

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET

DE LA RECHERCHE SIENTIFIQUE

Université El Hadj Lakhdar – BATNA

Faculté des sciences

Département de physique

Laboratoire PRIMALAB

Mémoire de Magistère

Intitulé

*Contribution de l'action combinée : effet d'amplitude-
Température de recuit dans le phénomène de frottement
intérieur observé sur un composite à matrice
métallique :
Dural (Al-Cu) – 20% de whiskers de SiC*

Présenté par M. Bendaas Abdelwahed

Pour l'obtention du Diplôme de :

Magistère en Physique option :

Microstructure et Mécanique des Matériaux

Soutenu le : 29-11-2010

Devant la Commission d'Examen constituée par le Jury :

M. Belamri Chérif	M.C. Université de Batna	Président
Mme Belhas Saida	Pr. Université de Batna	Rapporteur
M. Aït Saadi Bachir	Pr. U.S.T.O	Examineur
M. Belkacem-Bouzida Aissa	Pr. Université de Batna	Examineur

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dédicace

Je dédie ce travail

À mes parents, pour leur aide moral et affectif durant toutes les années de mes études. À mes encadreurs à qui je voue un très grand respect, je les remercie énormément pour les efforts consentis et leurs sacrifices. Que dieu les préserve et leur accorde santé et bonheur.

À ma Fiancée Sihem à qui j'exprime mon amour éternel. Ses encouragements et sa compréhension m'ont été précieux pour accomplir ce travail.

À ma chère sœur Fatima et mon frère Ahmed, et bien sûr Ayeman mon petit allié.

Je n'oublierai jamais mes amis et mes collègues.

Avec toute mon affection.

Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord Dieu tout puissant de m'avoir donné la patience, la force et la volonté d'accomplir ce travail.

Je tiens avant tout à exprimer ma profonde reconnaissance à Madame Belhas Saida professeur à l'Université de Batna, pour avoir accepté de diriger avec beaucoup d'attention et de soin ce mémoire. Je lui suis très reconnaissant pour sa disponibilité, ses efforts, sa bienveillance et son soutien permanent.

J'adresse mes plus vifs remerciements et aussi ma profonde gratitude à Monsieur le président de jury : Belamri Chérif, Maître de Conférence à l'Université de Batna pour l'honneur qu'il me fait de présider le jury ainsi pour ses conseils judicieux, ses critiques constructives et son aide aux différentes entraves rencontrées, pour ses efforts et ses qualités humaines. Ses compétences scientifiques, son dévouement total pour la recherche, ses

précieux conseils ont été pour moi une source de réconfort et d'encouragement dans la réalisation de ce travail.

Je tiens à adresser mes remerciements à Monsieur : Belkacem-Bouzida Aissa, professeur à l'Université de Batna et qui a accepté de juger ce travail et qui nous honore en acceptant de participer au jury.

Je tiens également à adresser mes remerciements à Monsieur : M. Ait Saadi Bachir, professeur à l'Université d'Oran qui a accepté de se déplacer pour nous honorer de sa présence et de participer au jury.

Je tiens également à adresser mes plus vifs remerciements au professeur André Rivière qui n'a pas pu se libérer pour être parmi nous .

Un très grand et très spécial merci à mes parents, et à toute ma Famille, et surtout mes amis intimes Lohir , Issam et mes collègues et amis sans oublier Salah, Hamid et Adel .

Enfin, je remercie tout ceux qui ont contribué près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Table des matières

Table des matières

Introduction général	01
----------------------------	----

Chapitre 1

Etude de la phénoménologie du frottement intérieur

1.1 Introduction	03
1.2 Introduction aux propriétés mécanique	04
1.2.1 Approche phénoménologique de l'élasticité et de l'anélasticité ...	05
1.2.2 Amortissement	07
1.3 Modèles rhéologiques	08
1.4 Frottement interne	09
1.4.1 Définition et expression du frottement interne.....	09
1.4.2 Pic de frottement interne	14
1.4.3 La dépendance d'amplitude du frottement interne	17
1.4.4 Cas des mécanismes thermiquement activés	18
1.4.5 Pics élargis	19
1.4.6. Fond continu de hautes températures ou de très basses fréquences	20
1.4.7. Mécanismes à la base du FI dans les métaux et alliages	21
1.5 Frottement interne lié aux transformations à l'état solide	23
1.5.1 Introduction	23
1.5.2 Classement des transformations	24
1.5.3 Transformations dans le cas des alliages	25
1.5.3.1 Transformations martensitiques	25
1.5.3.2 Transformations nécessitant une diffusion	26
1.5.4. Effets d'anélasticité associée aux changement d'état (Alliages binaires)	27
1.5.5 Conclusion	28

