

Nouvelle possibilité d'étude des propriétés des alliages métalliques par la méthode du frottement intérieur

Soumis le 29/12/1999 – Accepté le 21/06/2000

Résumé

La méthode du frottement intérieur (F.I.) a de grandes perspectives dans l'étude des microprocessus qui se déroulent lors des transformations de structure dans les matériaux. Dans le présent travail nous montrons l'élargissement des possibilités de ce type d'étude à la recherche des effets anomaux et non linéaires liés aux processus transitoires. Une nouvelle méthode d'étude des effets anomaux du frottement intérieur entièrement réalisé au laboratoire, est proposée et ses possibilités sont illustrées sur les alliages Fe-1,7 % mass. C et Fe-36 % mass. Ni (Invar). Sur ce dernier, il a pu être mis en évidence, pour la première fois, un nouveau pic du F.I.

Mot clés: Frottement intérieur (F.I.), transformation.

Abstract

The method of internal friction has important perspectives in the study of microprocesses which occur during structural transformation in materials. In the present work we show the large possibilities of this type of study in the investigation of anomalous and non linear effects due to transitory processes. A new method of study of the anomalous effects of internal friction entirely realised in laboratory, is proposed and its possibilities are illustrated on Fe-1.7 wt % C and Fe-36wt % Ni alloy (Invar). On the latter a new peak of internal friction is observed for the first time.

Key words: Internal friction, transformation.

N. Ya. ROKHMANOV ⁽¹⁾

D. HAMANA ⁽²⁾

V.M. ANDRONOV ⁽¹⁾

⁽¹⁾Département de Physique

Expérimentale

Université d'Etat de Kharkov

4, Svobody Square

310077, Ukraine

⁽²⁾Unité de Recherche Physique

des Matériaux et Applications

Université Mentouri

Constantine (Algérie)

La plupart des matériaux élaborés à partir d'alliages métalliques, sont utilisés dans des conditions d'exploitation très difficiles (champs de températures et de contraintes complexes). Par conséquent, leurs propriétés peuvent changer en cours d'emploi. L'obtention de matériaux dont les propriétés restent stables durant toute la durée de leur utilisation n'est pas possible sans l'étude des processus qui se produisent lors de leur traitement et de leur exploitation.

Le frottement intérieur est une des meilleures méthodes expérimentales sensibles au changement de la microstructure ; elle est basée sur le fait que des oscillations produites artificiellement dans le corps solide, sont amorties avec le temps; l'énergie élastique des oscillations est dissipée en se transformant en énergie thermique [1]. Les différents mécanismes de transformation de l'énergie élastique en chaleur sont rassemblés sous l'appellation générale de Frottement Intérieur (F.I.).

L'aptitude des matériaux à dissiper l'énergie des oscillations élastiques sans accumulation de défauts de structure et sans rupture lors de leur exploitation (par exemple, dans les pales des turbines des centrales électriques, les parois des tubes de transport,...etc.), peut être contrôlée par la méthode du F.I, aussi bien dans des conditions industrielles que dans celles du laboratoire.

Le taux d'amortissement du matériau peut être caractérisé par la valeur de l'énergie relative Ψ dissipée dans le matériau en un cycle d'oscillation:

$$\Psi = 2\delta = \Delta W/W \quad (1)$$

où δ est le décrément des oscillations amorties de l'échantillon, ΔW l'énergie dissipée en un cycle d'oscillation, W - l'énergie élastique de l'échantillon, correspondant à l'amplitude de la contrainte appliquée.

