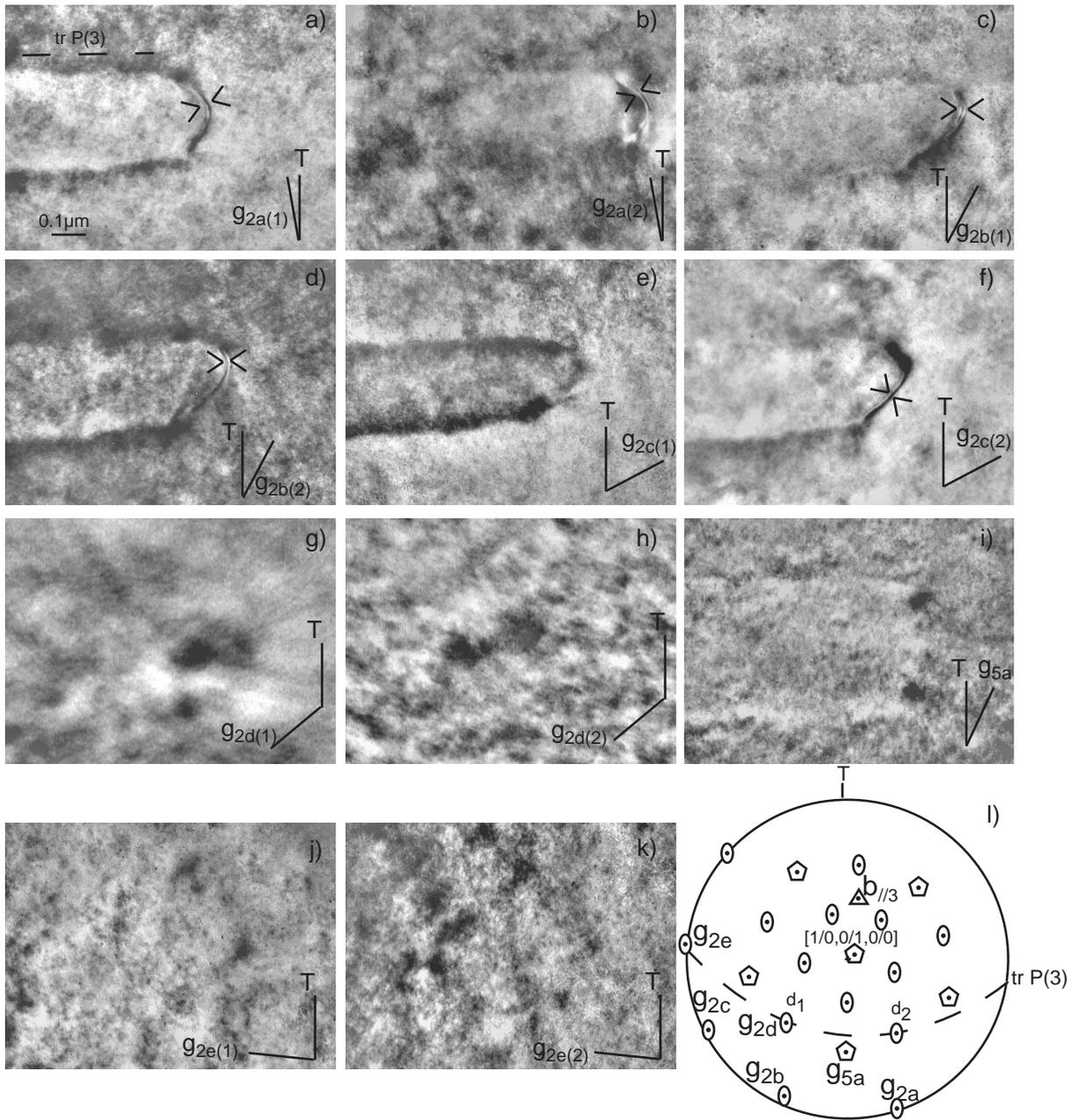


FIG. V.16: Analyse des contrastes relative à la dislocation vue figure V.15

Une situation différente apparaît si le refroidissement de l'échantillon est réalisé brutalement de telle sorte que le repavage soit gelé. La figure V.17a montre un contraste de franges évanescents sur une longueur  $\lambda$ , caractéristique d'une faute de phasons figée dans le sillage d'une dislocation qui s'est déplacée dans un plan ternaire (échantillon pseudo-binaire). Ce contraste est le même que celui de la figure V.2, mais figé. Deux extinctions fortes en  $\vec{g}_{2a}$  et  $\vec{g}_{2b}$  (figure V.17b, c) nous indiquent que le vecteur de Burgers est orienté selon la direction perpendiculaire au plan de mouvement. Des conditions de contraste double en  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figure V.17d) et de contraste pseudo-faible en  $\vec{g}_{5a}$  (figure V.17e) nous donnent un vecteur de Burgers dont la norme dans  $E_{\parallel}$  est la même que celle trouvée précédemment. Rappelons que le contraste pseudo-faible est caractérisé par une dislocation peu visible, apparaissant comme la simple limite de la faute de phasons (chapitre II).

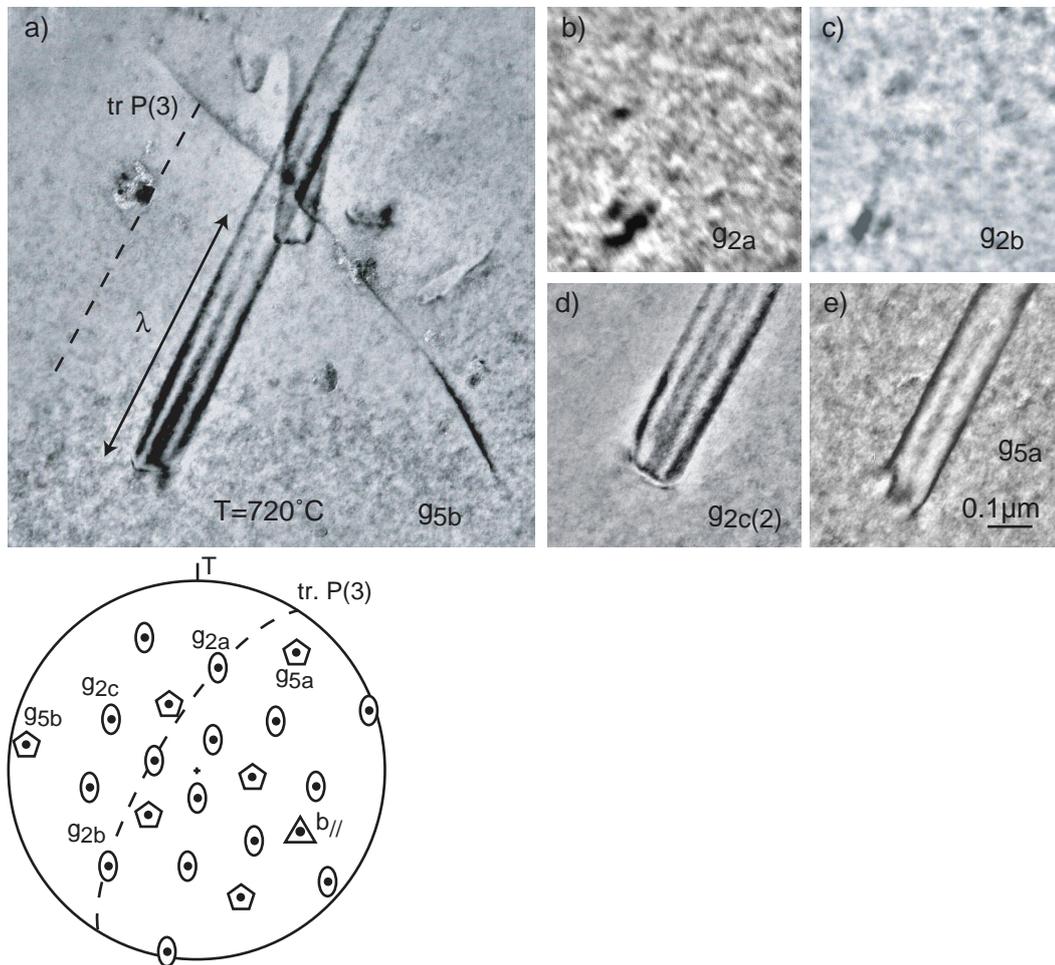


FIG. V.17: *Mouvement figé d'une dislocation dans un plan ternaire. Noter la faute de phasons évanescence sur une longueur  $\lambda$  (a). Conditions de contraste correspondant à des extinctions fortes (b-c), à un contraste double (d) et à une pseudo extinction faible (e).*

### V.3.4 Mouvements des dislocations sous contrainte uniaxiale

Les expériences de déformation *in-situ* à haute température ont été réalisées dans des échantillons binaires avec un axe de traction binaire ( $T$ ) (voir figure V.18a et f). Le comportement général des dislocations ressemble à celui observé dans les échantillons simplement chauffés. Les plans de déplacement sont cependant en relation avec l'axe de traction. On observe principalement des mouvements dans les plans dont la normale fait un angle inférieur à  $58^\circ$  avec l'axe de traction. Il s'agit de mouvements dans des plans binaires (figure V.18a-c), ternaires et quinaires (figure V.18d-e). L'observation de dislocations se déplaçant dans le plan binaire perpendiculaire à l'axe de traction, vu debout, est d'un intérêt tout particulier. Un tel mouvement ne peut être activé que par montée pure, car le facteur de Schmid correspondant est maximum (égal à 1) alors qu'il est nul en glissement (voir chapitre IV). De la même façon, il est intéressant de noter qu'une dislocation se déplaçant dans un plan quinaire avec un facteur de Schmid de 0.63, est environ 3 fois plus rapide qu'une dislocation se déplaçant dans un plan ternaire avec un facteur de Schmid de seulement 0.34 (voir figure V.18d-e).

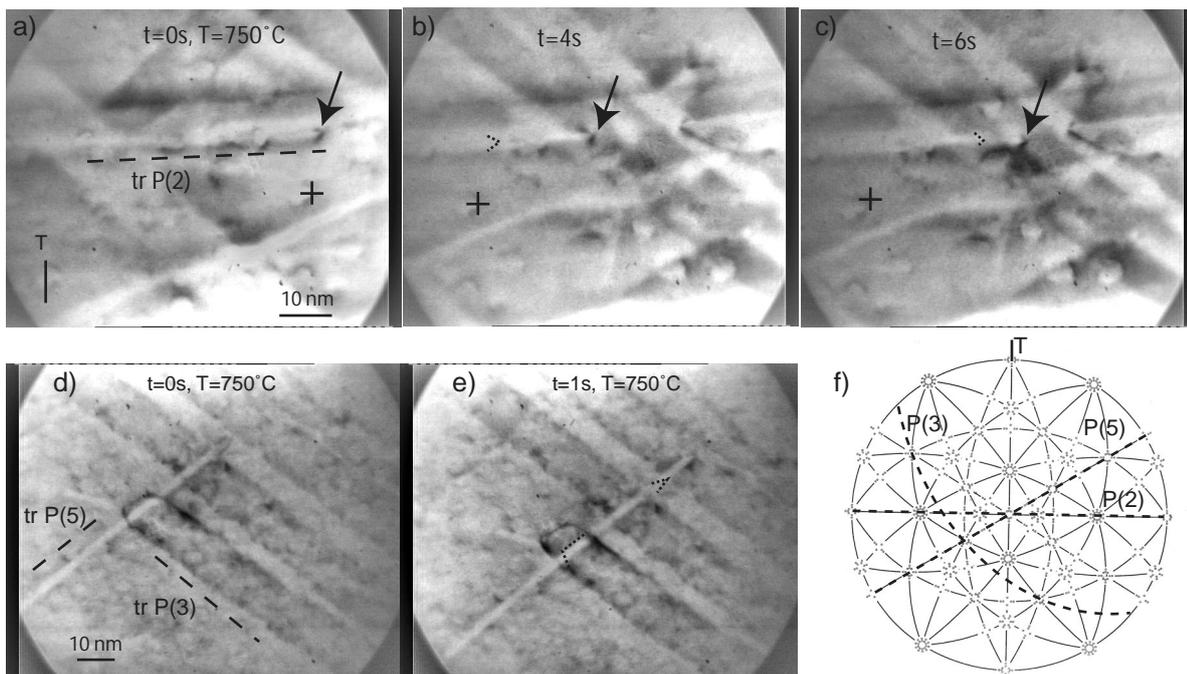


FIG. V.18: *Mouvements de dislocations dans un échantillon déformé sous une contrainte uniaxiale le long de la direction verticale  $T$ , dans un plan binaire (a-c), ternaire et quinaire (d-e), à  $750^\circ C$ . Noter le mouvement de la dislocation (flèche) se déplaçant dans le plan binaire perpendiculaire à l'axe de traction (a-c). Les croix représentent des points fixes, et les pointillés la position de la dislocation sur l'image précédente.*

### V.3.5 Discussion

Le résultat principal de ces expériences *in-situ* est la mise en évidence de mouvements de dislocations dans AlPdMn par montée pure à haute température. Ce résultat est analogue à ceux obtenus dans des échantillons déformés à basse température (voir chapitres III et IV) et dans des échantillons brut de croissance [52, 51, 74, 75]. Nos conclusions sont tirées de la détermination indépendante des plans de déplacement et des vecteurs de Burgers de dislocations individuelles, dont le mouvement a été enregistré. Elles sont corroborées par l'observation de mouvements de dislocations dans le plan perpendiculaire à la direction de traction pour lequel le facteur de Schmid est nul en glissement mais maximum en montée. La montée pourrait être facilitée dans les lames minces à cause d'une nucléation et ou d'une élimination plus facile des lacunes aux surfaces. Cependant, les nombreuses évidences de montée dans les échantillons massifs, nous confortent sur la validité des expériences *in-situ*. Les mouvements par montée dans les plans binaires, quinaires et ternaires se produisent à des vitesses comparables. Les mouvements dans les plans binaires sont plus sinueux que dans les plans quinaires et ternaires, en accord avec les résultats *post mortem*.

Le mouvement sinueux dans les plans binaires favorise la multiplication des dislocations à partir de boucles ouvertes ce qui explique les observations *post-mortem* de paquets de dislocations binaires qui se sont déplacées dans des plans parallèles proches [66]. Les autres sites de nucléation des dislocations sont supposées être des sources de Bardeen-Herring.

Le faible ralentissement des dislocations lors de la formation de jonctions attractives ou par épingleage sur des précipités (voir figure V.7 et figure V.10) semble indiquer que la mobilité des dislocations n'est pas contrôlée par l'ancrage et le désancrage sur des obstacles extrinsèques. Deux types de mouvement sont observés en fonction de la température et de la vitesse des dislocations. A une température donnée, et dans une aire donnée, les dislocations rapides traînent une faute de phases qui disparaît rapidement, alors qu'aucune faute ne peut être observée dans le sillage des plus lentes. Si  $t$  est le temps de vie d'une faute de phases avant qu'elle ne disparaisse, la longueur  $\lambda$  de la faute traînée par la dislocation se déplaçant à la vitesse  $v$ , donnée par  $\lambda = vt$ , est la plus petite pour les dislocations les plus lentes. Pour les plus petites valeurs de  $\lambda$ , non mesurables, les dislocations peuvent donc être considérées comme parfaites pendant leur mouvement. L'observation simultanée de ces deux types de mouvement (dislocations parfaites rapides et imparfaites lentes) à une température donnée montre que le traînage de la faute de phases n'engendre pas une force de friction suffisamment grande pour empêcher le déplacement rapide des dislocations imparfaites. Ceci est en accord avec les faibles valeurs des

énergies de fautes de phasons estimées à partir des mesures de largeurs de dissociation (voir chapitre IV). Ces valeurs correspondent, en effet, à une contrainte de freinage nettement inférieure à la contrainte d'écoulement. Alors que des contraintes de freinage de l'ordre de  $30\text{MPa}$  sont trouvées, les valeurs typiques de contraintes d'écoulement sont de l'ordre de  $500\text{MPa}$  à  $700^\circ\text{C}$ . Les dislocations mobiles ont des formes polygonales avec des côtés parallèles à des directions binaires dans les plans binaires, ternaires et quinaires, et également parallèles à des directions pseudo-binaires dans les plans binaires et, dans une moindre proportion, dans les plans quinaires (les plans ternaires ne contiennent pas de directions pseudo-binaires). Par conséquent, les dislocations dans les plans binaires ont des formes octogonales (avec des angles de  $122^\circ$  et  $148^\circ$ , voir figure V.6), alors que celles dans les plans quinaires restent généralement décagonales (voir figure V.8 et [74]). Ceci montre que l'énergie de ligne d'une dislocation est fortement dépendante de son orientation. Il est important de noter que les dislocations ont des énergies minimum dans ces directions quelque soit le vecteur de Burgers et le plan de mouvement : dislocations ternaires dans des plans ternaires (figure V.16), dislocations quinaires dans des plans quinaires (figure V.12), dislocations binaires dans des plans binaires (voir figure V.4) et quinaires [74]. Puisque les propriétés élastiques d'AlPdMn icosaoédrique sont relativement isotropes [38], cette propriété est probablement liée soit à une configuration de cœur étendue non planaire, comme pour les dislocations vis dans les métaux b.c.c., soit à des liaisons covalentes, comme dans les semi-conducteurs. Takeuchi *et al.* ont estimé l'énergie de cœur en fonction du déplacement et ont trouvé des minima correspondant à ceux d'un potentiel quasi-périodique de Peierls [27]. Bien que cette estimation grossière ait été faite pour comprendre les forces de friction en glissement, elle peut être transposée au cas de la montée. Plus de détails seront fournis au chapitre VI.

L'aspect rectiligne des dislocations mobiles suggère un comportement analogue à celui des dislocations glissant dans les cristaux covalents. D'après la figure V.19, les segments de dislocations mobiles restent rectilignes seulement si la densité de jogs en mouvement est faible, c'est à dire si le temps de nucléation d'une paire de jogs est au plus de l'ordre de grandeur du temps pour les déplacer ensuite jusqu'aux extrémités de la dislocation. Réciproquement, un déplacement lent des jogs et un taux de nucléation de paires de jogs élevé conduirait à des dislocations courbées (figure V.19b). On peut donc supposer que la montée se produit par une nucléation difficile de paires de jogs (crans), suivie par la montée rapide des jogs le long de la ligne de dislocation. Cette conclusion est en accord avec le mouvement rapide de "macro-jogs" comparé aux mouvements lents des segments sur la figure V.10. L'augmentation du taux de nucléation de jogs près de la surface de l'échantillon, comme vu sur la figure V.11, peut être attribuée au gain en

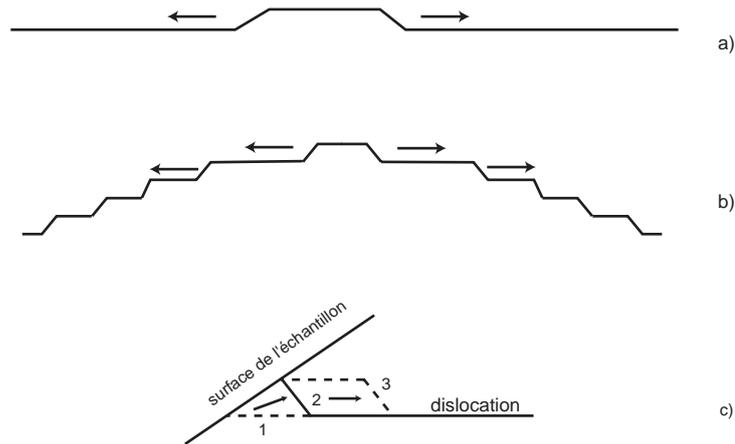


FIG. V.19: Représentation schématique de a) la nucléation difficile de paires de jogs et leur propagation rapide conduisant à une dislocation rectiligne, b) la nucléation facile de paires de jogs et leur propagation lente conduisant à une dislocation courbée, et c) la nucléation facile d'un jog à une surface libre.

énergie de ligne de la dislocation pendant sa formation (voir figure V.19). Un mécanisme de montée similaire, contrôlé par la nucléation difficile de paires de jogs a été également observé pour la croissance de boucles lacunaires dans des métaux trempés et recuits [104]. Des mesures plus précises seront décrites au paragraphe V.5.1.

### V.3.6 Conclusions des observations générales

Les premières observations *in-situ* de mouvements de dislocations dans AlPdMn nous conduisent aux conclusions suivantes :

- Les dislocations de vecteurs de Burgers binaires, ternaires ou quinaires se déplacent par montée pure dans des plans binaires, ternaires et quinaires respectivement. Aucune évidence de glissement n'est observée sur l'ensemble des nombreuses dislocations analysées.
- Le mouvement des dislocations est plutôt planaire dans les plans ternaires et quinaires, et sinueux dans les plans binaires.
- Les dislocations se multiplient et s'annihilent par montée. La multiplication des dislocations dans les plans binaires est facilitée par leur mouvement non-planaire qui correspond à de la montée déviée.
- La mobilité des dislocations n'est pas contrôlée par le franchissement d'obstacles intrinsèques ou extrinsèques.
- Les dislocations se déplaçant dans les plans binaires, ternaires et quinaires présentent des segments rectilignes selon des directions binaires. Celles qui se déplacent dans les plans

binaires et, dans une moindre mesure, dans les plans quinaires sont également facettées selon des directions pseudo-binaires. Ceci, ainsi que l'observation de "macro-jogs" rapides montre que la montée se produit par la nucléation difficile de paires de jogs, et par un déplacement relativement facile de ces jogs le long des lignes de dislocation.

- A plus de  $700^{\circ}\text{C}$ , les dislocations imparfaites rapides traînent des fautes de phasons qui se "dissolvent" rapidement, alors que les plus lentes restent parfaites. Leur occurrence simultanée montre que la force de rappel due au traînage de la faute de phasons est plus faible que la force motrice de montée.

## V.4 Dynamique d'un dipôle de dislocations

Même si le rôle de la montée dans la plasticité d'AlPdMn est indéniable, de nombreux auteurs considèrent que ce rôle serait limité à des processus de restauration [65]. Selon eux, le cisaillement des clusters serait plus difficile que la montée, et contrôlerait donc la mobilité des dislocations. Ainsi, la part relative de la montée et du glissement dans la plasticité des quasi-cristaux est toujours une question ouverte. Dans cette section, nous décrirons une expérience *in-situ* répondant à cette question. Dans cette expérience, un échantillon pseudo-binaire a été chauffé à  $740^{\circ}\text{C}$ . Il s'agit du même échantillon dans lequel une annihilation par montée dans un plan quinaire a été observée (voir figure V.14).

### V.4.1 Observations

Un événement très différent de l'annihilation de la figure V.14 est montré sur la figure V.20. On y voit deux dislocations ( $d_1$  et  $d_2$ ) se déplaçant l'une vers l'autre dans des plans quinaires  $P_A$ . Comme sur la figure V.14, les dislocations apparaissent comme des segments rectilignes orientés selon la direction binaire ( $\vec{u}_1$ ), et laissent des traces de mouvement rectilignes en surface ( $tr.P_B$ ) qui ne disparaissent pas. La configuration finale ( $D$ ) reste stable même après un temps additionnel de chauffage de plusieurs dizaines de minutes, alors que d'autres mouvements persistent et finissent par s'arrêter lorsque la contrainte locale d'écoulement diminue.

Pour comprendre ce comportement différent de celui de la figure V.14, nous avons mené une analyse détaillée et nous avons obtenu les résultats suivants. La configuration finale est constituée de deux dislocations alignées selon la direction pseudo-binaire  $\vec{u}_2$ . Noter que l'intensité globale du contraste de la configuration résultante ( $D$ ) est plus faible que l'intensité globale des deux dislocations d'origine. Ceci est typique des dipôles de dislocations où les champs de contraintes élastiques des dislocations individuelles se compensent partiellement.