Chapitre 2

Étude bibliographique des alliages d'Aluminium-Cuivre

2.1 L'alliage Al-Cu (Aluminium - cuivre)	29
2.1.1 Effet de l'alliage (+ Cuivre)	30
2.1.2 Diagramme de phase	30
2.2 Précipitation des alliages d'aluminium	32
2.2.1 Etapes du traitement thermique	32
2.2.1.1 Mise en solution ou homogénéisation	32
2.2.1.2 La trempe	33
2.2.1.3 Revenu et vieillissement	34
2.2.2 Séquences de précipitation de l'alliage Al-Cu	38
2.2.2.1 Alliages d'Al-Cu	38
2.2.2.2 L'alliage d'Al-Cu 2024	47
2.3 Mécanismes de durcissement	48
2.3.1 Contournement des précipités par les dislocations	49
2.3.1.1 Contournement par glissement primaire	49
2.3.1.2 Contournement par glissement dévié	50
2.3.2 Cisaillement des précipités par les dislocations	50
2.3.3 Effets à distance	52

Chapitre 3

Matériaux composites

3.1 Introduction	53
3.2 Principaux composites	53
3.3 Matériaux composites à matrice métallique	54
3.4 Les renforts	55

3.4.1 Définitions	55
3.4.2 Typologie et propriétés des renforts	56
3.4.2.1 Renforts discontinus	56
3.4.2.2 Renforts continus	60
3.4.2.3 Renforts hybrides	62
3.5 Les renforts de Carbure de Silicium SiC	62
3.5.1 Comportement du dural Al-4% Cu / 20% SiCw	64
3.5.2 Comportement d'un composite d'alliage d'Al 2024-SiCp	66
3.6 Comportement des composites	69
3.6.1 Élasticité et viscoélasticité.....	69
3.6.2 Capacité d'amortissement des CMM	70

Chapitre 4

Les techniques expérimentales

4.1 Echantillon composite	72
4.1.1 Composition de la matrice	72
4.1.2 Mesure de la dureté	73
4.1.2. Etude micrographique	74
4.2 Description du pendule inversé utilisé	75
4.2.1 Principe de fonctionnement	78
4.2.2 Système de détection	79
4.2.3 Traitement du signal	79
4.3 Dépouillement des résultats expérimentaux	81
4.4 Détermination des paramètres de relaxation	83
4.5 Représentation de Q^{-1} en fonction de la température	83
4.6 Conclusion	85

Chapitre 5

Les résultats expérimentaux et discussion

5.1 Introduction	86
5.2 Résultats expérimentaux et discussion	87
5.2.1 Influence des Whiskers sur le FI du CMM 20 % SiC w.....	87
5.2.2 Nature du pic observé sur le CMM 20 % SiC w.....	91
5.2.3 Influence du recuit sur le pic observé sur le CMM 20 % SiCw..	93
5.2.4 Influence de la déformation sur les courbes : $Q^{-1} = f(f/Hz)$ pour les différentes températures étudiées	96
5.2.4.1 Etat trempé	96
5.2.4.2 Etat Recuit	99
Conclusion	103
Références bibliographiques	104
Résumé	110

Introduction générale

Introduction générale :

Le développement de l'industrie aéronautique a permis l'émergence des matériaux composites qui occupent depuis une place sans cesse importante. Ces matériaux sont généralement constitués d'une matrice et d'un renfort. Si la matrice peut-être céramique, organique ou métallique, la nature des renforts est aussi diverse que variée. Ils peuvent-être discontinus (sous forme de particules, de trichites ou de fibres longues courtes unidirectionnelles ou polydirectionnelles), continus (sous forme de mèches multifilamentaires ou monofilamentaires) ou hybrides.

La diversité de ces deux constituants laisse une place de choix de ces matériaux dans tous les domaines de recherche.

Le frottement intérieur mesure la capacité que possède un corps solide à dissiper de l'énergie quand il est soumis à des contraintes périodiques. Cette énergie dissipée peut être mise en évidence au cours d'un cycle contrainte - déformation lorsque le matériau est soumis à des sollicitations. Le frottement intérieur se traduit, soit par une décroissance des amplitudes d'oscillations libres, soit par un déphasage ϕ entre la contrainte et la déformation en oscillations forcées.

La spectroscopie mécanique ou la mesure du frottement intérieur est une méthode d'analyse indirecte, non destructive et très sensible au mouvement des défauts dans un cristal même si ceux-ci ne sont pas répartis uniformément. Elle peut donc s'avérer comme une technique intéressante pour l'étude des matériaux composites.