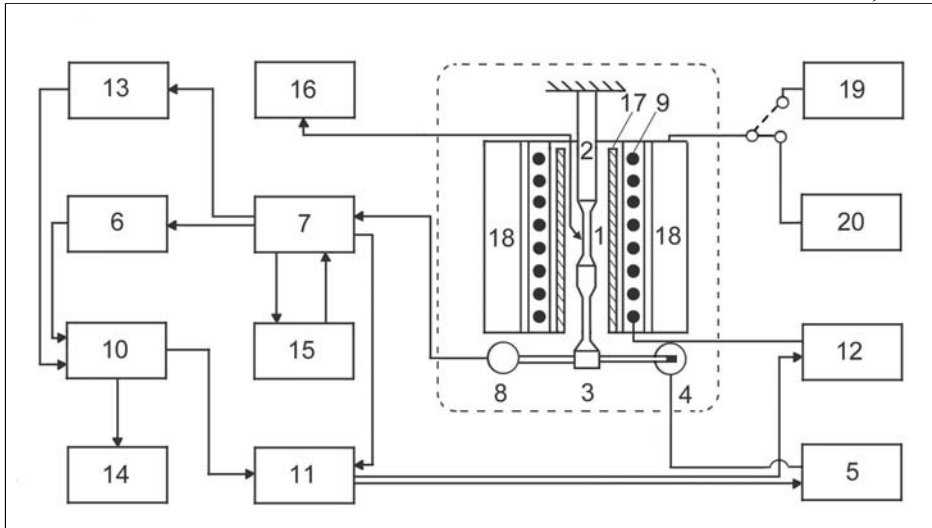
ملخص

إن لطريقة الإحتكاك الداخلي آفاق واسعة في دراسة الآليات المجهرية التي تحدث أثناء التحولات البنيوية داخل المواد. وفي هذا العمل نبين مدى إمكانات توسيع هذا النوع من الدراسة قصد البحث عن التأثيرات غير العادية و غير الخطية و المرتبطة بالآليات المؤقتة. لقد حققنا في المختبر طريقة جديدة لدراسة التأثيرات غير العادية للإحتكاك الداخلي و بينا إمكاناتها بتطبيقها على السبائك Fe - 36 wt % و Fe - 1.7 wt % C و Ni % . و قد بيننا من أجل هذا الأخير و لأول مرة قمة جديدة لمنحنى الإحتكاك الداخلي.

الكلمات المفتاحية: الإحتكاك الداخلي، التحولات البنيوية.

Pour déterminer la valeur de δ , la métho

re
et



- 1. Echantillon
- 2. Tige mobile.
- 3. Levier en titane.
- 4. Capteur d'excitation.
- 5. Générateur de son.
- 6. Compteur.
- 7. Discriminateur d'amplitude.
- 8. Capteur d'enregistrement.
- 9. Four.
- 10. Transcripteur de temps.
- 11. Clé électronique.
- 12. Bloc d'alimentation.
- 13. Chronomètre.
- 14. Enregistreur.
- 15. Dispositif de commutation.
- 16. Microvoltmètre.
- 17. Pièce en cuivre.
- 18. Solénoïde.
- 19. Source de courant alternatif.
- 20. Source de courant continu.

Figure 1: Schéma de montage réalisé pour la mesure du frottement intérieur (F.I.).

une des plus appropriées [2]; elle permet d'automatiser facilement les mesures et de donner au cours d'un même cycle de mesures la variation du F.I. en fonction de la température T , de la fréquence f , de l'amplitude de déformation γ , de l'intensité du champ magnétique H , des contraintes de traction et d'autres facteurs. L'amplitude de déformation γ peut être un paramètre très sensible qui permet de faire apparaître dans le spectre de relaxation du F.I., par réponse du matériau à l'excitation, des pics dont les caractéristiques en dépendent. Leur nature s'explique par l'anomalie des processus de relaxation non linéaires qui peuvent se produire dans des matériaux dont les propriétés sont apparemment stables, et mener ainsi à une rupture inattendue. C'est ce qui attire actuellement l'attention des spécialistes du F.I. [3-6].

Cependant, la mesure de la dépendance en amplitude du F.I. à différentes températures est suffisamment difficile et demande beaucoup de temps, puisqu'une seule dépendance en température du F.I. contient environ 100 points. Les mesures du F.I. lors de la variation de γ nécessite lors de l'arrêt à toutes ces températures, l'obtention d'au moins une dizaine de points. C'est pour cela qu'on a essayé d'automatiser l'appareil de mesure du F.I. et de chercher ainsi de nouvelles méthodes permettant de mettre en évidence de nouvelles anomalies et effets du F.I.

