

4. European conference on internal friction and
ultrasonic attenuation in solids
Villeurbanne (France) 5-7 Jul 1983
CEA-CONF--7013

FROTTEMENT INTERIEUR DU MAGNESIUM

A PARTIR DE 0,8 K ; EFFET

D'UN BOMBARDEMENT ELECTRONIQUE

C. MINIER⁺, J. LAUZIER, F. DISDIER⁺⁺ et R. LAGNIER⁺⁺

CENTRE D'ETUDES NUCLEAIRES DE GRENOBLE

DEPARTEMENT DE RECHERCHE FONDAMENTALE

Section de Physique du Solide

85 X - 38041 - GRENOBLE Cedex

⁺ Université Scientifique et Médicale de Grenoble

⁺⁺ Service des Basses Températures - G . R . C . C . C. E. N. GRENOBLE

Résumé - Un nouveau cryostat d'irradiation aux électrons qui permet les mesures de frottement intérieur et module élastique depuis 0,7 K est décrit sommairement. Des résultats préliminaires obtenus sur le magnésium sont présentés.

Abstract - A new irradiation facility with internal friction and modulus measurements beginning at 0,7 K is described. Preliminary results on magnesium are presented.

I - INTRODUCTION

Dans les métaux purs en général et le magnésium en particulier, il existe vers 4 K un frottement interne résiduel qui est associé en majorité aux mouvements des décrochements géométriques sur les dislocations ; ce mouvement est réduit par l'arrivée de défauts ponctuels créés par irradiation. Il est très intéressant d'étudier le spectre de frottement interne en dessous de 4 K car on attend un ou plusieurs pics liés à la relaxation des décrochements géométriques seuls ou en interaction avec des défauts.

Par ailleurs, les défauts créés par irradiation dans le magnésium s'annihilent en très grande majorité en dessous de 13 K [1] et il est fondamental pour leur identification de chercher s'il leur correspond des phénomènes de relaxation à très basse température.

II - APPAREILLAGE

L'échantillon est une lame vibrante ($2 \times 0,4 \times 0,03 \text{ cm}^3$), encastrée à une extrémité ; le frottement interne et la fréquence de résonance sont mesurés automatiquement.

Le nouveau dispositif cryogénique fonctionnant dans la gamme 0,7 K-900 K a été conçu et réalisé par le Service des Basses Températures ; sa description détaillée fera l'objet d'un rapport CEA à paraître ; on peut cependant le décrire sommairement.

1 - Description générale du cryostat

Ce cryostat est représenté sur la figure 1 et comprend :

- une réserve d'azote liquide de 12 litres pour refroidir des écrans et limiter les apports de chaleur par conduction vers les niveaux inférieurs de température. Son autonomie est environ de 20 heures.
- une réserve d'hélium 4 liquide de 10 litres qui permet d'alimenter différents circuits pour obtenir des températures de l'échantillon de 4,2 ou 1,8 K. Son autonomie est de 30 heures environ.
- une cellule porte échantillon comprenant :
 - . une platine avec écran, refroidie suivant les cas de fonctionnement à 80 ou à 20 K. Cette platine supporte une partie du mécanisme de translation des capteurs en-