Dans cette étude, nous avons examiné un échantillon composite à matrice métallique, l'Al-Cu 20% de whiskers par spectroscopie mécanique isotherme permettant les mesures de frottement intérieur en fonction de la température, de la fréquence et de l'amplitude maximale de vibration.

Dans le premier chapitre de ce mémoire nous présenterons la phénoménologie générale de la mesure de frottement interne.

Le second et le troisième chapitre regroupent une étude bibliographique concernant respectivement l'Al-Cu , la précipitation de cet alliage, les matériaux composites et enfin Al-Cu / 20% SiC.

Après une description des techniques expérimentales au quatrième chapitre, nous présenterons enfin les résultats expérimentaux obtenus au cours de cette étude sur un alliage d'Al-Cu renforcé par 20% de carbure de silicium (SiC)W. Les essais ont été réalisés au LMPM de l'ENSMA de Poitiers sous la direction du professeur André Rivière.

Dans la dernière partie de ce mémoire, nous nous proposerons d'interpréter nos résultats et nous terminerons enfin par une conclusion.

Chapitre 1

Etude de la phénoménologie
du frottement intérieur

1.1 Introduction :

Un matériau parfaitement élastique, donc obéissant à la loi de Hooke, soumis à une contrainte cyclique, vibrera, dans le domaine élastique, sans perte d'énergie. En réalité, les matériaux ne présentent pas un comportement aussi idéal et leurs vibrations sont amorties plus vite que ne peut l'expliquer la perte d'énergie due au frottement externe.

On appelle frottement interne la propriété que possèdent les matériaux solides soumis à des contraintes cycliques, d'absorber de l'énergie, en transformant l'énergie mécanique en chaleur. Cet effet se manifeste dans le cas des faibles déformations caractéristiques du domaine élastique.

Les premières techniques utilisées pour mesurer le frottement interne permettaient généralement des mesures à fréquence fixe ou dans un domaine restreint de fréquence. Ainsi, un pendule, le plus souvent inversé pour éviter les contraintes sur l'échantillon, permet des mesures à des fréquences de l'ordre du hertz ; dans ce cas, le frottement interne est δ/π où δ est le décrétement logarithmique des oscillations libres. Les mesures dans la gamme du kilohertz sont effectuées sur des lames ou des barreaux résonants, le frottement interne étant cette fois relié à la largeur $1/e$ du pic de résonance. Avec ces techniques, il est donc nécessaire de faire varier la température de mesure pour décrire complètement les comportements anélastiques en supposant une équivalence fréquence température qui, en fait, est rarement vérifiée.

C'est pourquoi il est préférable de pouvoir mesurer le frottement interne directement sur une grande gamme de fréquence (5 ou 6 décades) soit à l'aide d'analyseurs dynamiques utilisés principalement pour l'étude des polymères, soit à l'aide de pendules à très haute fréquence propre (200 Hz) utilisés en vibrations forcées subrésonantes.

Dans ces deux cas, le frottement interne est directement relié à la tangente de l'angle de déphasage entre la contrainte appliquée et la déformation résultante ou l'inverse.

Le frottement interne peut être associé à divers mécanismes, parmi lesquels en général on distingue :

- ★ le processus de relaxation dans le cas d'un matériau viscoélastique ;
- ★ l'hystérésis mécanique ;
- ★ la résonance dans un solide pouvant être considéré comme un milieu visqueux.

Le frottement interne par hystérésis dépend de l'amplitude de vibration, contrairement aux deux autres cas.

1.2 Introduction aux propriétés mécaniques :

Les physiciens ont depuis des siècles tenté de mettre en équations le comportement de la matière. Plus ou moins générales ou précises, ces modélisations s'appuient sur la représentation du phénomène de déformation à l'aide de champs vectoriels et de tenseurs. Ceux-ci décrivent en particulier la déformation de l'objet ainsi que les contraintes internes qu'il subit.

Les lois de comportement triaxiales performantes sont devenues aujourd'hui indispensables pour la simulation par éléments finis des procédés de mise en forme des polymères à l'état solide et pour la prévision du comportement en service des pièces industrielles. Dans la pratique, ces dernières sont des structures de géométrie complexes soumises à un ensemble de forces, de pressions et de moments.

Toutefois, le calcul par éléments finis nécessite de disposer des lois de comportement des matériaux constitutifs de la pièce, c'est à dire de relations différentielles ou intégrées entre les variables mécaniques ou thermiques pour un matériau homogénéisé représentatif (Figure 1.1).