Dans le cadre de ce travail nous proposons une nouvelle méthode de recherche de pics anomaux dans la dépendance en température du frottement intérieur (DTFI). Elle est basée sur l'absence de la dépendance en amplitude des paramètres des pics de relaxation du F.I. des corps solides linéaires, qui fut déjà mentionnée depuis longtemps dans le travail de Van Bueren [7]. Les performances de cette méthode sont justifiées par des mesures réalisées sur deux alliages Fe - 1,7 % mass. C et Fe - 36 % mass. Ni (Invar).

METHODES EXPERIMENTALES

Pour la mesure du F.I. on a utilisé un ensemble sous vide (appelé relaxateur sous vide et indiqué par des

perfectionné [9] au laboratoire. L'échantillon (1) se présentant sous forme d'éprouvette dont le diamètre de la partie utile est de 2,0 à 2,5 mm et la longueur de 20 à 25 mm, est fixé à une tige immobile (2) construite avec un matériau mauvais conducteur de la chaleur. Il est sollicité en tension avec une fréquence $f = 80$ à 100 Hz à l'aide d'un levier léger en titane (3) qui est mis en mouvement à l'aide d'un dispositif d'excitation électromagnétique (4), relié à la sortie d'un générateur de son (5).

La particularité de la méthode proposée repose sur le fait que les DTFI sont mesurées simultanément pour deux amplitudes de déformations, au cours d'un chauffage (ou refroidissement) continu, sans arrêt (et par conséquent, sans perte de temps). Théoriquement les mesures expérimentales peuvent être réalisées suivant deux schémas :

1) par comptage parallèle du nombre d'oscillations n à l'aide de deux compteurs et l'obtention en un cycle d'oscillations amorties de deux valeurs du F.I. pour les amplitudes γ_1 et γ_2 à l'aide de la formule:

$$\gamma = \frac{1}{n} Ln \left(\frac{\gamma}{\gamma^*} \right)$$

(2)

où γ^* est l'amplitude finale lors du comptage des oscillations, et:

$$\frac{\gamma}{\gamma^*} \approx 0,5 \text{ à } 0,9$$

(3)

2) par comptage successif avec un seul compteur en un ou deux cycles d'oscillations amorties suivant le schéma:

$$\gamma_1 - \gamma_2 - \gamma_1 \dots$$

Le deuxième schéma est le plus facile à réaliser au laboratoire ou dans les conditions industrielles (Fig. 1). Dans ce cas le comptage du nombre d'oscillations n se fait par l'intermédiaire du compteur (6). Dans le compteur du bloc de création et de distribution des impulsions, du

discriminateur d'amplitude (7), à l'entrée duquel apparaît une tension du capteur électromagnétique d'enregistrement (8), arrivent les impulsions correspondant au nombre d'oscillations. La mise en marche du compteur (6) pour l'amplitude initiale du comptage γ et l'arrêt pour l'amplitude finale γ^* se fait avec les signaux du discriminateur (7). Le montage expérimental travaille en circuit fermé. A l'aide du four (9) on procède initialement au chauffage de l'échantillon. Avec un intervalle de temps déterminé (1 à 2 minutes), du transcritteur de temps (10) le signal de mise en marche arrive périodiquement sur la clé électronique (11) qui court-circuite le circuit du générateur (5), ce qui déclenche l'amorçage des oscillations de l'échantillon. Quand γ est atteinte, à 10 % supérieure à la valeur nécessaire (γ_2), du discriminateur (7) vers la clé (11) arrive le signal de coupure du générateur et du bloc d'alimentation (12) du four (9) (durant la mesure). Les oscillations commencent à être amorties et leur comptage est entamé. A la fin de ce dernier, le nombre d'oscillations n , le temps correspondant à ces n oscillations (donné par le chronomètre (13)) et la température T apparaissent sur l'enregistreur (14). Simultanément, avec le dispositif de commutation (15) se produit la conversion du discriminateur sur la deuxième amplitude γ_1 . Si elle est choisie suffisamment inférieure à γ_2 , l'amplitude des oscillations décroît spontanément jusqu'à γ_1 , et le cycle de mesure est répété pour une amplitude déjà plus faible, sans amorçage supplémentaire de l'excitation des oscillations de l'échantillon.