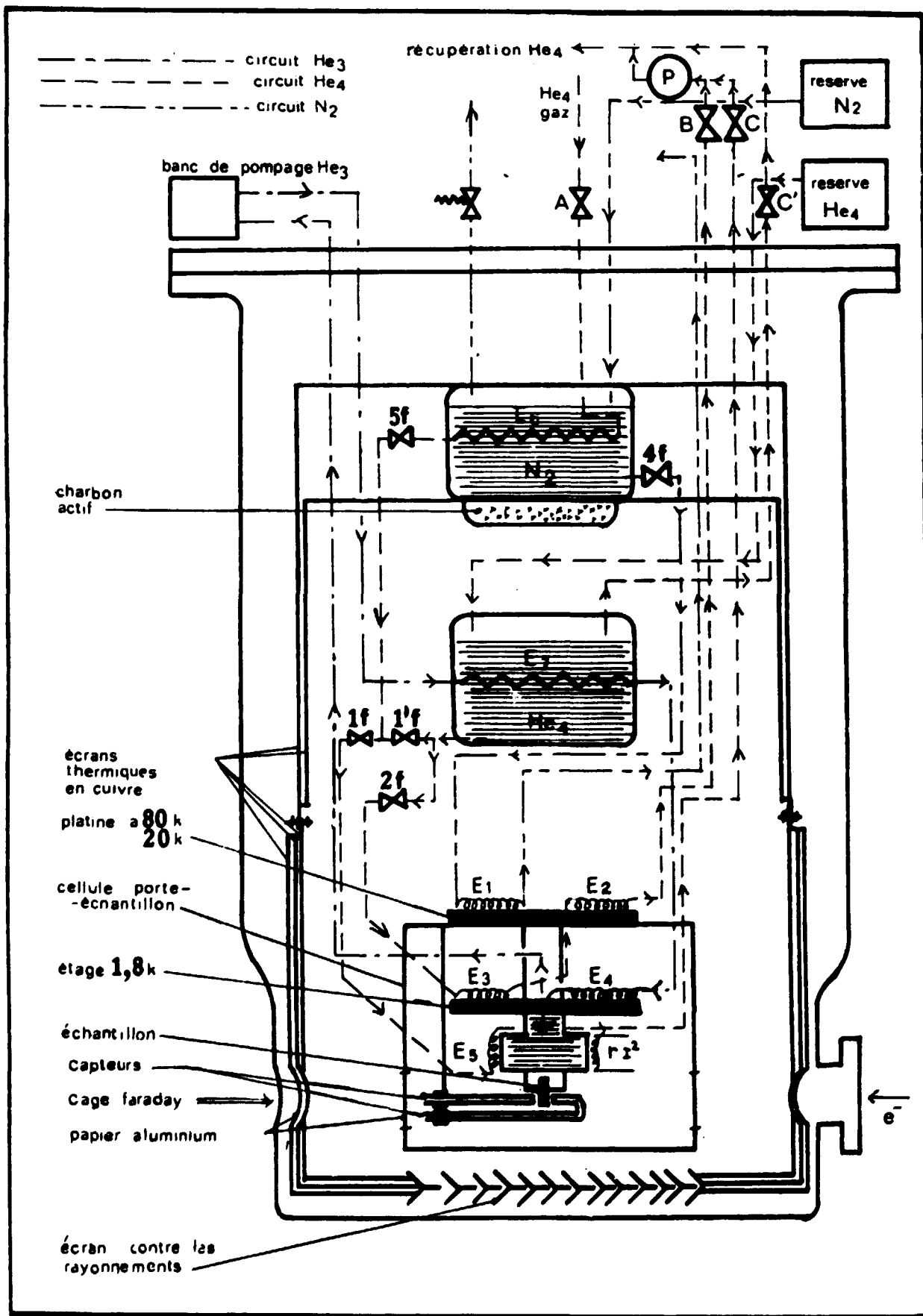


Fig. 1 Cryostat d'irradiation fonctionnant entre 0,7 et 900 K.

tourant l'échantillon, manoeuvrable depuis l'extérieur du cryostat.

Le porte échantillon proprement dit, comprenant l'échantillon, lame vibrante dans le vide commun au cryostat. Cet échantillon est encastré dans une pièce en cuivre portant un échangeur de chaleur pouvant fonctionner de 2 à 900 K par circulation d'hélium et par chauffage avec un four. La pièce en cuivre support échantillon constitue également une chambre indépendante dans laquelle on vient stocker l'hélium 3 contenu dans un circuit étanche et liquéfié à l'étage supérieur à 1,8 K. Par abaissement de la pression, par l'intermédiaire d'une pompe primaire, de ce petit bain d'hélium 3 on peut atteindre des températures de l'ordre de 0,7 K pendant 1 heure environ.

La thermométrie prévue pour couvrir toute la plage 0,7-900 K utilise deux sondes rhodium-fer. Un thermomètre sert à la mesure et l'autre pilote un régulateur de température qui commande le chauffage du porte échantillon.

2 - Différents modes de fonctionnement

Le dispositif étudié permet deux types de fonctionnement :

- un fonctionnement en laboratoire, sur l'autonomie de la réserve d'hélium 4, avec des remplissages à la demande.
- un fonctionnement couplé avec un accélérateur d'électrons de type Van de Graaf et un réfrigérateur à hélium 4. On a alors la possibilité d'irradiation à température supérieure à 2 K pendant plusieurs jours avec des puissances dissipées sur l'échantillon inférieures à 0,2 W.

Après irradiation, tout en restant couplé au réfrigérateur, on peut obtenir, de la même manière qu'en laboratoire, des températures comprises entre 0,7 et 900 K.