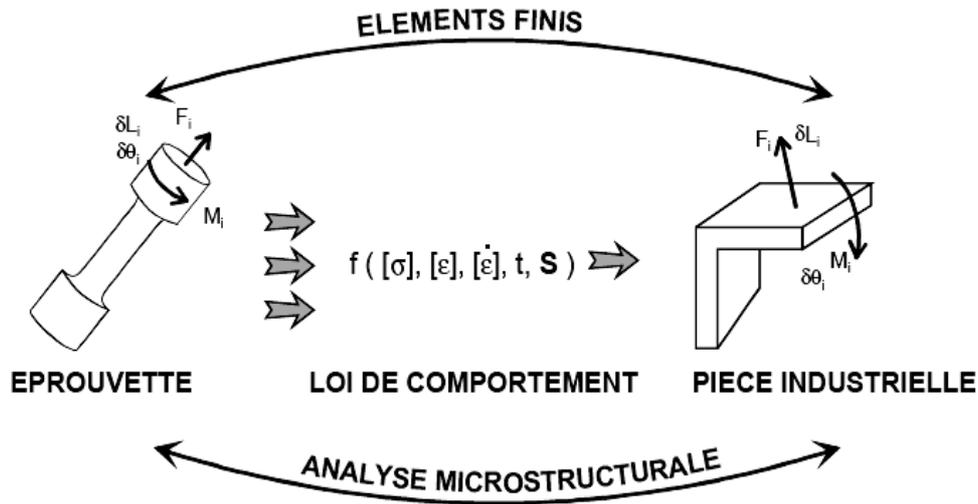


Figure 1.1. Problématique de passage de l'éprouvette à la pièce industrielle [01].

De plus, la microstructure des matériaux étant fondamentalement hétérogène, il est le plus souvent indispensable de prendre en compte, dans la loi de comportement, les mécanismes de déformation et/ou d'endommagement qui contrôlent la réponse mécanique. La conception d'un essai mécanique est un objectif complexe qui ne peut conduire à des résultats fiables que si :

- ❶ la géométrie de l'éprouvette et son mode de sollicitation favorisent une réponse simple,
- ❷ les mécanismes de déformation actifs sont connus,
- ❸ les mesures de contrainte et de déformation sont contrôlées.

1.2.1 Approche phénoménologique de l'élasticité et de l'anélasticité :

Les propriétés mécaniques d'un solide sont définies comme étant les grandeurs caractérisant la réponse de ce corps à une contrainte. Plusieurs de ces grandeurs ont été introduites en physique générale, comme les modules élastiques (module de Young et de Poisson) [02].

Ces modules décrivent la réponse linéaire instantanée et réversible du solide à une contrainte, c'est-à-dire la déformation élastique ε_{el} .

Dans la plupart des cas, la déformation linéaire réversible possède aussi une partie non instantanée (Figure 1.2), causée par une modification de la structure interne du solide : cette déformation est appelée "déformation anélastique", notée ε_{an} [03]; elle est généralement décrite par son temps caractéristique (temps de relaxation τ) et son amplitude d'équilibre $\varepsilon_{an}^{\infty}$.

A contrainte imposée, l'évolution de l'amplitude de déformation anélastique $\varepsilon_{an}(t)$ en fonction du temps suit la relation :

$$\varepsilon_{an}(t) = \varepsilon_{an}^{\infty} (1 - \exp(-t/\tau)) \quad (1)$$

Cette relation décrit la variation temporelle de toute grandeur dont la vitesse de variation vers une position quelconque dépend uniquement de l'écart entre la position post-élastique et la position finale. On caractérise généralement la déformation d'un solide anélastique par les compliances non relaxée J_u et relaxée J_R (la complaisance représente l'inverse du module). Ces complaisances sont reliées à la déformation élastique et totale de l'échantillon par les formules (2) et (3) :

$$\varepsilon_{el} = J_u \sigma \quad (2)$$

$$\varepsilon_{totale}^{\infty} = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{an}^{\infty} = J_R \sigma \quad (3)$$

En tenant compte de (1) et avec l'hypothèse des faibles variations de module ($J_R - J_u \ll J_u$), la relation décrivant la dynamique du solide est l'équation (4) du solide linéaire idéal :

$$\varepsilon + \tau \dot{\varepsilon} = J_R \sigma + \tau J_u \dot{\sigma} \quad (4)$$