Ainsi, le F.I. est mesuré pour deux valeurs de γ en un seul cycle d'oscillations amorties. Pour des valeurs proches de γ_1 et γ_2 , l'amplitude des oscillations, après le premier cycle de mesure (diminution de γ_2 jusqu'à la moitié de sa valeur, c'est à dire jusqu'à γ^*), devient inférieure à γ_1 et le montage expérimental se retrouve en régime d'attente jusqu'à l'excitation suivante de l'échantillon. Les mesures pour la deuxième amplitude seront alors faites pour le prochain cycle des oscillations amorties.

Le contrôle de température se fait à l'aide de deux thermocouples chromel-alumel, l'un soudé à la partie supérieure (élargie) de l'échantillon, et l'autre situé près de la partie centrale de la surface utile (Fig. 1). Ils sont reliés à l'entrée d'un micro voltmètre (16) qui joue le rôle d'indicateur de température. Dans le but d'équilibrer la température le long de l'échantillon on a utilisé une pièce cylindrique en cuivre (17). L'erreur de mesure de température est de + 0,25 °C et celle du décrement des oscillations de 4 %. La démagnétisation de l'échantillon avant les mesures et son aimantation (dans le cas d'un alliage ferromagnétique) se fait à l'aide du solénoïde (18) par son branchement à une source de courant alternative (19) ou continue (20). La gamme d'amplitude utilisée était de 1.10^{-5} à 1.10^{-3} et celle de la température de 20 à 600°C suivant l'étude à réaliser.

Pour montrer l'importance de cette nouvelle méthode deux alliages ont été étudiés : Fe - 1,7 % mass. C et Fe - 36 % mass. Ni (Invar) et pour confirmer certains résultats des analyses dilatométriques ont été faites. On a utilisé pour

cela un dilatomètre différentiel du type DI 24 (Adamel Lhomargy) avec un logiciel (LOGIDIL) approprié pour l'enregistrement, le traitement des résultats et le calcul éventuel des coefficients de dilatation thermique.

RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS

Des études ont pu être faites sur une série d'alliages se trouvant dans des états structuraux hors d'équilibre grâce à cette nouvelle méthode proposée qui se distingue essentiellement par:

- sa rapidité (temps total de mesure de 1 à 2 heures seulement),
- un volume de travail peu important lors des essais en circuit fermé, le nombre de mesures possibles étant minimal (seulement pour deux amplitudes),
- une large gamme de vitesses de chauffage (jusqu'à 10°C/minute).

Un échantillon d'Invar a été homogénéisé à 800°C pendant 1 h, trempé à l'eau et chauffé avec une vitesse de l'ordre de 2,5°C/mn dans l'enceinte de mesure du frottement intérieur. Comme le montre la **figure 2**, aucun effet intéressant n'a été observé au cours du chauffage. Cependant, au cours du refroidissement et pour la première fois un pic est observé vers ~ 160 °C. Ce dernier peut être un pic de relaxation ou d'origine plus complexe. Bien que la dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) pour les pics de relaxation des corps solides linéaires n'existe pas [1], la méthode proposée permet facilement d'établir la DTFI dans le domaine du pic (Fig. 3).

Les conditions optimales qui ont permis la mise en évidence de ce pic anomal sont les suivantes: recuit à 800°C pendant 1 heure suivi d'une trempe et d'un revenu dans le montage expérimental à 300°C pendant 3 heures. Sur la figure 3 sont présentées deux courbes pour deux amplitudes de déformation $\gamma_1 = 3,3.10^{-5}$ (1) et $\gamma_2 = 1.10^{-4}$ (2). Le signe le plus caractéristique du pic anomal s'avère la dépendance de sa hauteur (si on soustrait le fond du F.I. en pointillé) et de sa position relativement à la température vis-à-vis de l'amplitude de déformation; ce qui n'est pas caractéristique pour la majorité des pics dans le spectre du F.I.