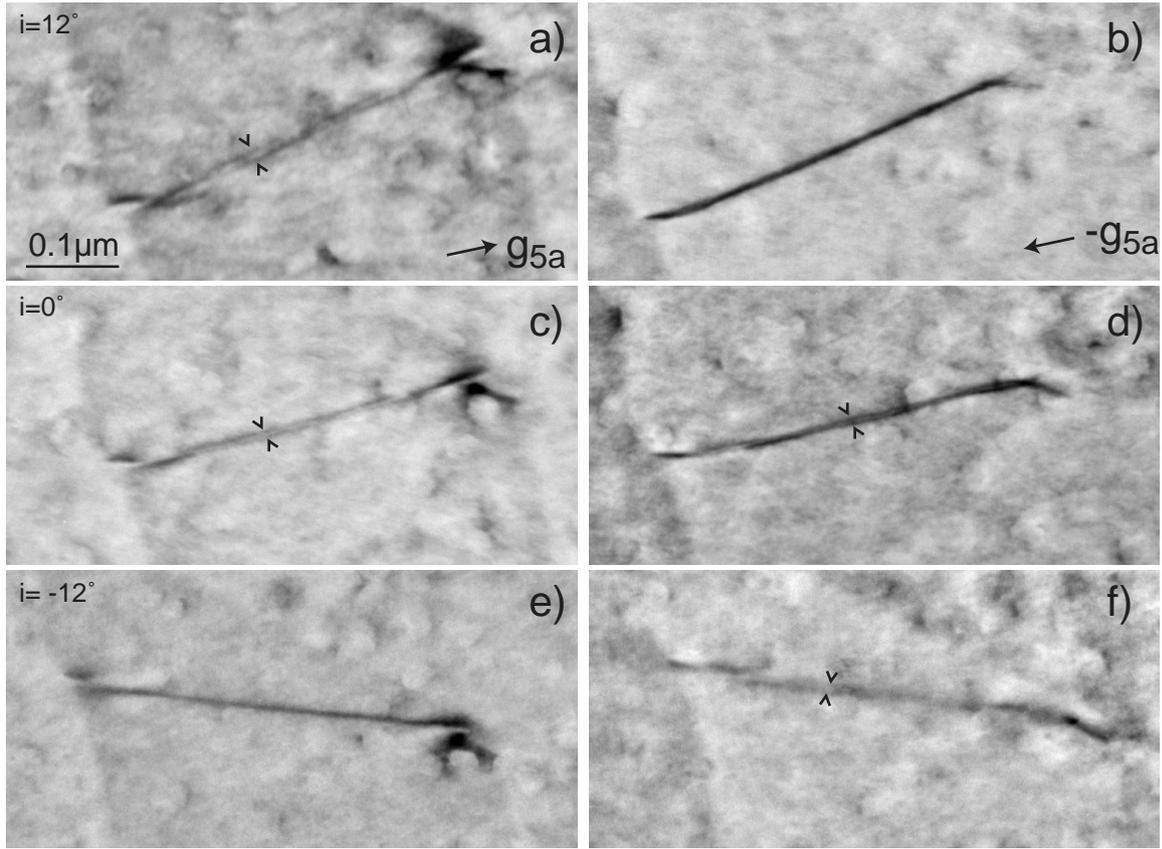


FIG. V.22: Dipôle de dislocations imagé dans les conditions  $\vec{g}_{5a}$  et  $-\vec{g}_{5a}$  et sous différentes inclinaisons.

réelles des dislocations est tel que les images ne se recouvrent que lorsque le plan du dipôle est incliné par rapport au faisceau, pour un signe donné de  $\vec{g}_{5a}$ . Un contraste double est obtenu dans toutes les autres situations, incluant le cas où le plan du dipôle est parallèle au faisceau d'électrons. Dans ce dernier cas, les positions des deux images sont échangées lorsque le signe de  $\vec{g}_{5a}$  est changé. Ceci montre que le plan du dipôle est vu pratiquement debout lorsque  $i = 0^\circ$ , donc qu'il est proche du plan binaire  $P_B$ . On peut remarquer que les traces laissées par les dislocations en surface ne sont pas alignées mais qu'elles se trouvent légèrement décalées d'une distance  $l$  (voir l'encart sur la figure V.23g). Ce décalage indique que les dislocations se sont déplacées dans des plans parallèles proches. Ceci nous permet de déterminer la distance  $d$  entre les plans de déplacement, en utilisant la relation  $d = l \sin \alpha$ , où  $\alpha$  est l'angle entre la surface et le plan de déplacement. En prenant,  $l = 27nm$  et  $\alpha = 27^\circ$ , on trouve  $d \approx 12nm$ .

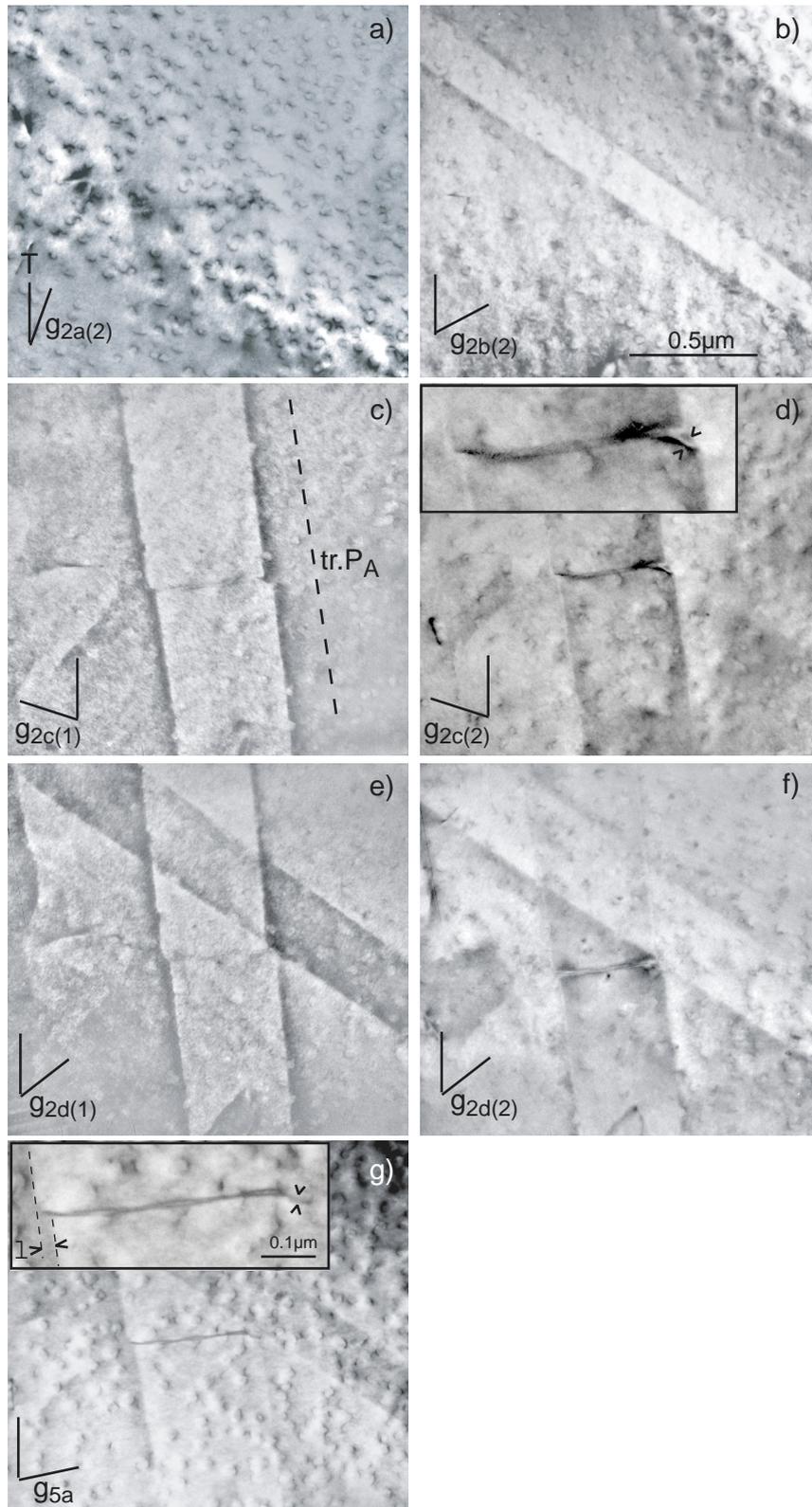


FIG. V.23: Analyse des contrastes du dipôle de dislocations. Noter les conditions d'extinctions faibles en (c)(e), et les contrastes doubles en (d)(f). Le décalage  $l$  entre les directions des traces est montré dans l'encart en (g).

Des conditions d'extinction fortes ont été réalisées en  $\vec{g}_{2a(1)}$  et  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figure V.23a) et en  $\vec{g}_{2b(1)}$  et  $\vec{g}_{2b(2)}$  (figure V.23b). Les dislocations sont également peu visibles en  $\vec{g}_{2c(1)}$  (figure V.23c) et  $\vec{g}_{2d(1)}$  (figure V.23e). Comme elle se trouvent nettement plus visibles pour les vecteurs diffraction  $\vec{g}_{2c(2)}$  et  $\vec{g}_{2d(2)}$   $\tau$  fois plus grands (figure V.23d et f), les conditions  $\vec{g}_{2c(1)}$  et  $\vec{g}_{2d(1)}$  correspondent très probablement à des extinctions faibles. Bien que les dislocations soient proches l'une de l'autre, l'une d'entre elle a clairement un contraste double dans une région où elle se trouve isolée, en  $\vec{g}_{2c(2)}$  (voir les flèches dans l'encart de la figure V.23d) et probablement en  $\vec{g}_{2d(2)}$  bien que le contraste ne soit pas complètement clair (figure V.23f). Un contraste simple en  $\vec{g}_{5a}$  (figure V.23g) complète les observations. Toutes ces conditions sont résumées dans le tableau V.4. Elles conduisent globalement à un vecteur de Burgers quinaire,  $\vec{B} = [3\bar{1}\bar{1}\bar{1}\bar{1}1]$ ,  $\vec{b}_{\parallel} = [4/\bar{2}, \bar{2}/2, 0/0]$  de norme  $0.348nm$  dans  $E_{\parallel}$ , ce qui correspond à un vecteur  $\tau$  fois plus petit que ceux observés précédemment. Ces résultats sont corroborés par l'étude du contraste d'une dislocation isolée se déplaçant dans le même plan au même instant. On peut conclure que, puisque le vecteur de Burgers est perpendiculaire au plan de déplacement, les dislocations se sont déplacées par montée pure, comme cela a été observée précédemment.

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$\vec{G}$	$\vec{G}\vec{B}$	Figure V.23 <sup>1</sup>
$\vec{g}_{2a(1)}$	$2/3, \bar{1}/\bar{2}, 1/1$	$020\bar{2}11$	0	(a) (E)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$3/5, \bar{2}/\bar{3}, 1/2$	$030\bar{3}22$	0	id.
$\vec{g}_{2b(1)}$	$1/2, \bar{1}/\bar{1}, 2/3$	$021\bar{1}02$	0	(b) (E)
$\vec{g}_{2b(2)}$	$2/3, \bar{1}/\bar{2}, 3/5$	$032\bar{2}03$	0	id.
$\vec{g}_{2c(1)}$	$1/2, 1/1, \bar{2}/\bar{3}$	$10\bar{1}02\bar{2}$	0	(c) (EF)
$\vec{g}_{2c(2)}$	$2/3, 1/2, \bar{3}/\bar{5}$	$20\bar{2}03\bar{3}$	2	(d) (D)
$\vec{g}_{2d(1)}$	$\bar{1}/\bar{1}, 2/3, \bar{1}/\bar{2}$	$1\bar{1}020\bar{2}$	0	(e) (EF)
$\vec{g}_{2d(2)}$	$\bar{1}/\bar{2}, 3/5, \bar{2}/\bar{3}$	$2\bar{2}030\bar{3}$	2	(f) (D)
$\vec{g}_{5a}$	$0/0, 1/2, \bar{2}/\bar{3}$	$1\bar{1}\bar{1}1\bar{1}\bar{2}$	1	(g)(V)

TAB. V.4: Conditions de contraste de l'une des deux dislocations du dipôle de vecteur de Burgers  $\vec{B} = [3\bar{1}\bar{1}\bar{1}\bar{1}1]$ ,  $\vec{b}_{\parallel} = [4/\bar{2}, \bar{2}/2, 0/0]$  de norme  $0.348nm$ . <sup>1</sup>E, extinction; D, contraste double; EF, extinction faible; V, visibilité

### V.4.2 Discussion

Dans leur plan de montée d'origine, les deux dislocations se rapprochent à une vitesse de  $6nm/s$  environ. Elles sont soumises à une contrainte motrice interne  $\tau_0$  présente dans toute la zone d'observation, plus une contrainte d'interaction élastique donnée par la relation

$$\tau_c = \frac{\mu b_{\parallel}}{2\pi(1-\nu)} \frac{x(x^2 + 3d^2)}{(x^2 + d^2)^2}$$

où  $x$  est la distance de séparation entre les dislocations projetée dans le plan de montée (voir la figure V.24). La contrainte motrice locale dans la lame mince peut être estimée à une centaine de MPa d'après la mesure effectuée sur la dislocation de la figure V.7. En prenant  $\mu = 53GPa$  à  $740^\circ C$  [36],  $1-\nu \approx 0.75$ ,  $b_{\parallel} = 0.348nm$  et  $d \cong 12nm$ , la contrainte d'interaction est de l'ordre de  $30MPa$  à une distance  $x = 130nm$  (cas de la figure V.21b). Elle croît jusqu'à un maximum de  $359MPa$  pour  $x = 8.1nm$  et décroît rapidement vers zéro pour  $x = 0$ . A cause de la contrainte motrice, les dislocations s'arrêtent un peu en deçà de cette position, puis elles reviennent en arrière à mesure que la contrainte motrice décroît. Si on considère que la contrainte motrice finale est de l'ordre de quelques dizaines de MPa, la position d'équilibre finale du dipôle est donc atteinte lorsque  $x$  est égal à moins de  $1nm$ , en accord avec les conclusions de l'analyse des contrastes. Ceci correspond à un plan du dipôle incliné de moins de  $3^\circ$  par rapport au plan  $P_B$  perpendiculaire au plan de montée, et contenant la direction des dislocations  $\vec{u}_2$  (voir figure V.21). Ce plan définit le plan commun de glissement aux deux dislocations.

Dans les cristaux, ceci constitue un cas idéal d'annihilation des dislocations par glissement avec une contrainte d'interaction

$$\tau_g = \frac{\mu b_{\parallel}}{2\pi(1-\nu)} \frac{1}{d}$$

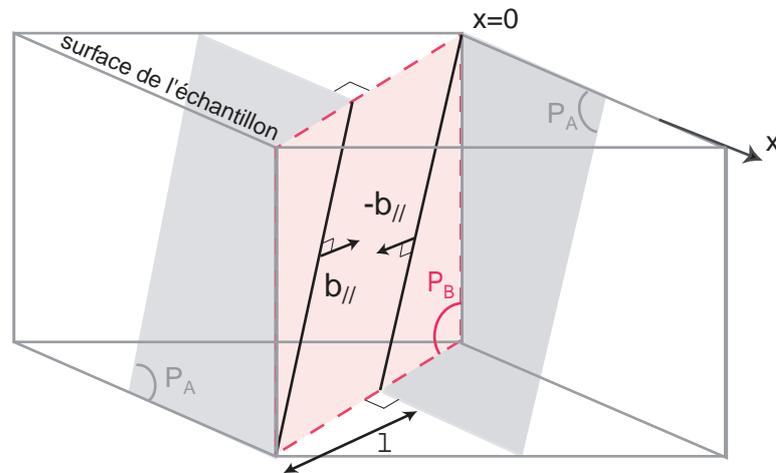


FIG. V.24: Représentation schématique de la formation du dipôle

qui est de l'ordre de  $320\text{MPa}$ . Cette force, qui serait suffisante pour induire une montée rapide, n'est donc pas suffisante pour induire du glissement ! En considérant que la vitesse de glissement est nécessairement inférieure à  $d/t_{obs} = 6.10^{-3}\text{nm/s}$ , où  $t_{obs}$  est le temps d'observation ( $t_{obs} = 1800\text{s}$ ), la vitesse de glissement est au moins 1000 fois plus faible que celle de montée, sous des contraintes équivalentes. Ceci montre que le rapport entre les vitesses de glissement et de montée, au moins dans les plans binaires, est inversé par rapport aux cristaux dans lesquels la montée est d'habitude moins rapide que le glissement, même à haute température. Il doit être noté qu'un tel résultat n'aurait pu être obtenu autrement que par une expérience *in-situ*.

L'origine de la difficulté du glissement par rapport à la montée n'est pas claire pour le moment. Il pourrait s'agir de raisons purement topologiques liées à la rugosité des plans de glissement (voir figure I.14, chapitre I).

La situation présentée ici est analogue à celle du modèle de fluage de Weertman dans les métaux [105]. Dans ce modèle, des segments coin émis par des sources glissent dans des plans parallèles et forment des dipôles par interaction avec des dislocations venant en sens inverse. Des empilements se forment et bloquent les sources. Cependant, les dislocations de tête peuvent s'annihiler par montée, débloquent les sources et permettent la poursuite du glissement. La montée est dans ce cas le processus contrôlant la plasticité. Les rôles du glissement et de la montée étant inversés dans AlPdMn, on pourrait penser que le glissement contrôle la plasticité. Ce n'est certainement pas le cas car, les observations microstructurales dans AlPdMn n'ont pas révélé d'empilement de dislocations, et la densité de dipôles est très faible. Toutefois, la formation de dipôles stables est probablement une source de durcissement. Ce durcissement est toutefois nettement contrebalancé par le processus d'adoucissement aux déformations élevées.

### V.4.3 Conclusions

L'observation et l'analyse de l'évolution et de la formation d'un dipôle lors d'une expérience *in-situ* à  $740^\circ\text{C}$  a permis de montrer que :

- Le dipôle s'est formé par montée pure.
- Le dipôle n'évolue pas de façon significative bien qu'il puisse *a priori* s'annihiler par glissement.
- La rugosité des plans denses de la structure pourrait expliquer la difficulté de ce mécanisme.

De ces observations, nous avons conclu que le glissement dans les plans binaires est un processus au moins 1000 fois plus lent que la montée sous des contraintes similaires.

## V.5 Mesures quantitatives

Deux mesures quantitatives ont été effectuées : la vitesse des segments de dislocations en fonction de leur longueur, et la variation de la vitesse de deux dislocations de vecteurs de Burgers opposés, qui interagissent élastiquement.

### V.5.1 Mesure de la vitesse des dislocations en fonction de leur longueur

Par analogie avec le comportement des dislocations dans les cristaux covalents, nous nous sommes demandés si la vitesse des dislocations pouvait dépendre de leur longueur. L'importance d'un éventuel "effet de longueur" sera discutée dans le chapitre VI.

La figure V.25 montre les différentes positions à intervalle de temps constant d'une dislocation constituée de deux segments ( $d_1$  et  $d_2$ ). Le mouvement de la dislocation conduit au raccourcissement du segment  $d_1$ , ce qui entraîne un décalage de l'apex (point de raccordement entre  $d_1$  et  $d_2$ ) vers la surface supérieure. La longueur des segments a été reportée en fonction de leur vitesse sur le graphe de la figure V.25. Il montre une grande dispersion des mesures et par conséquent l'absence de corrélation entre les deux grandeurs.

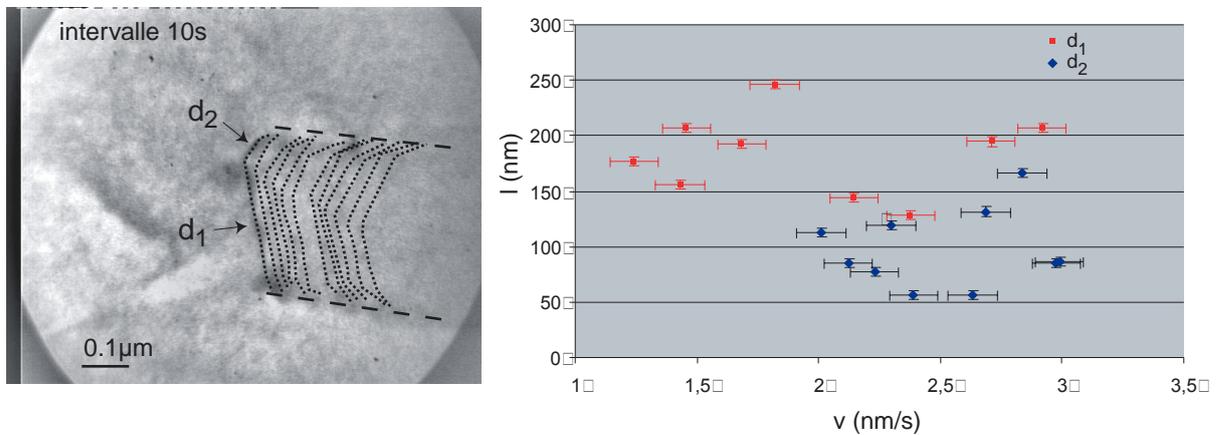


FIG. V.25: Variation de la longueur des segments  $d_1$  et  $d_2$  de la dislocation de la figure V.8 en fonction de leur vitesse. La longueur et la position de ces segments sont reportées en pointillé sur la micrographie toutes les 10 secondes.

La figure V.26 montre une source de dislocations constituée d'une boucle ouverte, notée  $B$ . Cette multiplication est similaire à celle rencontrée sur la figure V.6. Les positions successives de la dislocation ont été reportées à intervalle régulier pendant la croissance de la boucle et la vitesse des segments  $d_1$  à  $d_5$  a été reportée en fonction de leur longueur. On remarque que la

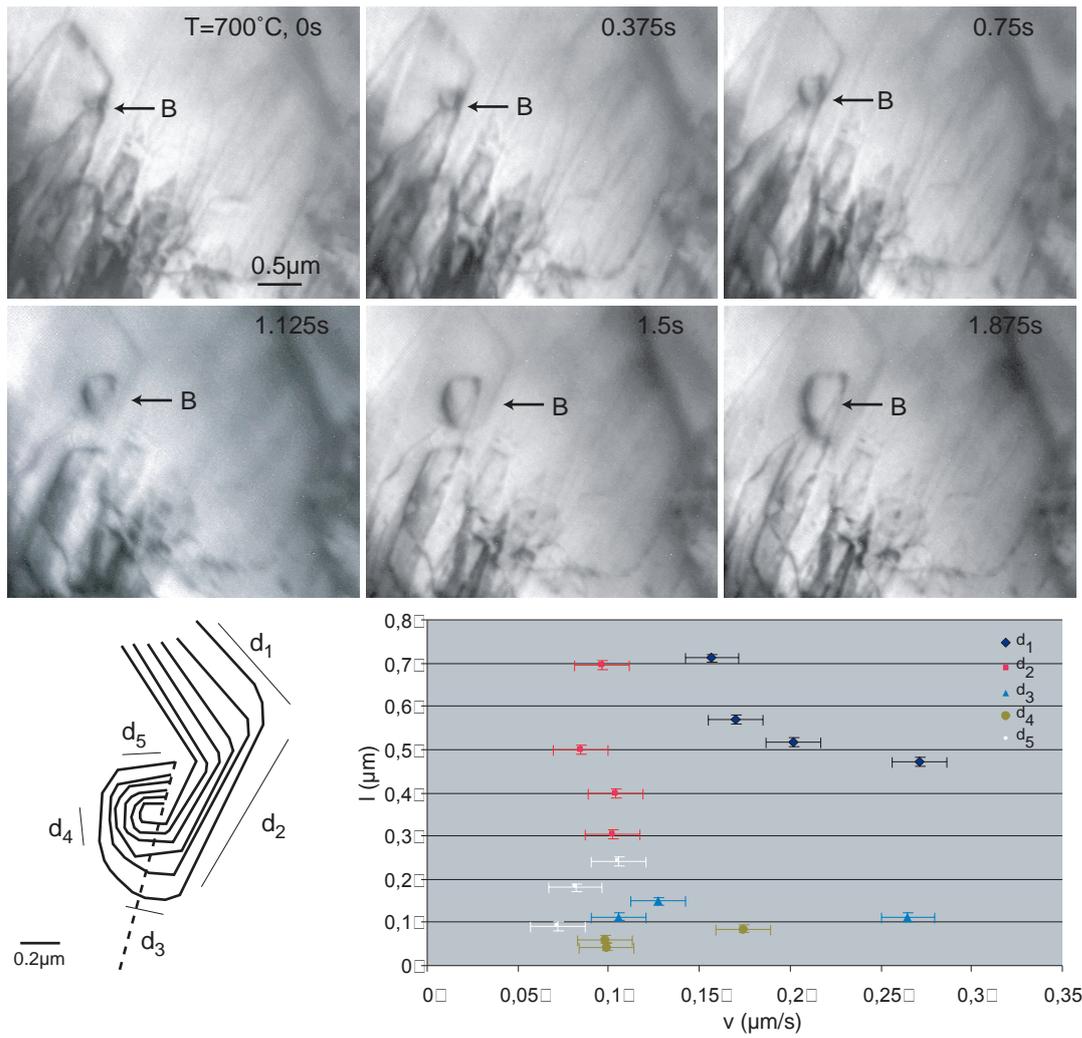


FIG. V.26: Multiplication d'une dislocation par la formation d'une boucle ouverte B. Les positions successives de la dislocation sont représentés schématiquement à intervalle régulier et la vitesse des segments est reportée en fonction de leur longueur.

croissance des différents segments ne s'accompagne pas d'une variation de leur vitesse, en accord avec les mesures précédentes.