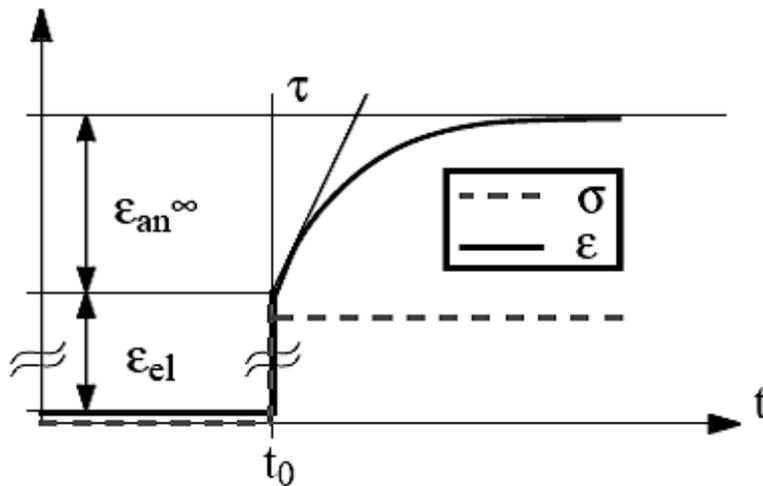


Figure 1.2. Déformation élastique ϵ_{el} et anélastique ϵ_{an} d'un échantillon suite à l'application d'une contrainte σ au temps $t = t_0$. La déformation anélastique est décrite par son temps caractéristique τ (temps de relaxation) et son amplitude ϵ_{an}^{∞} . L'amplitude de la déformation élastique est, en général, beaucoup plus importante que la déformation anélastique [02].

1.2.2 Amortissement :

L'amortissement du matériau, également appelé *frottement interne*, a diverses origines. Chaque source possède une fréquence caractéristique à laquelle correspond un pic d'amortissement. Le tableau 1.1 indique quelques phénomènes typiques et les fréquences associées.

Tableau 1.1 – Frottement interne : phénomènes typiques [04]		
Phénomènes	Fréquence caractéristique ⁽¹⁾ (Hz)	Q^{-1}
Diffusion thermique :		
dans les grains	10^4	10^{-4}
dans les éprouvettes	10 à 10^2	10^{-4}
Atomes interstitiels (pic de Snoek)	10^2	10^{-3} à 10^{-2}
Glissement des joints (pic de Kě)	10^{-8}	10^{-2}
Dislocations	Variable	10^{-3} à 10^{-2}
(1) À température ambiante.		

1.3. Modèles rhéologiques:

Afin de pouvoir interpréter les différents comportements observés lors de mesures de frottement intérieur, on se réfère souvent à des modèles formés d'éléments mécaniques simples comme des ressorts, des patins de frottement visqueux ou sec, ou des masses d'inertie. La caractéristique principale de ces modèles est qu'ils sont gouvernés par les mêmes équations différentielles que les systèmes physiques étudiés [05].

Le solide linéaire idéal est équivalent à un système formé d'un patin de frottement visqueux et de deux ressorts (Solide linéaire standard de Zener).

Un ressort de constante K (solide de Hooke) rend compte de la déformation élastique (réversible, linéaire, instantanée), alors que la déformation anélastique (réversible, linéaire mais non instantanée et dissipatrice) est simulée par un ressort en parallèle avec un patin de frottement visqueux (solide de Voigt Kelvin).

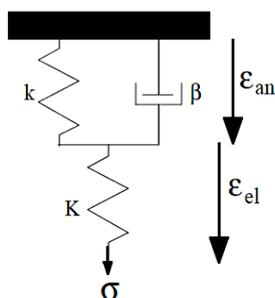


Figure 1.3. Modélisation du solide linéaire idéal. Le ressort de constante K représente la déformation élastique, alors que l'élément formé du patin de frottement visqueux (constante de dissipation β) en parallèle avec le ressort de constante k rend compte de la déformation anélastique.

1.4 Frottement interne :

1.4.1 Définition et expression du frottement intérieur:

Les mesures de frottement interne se font en général en soumettant l'échantillon un certain régime de vibrations mécaniques qui peut-être soit libre, soit forcé. Dans le premier cas on observe la décroissance progressive de l'amplitude de la vibration. Le décrément logarithmique δ du mouvement, défini par le logarithme naturel du rapport de 2 amplitudes successives est une mesure du frottement interne. On peut montrer qu'il existe alors entre la déformation et la contrainte un déphasage ϕ responsable de l'amortissement mécanique tel que :

$$\operatorname{tg}\phi = \frac{\delta}{\pi} \quad (1)$$

Où $\operatorname{tg}\phi = \text{frottement interne}$.