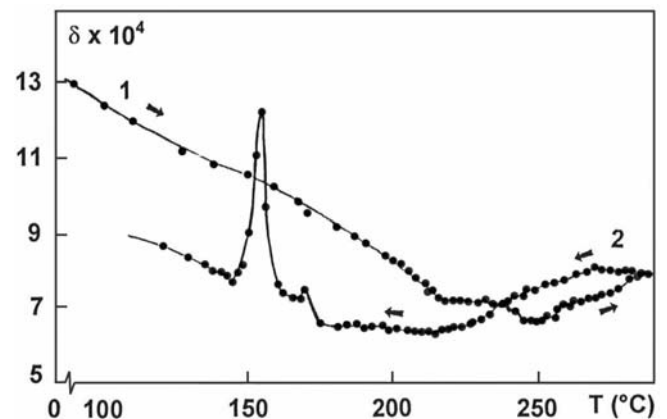


Figure 2: La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'alliage Fe - 36 % mass. Ni recuit une heure à 800°C et trempé rapidement, au cours du chauffage ($\nu = 2,5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$) (1) et du refroidissement (2) pour une amplitude $\nu = 3 \cdot 10^{-5}$

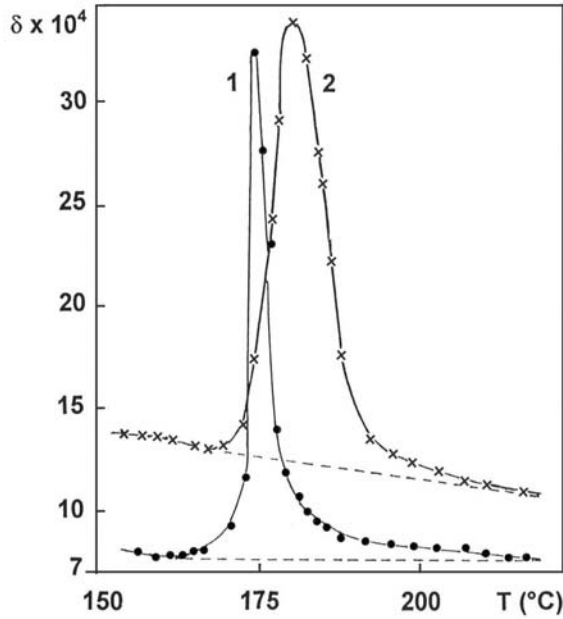


Figure 3: La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'alliage Fe-36% mass. Ni (Invar) pour deux amplitudes $\gamma_1 = 3,3 \cdot 10^{-5}$ (1) et $\gamma_2 = 1 \cdot 10^{-5}$ (2) après recuit d'une heure à 800°C, suivi d'une trempe rapide et d'un nouveau recuit à 300°C pendant 3 heures. En pointillé le fond de F.I.

L'influence de γ sur la position du pic par rapport à la température est assez importante: le déplacement est de l'ordre de 5°C (Fig. 3). Ce dernier n'aurait jamais pu être enregistré, si on avait utilisé la méthode classique de mesures successives pour une amplitude, puis pour une autre (après un nouveau chauffage). En effet, dans ce dernier cas l'erreur dans la détermination de la position du pic est de 5 - 10°C, à cause des gradients de température de l'échantillon.

Comme le montre la comparaison des figures 2 et 3, la température du pic augmente au cours de chauffages répétés suite au changement de structure de la solution solide (mise en ordre). Pour des mesures à d'autres fréquences lors de chauffages répétés, Il apparaît donc que la variation de la température du pic sera sans doute liée beaucoup plus au changement de l'état structural, qu'à celui de la fréquence (c'est à dire la vitesse de déformation).

Ce qui nous conforte dans l'idée que ce pic a une origine de relaxation, c'est les données obtenues par l'analyse dilatométrique (Fig. 4). Sur cette dernière figure on voit bien qu'aucune anomalie n'est observée sur la courbe de refroidissement (la même remarque a été faite pour la courbe de chauffage). Il faut quand même noter que la dépendance en température du coefficient de dilatation thermique change un peu (elle devient plus importante) pour les températures supérieures à 150-170°C.