Dans ces deux exemples, on observe donc que le mouvement des dislocations s'effectue dans un régime dit sans effet de longueur.

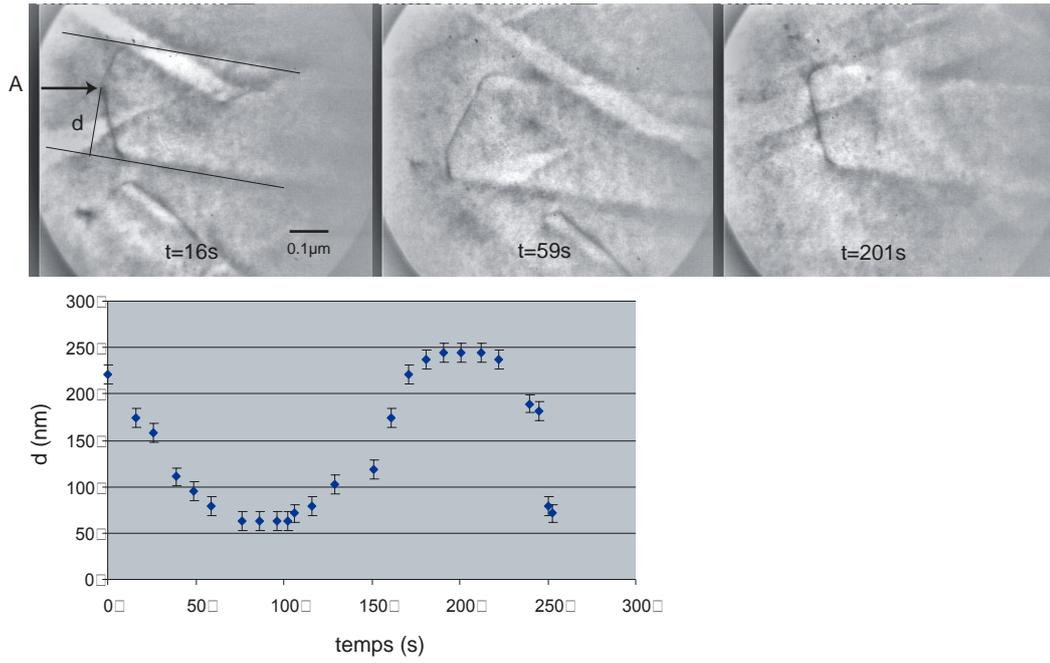


FIG. V.27: Variation de la position de l'apex, par rapport à la surface, formé par deux segments de dislocation se déplaçant dans un plan quinaire (voir V.8) en fonction du temps.

Un éventuel effet de longueur peut également être mis en évidence en observant la position des apex d'une dislocation au cours de son mouvement [106]. La figure V.27 montre le mouvement d'une dislocation dans un plan quinaire. La distance  $d$  entre l'apex de la dislocation, noté  $A$ , et la trace inférieure, est reportée en fonction du temps ( $d = 300\text{nm}$  correspond à la distance entre les deux traces). On voit clairement que sa position oscille, traduisant l'allongement ou le raccourcissement des deux segments adjacents. On note que l'apex ne s'approche pas à moins d'environ  $50\text{nm}$  des surfaces.

Le comportement de l'apex en fonction du régime de vitesse peut être expliqué de la façon suivante :

- Dans le régime sans effet de longueur, la vitesse de chaque segments ( $v_1$  et  $v_2$ ) est constante, de sorte que l'apex suit une trajectoire rectiligne et finit généralement par disparaître sur l'une des surfaces (figure V.28a).
- Dans le régime d'effet de longueur, les vitesses des segments sont proportionnelles à leur longueur ( $v_1/v_2 = l_1/l_2$ ). L'apex est alors stabilisé aux distances  $d_1$  et  $d_2$  des surfaces telles que (figure V.28b) :

$$\frac{v_1}{\sin \theta_1} = \frac{v_2}{\sin \theta_2}$$

$$\text{d'où } \frac{d_1}{d_2} = \frac{\sin^2 \theta_1}{\sin^2 \theta_2}$$

Dans le cas présent, l'absence de stabilisation de l'apex pendant le mouvement de la dislocation est en accord avec l'absence d'effet de longueur mesuré directement sur les figures V.25 et V.26. Toutefois, contrairement aux prédictions de la figure V.28a, l'apex ne disparaît jamais en surface. Ceci pourrait être expliqué par l'existence d'un effet de longueur limité aux segments les plus courts, de longueur inférieure à une valeur critique  $l_c$  (figure V.28c). Dans ce cas, l'apex ne pourrait pas sortir de la lame car une réduction de la longueur  $l_1$  en dessous de la valeur critique  $l_c$  entraîne une diminution de  $v_1$ , donc une augmentation de  $l_1$ . Ceci conduirait l'apex à s'écartier de la surface. Dans ces conditions, la longueur critique semble de l'ordre d'une dizaine de nanomètres à cette température <sup>1</sup>. Elle ne peut être évaluée rigoureusement car la courbure de la dislocation au niveau de l'apex reste difficilement déterminable (figure V.28c).

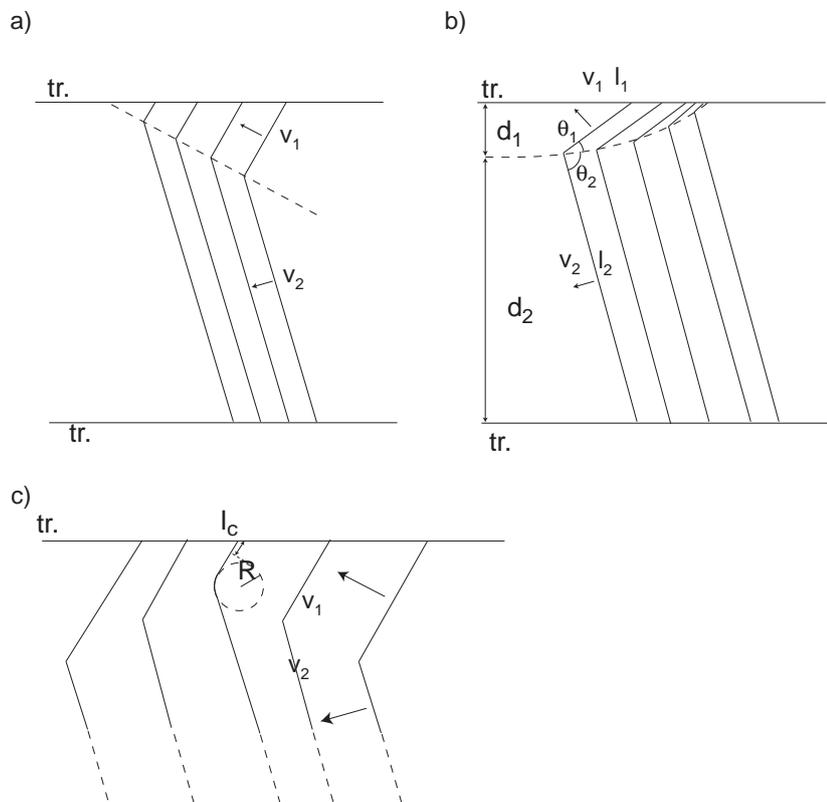


FIG. V.28: Représentation schématique de la position de l'apex A d'une dislocation dans le régime (a) sans effet de longueur, (b) avec effet de longueur. La transition entre les deux régimes pour une longueur critique  $l_c$  est montrée en (c). D'après [106]

<sup>1</sup>on ne peut cependant pas exclure des effets de surfaces

### V.5.2 Mesure de la vitesse d'une dislocation en fonction de la contrainte locale

Dans le cas de l'annihilation de la figure V.14 il a été possible de mesurer la variation de la vitesse ( $v$ ) des dislocations (égale à la moitié de leur vitesse de rapprochement relative) en fonction de leur distance de séparation ( $r$ ) (figure V.29). Dans le cas de la formation du dipôle (figure V.20), aucun résultat clair n'a pu être extrait car une légère variation de la température au cours de l'expérience a changé notablement la valeur de la contrainte d'origine thermique,  $\tau_0$ .

Malgré l'importance des erreurs de mesure, on peut remarquer que la vitesse des dislocations augmente progressivement à cause de l'augmentation de leur force d'interaction élastique. Cette

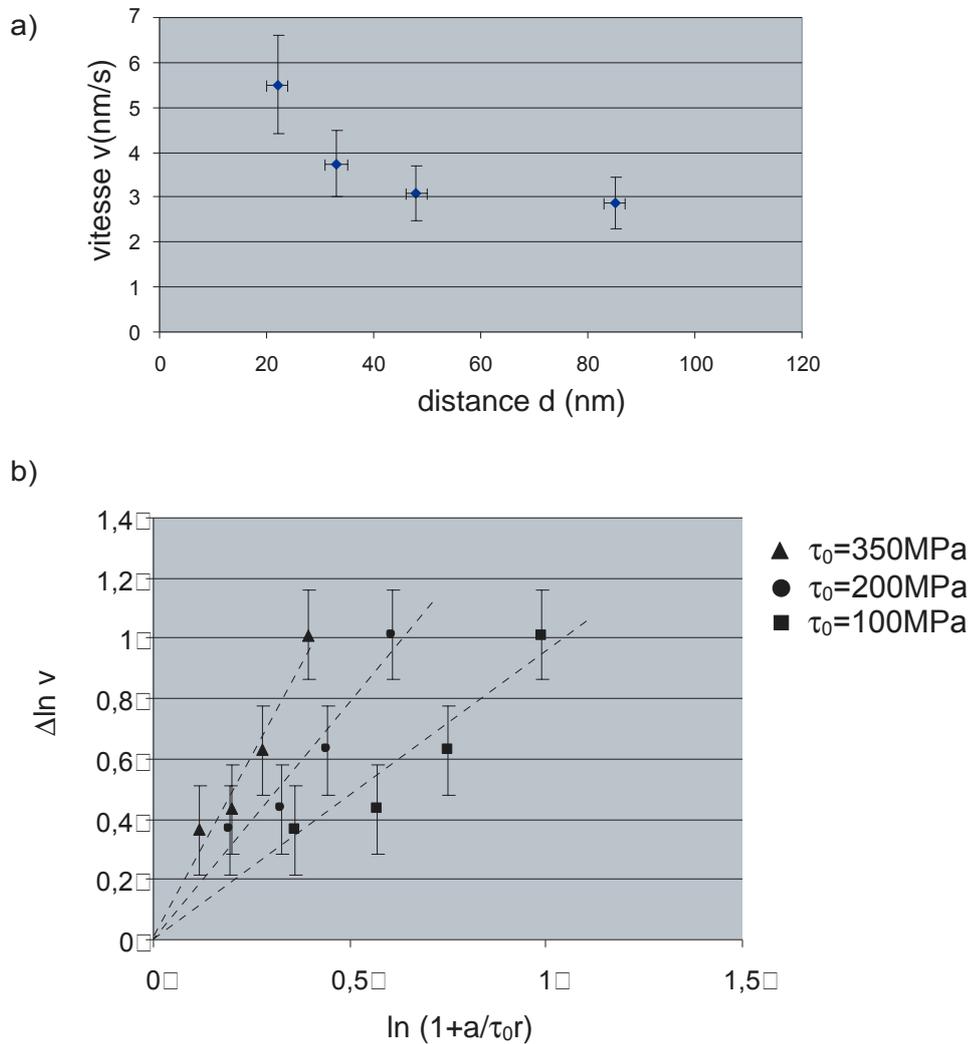


FIG. V.29: a) Variation de la vitesse des dislocations ( $v$ ) de la figure V.14 en fonction de leur distance de séparation. b) Graphe  $\Delta \ln v$  en fonction de  $\ln\left(1 + \frac{a}{\tau_0 r}\right)$  pour trois contraintes résolues  $\tau_0$ , et leurs trois meilleures régressions linéaires.

interaction élastique peut être exprimée simplement si on considère que les dislocations sont des segments rectilignes, parallèles à  $\vec{u}_1$ , et que leur distance de séparation est inférieure à leur longueur. Cette contrainte d'interaction est alors proportionnelle à  $\frac{a}{r}$  avec  $a = \frac{\mu b_{\parallel}}{2\pi(1-\nu)}$ . Comme les segments qui interagissent ne débouchent pas sur les surfaces, d'éventuels effets de lame mince sont évités. D'autre part, pour une température donnée, la vitesse peut être exprimée par une loi puissance de la contrainte, qui s'écrit :

$$v = A \left( \tau_0 + \frac{a}{r} \right)^m$$

où  $A$  est une constante,  $\tau_0$  est la contrainte motrice d'origine thermique, et  $\tau_i = \frac{a}{r}$  est la contrainte d'interaction. La difficulté de la mesure consiste à estimer  $\tau_0$ . On peut l'encadrer par les considérations suivantes. A partir des expériences de déformation à vitesse de déformation constante, on peut évaluer la vitesse des dislocations par la formule d'Orowan :  $\dot{\epsilon} = \rho_m b_{\parallel} v$ . A  $730^\circ C$ , la densité moyenne de dislocations a été estimée à  $\rho_m = 6.10^{13} m^{-2}$  à partir d'essais de déformation à vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$  [55]. En prenant  $b_{\parallel} \cong 0.2 nm$ , on trouve une vitesse des dislocations de l'ordre du nanomètre par seconde, ce qui est du même ordre de grandeur que la vitesse de nos dislocations ( $\cong 3 nm/s$ ). Dans ces conditions, la contrainte macroscopique appliquée ( $\sigma$ ) est de l'ordre de 300 à 400 MPa. Toutefois, la seule mesure *in-situ* de la contrainte locale nous a donné une valeur largement inférieure à la contrainte d'écoulement, de l'ordre d'une centaine de MPa.

Quand les dislocations se trouvent éloignées l'une de l'autre, on peut écrire que

$$v_0 = A \tau_0^m$$

Il est alors pratique d'écrire :

$$\Delta \ln v = \ln v - \ln v_0 = m \ln \left( 1 + \frac{a}{\tau_0 r} \right)$$

La figure V.29b représente la variation de  $\Delta \ln v$  en fonction de  $\ln \left( 1 + \frac{a}{\tau_0 r} \right)$  pour trois valeurs différentes de  $\tau_0$  dans la gamme 100 – 350 MPa. Même si le vecteur de Burgers est ici inconnu, on peut raisonnablement supposer que sa norme dans  $E_{\parallel}$  est 0.358 nm, comme pour les dislocations du dipôle qui s'est formé dans la même partie de l'échantillon (voir figure V.20). La vitesse  $v_0$  est ajustée à 2.0 nm/s pour obtenir la meilleure régression linéaire avec les données expérimentales. Cette valeur est raisonnable si on la compare avec la plus petite valeur expérimentale (2.9 nm/s). On en déduit finalement que  $m = 2.1$  pour  $\tau_0 = 300 MPa$ ,  $m = 1.6$  pour  $\tau_0 = 200 MPa$ , et  $m \approx 1$  pour  $\tau_0 \approx 100 MPa$ .

Ces valeurs de  $m$  comprises entre 1 et 3 sont nettement inférieures aux valeurs d'exposant de contrainte trouvées par essais de relaxation mécanique. Par exemple, à  $725^{\circ}\text{C}$ , Brunner *et al.* obtiennent un exposant de contrainte égal à 4.7 [107]. Des explications pour ce désaccord apparent seront proposées dans le chapitre VI.

## V.6 Conclusions

Les observations *in-situ* dans AlPdMn conduisent aux conclusions suivantes :

- Les dislocations se déplacent par montée pure à haute température ( $> 700^{\circ}\text{C}$ ).
- Le glissement des dislocations dans les plans binaires est un mécanisme au moins 1000 fois plus lent que la montée, au moins à haute température.
- La contrainte locale au niveau des dislocations est largement inférieure à la contrainte d'écoulement macroscopique dans les mêmes conditions. L'exposant de contrainte microscopique relatif à la montée est compris entre 1 et 3.
- L'aspect rectiligne des dislocations mobiles et le déplacement rapide des macro-jogs le long de la ligne suggèrent que la vitesse des dislocations est contrôlée par un mécanisme de nucléation difficile de paires de jogs suivie de la diffusion relativement facile de ces jogs le long des lignes de dislocations.
- La vitesse des dislocations ne dépend pas de leur longueur, sauf peut être en dessous d'une longueur critique trop faible pour être mesurée.





# Chapitre VI

## Modèle de Plasticité dans AlPdMn

### VI.1 Introduction

Les nombreuses évidences de montée associées à la très grande difficulté du glissement (voir chapitre V), montrent que les modèles de plasticité de AlPdMn décrits au chapitre I doivent être révisés.

Le modèle que nous proposons de décrire ici est basé sur la montée contrôlée par la nucléation difficile de paires de jogs. Nous verrons en particulier que, contrairement aux modèles classiques de montée dont nous rappellerons tout d'abord les principes, ce modèle rend compte à la fois des observations microstructurales et des valeurs des paramètres d'activation. Il est en grande partie applicable à tout matériau, cristallin ou quasi-cristallin, qui se déforme par montée pure ou mixte et sans glissement. Cette situation a été décrite initialement par Nabarro pour expliquer le fluage à haute température. Le résumé de cette théorie nous permettra de rappeler, dans une première partie, la nécessité d'avoir des dislocations comme sources et puits de lacunes. Toutefois, les premiers modèles de plasticité ne permettent pas de rendre compte des énergies d'activation et des exposants de contrainte mesurés ultérieurement dans le magnésium et le béryllium dans des conditions de montée pure [101, 102].

Dans une seconde partie, nous traiterons des mécanismes élémentaires de montée. Nous écrirons pour cela les équations de la vitesse des dislocations d'abord dans l'approximation où les jogs sont à l'équilibre thermique (cas des faibles contraintes), puis dans le cas où les dislocations se déplacent par nucléation de paires de jogs (cas des fortes contraintes). Nous en profiterons pour introduire la contrainte chimique de sous/sur saturation de lacune,  $\tau_{ch}$ .

Nous verrons, dans une troisième partie, que dans l'approximation des fortes contraintes, il est possible d'expliquer les courbes contrainte-déformation moyennant l'introduction de la contrainte

interne  $\tau_i$  telle que la contrainte totale est  $\tau = \tau_m + \tau_{ch} + \tau_i$ , où  $\tau_m$  est la contrainte de montée. On indiquera les parties spécifiques à AlPdMn. On estimera les ordres de grandeur de ces contraintes, et on verra que  $\tau_{ch} \approx \tau/2$  et que  $\tau_i$  peut varier entre 0 et  $\tau/3$ , de telle sorte que la contrainte de montée  $\tau_m$  peut être aussi faible que  $\tau/6$ . Ceci est particulièrement important dans la mesure où la dépendance en contrainte de la vitesse de montée mesurée pendant une expérience transitoire,  $m = \frac{\partial \ln v}{\partial \ln \tau}$ , n'est pas égale à 1 (comme on le suppose habituellement) mais supérieure ou égale au rapport  $\frac{\tau}{\tau_m}$ . La dernière partie sera consacrée aux comparaisons entre les valeurs théoriques et expérimentales des divers paramètres de la montée dans le cas d'AlPdMn.

## VI.2 La montée dans la littérature

La montée implique un déplacement de matière sur de grandes distances. Ceci est assuré dans les cristaux par le mouvement de lacunes ou d'interstitiels. On supposera qu'il en est de même dans les quasi-cristaux. Dans la suite, on considérera uniquement les mécanismes impliquant des lacunes, mais les mêmes conclusions s'appliqueraient aux interstitiels. La densité atomique de lacunes à l'équilibre thermique est donnée par la relation

$$c^0 = \exp\left(-\frac{U_f}{kT}\right) \quad (\text{VI.1})$$

où  $U_f$  est leur énergie de formation. Le coefficient de diffusion d'une lacune peut être défini à partir de la fréquence de saut d'un site à un site adjacent par [109] :

$$D = a^2 \nu_D \exp\left(-\frac{U_d}{kT}\right) \quad (\text{VI.2})$$

où  $a$  est la distance interatomique moyenne,  $\nu_D$  la fréquence atomique de vibration de Debye et  $U_d$  est l'énergie de diffusion. Dans ces conditions on définit le coefficient d'auto-diffusion par :

$$D_{sd} = c^0 D = a^2 \nu_D \exp\left(-\frac{U_{sd}}{kT}\right) \quad (\text{VI.3})$$

où  $U_{sd} = U_d + U_f$  est l'énergie d'auto-diffusion.

C'est Nabarro qui le premier eut l'idée que la déformation en fluage de certains matériaux à grains fins pouvait être expliquée par le transport de matière par diffusion [110]. Si on considère d'abord un petit volume de cristal soumis à une contrainte uniaxiale  $\tau$ , la formation d'une lacune sur les surfaces en compression  $A$  s'accompagne d'un travail  $\tau\Omega$ . Leur concentration est donc

$$c = c^0 \exp\left(-\frac{\tau\Omega}{kT}\right)$$

alors que la concentration sur les faces  $B$  est  $c^0$ . Il s'établit donc un flux de lacunes de  $A$  vers  $B$ , c'est à dire un flux de matière dans le sens opposé qui assure la déformation macroscopique. Le

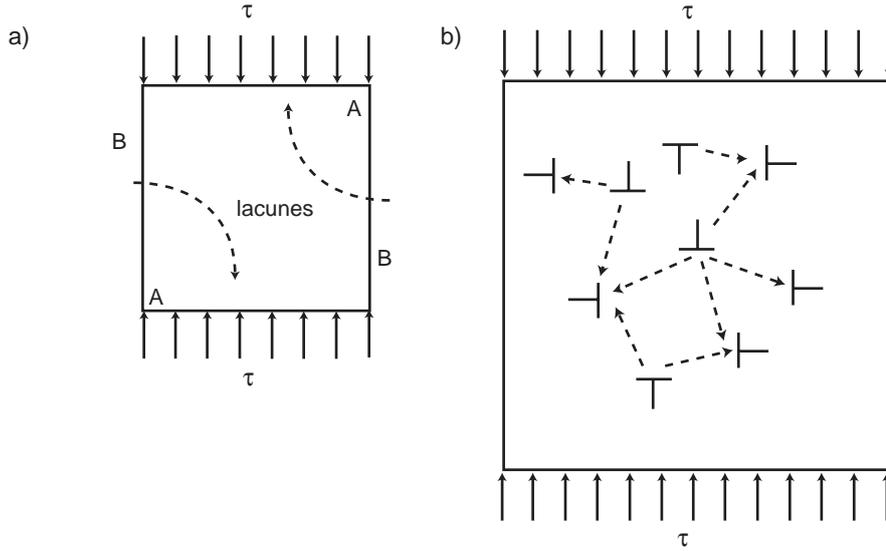


FIG. VI.1: Fluages de type Nabarro (a) par diffusion directe de lacunes entre les surfaces B et A sous l'influence de la contrainte uniaxiale  $\tau$  et (b) par échange de lacunes entre dislocations servant de sources et de puits.

calcul du flux de lacunes conduit alors, pour les faibles contraintes à la loi de fluage suivante :

$$\dot{\epsilon} \propto \frac{D_{sd} \sigma \Omega}{l^2 kT} \quad (\text{VI.4})$$

où  $l$  est la taille du cristal. Herring a ensuite appliqué ce modèle au cas de polycristaux à grains fins [111]. On aboutit à une loi similaire à VI.4,  $l$  étant la taille caractéristique du grain. Cette loi semble vérifiée dans de nombreux cas en particulier pour le cuivre [112] ou pour les cristaux ioniques fragiles tels  $UO_2$  [113] ou  $Al_2O_3$  [114]. Elle donne lieu à des vitesses de fluage qui augmentent en diminuant la taille des grains car les distances parcourues par les lacunes entre les sources et les puits (ici les joints de grains) sont plus petites.

A haute température, Harper et Dorn ont cependant montré que l'aluminum polycristallin ne suivait pas le modèle de Herring. En particulier, la vitesse de fluage est de plusieurs ordres de grandeur supérieure aux prédictions de ce modèle [115]. Cette situation peut s'expliquer en généralisant le modèle de Nabarro-Herring à un réseau de dislocations jouant le rôle de puits et de sources de lacunes [116]. La concentration de lacunes près des dislocations est augmentée ou diminuée suivant l'orientation du vecteur de Burgers de la dislocation par rapport à la contrainte. Le gradient de concentration entraîne un flux de lacunes entre les dislocations provoquant leur déplacement par montée (figure VI.1b). Le problème de diffusion permettant le calcul du flux de lacunes est traité par Nabarro en considérant un réseau tridimensionnel de dislocations coin.

On aboutit à une loi de fluage du type :

$$\dot{\epsilon} \propto D_{sd}\sigma^3 \quad (\text{VI.5})$$

Ce modèle permet d'expliquer des vitesses de fluage plus élevées car les distances parcourues par les lacunes sont plus petites. L'observation de dislocations jouant le rôle de puits et sources de lacunes dans AlPdMn (voir chapitre IV) suggère un processus analogue.