Dans le régime de vibrations forcées on mesure l'amplitude de la vibration sous excitation constante. L'amplitude de la vibration passe par un maximum lorsque la fréquence d'excitation est égale à la fréquence de résonance f_0 de l'échantillon puis décroît de part et d'autre de cette fréquence [06]. Si Δf est la largeur de bande de la courbe de résonance, c'est-à-dire la variation de fréquence d'excitation nécessaire pour faire passer l'amplitude de vibration de la moitié du maximum d'un côté, à la même valeur de l'autre côté, alors le frottement interne est donné par la relation :

$$\operatorname{tg}\phi = \frac{\Delta f}{f_0\sqrt{3}}$$

Si E est l'énergie de déformation de l'échantillon et ΔE la perte d'énergie par cycle de sollicitation, alors le frottement interne représentant la dissipation d'énergie sera relié à ces deux grandeurs par la relation suivante :

$$\operatorname{tg}\phi \cong \sin\phi \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta E}{E}$$

Si la déformation imposée est une déformation sinusoïdale (Figure 1.4.a) de pulsation ω et d'amplitude ε_0 notée:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin \omega t \quad (2)$$

- Pour un matériau purement élastique :

$$\sigma = E \varepsilon \quad (3)$$

la contrainte résultante est aussi sinusoïdale (Figure 1.4.b), de même fréquence et en phase avec la déformation :

$$\sigma = E \varepsilon_0 \sin \omega t \quad (4)$$

- Pour un matériau ayant un comportement purement visqueux :

$$\sigma = \eta (d\varepsilon / dt) \quad (5)$$

avec η viscosité dynamique, la contrainte résultante est aussi sinusoïdale (Figure 1.4.c) et de même fréquence, mais elle est en quadrature de phase avec la déformation :

$$\sigma = \eta \omega \varepsilon_0 \sin (\omega t + \pi/2) \quad (6)$$

- Pour un matériau viscoélastique

(Figure 1.4.d) la contrainte présente un déphasage compris entre 0 et $\pi/2$ noté ϕ et appelé angle de perte :

$$\sigma = \sigma_o \sin (\omega t + \phi) \quad (7)$$

$$\text{Ainsi : } \sigma = \sigma_o \cos \phi \sin \omega t + \sigma_o \sin \phi \cos \omega t \quad (8)$$