III - RESULTATS OBTENUS DANS LE MAGNESIUM

L'échantillon de magnésium très pur a été fourni par le Dr Revel du Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique de Vitry, l'analyse a été donnée par ailleurs [2]. Le spécimen étudié ici était dans un état initial écroui mais à un taux qu'il n'a pas été possible de quantifier. La figure 2 montre les variations relatives du frottement interne en fonction de la température en dessous de 20 K. Entre 8 et 20 K, on retrouve l'augmentation déjà observée [2] qui aboutit au pic π_1 situé vers 20 K à cette fréquence (≈ 700 Hz). Le frottement interne passe par un minimum vers 3-5 K et réaugmente d'environ 10 % pour les très basses températures. Plusieurs montées en tem-

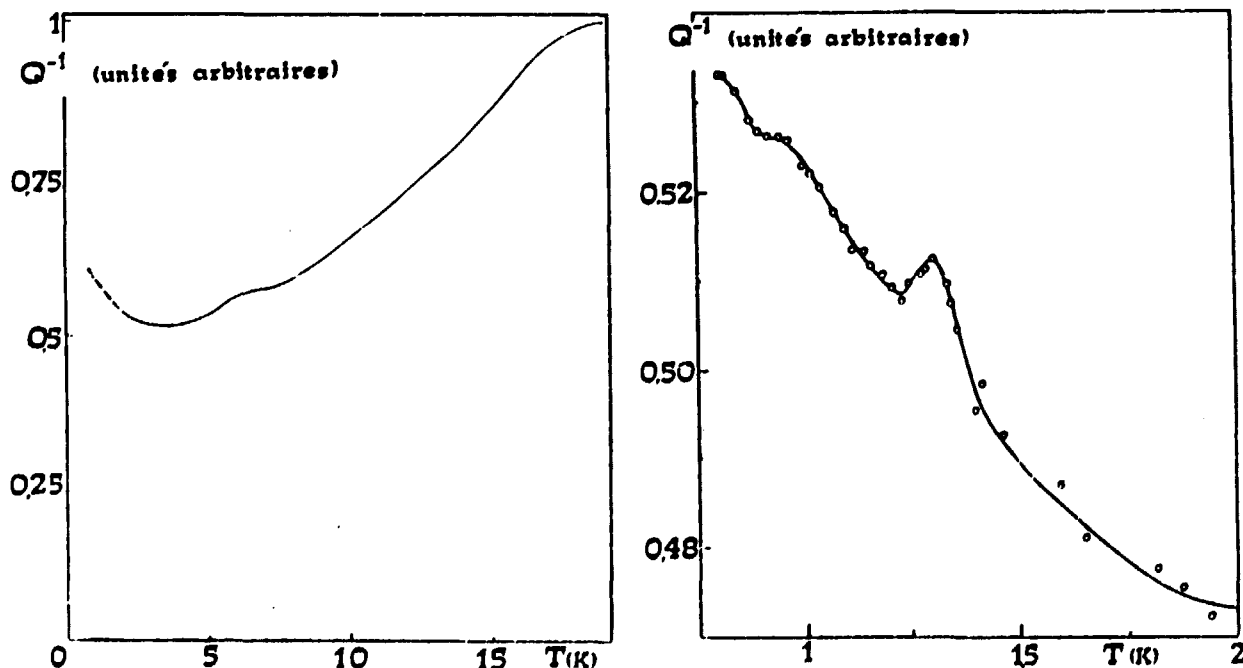


Fig. 2 et 3 : frottement interne du magnésium en unités arbitraires, en fonction de la température, avant irradiation.

pérature ont été répétées entre 0,8 et 2 K, la déformation de mesure pouvait changer de l'une à l'autre. Les variations du frottement interne ont l'allure présentée dans la figure 3. Il existe une décroissance générale du frottement interne et un pic situé vers 1,2-1,3 K sort plus ou moins du fond. Un second pic à température plus élevée se distingue aussi dans certains cas.

L'échantillon a été ensuite soumis à un bombardement électronique d'énergie 0,8 MeV jusqu'à une dose $\phi = 510^{15}$ el/cm², à une température de l'ordre de 7 K.

Une première montée en température a été réalisée jusqu'à 22 K suivie d'une seconde et la figure 4 montre les variations relatives du frottement interne. Des pics très nets liés à l'irradiation apparaissent vers 2-3,5 K avec une structure au moins double, vers 7 K et vers 16 K lors de la première montée. Au cours de la seconde montée, les pics en dessous de 4 K sont toujours bien visibles mais le fond a diminué dans cette zone, le pic vers 7 K a plutôt été augmenté par la montée à 22 K ; le pic à 16 K a disparu et on observe le pic π_1 situé à 20 K et précédant la croissance due au pic de Bordoni B₁.