Les travaux de Edelin et Poirier [102] et de Le Hazzif *et al.* [101] sur la plasticité à haute température du magnésium et du béryllium orientés selon leur axe  $\mathbf{c}$  sont idéaux pour comprendre les mécanismes de déformation par montée. En effet, tous les modes de glissement facile sont inhibés et les observations microstructurales montrent que la déformation est assurée par nucléation et montée pure de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{c}$  dans les plans (0001). La présence de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}$  non soumises à la contrainte mécanique laisse supposer qu'elles servent alors de sources de lacunes aux dislocations  $\mathbf{c}$ . Cette situation est en tout point semblable à celle que nous avons observée au chapitre IV. La mesure de la densité de dislocations en fonction de la vitesse de déformation a permis aux auteurs de calculer la vitesse de montée des dislocations à partir de la relation d'Orowan ( $\dot{\epsilon} = \rho b v$ ). Les auteurs ont ensuite déterminé l'influence de la température et de la contrainte sur cette vitesse. Ils trouvent alors que la courbe de la vitesse en fonction de la température suit une loi de type Arrhénius avec une énergie d'activation de l'ordre de  $2eV$  supérieure à l'énergie d'auto-diffusion. L'influence de la contrainte sur la vitesse de montée peut être représentée par un exposant de contrainte  $m = \frac{\partial \ln v}{\partial \ln \tau}$  de l'ordre de 3. Or, les anciens modèles de montée donnent une vitesse des dislocations [117]

$$v \propto D_{sd}\sigma \propto \sigma \exp\left(-\frac{U_{sd}}{kT}\right) \quad (\text{VI.6})$$

ce qui conduit à une énergie d'activation égale à celle de l'auto-diffusion, et à un exposant de contrainte  $m$  égal à 1.

Edelin *et al.* [102] suggère cependant que l'énergie d'activation comprenne également l'énergie de formation des jogs  $U_j$ . On voit qu'il y a une analogie très forte entre cette situation et la plasticité d'AlPdMn. Dans les deux cas, la déformation se produit par montée pure, mais les paramètres d'activation semblent incompatibles avec ce mécanisme.

Après avoir décrit plus précisément les mécanismes élémentaires de montée, nous verrons comment un modèle plus élaboré peut rendre compte des valeurs expérimentales des paramètres d'activation.

### VI.3 Mécanismes élémentaires de montée aux faibles contraintes

La montée d'une dislocation s'effectue par l'absorption ou l'émission de lacunes au niveau des crans ("jogs" en anglais). Le mouvement d'un jog le long d'une dislocation résulte de processus variés impliquant d'une part la contrainte mécanique et d'autre part une contrainte chimique que nous allons définir. Nous commencerons par traiter le cas des faibles contraintes. Pour plus de détails voir [118].

#### VI.3.1 Absorption de lacunes assistée par la contrainte mécanique

Cette situation est celle des dislocations qui montent dans le plan perpendiculaire à l'axe de compression dans les échantillons observés au chapitre IV. Par convention, la contrainte mécanique est prise positive lorsqu'elle favorise l'absorption de lacunes. On suppose également qu'il n'y a pas de diffusion de coeur ("pipe diffusion"). On supposera que le volume atomique moyen d'une lacunes est  $\Omega \approx a^3$  où  $a$  est le paramètre de maille.

Le mouvement d'un jog par absorption d'une lacune requiert la diffusion de cette lacune à partir d'un des  $n$  sites voisins. La fréquence d'absorption est alors donnée par :

$$\nu_j^+ = n\nu_D c^j \exp\left(-\frac{U_d}{kT}\right) \quad (\text{VI.7})$$

soit, d'après VI.1, VI.2 et VI.3

$$\nu_j^+ = \frac{nD_{sd}}{a^2} \frac{c^j}{c^0} \quad (\text{VI.8})$$

où  $c^j$  est la densité de lacunes sur les  $n$  sites proches du jog.

Le jog peut également revenir en arrière en émettant une lacune. Ce mouvement requiert la formation et la diffusion d'une lacune (énergie d'autodiffusion). Comme ce mouvement s'effectue dans le sens contraire à la contrainte, l'énergie d'autodiffusion est augmentée par le travail  $\tau\Omega$ .

La fréquence d'émission d'une lacune est donc donnée par la relation :

$$\nu_j^- = n\nu_D \exp\left(-\frac{U_{sd} + \tau\Omega}{kT}\right) = \frac{nD_{sd}}{a^2} \exp\left(\frac{-\tau\Omega}{kT}\right) \quad (\text{VI.9})$$

Le flux de lacunes absorbées au niveau d'un jog s'exprime simplement d'après VI.8 et VI.9 par :

$$\phi_a = \nu_j^+ - \nu_j^- = n \frac{D_{sd}}{a^2} \left\{ \frac{c^j}{c^0} - \exp\left(\frac{-\tau\Omega}{kT}\right) \right\} \quad (\text{VI.10})$$

Par ailleurs, on a un flux de lacunes qui diffusent vers les jogs. Si on considère que cette diffusion a une symétrie sphérique (cas d'une faible densité de jogs, c'est à dire d'une dislocation relativement

rectiligne), et si on prend comme conditions aux limites  $c = c^j$  près du jog et  $c = c^s$  loin du jog, on peut écrire que le flux diffusé est :

$$\phi_d = -4\pi \frac{D}{\Omega} (c^j - c^s) = -4\pi \frac{D_{sd}}{\Omega} \frac{c^j - c^s}{c^0} \quad (\text{VI.11})$$

Notons que  $c^s$  est la concentration moyenne de lacunes entre les dislocations, qui peut être différente de la concentration à l'équilibre thermique  $c^0$  (sous ou sur saturation de lacunes).

En écrivant que les deux flux  $\phi_a$  et  $\phi_d$  sont égaux, il est alors possible de déterminer la concentration de lacunes  $c^j$  au voisinage des jogs. On aboutit alors finalement à l'expression du flux de lacunes absorbées :

$$\phi_a = -\frac{4\pi n}{4\pi + n} \frac{D_{sd}}{a^2} \left\{ \exp\left(-\frac{\tau\Omega}{kT}\right) - \frac{c^s}{c^0} \right\} \quad (\text{VI.12})$$

L'aire balayée par un jog lorsqu'il absorbe une lacune est  $\Omega/b$  soit  $\phi_a\Omega/b$  par unité de temps. La vitesse d'un jog est donc  $v_j = \phi_a\Omega/ba$ . La vitesse d'une dislocation est alors donnée par :

$$v = c_j v_j = \frac{\phi_a\Omega}{bx} \quad (\text{VI.13})$$

où  $c_j$  est la densité de jogs donnée par

$$c_j = \exp\left(-\frac{U_j}{kT}\right) \quad (\text{VI.14})$$

et où  $U_j$  est l'énergie de formation d'un jog et  $x = \frac{a}{c_j}$  est la distance inter-jog. On aboutit finalement d'après VI.12 et VI.13, en prenant  $\Omega \approx a^3$ , à :

$$v = \frac{4\pi n}{4\pi + n} D_{sd} \frac{a}{bx} \left\{ \frac{c^s}{c^0} - \exp\left(-\frac{\tau\Omega}{kT}\right) \right\} \quad (\text{VI.15})$$

On peut remarquer que le terme entre parenthèses peut être réécrit de façon plus homogène si l'on définit la contrainte chimique de sous/sur-saturation (ou contrainte osmotique) :

$$\tau_{ch} = \frac{kT}{\Omega} \ln \frac{c^0}{c^s} \quad (\text{VI.16})$$

Elle provient d'un écart de la concentration de lacunes entre les dislocations par rapport à sa valeur d'équilibre thermique (on vérifie que cette contrainte est nulle lorsque  $c^s = c^0$ ). Un travail de la contrainte chimique correspond à la variation de la concentration de lacunes donc une variation du potentiel chimique  $kT \ln(c/c^0)$  [99]. On comprend bien que le mouvement des dislocations qui absorbent des lacunes (chapitre IV) entraîne une diminution de leur densité ( $c^s < c^0$ ), d'où une augmentation de la contrainte chimique qui vient s'opposer à leur mouvement. L'équation VI.15 se met alors sous la forme :

$$v = \frac{4n\pi}{4\pi + n} D_{sd} \frac{a}{bx} \left\{ \exp\left(-\frac{\tau_{ch}\Omega}{kT}\right) - \exp\left(-\frac{\tau\Omega}{kT}\right) \right\} \quad (\text{VI.17})$$

Ceci se réduit dans l'approximation  $\tau\Omega \ll kT$  à :

$$v = \frac{4n\pi}{4\pi + n} D_{sd} \frac{a}{bx} \frac{\Omega}{kT} (\tau - \tau_{ch}) \quad (\text{VI.18})$$

On voit que la contrainte motrice de montée est alors  $\tau_m = \tau - \tau_{ch}$ . Notons que lorsque la densité de dislocations est élevée on doit également tenir compte d'une contrainte interne  $\tau_i$ . La contrainte motrice est alors  $\tau_m = \tau - \tau_{ch} - \tau_i$ . D'après les équations VI.3, VI.14 et VI.18, l'énergie d'activation  $U_{sd} + U_j$  est supérieure à l'énergie d'autodiffusion. La dépendance en contrainte pendant un saut de vitesse dépend de la valeur de la contrainte chimique (voir plus loin).

### VI.3.2 Emission de lacunes assistée par la contrainte chimique

Cette situation est celle des dislocations se déplaçant dans les plans parallèles à l'axe de compression (chapitre IV). Ces dislocations ne sont pas soumises à la contrainte mécanique et ne participent pas directement à la plasticité. Cependant, lorsqu'une sous-saturation de lacunes importante apparaît, la force chimique peut servir de contrainte motrice. Les considérations précédentes restent valables. On obtient alors :

$$v = \frac{4n\pi}{4\pi + n} D_{sd} \frac{a}{bx} \frac{\Omega}{kT} \tau_{ch} \quad (\text{VI.19})$$

La contrainte motrice est  $\tau_{ch} - \tau_i$  si on prend en compte en plus la contrainte interne.

## VI.4 Montée par nucléation de paires de jogs

Quand la contrainte est plus grande, les jogs se déplacent plus rapidement le long des dislocations. Leur densité n'est alors plus à l'équilibre thermique et l'expression VI.14 de  $c_j$  doit être modifiée. Il est nécessaire d'envisager des nucléations de paires de jogs sous l'effet de la contrainte et de l'activation thermique. On se trouve alors dans une situation analogue à celle des dislocations qui glissent par nucléation et propagation de paires de décrochements (kinks en anglais) dans les cristaux covalents (modèle de Hirth et Lothe [99]). Dans les deux cas, le mouvement des kinks/jogs peut en effet être décrit par une loi de diffusion contrôlée soit par la migration des kinks soit par la montée des jogs. Cette analogie est renforcée dans le cas d'AlPdMn par l'observation de dislocations rectilignes qui se déplacent de manière visqueuse comme dans le silicium. Dans les cristaux métalliques, les vallées de Peierls sont dues à des dissociations non-planaires. Dans les cristaux covalents, elles correspondent aux directions et positions où les liaisons covalentes sont les moins distordues. Dans AlPdMn, leur origine n'est pour l'instant pas connue.

Hirth et Lothe font remarquer qu'on peut remplacer l'énergie de nucléation de paires de kinks par celle d'une paire de jogs  $U_{jp}^{(c)}(\tau_m)$ <sup>1</sup> et l'énergie de migration par l'énergie d'auto-diffusion [99]. Comme dans les cristaux covalents, on définit une distance moyenne entre jogs définie sur la figure VI.2 :

$$X = \frac{a}{c_j} = \exp\left(\frac{U_{jp}^{(c)}(\tau_m)}{2kT}\right) \quad (\text{VI.20})$$

Le temps mis par les jogs pour parcourir la distance  $X$  est égal au temps de nucléation d'une paire de jogs sur un segment rectiligne de longueur  $X$ . Deux situations peuvent alors se rencontrer :

- Régime de collision de paires de jogs ou régime de vitesse indépendante de la longueur  $L$  des dislocations ( $L > X$ ). Dans ce cas, le temps entre deux nucléations de paires de jogs est plus petit que le temps nécessaire à leur propagation jusqu'aux extrémités de la dislocation. Ceci peut conduire à deux types de comportement :

1. Lorsque  $L \gg X$ , la dislocation évolue vers la forme courbée schématisée figure VI.2a. La longueur du segment de tête A s'ajuste à la valeur moyenne  $X$  de telle sorte que dès que deux jogs opposés sont séparés de la distance  $X$  une autre paire apparaît. Les paires de jogs nucléées sur les segments B ne modifient pas la valeur moyenne de la distance  $X$  entre les autres jogs de même signe. La vitesse de la dislocation est donc celle du segment de tête.
2. Lorsque  $L$  est proche de  $X$ , les paires de jogs s'annihilent avec d'autres paires qui se déplacent dans le sens opposé avant d'atteindre les extrémités. La dislocation reste globalement rectiligne (figure VI.2b).

- Régime d'effet de longueur ( $L < X$ ). Dans ce cas, une seule paire de jogs se déplace à la fois sur la dislocation toute entière (figure VI.2c). La dislocation est alors toujours rectiligne.

Dans le régime de collisions de jogs, l'expression de la vitesse est [118] :

$$v = \frac{4n\pi}{4\pi + n} D_{sd} \frac{a}{bX} \frac{\Omega}{kT} \tau_m = \frac{4\pi n}{4\pi + n} a\nu_D \frac{\Omega}{kT} \tau_m \exp\left(-\frac{\frac{1}{2}U_{jp}^{(c)}(\tau_m) + U_{sd}}{kT}\right) \quad (\text{VI.21})$$

et dans le régime d'effet de longueur, elle est :

$$v = \frac{4n\pi}{4\pi + n} D_{sd} \frac{a}{b} \frac{L}{X^2} \frac{\Omega}{kT} \tau_m = \frac{4\pi n}{4\pi + n} L\nu_D \frac{\Omega}{kT} \tau_m \exp\left(-\frac{U_{jp}^{(c)}(\tau_m) + U_{sd}}{kT}\right) \quad (\text{VI.22})$$

où  $\tau_m$  est la contrainte de montée. L'équation VI.22 diffère de l'équation VI.21 par une énergie d'activation plus grande compensée par un terme pré-exponentiel plus grand. L'équation VI.22

<sup>1</sup>Plus de détails sur cette expression sont fournis en annexe VI.8.1

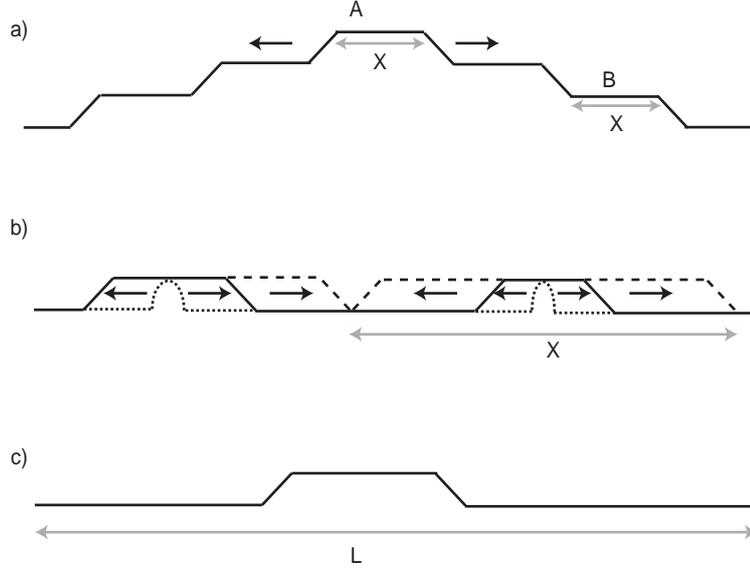


FIG. VI.2: Nucléation et diffusion de paires de jogs dans le régime de collision (a :  $X \ll L$ , b :  $X < L$ ) et dans le régime d'effet de longueur (c :  $X > L$ ). D'après [118].

montre que dans le régime d'effet de longueur, la vitesse des dislocations est directement proportionnelle à leur longueur.

Les énergies d'activation correspondantes sont  $\frac{1}{2}U_{jp}^{(c)}(\tau_m) + U_{sd}$  et  $U_{jp}^{(c)}(\tau_m) + U_{sd}$ , respectivement avec :

$$U_{jp}^{(c)}(\tau_m) = 2U_j - (hb)^{\frac{3}{2}} \left( \frac{\mu\tau_m}{2\pi} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{VI.23})$$

où  $h$  est la hauteur du jog ( $h \approx b$ ) (voir en annexe VI.8.1 pour plus de détails). On voit que du fait de la dépendance en contrainte de  $U_{jp}^{(c)}$ , la vitesse de montée ne varie plus linéairement en fonction de la contrainte de montée. On écrira souvent la dépendance en contrainte de la vitesse des dislocations sous la forme  $v \propto \tau_m^m$ , où  $m$  est appelé l'exposant de contrainte réel. Il est donné par la relation  $m = \partial \ln v / \partial \ln \tau_m$ , ce qui donne d'après VI.21, VI.22 :

$$m = 1 - \frac{\tau_m}{(2)kT} \frac{\partial U_{jp}^{(c)}(\tau_m)}{\partial \tau_m} \quad (\text{VI.24})$$

Le facteur 2 entre parenthèses est à prendre en compte dans le régime de collision de jogs. On aboutit d'après VI.23 à :

$$m = 1 + \frac{1}{4\sqrt{2\pi}} \frac{(hb)^{3/2}}{kT} \sqrt{\mu\tau_m} \text{ pour } L > X \quad (\text{VI.25})$$

$$m = 1 + \frac{1}{2\sqrt{2\pi}} \frac{(hb)^{3/2}}{kT} \sqrt{\mu\tau_m} \text{ pour } L < X \quad (\text{VI.26})$$

Nous allons maintenant développer un modèle de plasticité en décrivant l'évolution des différentes contraintes au cours de la déformation.

## VI.5 Modélisation de la plasticité

On se placera dans la suite dans les conditions de déformation à vitesse imposée où la déformation est assurée par deux systèmes initiaux de dislocations servant de sources et puits de lacunes. On notera les vitesses et les densités de dislocations dans les plans perpendiculaire et parallèles par les indices 1 et 2, respectivement.

### VI.5.1 Faibles déformations, Estimation de la contrainte chimique

Au début de la déformation, la densité de dislocations du premier système,  $\rho_1$ , est faible. On pourra ainsi négliger la contrainte interne  $\tau_i$ . On négligera aussi (dans un premier temps et dans le cas des quasi-cristaux) la contrainte de freinage des fautes de phasons  $\tau_{ph}$ . Les dislocations ont donc une vitesse élevée pour satisfaire la condition :

$$\dot{\epsilon} = \rho_1 b v_1 = cste$$

La vitesse de ces dislocations est donnée dans le cas du régime de collision de jogs (voir VI.21) par :

$$v_1 \propto \tau_m \exp\left(-\frac{U_{jp}^{(c)}(\tau_m)}{2kT}\right) \quad (\text{VI.27})$$

La contrainte de montée  $\tau_m$  correspondante est élevée. Comme ces dislocations absorbent des lacunes, il se crée une contrainte chimique de freinage, telle que  $\tau_m = \tau - \tau_{ch}$  (voir VI.18). Cette contrainte chimique augmente rapidement, et la contrainte totale  $\tau = \tau_m + \tau_{ch}$  augmente donc. Dans un second temps, les dislocations du premier système se multiplient et leur densité  $\rho_1$  augmente, de sorte que leur vitesse  $v_1$  diminue, et donc que la contrainte  $\tau_m$  diminue. Cependant, la contrainte chimique continue d'augmenter. On montre en annexe VI.8.2 qu'à 1000K, la contrainte chimique devrait atteindre une valeur de 350MPa (égale à la contrainte de déformation) pour une déformation de 0.25%. Ceci ne se produit pas parce que la force chimique active le second système avec une vitesse  $v_2$  donnée par :

$$v_2 \propto \tau_{ch} \exp\left(-\frac{U_{jp}^{(c)}(\tau_{ch})}{kT}\right) \quad (\text{VI.28})$$

La contrainte motrice est  $\tau_{ch}$  (voir VI.19). La densité de dislocations du second système  $\rho_2$  augmente, ce qui entraîne un apport important de lacunes et stabilise la contrainte chimique. On peut alors raisonnablement penser que la grande majorité des lacunes émises par le second système sont absorbées par le premier, le reste servant à faire évoluer la contrainte chimique. Cette condition "d'équilibre dynamique" permet d'écrire que

$$\rho_1 v_1 \approx \rho_2 v_2 \approx \frac{\dot{\epsilon}}{b} \quad (\text{VI.29})$$

On considérera par commodité que les vecteurs de Burgers sont les mêmes dans les deux systèmes. L'intense multiplication des dislocations du second système entraîne enfin une diminution de leur vitesse  $v_2$  qui entraîne une diminution de la contrainte chimique.

La chute de contrainte au niveau du crochet de traction peut être alors attribuée d'une part à la diminution de la contrainte de montée  $\tau_m = \tau - \tau_{ch}$  due à la multiplication des dislocations du premier système ("crochet de traction" sur  $\tau_m$ ), et d'autre part à la diminution de la contrainte chimique due à la multiplication des dislocations du second système ("crochet de traction" sur  $\tau_{ch}$ ).

Après le crochet de traction, les densités de dislocations dans les deux systèmes tendent vers une limite commune correspondant à un équilibre multiplication-annihilation (voir paragraphe VI.5.2). L'équation VI.29 donne alors  $v_1 \approx v_2$ . En utilisant les relations VI.27 et VI.28, on obtient :

$$\tau_m = \tau - \tau_{ch} \approx \tau_{ch} \text{ d'où } \tau \approx 2\tau_{ch} \text{ et } \tau_m \approx \frac{\tau}{2} \quad (\text{VI.30})$$

L'équation VI.30 traduit le fait que les deux systèmes sont couplés par l'intermédiaire de la contrainte chimique. En d'autres termes, la nécessité d'activer les deux systèmes de manière égale conduit à la nécessité d'avoir des contraintes motrices de montée égales  $\tau_m \sim \tau_{ch}$ , ce qui nécessite d'introduire une force chimique égale à la moitié de la contrainte totale. La courbe de contrainte-déformation est représentée pour les faibles déformations ( $< 2\%$ ) sur la figure VI.3.

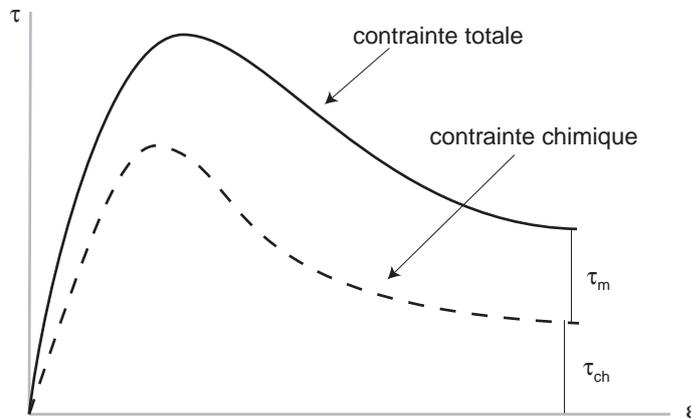


FIG. VI.3: Courbe schématique des différentes contraintes agissant sur les dislocations de type 1 et 2 pour les faibles déformations.

### VI.5.2 Fortes déformations, Estimation de la contrainte interne

Aux alentours de 5% de déformation, la densité de dislocations mesurée *post-mortem* dans AlPdMn déformé en traction [55] devient maximum et de l'ordre de  $10^{10} \text{cm}^{-2}$ . A ce niveau, la contrainte interne  $\tau_i$  ne peut plus être négligée. Cette contrainte tient compte des interactions élastiques et des réactions de jonctions entre les dislocations des deux systèmes. Cette contrainte se retranche alors à la contrainte motrice. L'équation VI.30 devient :

$$\tau_m = \tau - \tau_{ch} - \tau_i \approx \tau_{ch} - \tau_i \text{ d'où } \tau \approx 2\tau_{ch} = 2(\tau_m + \tau_i) \quad (\text{VI.31})$$

On remarque ici que la contrainte interne doit être comptée deux fois dans l'expression la contrainte totale. En effet, lorsque  $\tau_i$  augmente, le mouvement des dislocations du système 2 étant freiné, il est nécessaire, à vitesse de déformation imposée, d'augmenter la contrainte chimique et donc la contrainte totale. Le mouvement des dislocations 1 étant lui aussi freiné pour les mêmes raisons, il est nécessaire d'augmenter une seconde fois la contrainte totale.