Pour mieux illustrer les performances de notre appareil nous avons alors procédé à des mesures sur un matériau "étalon" dont le spectre de frottement intérieur est bien connu. Il s'agit de l'alliage Fe-1,7 % mass. C recuit 2 heures

à 600°C. Au cours du premier chauffage et comme dans le cas de l'Invar aucune observation intéressante n'a été faite (Fig.5, courbe 1 pour une amplitude $\gamma_2 = 1 \cdot 10^{-4}$). Cependant, au cours de refroidissement près du point de Curie du carbure de fer apparaît un pic de forme λ dont la hauteur et la forme dépendent de γ (courbes 2 et 3, pour $\gamma = 3 \cdot 10^{-5}$ et $1 \cdot 10^{-4}$ respectivement). La nature de ce pic pour d'autres compositions du système Fe-C a déjà été étudiée par Rokhmanov et Sirenko [10]. Il était lié au changement d'état des joints d'interface $\text{Fe}_\alpha/\text{Fe}_3\text{C}$ près du point de Curie du carbure de Fer (Fe_3C). La figure 5 justifie de façon probante les avantages de cette méthode (courbes 2 et 3).

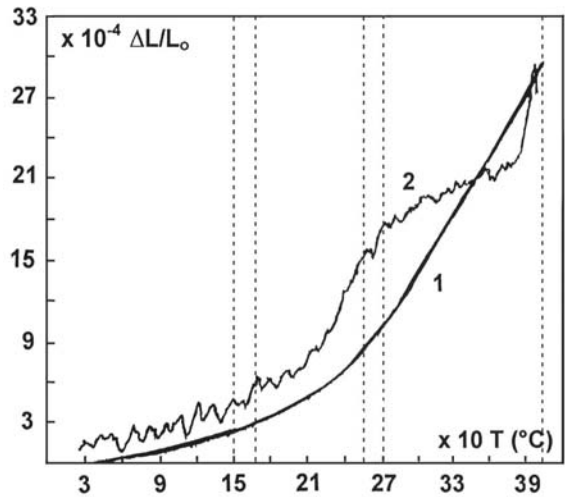


Figure 4: courbe dilatométrique (1) enregistrée au cours du refroidissement de l'alliage Fe-36% mass. Ni (Invar) recuit une heure à 800°C, trempé rapidement et chauffé dans le dilatomètre, ainsi que sa courbe dérivée (2).

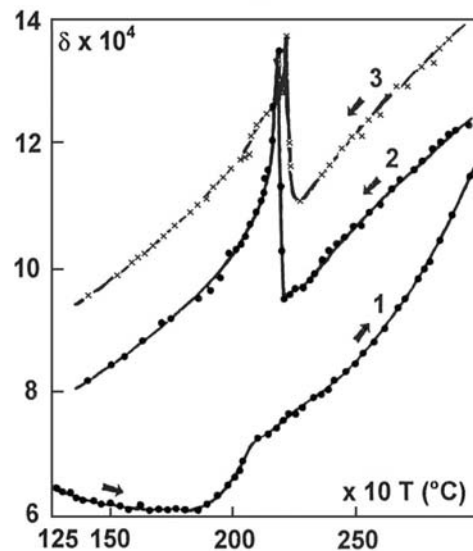


Figure 5: La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'alliage Fe-1,7 % mass. C recuit 2 heures à 600°C au cours du chauffage ($\nu = 2,5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$) (1) et du refroidissement pour deux amplitudes $\gamma_1 = 3,3 \cdot 10^{-5}$ (2) et $\gamma_2 = 1 \cdot 10^{-4}$ (3).

La différence des hauteurs des pics des courbes 2 et 3

(diminution avec l'augmentation de γ en déduisant le fond) ne peut pas être liée à une quelconque cause d'ordre technique, puisque les deux courbes 2 et 3 sont mesurées immédiatement pour les deux amplitudes. Lors de deux mesures consécutives des courbes $\delta(T)$ une influence sur le pic pourrait être due à une petite différence des conditions d'essai (vitesse de refroidissement, temps de mise en mouvement de l'échantillon avant la mesure...).

Ce qui est intéressant, c'est le fait qu'au cours du chauffage il n'y a pas de pic dans l'Invar (Fig. 2) comme dans l'alliage Fe-1,7 % C (Fig. 5). Un tel effet dû à ce pic a été observé par Tan et Kê [3] dans les alliages à base d'aluminium. Ces pics présentent un intérêt scientifique certain, parce que tous les pics de relaxation habituels du F.I apparaissent au chauffage comme au refroidissement. Dans notre cas le fait que le pic anomal apparaisse seulement lors du refroidissement, peut s'expliquer par le caractère de l'interaction dislocation-impureté dans l'invar, et par l'état de tension au joint d'interface Fe_α/Fe_3C dans l'alliage Fe-1,7% mass. C qui est dû à la différence des coefficients de dilatation du Fer α et du carbure de Fer (Fe_3C).