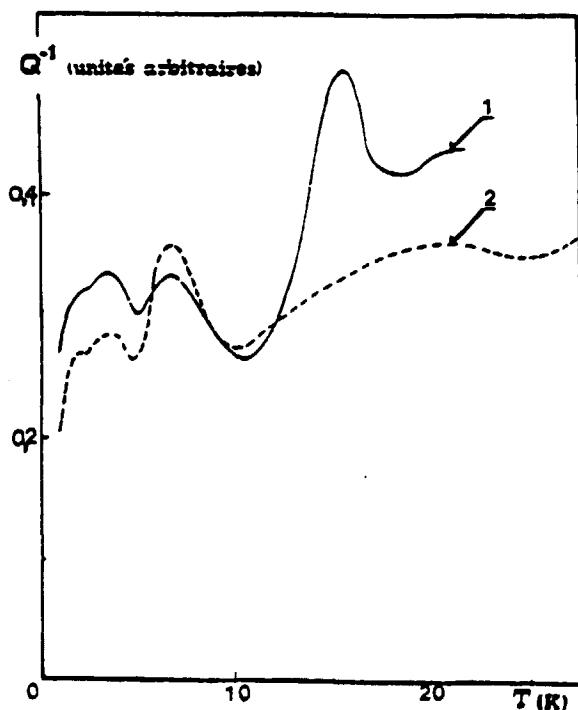


Fig. 4 : frottement interne en unités arbitraires, en fonction de la température, après irradiation ($\phi = 510^{15}$ el/cm², $E=0,8$ MeV) courbe 1 au cours de la 1ère montée jusqu'à 22 K - courbe 2 au cours de la 2ème montée.

IV - INTERPRETATION

Les résultats présentés sont préliminaires et il reste de nombreux progrès à faire, en particulier pour donner la valeur absolue du frottement interne, préciser l'influence du taux d'écroissance et de la déformation de mesure sur les phénomènes observés. Nous pouvons cependant dégager certaines idées importantes.

Avant irradiation, les spectres montrent que le frottement interne augmente encore lorsque la température décroît jusqu'à 0,8 K. Il existe donc certainement un ou plusieurs phénomènes anélastiques qu'il serait très intéressant de chercher à température plus basse et qui sont associés au mouvement intrinsèque des décrochements géométriques. Le pic situé vers 1,2-1,3 K doit être plutôt lié à un mécanisme d'interaction avec des défauts ou des impuretés.

Après irradiation, le grand pic observé vers 16 K et qui a disparu après recuit à 22 K est le pic π_0 que nous avons déjà décrit [2] et attribué à un mécanisme d'interaction entre décrochements géométriques et défauts d'irradiation de nature interstitielle.

Les pics situés vers 2 -3,5 K et à 7 K pourraient être associés à la relaxation de défauts d'irradiation et dans cette hypothèse, nous pouvons déjà éliminer des relaxa-

tions de paires proches car celles-là disparaissent au cours d'un recuit jusqu'à 13 K [1]. Quant aux interstitiels libres, il semblerait maintenant proposé qu'ils migrent dans le magnésium en-dessous de 4,5 K [3] ; cette situation d'inversion, par rapport aux modèles classiques, de la zone de diffusion de l'interstitiel libre comparée à celles des paires proches est proposée également dans d'autres métaux [4]. Dans cette hypothèse, la relaxation de l'interstitiel libre ne peut pas être responsable des pics 2-3,5 ou 7 K. Il reste à envisager des processus de relaxation de complexes de défauts d'irradiation ou des mécanismes d'interaction avec les dislocations. Pour préciser le modèle, il serait intéressant de déterminer la température de disparition des pics observés.

V - CONCLUSION

Dans le magnésium pur et écroui, il existe encore des manifestations anélastiques en-dessous de 0,8 K, un pic d'interaction entre défauts et décrochements géométriques est observé vers 1,2-1,3 K.

Le bombardement électronique fait apparaître de nouveaux pics nets à 2, 3,5 et 7 K et diverses interprétations ont été envisagées.

REFERENCES

- [1] O'NEAL T.N., CHAPLIN R.L., Phys. Rev. B5 (1972) 3810
- [2] MINIER C., DUCLOS D. and LAUZIER J., J. Phys. F : Met. Phys. 13 (1983) 13
- [3] SCHONFELD B. and EHRHART P., Rad. Eff. 59 (1981) 93
- [4] SCHULTZ H., Point defects and defects interaction in metals, édité par J.I. Takamura, M. Doyama and M. Kiritani. University of Tokyo Press 1982 p 183