Du fait que les dislocations des deux systèmes vont réagir et former des jonctions avec des vecteurs de Burgers nouveaux, on ne peut plus considérer les deux systèmes d'origine de manière indépendante. Toutefois, comme dans les cristaux, on peut considérer uniquement les dislocations participant majoritairement à la plasticité, c'est à dire celle qui ont le facteur de Schmid le plus grand. Il s'agit des dislocations du système 1 se déplaçant par montée pure (facteur de Schmid égal à 1). Leur vitesse donnée par VI.27 peut se mettre sous la forme :

$$v = \xi \tau_m^m \quad (\text{VI.32})$$

La loi d'Orowan s'écrit alors :

$$\dot{\epsilon} = \rho b v = \xi \rho_m b \tau_m^m = \xi K b \rho \tau_m^m \text{ d'où } \tau_m = \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\xi K b \rho} \right)^{1/m} \quad (\text{VI.33})$$

où on a posé  $\rho_m = K \rho$ , la fraction des dislocations ayant un facteur de Schmid proche de 1. Par ailleurs, la contrainte interne s'écrit :

$$\tau_i = \alpha \mu b \sqrt{\rho} = \eta \sqrt{\rho} \quad (\text{VI.34})$$

où  $\alpha$  est le coefficient de Taylor compris entre 0.2 et 1. L'augmentation de la densité de dislocations entraîne une augmentation de la contrainte interne  $\tau_i$  d'après VI.34. Dans le même temps, cette augmentation provoque la diminution de la contrainte de montée  $\tau_m$  d'après VI.33. Contrairement au cas du glissement où les dislocations sont stockées sans participer à la déformation et sans s'annihiler, il est raisonnable de penser que la majorité des dislocations sont mobiles et

peuvent s'annihiler. On écrit alors qu'un état d'équilibre est obtenu en minimisant la contrainte appliquée  $\tau = 2(\tau_m + \tau_i)$  par rapport à la densité de dislocations  $\rho$ . Ceci nous conduit à une densité d'équilibre :

$$\rho_0 = \left\{ \frac{2}{m} \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\xi K b} \right)^{\frac{1}{m}} \frac{1}{\eta} \right\}^{\frac{2m}{m+2}} \quad (\text{VI.35})$$

En combinant VI.33, VI.34 et VI.35, on obtient le rapport :

$$\frac{\tau_i}{\tau_m} = \frac{2}{m} \quad (\text{VI.36})$$

Dans le cas des quasi-cristaux, il reste à introduire la contrainte de freinage des fautes de phasons  $\tau_{ph} = \frac{\gamma}{b}$  ( $\gamma$  est l'énergie de surface de la faute, voir chapitre IV). Cette contrainte s'ajoute à  $\tau_i$ . En reprenant le calcul précédent, on obtient :

$$\frac{\tau_i}{\tau_m} = \frac{2}{m} + \frac{\tau_{ph}}{\tau_m} \quad (\text{VI.37})$$

d'où

$$\tau_i - \tau_{ph} \approx \frac{\tau}{2+m} \quad (\text{VI.38})$$

$$\tau_m \approx \frac{m\tau}{2(2+m)} \quad (\text{VI.39})$$

$$\tau_{ch} \approx \frac{\tau}{2} \quad (\text{VI.40})$$

D'après les mesures de dissociation de dislocations (chapitre IV), on a typiquement  $\tau_{ph}$  de l'ordre de 30 à 50 MPa. La mesure de contrainte *in-situ* (chapitre V), montre que  $\tau_m$  est de l'ordre de 50 à 100 MPa, ce qui donne finalement  $\frac{\tau_{ph}}{\tau_m} \sim 0.5$ . D'autre part, on peut estimer  $1 < m < 1.5$  (voir annexe VI.8.3). On trouve finalement  $1.8 < \frac{\tau_i}{\tau_m} < 2.5$ . On pourra prendre pour simplifier et compte tenu des nombreuses approximations  $\frac{\tau_i}{\tau_m} \approx 2$ . En combinant les équations VI.31 et VI.36, on obtient (figure VI.4) :

$$\tau_i \approx \frac{\tau}{3} \quad (\text{VI.41})$$

$$\tau_m \approx \frac{\tau}{6} \quad (\text{VI.42})$$

$$\tau_{ch} \approx \frac{\tau}{2} \quad (\text{VI.43})$$

Cette valeur de  $\tau_i$  est une valeur maximum. Si la densité de dislocations d'équilibre n'est pas atteinte, on aura toujours  $\tau_{ch} = \tau/2$ , mais  $\tau_i < \tau/3$ , donc  $\tau_m > \tau/6$ .

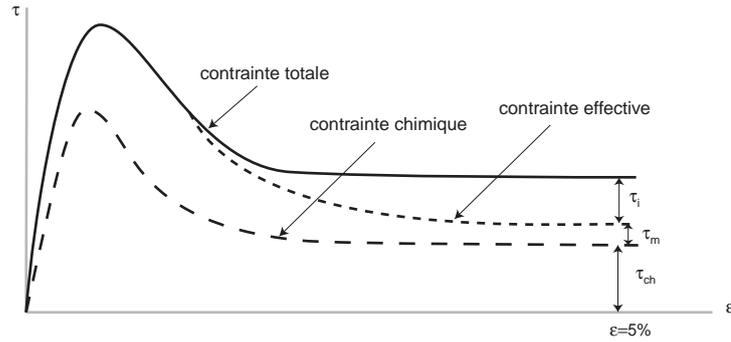


FIG. VI.4: Courbe schématique des différentes contraintes pour les déformations  $< 5\%$ .

### VI.5.3 Adoucissement (cas des quasi-cristaux)

Pour des déformations supérieures à  $5\%$ , la densité de dislocations diminue, tandis que la contrainte de déformation continue de diminuer. Une diminution de la densité de dislocations  $\rho_0$  peut être expliquée de plusieurs façons à partir de VI.35. On pourrait supposer tout d'abord que le mouvement des dislocations dans un réseau tri-dimensionnel conduit à une augmentation de la valeur du facteur de Taylor, et donc de  $\eta$ , car pour une déformation élevée les dislocations forment des jonctions attractives qui sont des obstacles forts. Cependant, ceci entraînerait une augmentation de la contrainte interne (en combinant VI.34 et VI.35, on obtient l'expression de la contrainte interne  $\tau_i = \eta^{\frac{2}{m+2}} \left( \frac{2\dot{\epsilon}}{m\xi Kb} \right)^{\frac{m}{m+2}} + \tau_{ph}$ ), et donc d'après VI.36 une augmentation de la contrainte de montée, ce qui est incompatible avec l'adoucissement du matériau.

Pour expliquer ce phénomène, on est donc contraint de supposer que la mobilité des dislocations,  $\xi$ , augmente. Dans ce cas, les contraintes de montée et interne diminuent d'après VI.33 et VI.36. Les origines possibles de cette augmentation de mobilité seront discutées plus loin. La figure VI.5 montre la courbe schématique de déformation pour des déformations supérieures à  $5\%$ .

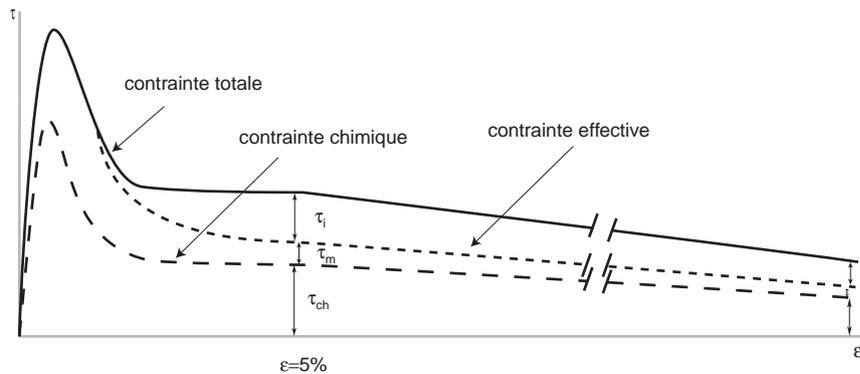


FIG. VI.5: Courbe schématique des différentes contraintes pour les déformations  $> 5\%$ .

## VI.6 Comparaisons avec l'expérience

### VI.6.1 Comportement en relaxation et contrainte interne

Lors d'un essai de relaxation mécanique, la diminution de la contrainte appliquée entraîne une diminution de la vitesse des dislocations  $v_1$ . Comme on suppose que  $\rho_1 v_1 = \rho_2 v_2$  (condition d'équilibre dynamique),  $v_2$  diminue également, ce qui entraîne une diminution de la contrainte chimique. On peut supposer par contre que la réponse de la contrainte interne à la variation de la contrainte totale est lente, car elle n'est pas liée directement à la vitesse des dislocations mais à un équilibre multiplication-annihilation. La déformation s'arrête lorsque  $\tau_m = 0$  et  $\tau_{ch} = \tau_i$ , c'est à dire d'après VI.31 quand  $\tau = 2\tau_i$  ( $\tau = 2(\tau_i + \tau_{ph})$  dans les quasi-cristaux). Donc, la diminution de la contrainte appliquée n'est pas uniquement celle de la contrainte de montée  $\tau_m$  mais celle de  $2\tau_m$ . La valeur minimum de la contrainte  $\tau$  en fin de relaxation quand  $\dot{\epsilon}$  tend vers 0 a été mesurée par Kabutoya *et al.* [119]. Ces auteurs l'ont interprétée comme étant égale à  $\tau_i + \tau_{ph}$ , et ils l'ont attribuée essentiellement  $\tau_{ph}$ . En réalité, à cause de la force chimique, cette valeur minimum est plutôt égale à  $2(\tau_i + \tau_{ph})$  et nous pensons qu'il s'agit essentiellement d'une mesure de  $2\tau_i$ . Le tableau VI.1 reporte les valeurs de  $2\tau_i$  obtenues d'après [119] et les valeurs du rapport  $\tau_i/\tau_{min}$  en supposant que les relaxations aboutissant aux niveaux de contraintes les plus faibles ont été faites en partant d'une contrainte de l'ordre de  $\tau_{min}$  ( $\tau_{min}$  est la valeur minimum de la contrainte le long des courbes de déformation de Kabutoya *et al.*). On voit que ce rapport est proche de 0.2, ce qui est un peu inférieur à la valeur théorique maximum qui est environ 1/3 d'après VI.41. Ceci montre que soit  $\tau_i$  a diminué pendant la relaxation, soit  $\tau_i$  n'avait pas atteint sa valeur d'équilibre. Messerschmidt *et al.* [49] estiment à partir de la densité de dislocations (en utilisant VI.34 avec  $\alpha = 0.5$ ) que la contrainte interne est  $\tau_i/\tau_{lyp} = 0,27$  à  $0,32$  en accord avec nos prédictions.

$T$ (K)	$2\tau_i$ (MPa)	$\tau_{min}$ (MPa)	$\tau_i/\tau_{min}$
963	150	330	0.23
973	120	220	0.27
993	100	280	0.18
1013	45	130	0.17
1053	45	300	0.17

TAB. VI.1: Estimation du rapport contrainte interne/contrainte totale à partir de la détermination des volumes d'activation en fin de relaxation. D'après [119].

### VI.6.2 Dépendance en contrainte de la vitesse des dislocations

On a défini la dépendance en contrainte des dislocations par le paramètre appelé exposant de contrainte réel :

$$m = \frac{\partial \ln v}{\partial \ln \tau_m} \quad (\text{VI.44})$$

L'exposant de contrainte apparent  $m_a$  mesuré pendant un essai de relaxation est défini par rapport à la contrainte totale. On peut l'écrire :

$$m_a = \frac{\partial \ln v}{\partial \ln \tau} = \frac{\partial \ln v}{\partial \ln \tau_m} \frac{\partial \ln \tau_m}{\partial \ln \tau} = m \frac{\partial \ln \tau_m}{\partial \ln \tau} \quad (\text{VI.45})$$

avec :

$$\frac{\partial \ln \tau_m}{\partial \ln \tau} = \frac{\tau}{\tau_m} \frac{\partial \tau_m}{\partial \tau} \quad (\text{VI.46})$$

Si la mesure est effectuée en début de relaxation, on peut supposer que les contraintes interne et chimique ne varient pas. On obtient alors  $\frac{\partial \tau_m}{\partial \tau} = 1$  et par conséquent :

$$\frac{\partial \ln \tau_m}{\partial \ln \tau} = \frac{\tau}{\tau_m} \quad (\text{VI.47})$$

L'exposant de contrainte apparent s'écrit donc finalement :

$$m_a = m \frac{\tau}{\tau_m} \quad (\text{VI.48})$$

D'après VI.30 et VI.42 on a  $2m \lesssim m_a \lesssim 6m$  suivant l'intensité de la contrainte interne  $\tau_i$ . Nous allons maintenant déterminer comment varie ce paramètre en fonction de la contrainte. En combinant VI.48, VI.25 et VI.26, on obtient l'expression de l'exposant de contrainte apparent :

$$m_a = \frac{\tau}{\tau_m} + \frac{\tau}{4\sqrt{2\pi}} \frac{(hb)^{\frac{3}{2}}}{kT} \sqrt{\frac{\mu}{\tau_m}} = \frac{\tau}{\tau_m} + \frac{1}{2} \Gamma\left(\frac{\tau}{\tau_m}\right) \sqrt{\tau} \text{ pour } L > X \quad (\text{VI.49})$$

$$m_a = \frac{\tau}{\tau_m} + \frac{\tau}{2\sqrt{2\pi}} \frac{(hb)^{\frac{3}{2}}}{kT} \sqrt{\frac{\mu}{\tau_m}} = \frac{\tau}{\tau_m} + \Gamma\left(\frac{\tau}{\tau_m}\right) \sqrt{\tau} \text{ pour } L < X \quad (\text{VI.50})$$

L'évolution des différentes contraintes au cours de la déformation nous permet maintenant d'évaluer le rapport  $\frac{\tau}{\tau_m}$  intervenant dans le calcul de l'exposant de contrainte  $m_a$ . Comme on l'a vu au chapitre V, le mouvement des dislocations s'effectue sans effet de longueur de telle sorte que, l'exposant de contrainte se situe typiquement, d'après les relations VI.42, VI.30, VI.49 dans la gamme :

$$2 + \frac{1}{2} \Gamma(2) \sqrt{\tau} < m_a < 6 + \frac{1}{2} \Gamma(6) \sqrt{\tau} \quad (\text{VI.51})$$

Les valeurs les plus faibles sont atteintes aux faibles déformations ( $\tau_i$  négligeable). La figure VI.6 montre en pointillés les courbes théoriques minimum et maximum d'évolution de l'exposant de contrainte en fonction de la racine carrée de la contrainte pour un vecteur de Burgers de norme

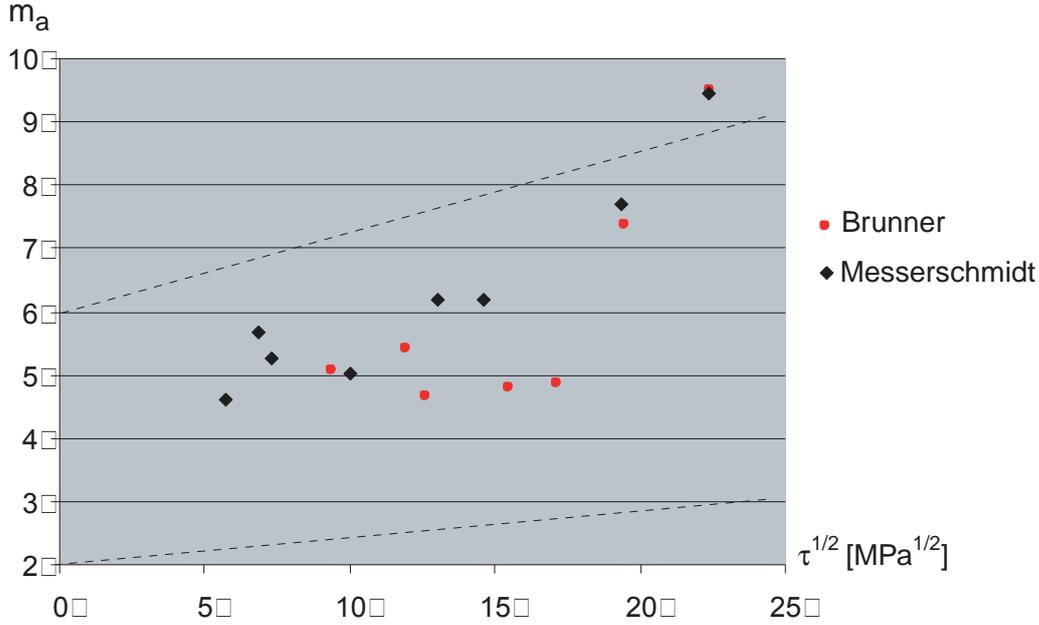


FIG. VI.6: Valeurs expérimentales (points) et courbes calculées (pointillées) de l'exposant de contrainte apparent en fonction de la racine carrée de la contrainte.

0.3nm. Les données expérimentales de Brunner *et al.* [40] et de Messerschmidt *et al.* [49] sont bien encadrés par les deux droites. Un calcul un peu plus précis mais aboutissant à un résultat très proche est proposé dans l'annexe VI.8.3.

Dans les expériences *in-situ*, les surfaces sont des sources ou des puits de lacunes très efficaces, et la force chimique doit être très faible. Dans ces conditions, on a  $\tau_m = \tau$  et l'exposant de contrainte apparent est égal à l'exposant de contrainte réel. Pour  $\tau = 75\text{MPa}$  à  $T = 730^\circ\text{C}$  (voir chapitre V), on obtient  $m \approx 1.4$ , ce qui est proche de la valeur expérimentale mesurée. A partir de cette valeur, on peut également estimer la densité d'équilibre de dislocations  $\rho_0$ . En prenant,  $v \approx 5\text{nm/s}$ ,  $b = 3.10^{-10}\text{m}$  on trouve  $\xi \approx 6.10^{-21}\text{m.s}^{-1}.\text{Pa}^{-m}$  (voir VI.32). En prenant  $\alpha \approx 0.5$ ,  $\mu \approx 50\text{GPa}$ , on obtient  $\eta \approx 7.5\text{N.m}^{-1}$  (voir VI.34), et finalement, avec  $\dot{\epsilon} = 10^{-5}\text{s}^{-1}$ , la densité de dislocations  $\rho_0 \approx 4.10^9\text{cm}^{-2}$ , ce qui est de l'ordre de grandeur des valeurs trouvées à cette température pour  $\epsilon < 5\%$  [55].

### VI.6.3 Effet de longueur et énergie d'activation

#### VI.6.3.1 Forme des dislocations

A haute température, les expériences *in-situ* ont montré que le mouvement des dislocations s'effectuait dans le régime de collisions de jogs (voir chapitre V). On s'attendrait donc à voir des dislocations courbées comme cela est montré sur la figure VI.2a. Or, ces expériences ainsi que les observations *post-mortem* de Messerschmidt *et al.* [66] montrent que les dislocations mobiles sont rectilignes. Ceci peut s'interpréter si on considère que le mouvement s'effectue, à ces températures, dans un régime qui reste proche de l'effet de longueur, c'est à dire que la distance moyenne inter-jogs est grande bien qu'inférieure à la longueur des dislocations (figure VI.2b). On montre en annexe VI.8.4 que dans le cas où la distance moyenne inter-jog  $X$  est d'un ordre de grandeur plus petit que la longueur de la dislocation, la courbure n'est pas mesurable et les dislocations apparaissent rectilignes. Ce résultat est compatible avec les estimations du paragraphe V.5.1 qui conduisent à une distance inter-jogs (longueur de transition vers le régime d'effet de longueur) de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres.

A basse température, la forme des dislocations peut être discutée si on raisonne de la façon suivante. La variation de la distance inter-jog  $X$  avec la température dépend d'après VI.20 du rapport  $U_{jp}^{(c)}(\tau_m)/2kT$ . La variation de ce rapport n'est pas simple *a priori* car une diminution de la température est liée à une augmentation de la contrainte qui entraîne une diminution de  $U_{jp}^{(c)}(\tau_m)$ . Cependant, on peut mettre l'équation VI.21 sous la forme :

$$kT \ln \frac{v}{v_0} = \frac{1}{2} U_{jp}^{(c)}(\tau_m) + U_{sd}$$

où  $v_0$  est le terme pré-exponentiel de VI.21. A vitesse de déformation imposée, la vitesse des dislocations garde le même ordre de grandeur, et  $\ln(v/v_0)$  est une "constante"  $c$  de l'ordre de 30 à 40 [120]. On aboutit alors à :

$$\frac{U_{jp}^{(c)}(\tau_m)}{2kT} = c - \frac{U_{sd}}{kT}$$

$U_{sd}$  étant une constante, le terme de droite diminue quand la température diminue. Le rapport  $U_{jp}^{(c)}(\tau_m)/2kT$  diminue donc également. On en déduit d'après VI.20 que la distance inter-jog  $X$  diminue quand la température diminue. La forme des dislocations doit donc se rapprocher de celle schématisée sur la figure VI.2b. Ceci est en accord avec les observations *post-mortem* d'échantillons déformés à basse température [65] qui montrent des dislocations très courbées (voir chapitre IV également). A plus haute température on s'attend par contre à une transition vers un régime d'effet de longueur (non observée cependant).

### VI.6.3.2 Energie d'activation

D'après les considérations des paragraphes précédents (équations VI.21 et VI.23), l'énergie d'activation en dessous de  $800^\circ\text{C}$  doit être :

$$G = \frac{1}{2}U_{jp}^{(c)}(\tau_m) + U_{sd} \quad (\text{VI.52})$$

Elle est comprise entre  $G \approx U_{sd}$  aux fortes contraintes, c'est à dire aux basses températures, et  $G \approx U_j + U_{sd}$  aux faibles contraintes et hautes températures. Au dessus de  $800^\circ\text{C}$ , l'énergie d'activation peut augmenter jusqu'à (voir VI.22) :

$$G = U_{jp}^{(c)}(\tau_m) + U_{sd} \quad (\text{VI.53})$$

Il n'existe pas de méthode pour déterminer directement l'énergie d'activation. On définit l'enthalpie d'activation par l'expression :

$$\Delta H = -kT^2 \left. \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta T} \right|_{\tau} \quad (\text{VI.54})$$

$\Delta H$  peut s'écrire également :

$$\Delta H = -kT^2 \left. \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \tau} \right|_T \left. \frac{\Delta \tau}{\Delta T} \right|_{\dot{\epsilon}} \quad (\text{VI.55})$$

où  $\left. \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \tau} \right|_T$  est relié à la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation, et  $\left. \frac{\Delta \tau}{\Delta T} \right|_{\dot{\epsilon}}$  est mesuré lors de sauts de température et corrigé de la variation estimée de la densité de dislocations mobiles. L'énergie d'activation peut alors être calculée à partir de l'enthalpie en utilisant la formule de Schöck qui considère que le terme entropique provient essentiellement de la dépendance en température du module d'élasticité. L'énergie d'activation se met alors sous la forme

$$G = \frac{H + \beta\tau V}{1 - \beta} \quad (\text{VI.56})$$

où  $\beta = \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}$  et  $V$  est le volume d'activation. Les valeurs obtenues d'enthalpie d'activation sont très dispersées, de l'ordre de 4 à 6eV. Les énergies d'activation correspondantes sont de l'ordre de 2 à 4eV et décroissent quand la contrainte diminue [48, 49, 107, 119].