L'étude de la dilatation thermique du fer pur et de l'alliage Fe-1,7 % mass. C (Fig. 6) montre que la présence du carbone mène à une diminution du coefficient de dilatation dans l'intervalle de température où apparaît le pic [100 - 300°C] au chauffage comme au refroidissement; le coefficient de dilatation thermique du carbure de fer étant inférieur à celui du fer, lors du chauffage les particules de carbure (cémentite libre) précipitées seront soumises à des contraintes de traction, ce qui élimine le pic de frottement intérieur. Lors du refroidissement, sur les particules de carbure vont être appliquées des contraintes de compression et l'amélioration du contact au joint d'interface sera la cause principale d'apparition du pic de frottement intérieur. Ce modèle s'avère bien sûr très simplifié, surtout qu'il ne tient pas compte des processus de relaxation des contraintes. A la température du pic qui est de l'ordre de $0,3 T_f$ (T_f étant la température de fusion), ces processus sont apparemment peu actifs.

La méthode que nous avons proposée est presque une méthode différentielle; c'est pour cela que le déplacement relatif des pics du F.I., enregistré lors d'un seul et même chauffage, peut être déterminé avec une précision suffisamment grande, du niveau de l'erreur du mesureur de température. Cette erreur peut donc être diminuée par le choix d'un thermomètre très précis. En outre, la vitesse de chauffage ne joue pratiquement pas de rôle particulier, puisque la valeur mesurée de δ pour une température donnée, est enregistrée exactement pour cette valeur de la température atteinte au moment de la mesure.

Une recherche bibliographique a montré que les pics anomaux avec le comportement qu'on a observé, ont déjà été remarqués dans d'autres systèmes [3-6], ce qui confirme la fiabilité des mesures effectuées. L'existence de dépendance en amplitude de la hauteur et de la position relative à la température du pic du F.I., témoigne du déroulement dans l'alliage étudié de processus temporaires.

En général l'augmentation des contraintes élevant l'enthalpie d'activation, doit déplacer le pic du côté des basses températures. Cependant, dans notre étude de l'Invar il a été

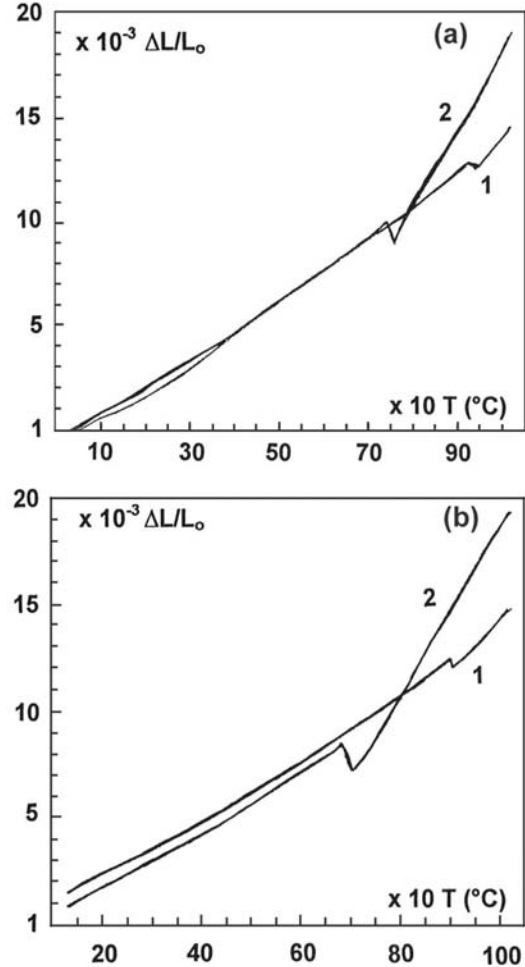


Figure 6: Courbes dilatométriques enregistrées au cours du chauffage (a) et du refroidissement (b) du fer pur (1) et de l'alliage Fe-1,7 % mass. C recuit 2 heures à 600°C (2).

observé un cas intéressant de déplacement du pic vers le côté des hautes températures (Fig. 3).