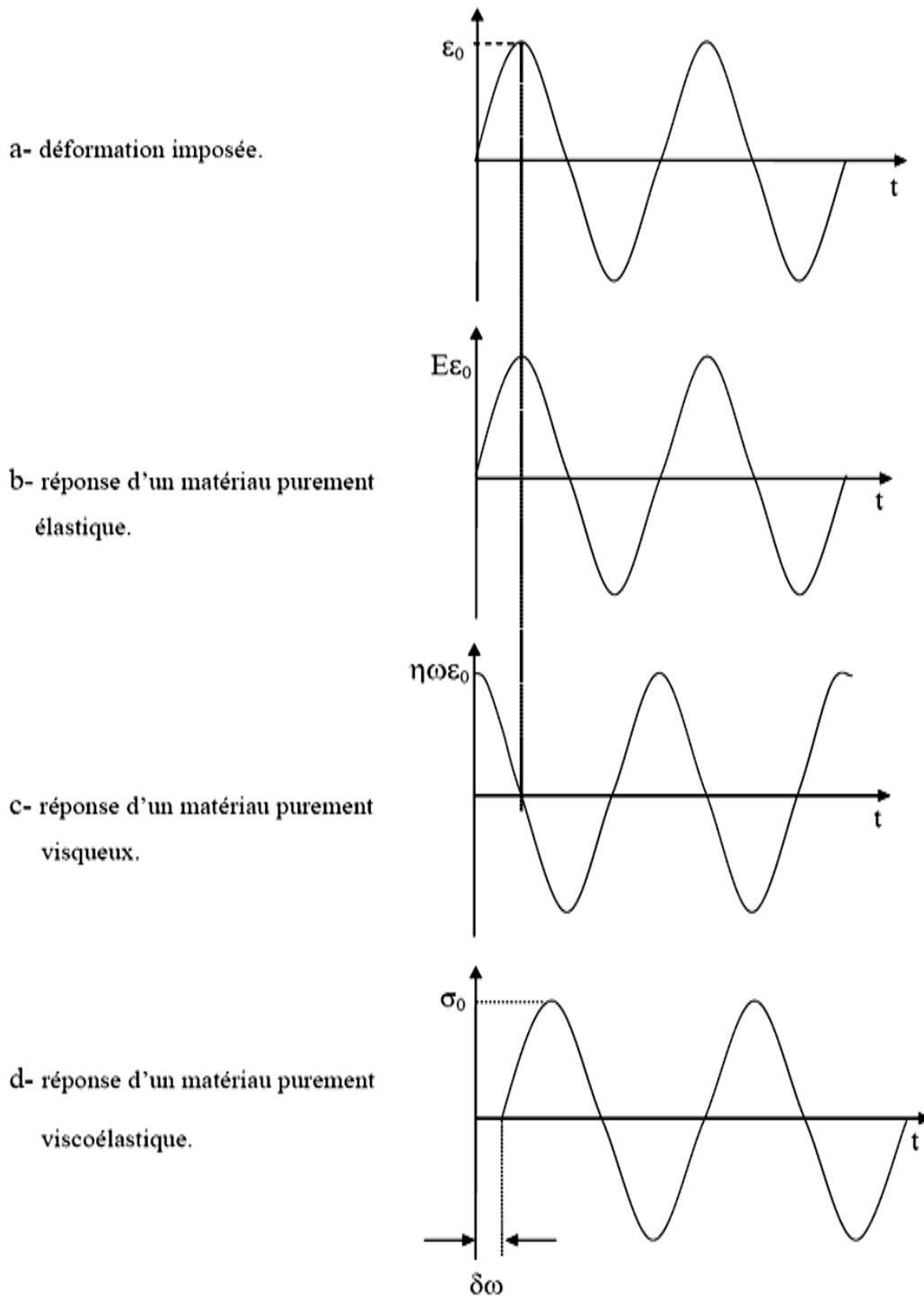


Figure 1.4. Réponse d'un matériau à une déformation imposée suivant sa nature [07].

La contrainte peut alors être considérée comme formée de deux composantes : l'une $\sigma_0 \cos \phi$ en phase avec la déformation, et l'autre $\sigma_0 \sin \phi$ en quadrature de phase avec la déformation.

A ces deux composantes correspondent deux modules :

★ E' , est en phase avec la déformation ; il est appelé module de conservation car il caractérise l'énergie emmagasinée dans l'échantillon sous forme élastique :

$$E' = (\sigma_0 / \varepsilon_0) \cos \phi \quad (9)$$

★ E'' , est en quadrature de phase avec la déformation ; il est appelé module de perte car il caractérise l'énergie dissipée dans l'échantillon sous forme visqueuse :

$$E'' = (\sigma_0 / \varepsilon_0) \sin \phi \quad (10)$$

L'équation (8) devient alors :

$$\sigma = \varepsilon_0 E' \sin \omega t + \varepsilon_0 E'' \cos \omega t \quad (11)$$

Ainsi :

$$\operatorname{tg} \phi = E'' / E' \quad (12)$$

$$\text{Avec : } \begin{cases} E' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) \cos \phi \\ E'' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) \sin \phi \end{cases}$$

Une notation complexe facilite ce type de représentation des propriétés mécaniques dynamiques des matériaux viscoélastiques :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i \omega t \quad (13)$$

$$\sigma^* = \sigma_0 \exp i (\omega t + \phi) \quad (14)$$

$$E^* = \sigma^* / \varepsilon^* = (\sigma_0 / \varepsilon_0) \exp i \phi = (\sigma_0 / \varepsilon_0) (\cos \phi + i \sin \phi) \quad (15)$$

$$E^* = E' + i E'' \quad (16)$$

En notation complexe, E' et E'' représentent respectivement la partie réelle et la partie imaginaire du module dynamique.

★ Dans le cas du solide viscoélastique de Zener et lors de l'application d'une contrainte sinusoïdale, en notation complexe :

$$\sigma^* = \sigma_0 \exp i \omega t \quad (17)$$

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i (\omega t - \phi) \quad (18)$$

A partir des relations précédentes et de $\sigma^* = E \varepsilon^*$, nous obtenons :

$$\sigma_0 \exp i \omega t + \tau_\varepsilon \sigma_0 i \omega \exp i \omega t = M_R [\varepsilon_0 \exp i (\omega t - \phi) + \tau_\sigma i \omega \varepsilon_0 \exp i (\omega t - \phi)]$$

$$\sigma_0 (1 + i \omega \tau_\varepsilon) = M_R \varepsilon_0 \exp(-i\phi) (1 + i \omega \tau_\sigma)$$

Avec:

$$\begin{cases} \cos \phi = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 M_R} \frac{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon}{1 - \omega^2 \tau_\sigma^2} \\ \sin \phi = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 M_R} \frac{\omega (\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 - \omega^2 \tau_\sigma^2} \end{cases}$$

$$\text{Ainsi: } \operatorname{tg} \phi = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} = \frac{M_U - M_R}{M_R} \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2}$$

$$\text{où: } \tau^2 = \tau_\sigma \tau_\varepsilon$$

La déformation est donc déphasée dans le temps d'un angle ϕ constant tel que :

$$\operatorname{tg} \phi = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad \text{et} \quad \Delta = \frac{M_U - M_R}{M_R} \quad (19)$$

avec Δ l'intensité de relaxation.