L'énergie d'activation peut aussi être obtenue en intégrant le volume d'activation suivant l'expression donnée par Cagnon [120] :

$$G(\tau) = G(\tau_f) + \frac{\mu(T)}{\mu_0} \int_{\tau}^{\tau_f} V d\tau \quad (\text{VI.57})$$

où  $G(\tau_f)$  correspond à l'intégrale de  $\tau_0$  (qui est la contrainte à 0K) à  $\tau_f$ <sup>2</sup>. L'allure de la courbe  $\frac{\mu(T)}{\mu_0} \int_{\tau}^{\tau_f} V d\tau$  calculée à partir de cette méthode correspond à celle obtenue par la première

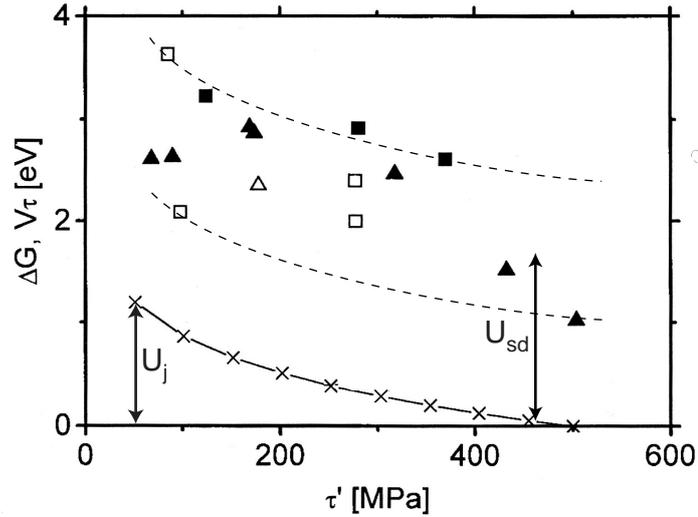


FIG. VI.7: Dépendance de l'énergie d'activation avec la contrainte. Les valeurs déduites de  $\Delta\tau/\Delta T$  correspondent aux carrés et aux triangles. Les croix et la ligne continue correspondent à l'énergie calculée à partir du second terme de VI.57. D'après [49].

méthode mais décalée d'une valeur comprise entre  $1eV$  et  $2eV$  [66] (voir figure VI.7). Ce terme peut être attribué à  $G(\tau_f)$  et il peut être identifié d'après VI.52 à l'énergie d'autodiffusion  $U_{sd}$ . Cette valeur est de l'ordre de l'énergie d'autodiffusion dans l'aluminium qui est de  $1.4eV$ . Aux faibles contraintes, l'intégration du volume d'activation nous donne  $\frac{1}{2}U_{jp}^{(c)}(\tau_m) \sim U_j \sim 1.2eV$ . Enfin, les expériences *in-situ* nous indiquent que la valeur de la distance inter-jog pourrait être de l'ordre de  $10nm$  à  $T = 740^\circ C$  (il s'agit de la longueur à partir de laquelle un effet de longueur apparaît, voir chapitre V). En utilisant l'équation VI.20, on en déduit  $U_j \approx 1.2eV$ . Toutes les valeurs obtenues sont cohérentes.

L'évolution de l'énergie d'activation en fonction de la température et de la contrainte peut donc être résumée de la façon suivante :

- A forte contrainte et basse température ( $< 700^\circ C$ ),  $G = U_{sd} \approx 1.5eV$ , les dislocations se déplacent dans un régime de collision de jogs tel que  $X \ll L$  et présentent un aspect courbé.
- Aux contraintes et températures intermédiaires ( $T = 700 - 750^\circ C$ ),  $G \approx U_{sd} + U_j \approx 2.5eV$ , les dislocations se déplacent dans un régime sans effet de longueur tel que  $X \sim L/10$
- A faible contrainte et haute température ( $T > 750^\circ C$ ), les dislocations sont susceptibles de se déplacer dans le régime d'effet de longueur, avec  $G \approx U_{sd} + 2U_j \approx 4eV$ .

<sup>2</sup>V est ici le volume d'activation réel et non pas le volume d'activation apparent

#### VI.6.4 Origine de l'adoucissement

L'adoucissement est une caractéristique propre à certains quasi-cristaux, en particulier AlPdMn. Il est associé à une diminution de la densité de dislocations pour une déformation  $\epsilon > 5\%$ , ce qui pourrait s'expliquer par une augmentation de leur mobilité. Les raisons d'une telle augmentation de mobilité sont pour le moment mal connues. Plusieurs explications peuvent être proposées :

L'hypothèse principale est la mise en désordre du matériau par le passage des dislocations qui crée un déplacement non seulement dans  $E_{\parallel}$  mais aussi dans  $E_{\perp}$ . Ce dernier entraîne un désordre chimique qui peut être mesuré sous la forme d'une augmentation de la densité de phases dans le matériau avec la déformation [121]. Dans les premiers modèles de plasticité par glissement, l'adoucissement était plus précisément basé sur le cisaillement des clusters de Mackay qui devait faciliter la propagation des dislocations suivantes [48]. Cette interprétation est contestable si on considère que le repavage à haute température restaure la structure. Ceci ne peut conduire à la localisation de l'adoucissement dans le plan de faute.

Lorsqu'on observe le mouvement des dislocations du système 1 à basse température (voir chapitre IV), on s'aperçoit que les premières dislocations qui se déplacent par montée pure sont suivies dans leur sillage par des dislocations qui se déplacent par montée mixte. Cette observation peut indiquer que la montée mixte est facilitée par la présence de la faute de phases traînée par la dislocation de tête. Or, la montée mixte est plus rapide que la montée pure, à contrainte égale, d'un facteur  $1/\cos\psi$ , où  $\psi$  est l'angle entre le vecteur de Burgers et la normale au plan de déplacement (voir chapitre IV). La contrainte nécessaire à assurer une déformation à vitesse constante peut donc diminuer si le désordre favorise la montée mixte.

L'augmentation de la mobilité des dislocations par la mise en désordre de la structure a été également expliquée dans le cadre du modèle de glissement de type Peierls [119, 122]. Cette hypothèse peut être transposée directement au cas de la montée, les paires de décrochement devant être remplacées par des paires de jogs. Dans une structure parfaite, les vallées de Peierls sont réparties de façon non périodique avec des distances de séparation variables (deux si l'on considère que les vallées sont réparties selon la séquence de Fibonacci) (figure VI.8a). Le mouvement d'une dislocation s'effectue donc par la nucléation et la propagation de deux types de paires de jogs, de hauteur  $L$  et  $C$ , dans l'ordre indiqué sur la figure VI.8a. La mobilité est dans ce cas contrôlée par la nucléation des paires de jogs les plus hautes. Cependant, lorsqu'une dislocation a traversé la structure, la faute de phases laissée par son passage entraîne des perturbations appelés "jags" dans l'arrangement des vallées de Peierls et qui correspondent aux endroits où la séquence des plans est inversée (figure VI.8b) [10]. Après repavage, les phases

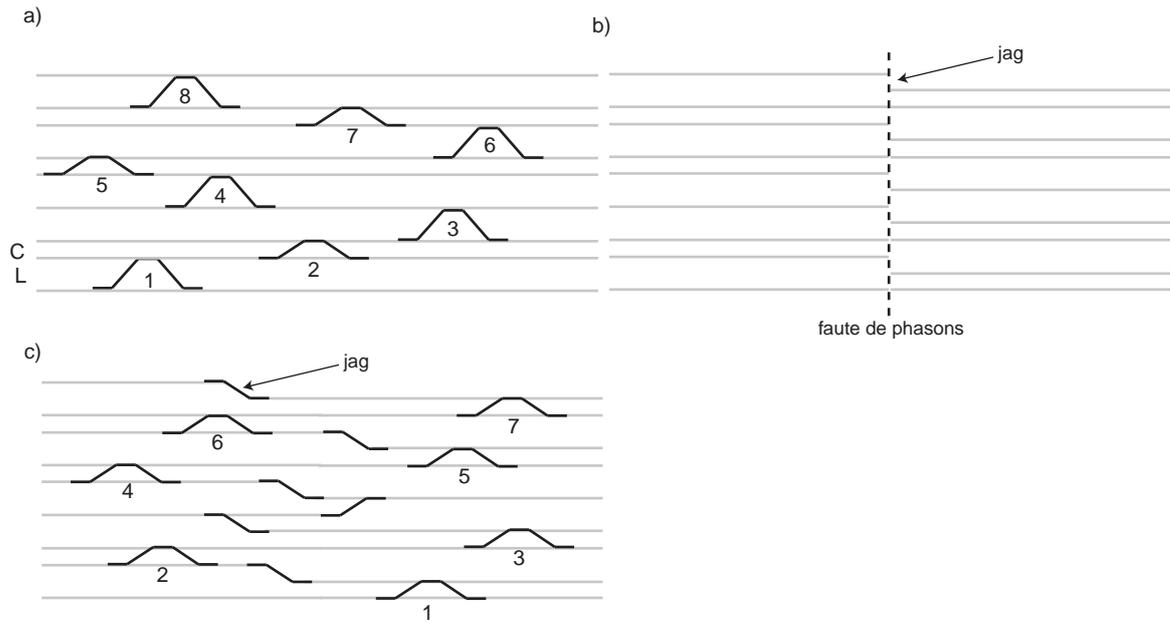


FIG. VI.8: a) Nucléation et propagation de paires de jogs dans un potentiel de Peierls non-périodique parfait. L'introduction de désordre par une faute de phasons (en pointillé) (b), facilite la propagation des paires de jogs par l'intermédiaire des "jags" même après repavage (c). D'après [119]

se sont dispersés et correspondent à des jags isolés (figure VI.8c). Dans la structure fautée, les paires de jogs nucléées le long des vallées de Peierls les plus étroites peuvent migrer vers les plus larges par l'intermédiaire des jags (figure VI.8c). Ce processus se produit sans résistance supplémentaire car la paire de jogs formée entre deux vallées étroites dépasse déjà la position maximum du potentiel de Peierls de la vallée adjacente la plus large. La vitesse des dislocations est alors contrôlée par la nucléation et la propagation de paires de jogs dont la hauteur est la plus faible. Par conséquent, la mobilité des dislocations augmente. Etant donné que la quantité de désordre augmente au cours de la déformation, ce mécanisme pourrait devenir prépondérant et expliquer l'adoucissement.

## VI.7 Conclusions

Le modèle de plasticité par montée de dislocations présenté dans ce chapitre est *a priori* applicable à tous les matériaux, cristallins ou quasi-cristallins. Il peut se résumer de la façon suivante :

- La plasticité par montée dans un matériau massif mono-grain nécessite l'introduction de dislocations servant de sources et de puits de lacunes, comme cela avait été proposé initialement par Nabarro pour décrire le fluage à haute température.
- La description des mécanismes élémentaires de montée nécessite l'introduction d'une contrainte chimique de sous/sur-saturation de lacunes jouant le rôle d'une contrainte motrice ou de freinage. Elle est estimée à environ la moitié de la contrainte totale.
- Le crochet de traction peut être expliqué par la multiplication des dislocations sous l'action des contraintes chimique et mécanique.
- L'interprétation de la courbe de déformation au delà du crochet nécessite l'introduction d'une contrainte interne qui varie entre 0 et 1/3 de la contrainte totale. Dans ces conditions, la contrainte de montée peut être aussi petite que 1/6 de la contrainte totale.
- Un modèle de nucléation de paires de jogs, construit par analogie au modèle de nucléation de paires de décrochement dans les cristaux covalents, conduit à une énergie d'activation supérieure à l'énergie d'auto-diffusion.
- L'exposant de contrainte apparent varie entre 2 et 6 suivant l'importance de la contrainte interne, et croît linéairement avec  $\sqrt{\tau}$

Dans AlPdMn, ce modèle permet de rendre compte de plusieurs observations expérimentales, en particulier :

- Les énergies d'activation et la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation prévues par le modèle sont en accord avec les résultats expérimentaux.
- Le modèle rend compte de la variation de la forme des dislocations en fonction de la température.
- A plus de 5% de déformation, la diminution de la densité de dislocations associée à la diminution de la contrainte (adoucissement) correspond à une augmentation de la mobilité des dislocations. Celle ci pourrait être expliquée par la mise en désordre du matériau.

## VI.8 Annexe

### VI.8.1 Energie de formation d'une paire de jogs

La vitesse d'un jog isolé est, d'après VI.18 :

$$v_j = \frac{4\pi n}{4\pi + n} \frac{D_{sd}}{b} \frac{\Omega}{kT} (\tau - \tau_{ch}) = \frac{D_j}{b} \frac{\Omega}{kT} \tau_m \quad (\text{VI.58})$$

où  $\tau_m = \tau - \tau_{ch}$  est la contrainte motrice, et  $D_j = \frac{4\pi n}{4\pi + n} D_{sd}$  est le coefficient de diffusion du jog sur la ligne de dislocation. Lorsqu'on nucléé une paire de jogs, la contrainte motrice doit permettre de surmonter la contrainte d'interaction élastique ( $\tau_{int}$ ) attractive qui a tendance à provoquer le retour en arrière des jogs. Dans l'approximation coulombienne, cette dernière s'écrit d'après [123] :

$$\tau_{int} = -\frac{\mu hb}{8\pi x^2} \quad (\text{VI.59})$$

où  $h$  est la hauteur de la paire de jogs ( $h \approx b$ ), et  $x$  est la distance de séparation des jogs.

Une paire de jogs peut se propager lorsque la distance de séparation est au moins égale à la distance critique  $x_c$ . Cette situation correspond à une vitesse de jog nulle, c'est à dire à une contrainte motrice égale et opposée à la contrainte d'interaction élastique. La condition  $\tau_m = \tau_{int}$  et l'équation VI.59 nous donnent :

$$x_c = \sqrt{\frac{\mu hb}{8\pi \tau_m}} \quad (\text{VI.60})$$

L'énergie de formation d'une paire de jogs est alors :

$$U_{jp}^{(c)} = 2U_j + U_{int}^{(c)} - W^{(c)} \quad (\text{VI.61})$$

où  $U_{int}^{(c)}$  est l'énergie d'interaction à la distance critique qui est d'après VI.59,

$$U_{int}^{(c)} = \int_{x_c}^{+\infty} \tau_{int} dx = -\frac{(hb)^{3/2}}{2\sqrt{2\pi}} \sqrt{\mu\tau_m} \quad (\text{VI.62})$$

et  $W^{(c)} = W_e^{(c)} + W_{ch}^{(c)}$ , où  $W_e^{(c)} = \int \tau d\Omega$  est le travail de la contrainte mécanique  $\tau$  et  $W_{ch}^{(c)} = \int \tau_{ch} dc$  est le travail de la contrainte chimique. Ce dernier terme traduit la variation du potentiel chimique du système lorsque les lacunes sont absorbées. Dans ce cas, le travail de la contrainte chimique est négatif. Le travail des contraintes s'écrit finalement :

$$W^{(c)} = hb x_c (\tau - \tau_{ch}) = hb x_c \tau_m = \frac{(hb)^{3/2}}{2\sqrt{2\pi}} \sqrt{\mu\tau_m} \quad (\text{VI.63})$$

En combinant VI.61, VI.62 et VI.63, on obtient l'expression de l'énergie de formation d'une paire de jogs :

$$U_{jp}^{(c)} = 2U_j - (hb)^{3/2} \sqrt{\frac{\mu\tau_m}{2\pi}} \quad (\text{VI.64})$$

### VI.8.2 Déformation nécessaire à l'établissement de la force chimique

Pour que la contrainte chimique monte jusqu'à une valeur donnée  $\tau_{ch}$ , il faut que la concentration de lacunes décroisse de  $c^0$  à  $c^0 \exp\left(-\frac{\tau_{ch}\Omega}{kT}\right)$ . Pour  $\tau_{ch} = 350MPa$ , cette concentration est approximativement égale à  $\frac{2}{3}c^0$ , en prenant  $\Omega = 1.5 \cdot 10^{-29}m^3$  [67] et  $T = 1000K$ . Si on suppose que les lacunes ne sont pas régénérées, cette décroissance correspond, en montée pure, à une déformation

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l} = (c - c^0)\Omega$$

Cette déformation est  $\epsilon = 0.25\%$ , en prenant  $c^0 = 5 \cdot 10^{20}cm^{-3}$  (concentration d'équilibre à  $T = 1000K$ ) [124].

### VI.8.3 Variation des exposants de contrainte et des contraintes interne et chimique en fonction de la contrainte appliquée

On présente dans cette section des calculs plus précis que ceux de la section VI.5.2 qui prennent en compte la dépendance en contrainte de  $m$ ,  $\tau_i$  et  $\tau_{ch}$ . On remarque d'après VI.26 que l'exposant de contrainte réel  $m$  n'est pas constant mais qu'il dépend de la contrainte de montée  $\tau_m$  et donc de la contrainte totale  $\tau$ . Ceci implique d'après VI.37 que les contraintes  $\tau_i$  et  $\tau_m$  dépendent également de  $\tau$ . Afin de déterminer ces différentes grandeurs, on procède de la façon suivante.

On commence par prendre en première approximation  $\tau_m = \tau$ . A partir de là, on calcule  $m$  en utilisant VI.26 avec  $h \approx b = 0,3nm$  pour plusieurs contraintes et pour plusieurs températures (on prend en compte dans ce cas la variation du module élastique avec la température). On en déduit alors le rapport  $\tau_i/\tau_m = 2/m + \tau_{ph}/\tau_m$ . Par simplification, on prendra  $\tau_{ph}/\tau_m = 0,5$ . On détermine alors facilement le rapport  $\tau_m/\tau = (1 - \tau_{ch}/\tau)/(1 + \tau_i/\tau_m)$  et donc le rapport  $\tau_i/\tau = \tau_m/\tau \times \tau_i/\tau_m$  (le rapport  $\tau_{ch}/\tau$  est constant et vaut 0,5). La nouvelle valeur de  $\tau_m$  est ensuite utilisée pour calculer de nouveau la valeur de  $m$  et des rapports  $\tau_m/\tau$  et  $\tau_i/\tau$ . Le calcul converge au bout de quelques itérations. La figure VI.9 montre les courbes de  $\tau_i/\tau$ , de  $\tau_m/\tau$  et de  $m$  en fonction de  $\tau$  pour quatre températures.

Elle montre une faible dépendance de ces trois grandeurs avec la contrainte appliquée. Ainsi, dans les conditions classiques de déformation ( $700^\circ C < T < 750^\circ C$  et  $200MPa < \tau < 400MPa$ ), on peut raisonnablement prendre  $\tau_i/\tau \approx 1/3$ ,  $\tau_m/\tau \approx 1/6$  et  $m = 1,3$ . A très basse contrainte, on a  $m \approx 1$  et  $\tau_i/\tau_m = 2/m + 0,5 \approx 2,5$ , ce qui conduit d'après VI.30 et VI.37 à  $\tau_m/\tau = 1/7 \approx 0.14$  et  $\tau_i/\tau = 2.5/7 \approx 0.35$ .

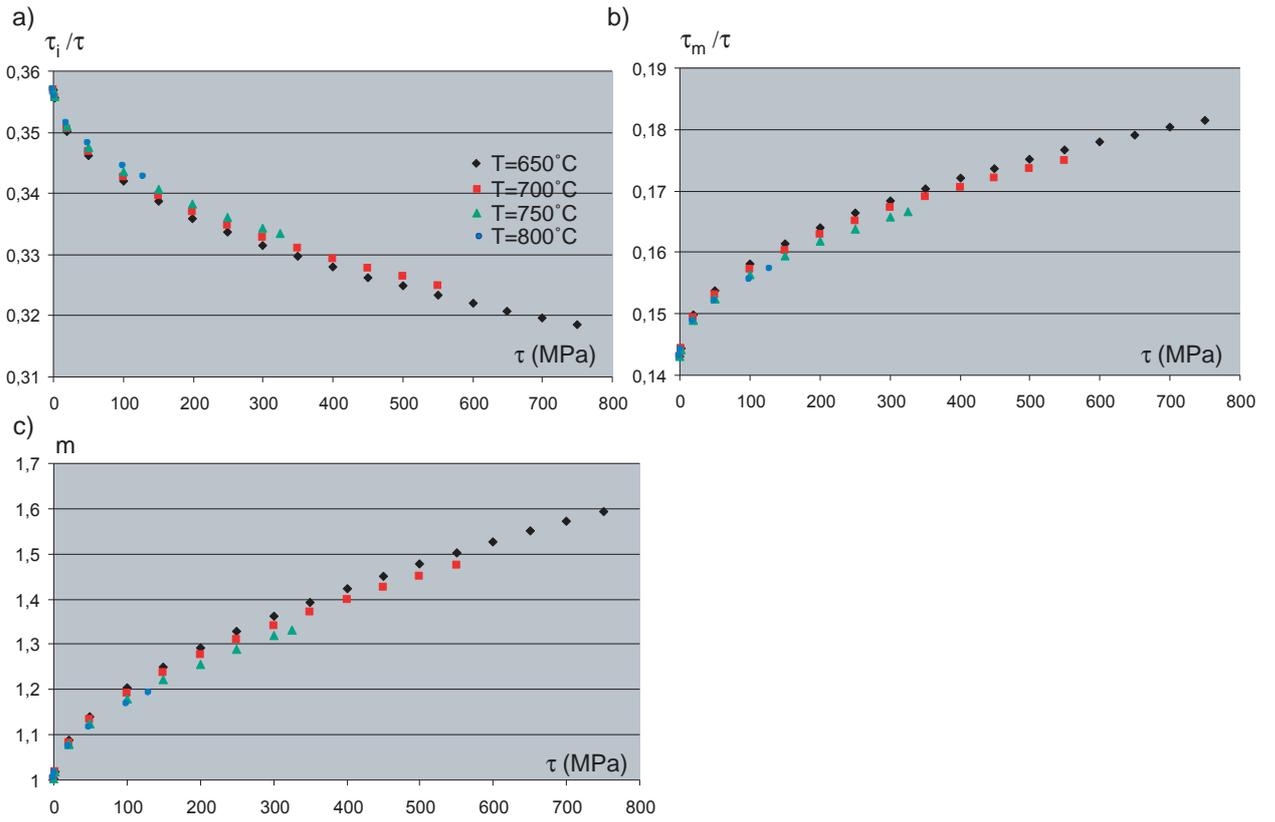


FIG. VI.9: Variation en fonction de la contrainte appliquée et pour quatre températures de (a)  $\tau_i/\tau$ , (b)  $\tau_m/\tau$  et (c) l'exposant de contrainte réel  $m$

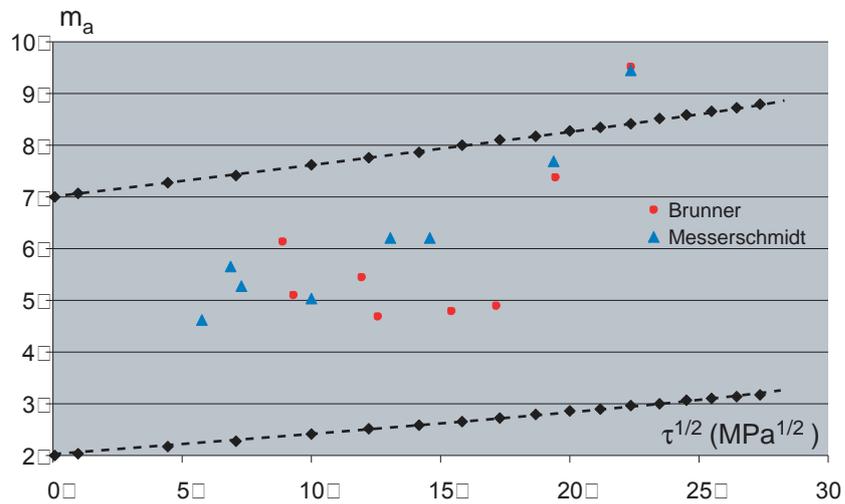


FIG. VI.10: Variation de l'exposant de contrainte apparent  $m_a$  en fonction de la racine carrée de la contrainte appliquée. Les losanges et les courbes en pointillées correspondent à  $m_a = 2m$  (en bas) et  $m_a = \frac{\tau_m}{\tau} \times m$  (en haut).

Finalement, on peut calculer l'exposant de contrainte apparent à partir de l'équation VI.48. La figure VI.10 montre la courbe de l'exposant de contrainte réel en fonction de la racine carrée de la contrainte appliquée. Les losanges et les lignes en pointillés correspondent à  $m_a = 2m$  (contrainte interne négligée, courbe du bas) et à  $m_a = \frac{\tau}{\tau_m} \times m$  (contrainte interne prise en compte, courbe du haut). Les points expérimentaux se trouvent bien encadrés par les deux courbes.

#### VI.8.4 Courbure des dislocations dans le régime de vitesse indépendante de la longueur

Une dislocation de longueur  $L = 10X$ , se déplaçant dans le régime de collision de paires de jogs aura une allure courbée comme sur la figure VI.11. Soit  $\alpha$  l'angle défini sur la figure VI.11.

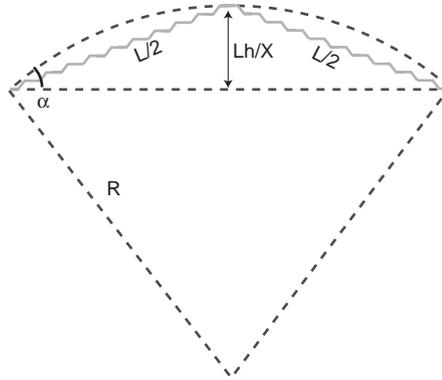


FIG. VI.11: Principe de calcul du rayon de courbure d'une dislocation se déplaçant dans le régime de collision de paires de jogs, avec  $L = 10X$ .

Le rayon de courbure est alors défini par :

$$R \approx \frac{L}{2\alpha}$$

$$\sin \alpha = \frac{2h}{X}$$

En prenant  $h = 0.3nm$ ,  $X = L/10$ ,  $L = 500nm$  on trouve  $\alpha \approx 0.7^\circ$  et  $R \approx 40L$ . Ce résultat indique clairement que la courbure de la dislocation est trop faible pour être mesurée. Si l'on prend maintenant  $X = L/100$ , on trouve  $\alpha \approx 7^\circ$  et  $R \approx 4L$ . La courbure de la dislocation devient importante. Comme les dislocations observées *in-situ* aux alentours de  $700^\circ C$  apparaissent rectilignes, on peut conclure que le libre parcours moyen des paires de jogs  $X$  est seulement un ordre de grandeur plus petit que la longueur de la dislocation  $L$ .