Le seul mécanisme qui peut expliquer ce comportement est l'entraînement des atomes de soluté par les crans de dislocation en mouvement [11], dans des conditions où le déplacement des atomes durant un cycle de chargement dans le champ de contraintes des dislocations, est contrôlé par une diffusion transversale (perpendiculairement aux dislocations). Tendrant vers la mise en ordre dans l'alliage étudié, ce processus sera accompagné d'une destruction de la corrélation dans la disposition des atomes de l'alliage, dans les domaines d'ordre à courte distance du type Fe_3Ni .

CONCLUSION

L'originalité mise en avant dans ce travail est le domaine de fréquence élevé qui permet des mesures rapides limitant ainsi la durée des essais lors d'un balayage en température. L'exemple de l'alliage étudié (Invar) montre

que son état structural hors d'équilibre est confirmé par les mesures du frottement intérieur, ce qui illustre bien les possibilités de la méthode proposée. En effet, un nouveau pic a pu être mis en évidence dans l'échantillon d'Invar grâce à cette nouvelle méthode qui est assez facile à réaliser. Ce pic est le résultat du développement dans l'alliage qui se trouve dans un état hors d'équilibre (pas en état de mise en ordre total), de processus temporaires, comparables à la période de déformation. Puisque la fréquence f , pour laquelle les mesures ont été effectuées, était de 80 à 100 Hz, il s'agit donc de temps de l'ordre de $t=1/2\pi f$ c'est à dire que le processus enregistré se produit en un temps de l'ordre des micro secondes.

Les effets de l'instabilité de la structure au cours de l'exploitation du matériau dans les conditions industrielles peuvent aussi apparaître, suite à l'influence de facteurs extérieures constants et brusques (comme par exemple, la mise en marche et l'arrêt des turbines). Dans ce dernier cas, lors de la mise en marche, quand les contraintes dépassent la limite de micro-écoulement plastique (ce qu'on appelle la seconde amplitude critique), des dislocations mobiles non ancrées apparaissent et peuvent rompre l'état d'équilibre des phases établi près des interfaces. De petits flux d'atomes dans le champs de contrainte des dislocations peuvent augmenter suffisamment le F.I. et mener à la dissipation de l'énergie (transformation de l'énergie de déformation élastique en chaleur) sans amorçage des fissures et leur développement.

En conclusion, l'étude de tels types de micro processus a de grandes perspectives, surtout du point de vue garantie de la stabilité des propriétés des matériaux de construction en cours d'utilisation industrielle.

REFERENCES

- [1]- Postnikov V.S., "Frottement intérieur des métaux", *Métallurguia*, Moscou, (1969) (Russe).
- [2]- Krichtal M.A., Pigousov Y.V., Galavin S.A., "Frottement intérieur dans les métaux et les alliages", *Métallurguia*, Moscou, (1962) (Russe).
- [3]- Tan Q., Ke I.S., *Acta Metall. Mater.*, 39_(1991), p. 877.
- [4]- Ke I.S., Tan Q., Fang Q.F., *Phys. Stat. Sol. (a)*, 103, (1987), p. 421.
- [5]- Rokhmanov N. Ya., Sirenko A.F., *Fizika Metal. Mellov.*, 7 (1991), p. 193.
- [6]- Rokhmanov N. Ya., Sirenko A.F., *Isvestia Ross. Akad. Haouk*, seria Fiz., 57, (1993), p. 45.
- [7]- Van Bueren H.G., "Imperfections in crystals", Amsterdam North Holland Publishing Company, (1960).
- [8]- Avanesov V.L., Thèse de Doctorat, Université de Kharkov, (1987), Ukraine.
- [9]- Rokhmanov N. Ya., Thèse de Doctorat, Université de Kharkov, (1991), Ukraine.
- [10]- Rokhmanov N. Ya., Sirenko A.F., *Functional Materials*, 4, N°2 (1997), pp. 71.
- [11]- Rokhmanov N. Ya., "Zavodskaya Laboratoria", 4, (1996), p. 36.

□