# Chapitre VII

## Plasticité d'AlCuFe

### VII.1 Introduction

Ce chapitre est consacré aux quelques résultats obtenus dans AlCuFe, par observations *post-mortem* d'échantillons prédéformés, et par expériences de déformation *in-situ*.

Les propriétés plastiques d'AlCuFe sont proches de celles d'AlPdMn : la température de transition fragile ductile est élevée, la contrainte d'écoulement est fortement thermiquement activée, et les valeurs des volumes d'activation sont compatibles avec un mécanisme de dislocations [39, 44, 45]. Plusieurs études ont été menées afin de déterminer quels sont les mécanismes de déformation. Bien que des dislocations aient été observées [50, 54], de nombreux autres mécanismes ont été proposés, comme le maclage, le glissement aux joints de grains, et la diffusion [43, 125]. La composition  $Al_{63.5}Cu_{24}Fe_{12.5}$  n'étant pas stable à température ambiante, les techniques classiques de croissance ne permettent pas d'obtenir des mono-grains. Les techniques de refroidissement rapide par projection du mélange en fusion sur une roue en rotation permettent cependant d'obtenir des poudres quasi-cristallines de bonne composition, qui sont ensuite compactées sous pression à chaud. Les échantillons présentent une microstructure de petits grains dont la taille varie entre  $0.3\mu m$  et quelques micromètres. Les échantillons contiennent également une faible proportion de grains cristallins. Le contraste de "tweed" sur les grains quasi-cristallins a été décrit dans le chapitre II. Les méthodes de préparation des lames minces sont peu différentes de celles pour AlPdMn. Toutefois, la présence de nombreuses porosités et de fissures a rendu ce travail plus difficile.

### VII.1.1 Observations d'échantillons prédéformés

Des échantillons d'AlCuFe polycristallin à petits grains (de taille  $0.38\mu\text{m}$  en moyenne) ont été préparés à partir d'une poudre fournie par Y. Calvayrac (CECM, Vitry), et déformés par extrusion à chaud à l'ONERA. La déformation a provoqué une élongation des grains de 40% environ, et une diminution de leur section dans l'axe de la filière. La figure VII.1 montre une vue générale d'un échantillon après déformation.

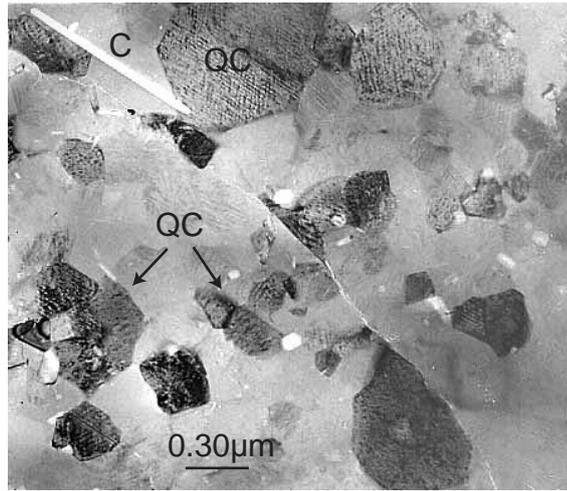


FIG. VII.1: Vue générale d'un échantillon d'AlCuFe prédéformé. Remarquer le contraste de "tweed" dans les grains quasi-cristallins (QC), et la présence d'une lamelle cristalline (C)

Les grains contiennent une faible densité de dislocations dont il est difficile de déterminer le mode de déplacement. Comme ces dislocations n'ont pas été observées dans le matériau non déformé, il est probable qu'elles sont le résultat du tréfilage. Les mauvaises conditions de contraste, dues à la fois au "tweed" et à l'irradiation sous le faisceau d'électrons, rendent cette analyse plus délicate que dans AlPdMn. La figure VII.2a montre un groupe de quatre dislocations dans un grain de diamètre  $0.2\mu\text{m}$ . Les autres figures sont des agrandissements de la zone contenant les dislocations. La variation de longueur apparente des dislocations en fonction de l'angle de tilt et la direction de l'alignement des dislocations montrent qu'elles sont contenues dans le plan binaire  $(1/1, 0/1, 1/0)$  noté  $P$  sur la projection stéréographique (voir figure VII.3). L'ensemble des dislocations se trouve en conditions de contraste fort en  $\vec{g}_{5a}$  (figure VII.2c),  $\vec{g}_{2b(1)}$  (figure VII.2d) et  $\vec{g}_{2c(2)}$  (figure VII.2e). La direction du vecteur de Burgers, notée  $b$ , est par conséquent perpendiculaire à  $\vec{g}_{5a}$ ,  $\vec{g}_{2b}$  et  $\vec{g}_{2c}$ , c'est à dire perpendiculaire au plan  $P$  qui contient les dislocations. Les autres conditions de contraste semblent différentes d'une part pour les dislocations 1, 3 et 4 et d'autre part pour la dislocation 2. Pour  $\vec{g}_{2d(1)}$  (figure VII.2f), les

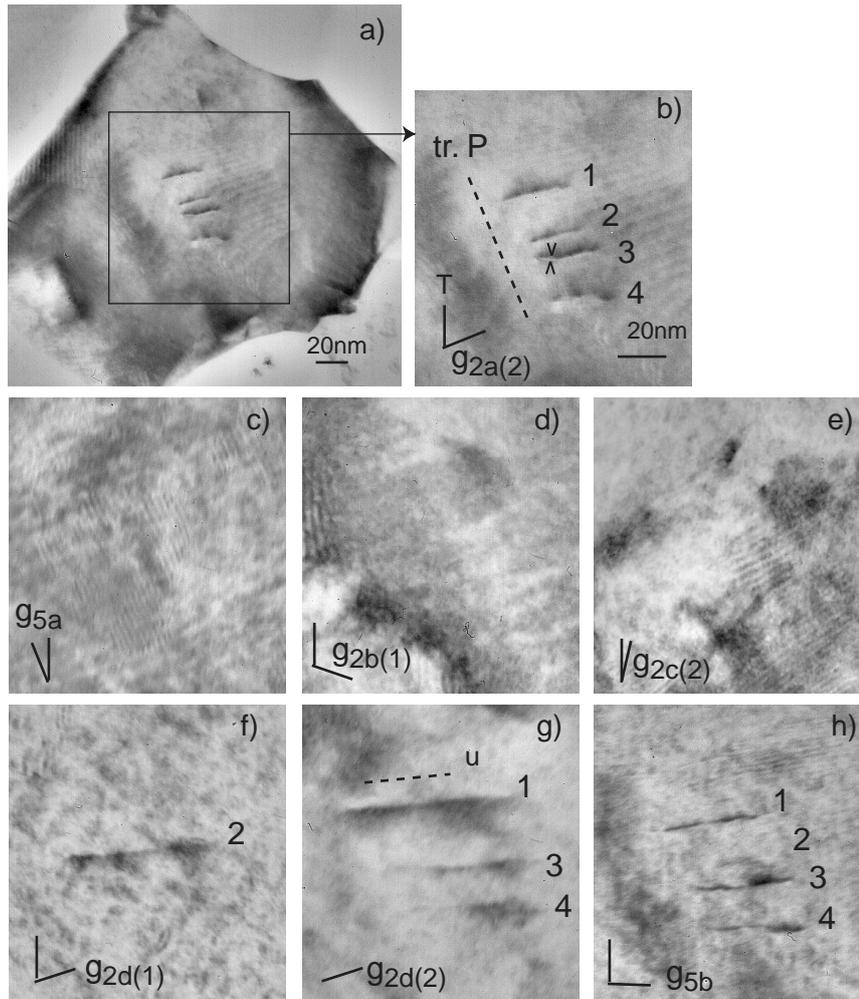


FIG. VII.2: Conditions de contraste d'un empilement de quatre dislocations, notées 1 à 4, dans un grain d'AlCuFe visible en (a).

dislocations 1, 3 et 4 sont hors contraste alors que la dislocation 2 est visible. La situation est inversée pour  $\vec{g}_{2d(2)}$  (figure VII.2g) et  $\vec{g}_{5b}$  (figure VII.2h). En  $\vec{g}_{2a(2)}$  (figure VII.2b), la situation n'est pas complètement claire, mais un contraste double peut être nettement observé sur la dislocation 3. L'ensemble des résultats conduit à deux vecteurs de Burgers colinéaires,  $\vec{b}_{\parallel} = [1/0, \bar{1}/1, 2/\bar{1}]$  (projection de  $\vec{B} = [11\bar{1}0\bar{1}0]$  dans  $E_{\parallel}$ ), de norme  $0.297nm$  pour les dislocations 1, 3 et 4, et  $\vec{b}'_{\parallel} = [\bar{1}/1, 2/\bar{1}, \bar{3}/2]$  (projection de  $\vec{B}' = [\bar{1}\bar{1}2020]$  dans  $E_{\parallel}$ ), de norme  $0.179nm$  pour la dislocation 2 (voir tableau VII.1). L'existence de conditions d'extinction faible démontre que les dislocations sont parfaites, en accord avec l'absence de fautes de phasons. Si on admet que les dislocations se sont déplacées dans le plan qui les contient, ce mouvement s'est effectué par montée pure. Cette hypothèse est la plus probable car la structure du groupe de dislocations correspond plus à un empilement qu'à un sous-joint comme celui de la figure VII.4.

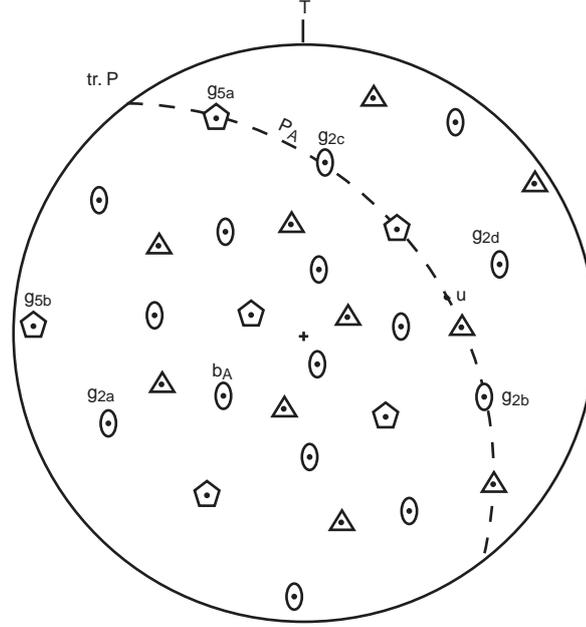


FIG. VII.3: Projection stéréographique du grain contenant l'empilement des quatre dislocations de la figure VII.2.

$\vec{g}$	$\vec{g}_{\parallel}$	$G$	$\vec{G}\vec{B}^{-1}$	$\vec{G}\vec{B}'^{-1}$	Figure VII.2
$\vec{g}_{5a}$	$\bar{1}/\bar{2}, 2/3, 0/0$	$1\bar{1}2\bar{1}\bar{1}$	0 (E)	0 (E)	(c)
$\vec{g}_{2b(1)}$	$1/2, \bar{1}/\bar{1}, 2/3$	$00\bar{2}\bar{1}2\bar{1}$	0 (E)	0 (E)	(d)
$\vec{g}_{2b(2)}$	$2/3, \bar{1}/\bar{2}, 3/5$	$00\bar{3}\bar{2}3\bar{2}$	0 (E)	0 (E)	id. (d)
$\vec{g}_{2c(1)}$	$\bar{1}/\bar{1}, 2/3, \bar{1}/\bar{2}$	$1\bar{1}020\bar{2}$	0 (E)	0 (E)	id. (e)
$\vec{g}_{2c(2)}$	$\bar{1}/\bar{2}, 3/5, \bar{2}/\bar{3}$	$2\bar{2}030\bar{3}$	0 (E)	0 (E)	(e)
$\vec{g}_{2a(2)}$	$2/3, 1/2, 3/5$	$233022$	2 (D)	1 (V)	(b)
$\vec{g}_{2d(1)}$	$0/0, 0/0, \bar{2}/\bar{4}$	$0\bar{1}\bar{2}01\bar{2}$	0 (EF)	-1 (V)	(f)
$\vec{g}_{2d(2)}$	$0/0, 0/0, \bar{4}/\bar{6}$	$0\bar{2}\bar{3}02\bar{3}$	-1 (V)	0 (EF)	(g)
$\vec{g}_{5b}$	$0/0, 1/2, 2/3$	$1121\bar{1}1$	1 (V)	0 (EF)	(h)

TAB. VII.1: Conditions de contraste des dislocations 1, 3 et 4 de  $\vec{B} = [11\bar{1}0\bar{1}0]$  de norme  $0.297\text{nm}$  et de la dislocation 2 de vecteur de Burgers  $\vec{B}' = [\bar{1}\bar{1}2020]$  de norme  $0.179\text{nm}$ . <sup>1</sup> E, extinction forte; V, visibilité; D, contraste double, EF, extinction faible

### VII.1.2 Observations *in-situ*

Nous avons tenté de déformer des échantillons d'AlCuFe en traction *in-situ* à une température de  $700^{\circ}\text{C}$ . Nous disposons pour cela de poly-cristaux à grains de taille micrométrique provenant de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (E. Giacometti) et de Ames Laboratory (D. Sordelet). Les échantillons ont été préparés par amincissement mécanique suivi soit d'un bombardement ionique, soit d'un polissage chimique, soit d'un polissage électrochimique dans un bain 1/3 acide nitrique 2/3 méthanol à  $-40^{\circ}\text{C}$ . On observe dans les deux types d'échantillons une forte densité de lamelles de phases approximantes pentagonales dont le contraste a été détaillé au chapitre II. On note également la présence plus rare de zones purement quasi-cristallines contenant des sous joints (figure VII.4), comme cela a déjà été rapporté dans [85]. Il semble qu'à haute température le contraste des lamelles pentagonales initialement présentes soit plus faible, ce qui pourrait correspondre soit à une restauration de la structure icosaédrique attendue à cette température [86], soit à une dégradation et à une oxydation du matériau.

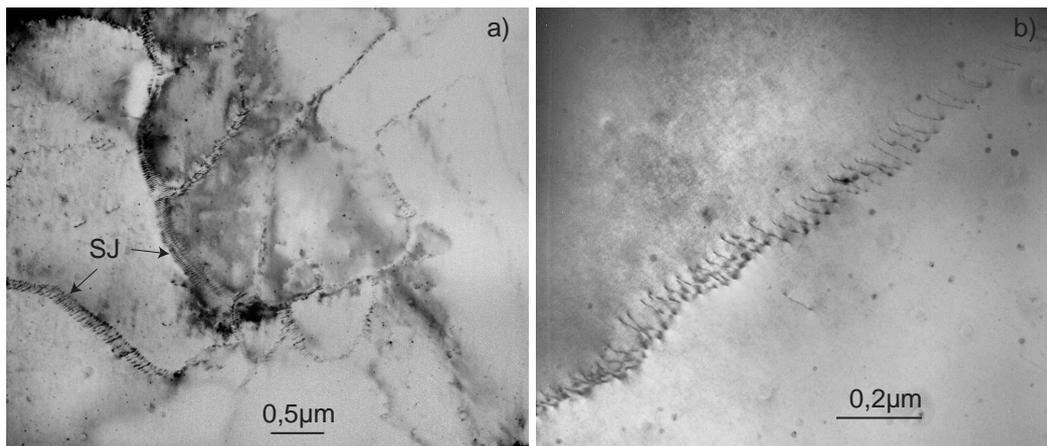


FIG. VII.4: Dislocations formant des sous joints (SJ) dans AlCuFe

La traction *in-situ* se révèle très difficile en raison de la fissuration très rapide de l'échantillon. Ces fissures se propagent généralement d'une manière ductile, perpendiculairement à l'axe de traction. La figure VII.5 montre la propagation d'une fissure notée  $F$  (le grain noté  $A$  sur les trois clichés sert de point de repère), dans une zone opaque  $ZO$ , qui s'est formée avant l'ouverture de la fissure. La nature et l'origine de cette zone opaque n'ont pu être élucidées.

En bordure de fissure, on observe souvent des mouvements de dislocations très rapides mais confus. La figure VII.6 montre une série d'images, extraite d'une séquence video. On y voit la nucléation et le mouvement rapide ( $\sim 100\text{nm/s}$ ) de deux boucles de dislocation  $d_1$  et  $d_2$  proches du plan de lame. Le contraste est extrêmement épais, ce qui explique pourquoi des mouvements d'amplitude plus petite sont impossibles à enregistrer, et ininterprétables. Le cliché de diffraction pris au niveau de la zone d'émission des boucles ressemble à celui de la structure icosaédrique, bien qu'aucune analyse fine n'a pu être réalisée dans ces conditions.

Sur la figure VII.7a, une dislocation, notée  $d_1$  semble s'être déplacée depuis le point  $A$  de la fissure  $F$  (noter la trace  $tr.P_1$ ). Sur la figure VII.7b, une dislocation  $d_2$  est émise à partir du même point  $A$ , et se déplace ensuite à environ  $100\text{nm/s}$  dans le même plan que  $d_1$ . En raison d'un contraste difficilement interprétable, le mode de déplacement de ces dislocations n'a pu être déterminé.

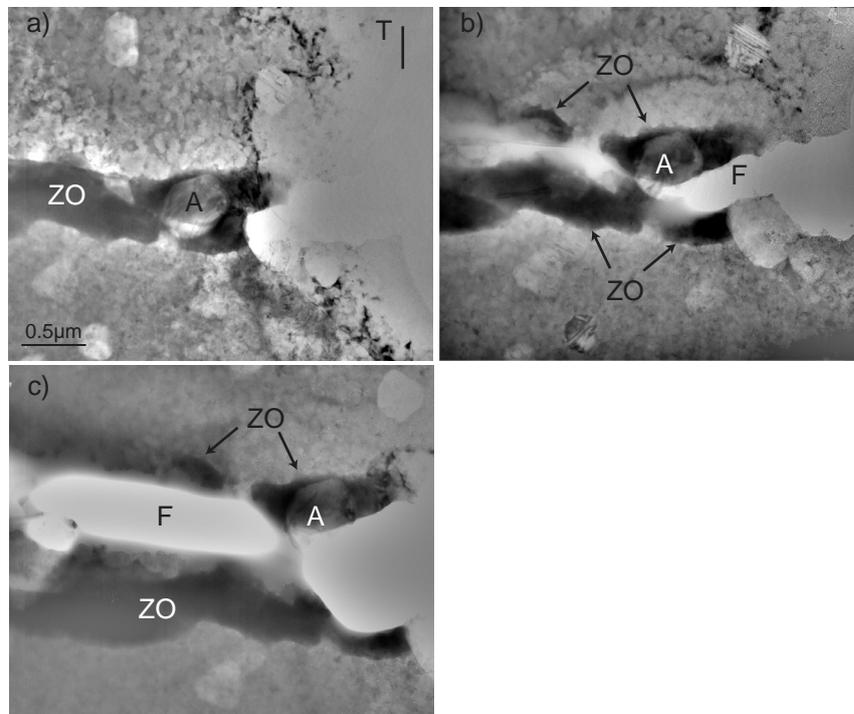


FIG. VII.5: Propagation d'une fissure  $F$  dans AlCuFe déformé en traction à  $700^\circ\text{C}$ . La fissuration est précédée de la formation de zones opaques  $ZO$ . Le grain  $A$  est un point de référence.

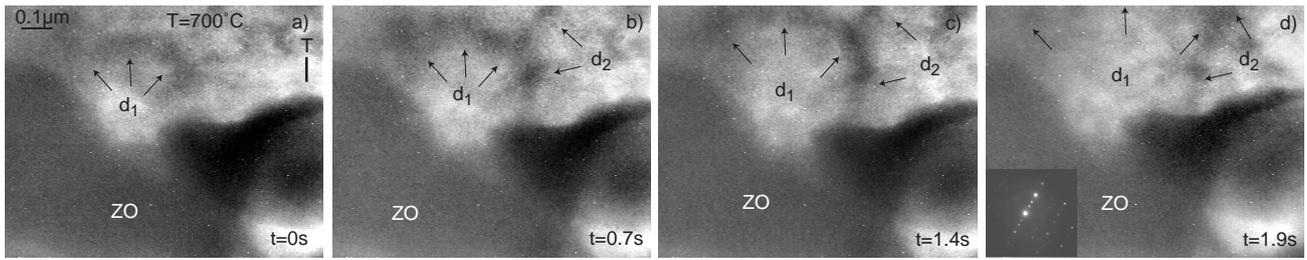


FIG. VII.6: Nucléation et propagation de deux boucles de dislocations  $d_1$  et  $d_2$

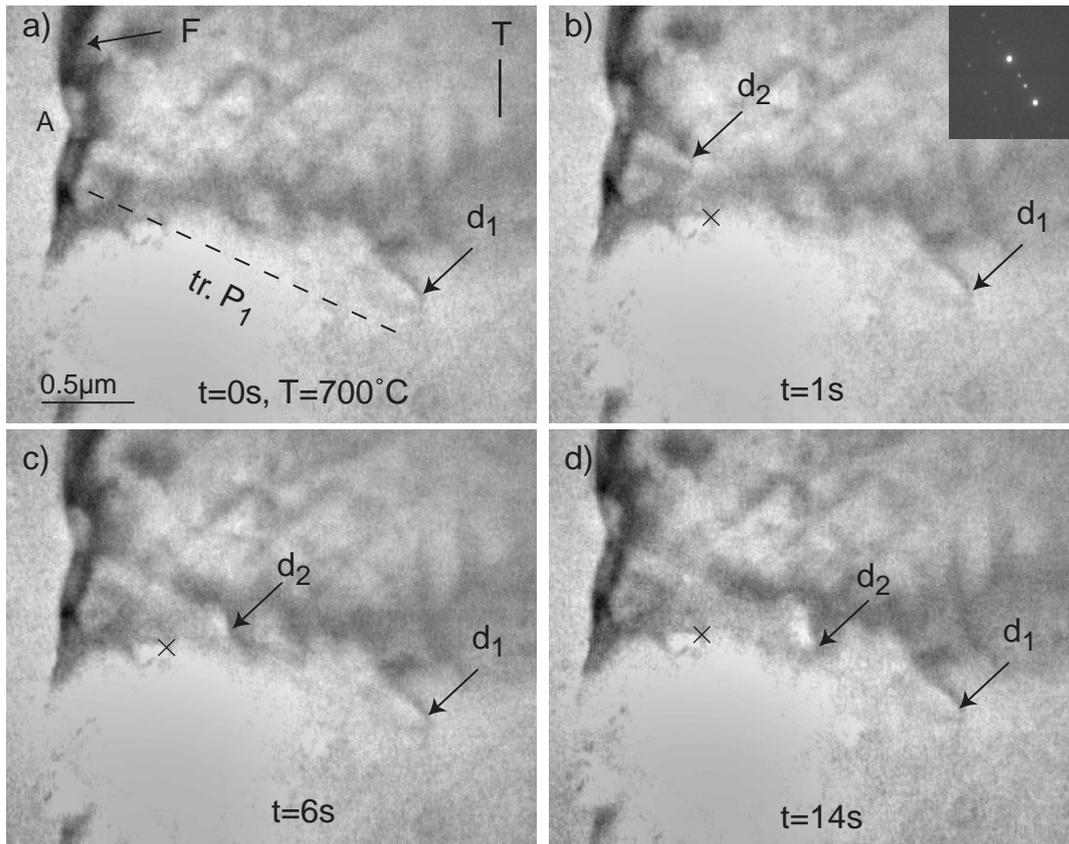


FIG. VII.7: Nucléation et propagation depuis la fissure  $F$  d'une dislocation, notée  $d_2$  dans le plan de trace  $tr.P_1$  identique à celui de la dislocation  $d_1$  (la croix est un point fixe).

### VII.1.3 Discussion

L'ensemble des observations précédentes indique clairement l'existence d'une plasticité par mouvements de dislocations, probablement par montée. Les expériences *in-situ* montrent qu'une partie de la déformation est également accommodée par fissuration, au moins en traction, mais que des mouvements de dislocations sont perceptibles en tête de fissure. Il est donc possible que la plasticité AlCuFe soit contrôlée par les mêmes mécanismes de dislocations que dans AlPdMn, ce qui justifierait la proximité de leur propriétés mécaniques [85]. L'étude des dislocations dans AlCuFe est cependant rendue très difficile par leur très mauvais contraste.

## VII.2 Conclusions

Les quelques résultats obtenus dans AlCuFe nous ont conduits aux conclusions suivantes :

- Une activité de plasticité par dislocations a été établie à partir d'observations *post-mortem* dans des échantillons prédéformés et, d'observations *in-situ* sous contrainte uniaxiale.
- Les dislocations observées *post-mortem* se sont probablement déplacées par montée. Ce sont des dislocations parfaites avec des vecteurs de Burgers binaires qui répondent aux mêmes conditions de contraste que dans AlPdMn.
- La plasticité d'AlCuFe semble être contrôlée par les mêmes mécanismes de dislocations que dans AlPdMn, en accord avec la proximité des paramètres d'activation macroscopiques dans ces deux matériaux.





# Conclusions et Perspectives

L'étude que nous avons menée dans les alliages quasi-cristallins icosaédriques, essentiellement dans AlPdMn, a permis de mieux comprendre les mécanismes élémentaires de la plasticité par montée de dislocations.

La première étape de ce travail a consisté à établir de façon claire les règles de contraste des dislocations et des fautes de phasons. Nous avons en particulier étendu ces règles aux dislocations parfaites aux dislocations imparfaites. Nous avons également souligné l'importance des contrastes multiples et résiduels dans la détermination des vecteurs de Burgers. L'étude des fautes de phasons a révélé des règles de contrastes similaires à celles des fautes d'empilement dans les cristaux.

Dans une seconde étape, nous avons étudié la microstructure de dislocations dans des échantillons déformés en compression à basse température et sous pression de confinement. Dans ces conditions où le repavage des fautes de phasons est négligeable, le mode de déplacement des dislocations est parfaitement identifiable. On s'est aperçu que les dislocations se déplacent par montée pure ou mixte même aux températures les plus basses. Nous avons également montré que la déformation est accommodée par échange de lacunes entre dislocations. Nos résultats remettent en cause les modèles précédents basés sur le glissement des dislocations.

Dans un troisième temps, nous avons observé *in-situ* des mouvements de dislocations soit sous l'effet de la contrainte interne seule, soit sous l'effet d'une contrainte uniaxiale. Ces mouvements se font également par montée. La difficulté relative du glissement par rapport à la montée restait cependant difficile à estimer. Nous avons alors observé la formation d'un dipôle de dislocations par montée et son impossibilité à s'annihiler par glissement, prouvant ainsi l'extrême difficulté du glissement. La rugosité des plans denses de la structure pourrait expliquer la difficulté de ce mécanisme.

La forme des dislocations et le caractère visqueux de leur mouvement nous ont suggéré qu'elles se comportaient en partie comme dans les cristaux covalents, bien que cette dernière situation fasse référence à du glissement. L'aspect rectiligne des segments de dislocations semble également

---

indiquer l'existence de vallées de Peierls. Nous en avons conclu que leur mouvement est contrôlé par une nucléation difficile et une propagation facile de paires de crans (jogs) par montée.

Dans une dernière étape, nous avons élaboré un modèle de plasticité par montée qui s'applique aussi bien à des matériaux cristallins que quasi-cristallins, en transposant le modèle de Hirth et Lothe qui décrit le glissement dans les cristaux covalents. Nous avons supposé que la diffusion se fait par l'intermédiaire de lacunes, comme dans les cristaux, bien que les mécanismes mis en jeu sont certainement plus complexes. Nous avons mis en évidence que la contrainte chimique, due à une sous/sur-saturation de lacunes, contribue environ pour la moitié à la contrainte totale. Nous avons montré que les valeurs des paramètres d'activation macroscopiques (volume d'activation, exposant de contrainte et énergie d'activation) prédites par notre modèle sont en accord avec les données expérimentales, en prenant une énergie d'auto-diffusion de  $1.5eV$ . Il serait toutefois intéressant dans l'avenir de mener des essais macroscopiques visant à déterminer de façon plus précise l'importance des contraintes mis en jeu, en particulier la contrainte chimique. De nombreuses questions concernant l'origine des vallées de Peierls et l'adoucissement restent ouvertes.

Cette étude se clôt sur des observations préliminaires menées dans AlCuFe qui indiquent l'existence d'une plasticité par mouvements de dislocations, probablement par montée. Le mauvais contraste des dislocations dans ce matériau est toutefois un obstacle majeur à une étude plus approfondie.

Ce travail ouvre donc de nouvelles perspectives pour la compréhension des mécanismes de plasticité à haute température des quasi-cristaux, et plus généralement des alliages métalliques cristallins.





# Bibliographie

- [1] Shechtman, D., Blech, I., Gratias, D., and Cahn, J.W., *Phys. Rev. Lett.*, **53**, 1951-1953 (1984).
- [2] Levine, D., Steinhardt, P.J., *Phys. Rev. Lett.*, **53**, 2 (1984).
- [3] Johansson, C. H., Linde, J. O., *Ann. Phys. Lpz.*, **25**, 1-48 (1936).
- [4] Duneau, M., Katz, A., *Phys. Rev. Lett.*, **54**, 2688-2691 (1985).
- [5] Kalugin, P. A., Kitayev, A. Y., Levitov, L. S., *JETP Lett.*, **41**, 145 (1985).
- [6] Elser, V., *Acta Cryst. A*, **42**, 36 (1986).
- [7] Bendersky, L., *Phys. Rev. Lett.*, **55**, 1461-1463 (1985).
- [8] Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **26**, L1505-1507 (1987).
- [9] *The physics of Quasicrystals*, ed. P. Steinhardt et S. Ostlund, World Scientific-Singapore (1987).
- [10] Janot, C., *Quasicrystal : A Primer*, ed. Oxford University Press-Oxford (1992)
- [11] *Extended Icosahedral Structures*, ed. M. Jaric et D. Gratias, Academic Press-San Diego (1989).
- [12] Cahn, J. W., Shechtman, D., Gratias, D., *J. Mat. Res.*, **1**, 13 (1989).
- [13] De Boissieu, M., Guyot, P., Audier, M., in *Lectures on quasicrystals*, eds. F. Hippert et D. Gratias (Les Editions de la Physique, Les Ullis, 1994) pp1-152.
- [14] Gratias, D., Quiquandon, Katz, A., in *Quasicrystals : Current Topics*, ed. E. Belin-Ferré, C. Berger, M. Quiquandon, A. Sadoc., World Scientific-Singapore, 1999.
- [15] Boudard, M., De Boissieu, M., Janot, Ch., Heger, G., Beeli, C., Nissen, H. U., Vincent, H., Ibberson, R., Audier, M., Dubois, J. M., *J. Phys. Cond. Mat.*, **50**, 10149-10168 (1992).
- [16] Lubensky, T.C., Ramaswamy, S., Toner, J., *Phys. Rev. B*, **33**, 7715-9 (1986).
- [17] Socolar, J. E. S., Lubensky, T.C., Steinhardt, P. J., *Phys. Rev. B*, **34**, 3345-60 (1986).

- [18] Dai, M., *Phil. Mag. Lett.*, **66**, 235-240 (1992).
- [19] Feng, J., Dai, M., Wang, R., Zou, H., *J. Phys-Cond. Matter*, **4**, 9247-54 (1992).
- [20] Wollgarten, M., Zhang, Z., Urban, K., *Phil. Mag. Lett.*, **65**, 1-6 (1992).
- [21] Ovid'ko, I., *Mat. Sci. Eng. A*, **163**, 67-72 (1993).
- [22] Kleman, M., *J. Phys-Cond. Matter*, **8**, 10263-77 (1996).
- [23] Gutkin, M., Ovid'ko, I., *Phys. Solid State*, **39**, 1791-5 (1997).
- [24] Ding, D., Wang, R., Yang, W., Hu, C. J., *J. Phys-Cond Matter*, **7**, 5423-36 (1995).
- [25] Hu, C.J., Wang, R, Ding, D., *Rep. Prog. Phys.*, **63**, 1-39 (2000).
- [26] Yang, W., Feuerbacher, M., Tamura, N., Ding, D. H., Wang, R., Urban, K., *Phil. Mag. A*, **77**, 1481 (1998).
- [27] Takeuchi, S., Shinoda, K., Edagawa, K., *Phil. Mag. A*, **79**, 317 (1997).
- [28] Mikulla, R., Roth, J., Trebin; H -R., *Phil. Mag. B*, **5**, 981 (1995).
- [29] Bresson, L., in *Lectures on quasicrystals*, eds. F. Hippert et D. Gratias (Les Editions de la Physique, Les Ullis) pp 549-59 (1994).
- [30] Köster, U, Liu, W., Liebertz, H., Michel, M., *J. Non-Cryst. Solids*, **153-154**, 446-452 (1993)
- [31] Takeuchi, S., Iwanaga, H., Shibuya, T., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **30**, 361 (1991).
- [32] Yokoyama, Y., Inoue, A., Masumoto, T., *Mater. Trans. JIM*, **34**;135-145 (1993).
- [33] Edagawa, K., Suzuki, S., Takeuchi, S., in *Proceedings of the 6th International Conference on Quasicrystals*, ed. S. Takeuchi et T. Fujiwara, World Scientific-Singapore, p. 517 (1998).
- [34] Michel, M, thèse de doctorat, Université de Dortmund (1992).
- [35] Bhaduri, S.B., Sekhar, J. A., *Nature*, **37**, 609 (1989).
- [36] Tanaka, K., Mitarai, Y., and Koiwa, M., *Phil. Mag. A*, **73**, 1715 (1996).
- [37] Dubois, J. M., Kang, S. S., Von Stebut, J., *J. Mat. Sci. Lett.*, **10**, 537-41 (1991).
- [38] Amazit, Y., De Boissieu, M., Zarembowitch, A., *Europhys. Lett.*, **20**, 703-706 (1992).
- [39] Giacometti, E., Baluc, N., Bonneville, J., *Phil. Mag. Lett.*, **79**, 1 (1999).
- [40] Brunner, D., Plachke, D., Carstanjen, H. D., *Mat. Sci. Eng. A*, **294-296**, 773 (2000).
- [41] Geyer, B., Bartsch, M., Feuerbacher, M., Urban, K., Messerschmidt, U., *Phil. Mag. A*, **80**, 1151 (2000).
- [42] Wollgarten, M., Beyss, M., Urban, K., Liebertz, H., and Kocster, U., *Phys. Rev. Lett.*, **71**, 543 (1993).

- [43] Shield, J. E., Kramer, M. J., *J. Mat. Res.*, **12**, 300 & 2043 (1997).
- [44] Giacometti, E., Baluc, N., Bonneville, J., *Mat. Sci. Eng. A*, **294-296**, 777-780 (2000).
- [45] Giacometti, E., Baluc, N., Bonneville, J., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **553**, 295 (1999).
- [46] Messerschmidt, U., Geyer, B., Bartsch, M., Feuerbacher, M., et Urban, K., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **553**, 319 (1999).
- [47] Wollgarten, M., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Feuerbacher, M., Rosenfeld, R., Beyss, M., et Urban, K., *Phil. Mag. Lett.*, **71**, 99 (1995).
- [48] Feuerbacher, M., Metzmacher, C., Wollgarten, M., Baufeld, B., Bartsch, M., Messerschmidt, U., et Urban, K., *Mat. Sci. Eng. A*, **233**, 103 (1997).
- [49] Messerschmidt, U., Bartsch, M., Geyer, B., Feuerbacher, M., Urban, K., *Phil. Mag. A*, **80**, 1165 (2000).
- [50] Devaud-Rzepisky, J., Cornier-Quiquandon, M., Gratias, D., in *Quasicrystals and incommensurate structures in condensed matter*, ed. by M. J. Yakaman, D. Romen, V. Castano, A. Gomez, (Singapore : World Scientific) p.498 (1990).
- [51] Caillard, D., Vanderschaeve, G., Bresson, L., et Gratias, D., *Phil. Mag. A*, **80**, 237 (2000).
- [52] Caillard, D., Vanderschaeve, G., Bresson, L., Gratias, D., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **553**, 301 (1999)
- [53] Rosenfeld, R., Feuerbacher, M., Baufeld, B., Bartsch, M., Wollgarten, M., Hanke, G., Beyss, M., Messerschmidt, U., et Urban, K., *Phil. Mag. Lett.*, **72**, 375 (1995).
- [54] Wang, R. H., Yang, W. G., Gui, J. N., Urban, K., *Mat. Sci. Eng. A*, **294**, 742-7 (2000).
- [55] Schall, P., Feuerbacher, M., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Urban, K., *Phil. Mag. Lett.*, **79**, 785-96 (1999).
- [56] Trebin, H.-R., Mikulla, R., Roth, J., *J. Non-Cryst. Solids*, **153**, 272-75 (1993).
- [57] Mikulla, R., Gumbsch, P., Trebin, H.-R., *Phil. Mag. Lett.*, **78**, 369-76 (1998).
- [58] Schaaf, G. D., Mikulla, R., Roth, J., Trebin, H.-R., *Mater. Sci. Eng. A*, **294**, 799-803 (2000).
- [59] Feuerbacher, M., Klein, H., Schall, P., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Urban, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **553**, 307 (1999).
- [60] Takeuchi, S., Tamura, R., Kabutoya, E., *Phil. Mag. A*, **82**, 379 (2002).
- [61] Ebert, P., Feuerbacher, M., Tanamura, N., Wollgarten, M., Urban, K., *Phys. Rev. Lett.*, **77**, 3827 (1996).

- [62] Messerschmidt, U., Bartsch, M., Feuerbacher, M., Geyer, B., Urban, K., *Phil. Mag. A*, **79**, 2123-35 (1999).
- [63] Schall, P., thèse de doctorat, RWTH Aachen, 1998.
- [64] Messerschmidt, U., Häusler, D., Bartsch, M., Geyer, B., Feuerbacher, M., Urban, K., *Mat. Sci. Eng. A*, **294-296**, 757 (2000).
- [65] Messerschmidt, U., et Bartsch, M., *Scripta Mat.*, **49**, 33 (2003).
- [66] Messerschmidt, U., Petrukhov, B.V., Bartsch, M., Dietzsch, Ch., Geyer, B., Häusler, D., Ledig, L., Feuerbacher, M., Schall, P., Urban, K., *Mat. Res. Eng. A*, **319-321**, 107 (2001).
- [67] Gäller, R., Mehrer, H., *Mat. Sci. Eng. A*, **294-296**, 693-96 (2000).
- [68] Momprou, F., Feuerbacher, M., Caillard, D., *Phil. Mag.* in press.
- [69] Guyot, P., Canova, G., *Phil. Mag. A*, **79**, 2815-32 (1999).
- [70] Feuerbacher, M., Schall, P., Estrin, Y., Brechet, Y., *Phil. Mag. Lett.*, **81**, 473-482 (2001).
- [71] Hirsch, P., Howie, A., Nicholson, R. B., Pashley, D. W., et Whelan, M. J., *Electron Microscopy of thin crystal* (Malabar, Florida : R. E. Krieger) (1977)
- [72] Wollgarten, M., Gratias, D., Zhang, Z., Urban, K., *Phil. Mag. A*, **64**, 819 (1991).
- [73] Wang, Z. G., Wang, R., Feng, J. L., *Phil. Mag. A*, **70**, 577 (1994).
- [74] Caillard, D., Roucau, C., Bresson, L., Gratias, D., *Acta Mat.*, **50**, 4499 (2002).
- [75] Caillard, D., Morniroli, J. P., Vanderschaeve, G., Bresson, L., et Gratias, D., *Eur. Phys. J. AP*, **20**, 3 (2002).
- [76] Cherns, D. and Preston, A. R., *Proceedings of the 10<sup>th</sup> International Congress on Electron Microscopy*, Kyoto, p. 721 (1986).
- [77] Howie, A., et Whelan, M. J., *Proc. Roy. Soc.*, **267**, 206 (1962).
- [78] Wang, R., Feuerbacher, M., Yang, W., Urban, K., *Phil. Mag. A*, **78**, 273-284 (1998).
- [79] Gevers, R., in *Méthodes et Techniques Nouvelles d'Observation en Métallurgie Physique*, ed. B. Jouffrey (Paris : SFME), p. 155 (1972).
- [80] Ebalard, S., Spaepen, F., *J. Mater. Res.*, **5**, 62 (1989).
- [81] Devaud-Rzepisky, J., Quivy, A., Calvayrac, Y., Quiquandon, M., Gratias, D., *Phil. Mag. B*, **60**, 855 (1989).
- [82] Heggen, M., Feuerbacher, M., Schall, P., Urban, K., Wang, R., *Phys. Rev. B*, **64**, 14202 (2001).

- [83] Cornier-Quiquandon, M., Quivy, A., Lefebvre, S., Elkaim, E., Heger, G., Katz, A., Gratias, D., *Phys. Rev. B*, **44**, 2071 (1991).
- [84] Kelly, P. M., Blake, R. G., Jostons, A., *J. Nucl. Mater.*, **59**, 307 (1976).
- [85] Giacometti, E., thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Fédéral de Lausanne, 1999.
- [86] Menguy, N., Audier, M., Guyot, P., Vacher, M., *Phil. Mag. B*, **68**, 595 (1993).
- [87] Cordier, P., et Rubie, D. C., *Mater. Sci. Eng. A*, **309**, 38 (2001).
- [88] Viguier, B., Mortensen, A., *Ultramicroscopy*, **87**, 123 (2001).
- [89] Morniroli, J. P., *Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED)*, ed La Société Française des Microscopies, Paris (1998).
- [90] Texier, M., Prout, A., Bonneville, J., Rabier, J., Baluc, N., et Cordier, P., *Phil. Mag. Lett.*, **82**, 659 (2002).
- [91] Benamara M, Rocher A, Sopéna P, Claverie A, Laporte A, Sarrabayrouse G, Lescouzères L, Peyre-Lavigne A., *Mat. Sci. Eng. B*, **42**, 164 (1996).
- [92] Yasutake, K., Iwata, M., Yoshii, K., Umeno, M., Kawabe, H., *J. Mat. Sci.*, **21**, 2185 (1986).
- [93] George, A., Michot, G., *Mat. Sci. Eng. A*, **164**, 118 (1993).
- [94] Lawn, B.R., Hockey, B.J., Wiederhorn, S.M., *J. Mater. Sci.*, **15**, 1207 (1980).
- [95] Wiederhorn, S. M., Hockey, B. J., Roberts, D.E., *Phil. Mag.*, **28**, 783 (1973).
- [96] Wollgarten, M., Saka, H., Inoue, A., *Phil. Mag. A*, **79**, 2195 (1999).
- [97] Wollgarten M, Urban, K., *Dislocations and plasticity in quasicrystals* ed. Hippert F. and Gratias D. Lectures on Quasicrystals (Les Ulis : les éditions de physique), p. 535 (1994).
- [98] Matterstock, B., Conforto, E., Kruml, T., Bonneville, J., et Martin, J.L., *MRS Symp. Proc.*, **552**, KK10-3-1 (1999).
- [99] Hirth, J., et Lothe, J., *Theory of Dislocations* (Malabar, Florida, R. E. Krieger), p. 557 (1992).
- [100] Coujou, A., Lours, Ph., Roy, N. A., Caillard, D., Clément, N., *Acta Metall. Mat.*, **38**, 825 (1990).
- [101] Le Hazif, R., Edelin, G., Dupouy, J.-M., *Metall. Trans.*, **4**, 1972 (1972).
- [102] Edelin, G., Poirier, J.-P., *Phil. Mag.*, **28**, 1203 et 1211 (1973).
- [103] Couret, A., Caillard, D., *Acta Met.*, **33**, 1447 (1985).
- [104] Smallman, R. E., Westmacott, K.H., *Mat. Sci. Eng. A*, **9**, 249 (1972).

- [105] Weertman, J., *J. Appl. Phys.*, **28**, 362 & 1185 (1957).
- [106] Fnaiech, M., Reynaud, F., Couret, A., Caillard, D., *Phil. Mag. A*, **55**, 405 (1987).
- [107] Brunner, D., Plaschke, D., Carstanjen, H. D., *Mat. Sci. Eng. A*, **234-236**, 310 (1997).
- [108] Feueurbacher, M., Baufeld, B., Rosenfeld, R., Bartsch, M., Hanke, G., Beyss, M., Wollgarten, M., Messerschmidt, U., et Urban, K., *Phil. Mag. Lett.*, **71**, 91 (1995).
- [109] Philibert, J., *Diffusion et Transport de Matière dans les Solides*, Les éditions de la Physique (1985).
- [110] Nabarro, F. R. N., Conférence de Bristol, The Physical Society (1947).
- [111] Herring, C., *J. Appl. Phys.*, **21**, 437 (1950).
- [112] Pranatis, A. L., Pound, G. M., *J. Met.*, **7**, 664 (1955).
- [113] Scott, R., Hall, A. R., Williams, J., *J. Nucl. Mat.*, **1**, 39 (1959).
- [114] Folweiler, R. C., *J. Appl. Phys.*, **32**, 773 (1961).
- [115] Harper, J. G., Shepard, L. A., Dorn, J. E., *Acta. Met.*, **6**, 507 (1958).
- [116] Nabarro, F. R. N., *Phil. Mag.*, **16**, 231 (1967).
- [117] Friedel, J., *Dislocations*, Pergamon Press (1964).
- [118] Caillard, D., Martin, J. L., *Thermally Activated Mechanisms in Crystal Plasticity*, ed. R. W. Cahn, Pergamon Materials Series (2003).
- [119] Kabutoya, E., Edagawa, K., Tamura, R., Takeuchi, S., Gup, J. Q., Tsai, A. P., *Phil. Mag. A*, **82**, 369 (2002).
- [120] Cagnon, M., *Phil. Mag.*, **24**, 1465 (1971).
- [121] Franz, V., Feuerbacher, M., Wollgarten, M., Urban, K., *Phil. Mag. Lett.*, **79**, 333 (1999).
- [122] Takeuchi, S., Edagawa, K., Tamura, R., *Mat. Sci. Eng. A*, **319-321**, 93 (2001).
- [123] Eshelby, J. D., *Proc. Roy. Soc. London*, **A266**, 222 (1962).
- [124] Sato, K., Takahashi, Y., Uchiyama, H., Kanazawa, I., Tamura, R., Kimura, K., Komori, F., Suzuki, R., Ohdaira, T., Takeuchi, S., *Phys. Rev. B*, **59**, 6712 (1999).
- [125] Bresson, L., Gratias, D., *J. Non-Cryst. Sol.*, **153-154**, 468 (1993).



## **Contribution à l'étude de la plasticité des quasi-cristaux icosaédriques AlPdMn et AlCuFe**

Ce travail porte sur l'étude des mécanismes élémentaires de la plasticité des alliages quasi-cristallins AlPdMn et AlCuFe. Nous avons d'abord étudié les contrastes des dislocations et des fautes de phasons en microscopie électronique à transmission. Dans AlPdMn, nous avons déterminé les vecteurs de Burgers des dislocations et leurs plans de déplacement, dans des échantillons déformés à basse température et sous pression de confinement et dans des échantillons déformés *in-situ* à haute température. Les résultats montrent que les dislocations se déplacent par montée. Nous avons également établi que le glissement était extrêmement difficile, au moins dans les plans binaires et à haute température. La forme rectiligne et le mouvement visqueux des dislocations indiquent qu'elles se déplacent par nucléation et propagation par montée de paires de crans (jogs). Nous avons transposé à la montée le modèle de Hirth et Lothe pour le glissement dans les cristaux covalents. Nous avons montré que la contribution de la contrainte chimique de sous/sur-saturation de lacunes est de l'ordre de la moitié de la contrainte totale. Les paramètres d'activation (exposant de contrainte, volume et énergie d'activation) prédits par le modèle sont en accord avec les données expérimentales dans AlPdMn. Dans AlCuFe, nous avons montré l'existence d'une plasticité par mouvements de dislocations, probablement par montée.

Mots-clés quasi-cristaux, montée, MET.

## **Contribution to the study of plasticity in AlPdMn and AlCuFe icosahedral quasicrystalline alloys**

This work reports the study of elementary mechanisms of plasticity in AlPdMn and AlCuFe quasicrystalline alloys. We have first studied the contrasts of dislocations and phasons faults by transmission electron microscopy. In AlPdMn, we have determined Burgers vectors and planes of motion of dislocations, in samples deformed at low temperature and under confining pressure, and in samples deformed *in-situ* at high temperature. All the results show that the dislocations move by climb. We have also established that dislocation glide is extremely difficult at least in two-fold planes and at high temperature. The rectilinear shape and the visquous motion of the dislocations indicate that they move by nucleation and propagation of climbing jog pairs. We have transposed to climb the Hirth and Lothe model of gliding dislocations in covalent crystals. We have shown that the chemical stress due to the sub/supersaturation of vacancies is about half the total stress. The activation parameters (stress exponent, activation volume and energy) predicted by the model are in agreement with experimental datas. In AlCuFe, we have shown that plasticity involves dislocation motion, probably by climb.

Key-words quasicrystals, dislocation climb, TEM.