Dans ce modèle, l'état du solide est donc représenté dans le système (σ, ε) par un point qui se déplace sur une ellipse à la vitesse angulaire ω et $\Delta W = \pi \sigma_0 \varepsilon_0 \sin \phi$ représente la perte d'énergie, elle est proportionnelle à l'aire de l'ellipse. Le frottement interne Q^{-1} est défini par le rapport $(\Delta W / 2\pi W)$ où W est l'énergie élastique maximale au cours d'un cycle de sollicitation. On a donc $Q^{-1} = \sin \phi$ et, si ϕ est très petit, il est possible d'assimiler ϕ , $\sin \phi$ et $\text{tg } \phi$.

1.4.2 Pic de frottement interne :

En notation complexe, les relations qui ont été obtenues en travaillant avec les modules (E' et E'') peuvent être utilisées de la même manière en travaillant avec les complaisances J' et J'' .

Ainsi la relation entre la contrainte σ^* et la déformation ε^* sera :

$$\varepsilon^*(t) = J^*(\omega) \sigma^*(t) \quad (20)$$

ε^* et σ^* étant données par les relations (17) et (18)

En remplaçant ε^* et σ^* dans la relation (20), on obtient une expression de ε^* en fonction de J' et J'' :

$$\varepsilon^*(t) = [J'(\omega) - iJ''(\omega)] \sigma^*(t) \quad (21)$$

Où donc J' est la complaisance dynamique réelle et J'' la complaisance dynamique imaginaire.

J' et J'' sont obtenus lors du passage de (20) à (21).

La réponse dynamique du matériau est donc définie dans le modèle de Zener par les équations de J' et J'' :

$$\left\{ \begin{array}{l} J' = J_U + \frac{J_R - J_U}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2} \\ J'' = (J_R - J_U) \frac{\omega \tau_\sigma}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2} \end{array} \right.$$

J' et J'' en fonction de $\lg(\omega\tau_\sigma)$ sont représentés sur la figure 1.5. $J''(\omega)$ passe par un maximum pour $\omega\tau_\sigma = 1$, valeur pour laquelle $J'(\omega)$ passe par un point d'inflexion.

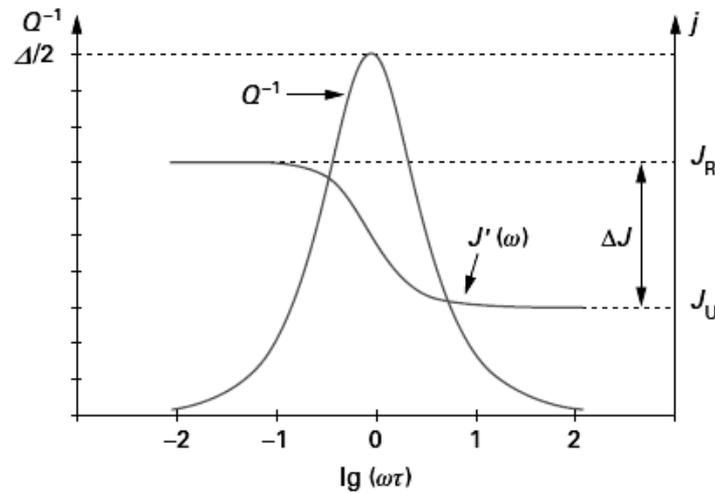


Figure 1.5. Réponse dynamique du solide de Zener [07].

Le frottement interne s'écrit :

$$Q^{-1} = \tan\phi = \frac{J''}{J'} = \frac{(J_R - J_U)\omega\tau_\sigma}{J_R + J_U\omega^2\tau_\sigma^2}$$

$$Q^{-1} = \frac{J_R - J_U}{\sqrt{J_U J_R}} \frac{\omega\tau}{(1 + \omega^2\tau^2)} = \frac{\Delta}{\sqrt{1 + \Delta}} \frac{\omega\tau}{(1 + \omega^2\tau^2)}$$

et $\Delta = \frac{M_U - M_R}{M_R} = \frac{J_R - J_U}{J_U} = \frac{\tau_\sigma - \tau_\varepsilon}{\tau_\varepsilon}$ l'intensité de relaxation en fonction des modules, des complaisances ou des temps de relaxation à contrainte imposée ou à déformation imposée.

Dans le cas d'une très faible intensité de relaxation ($\Delta \ll 1$), le frottement interne est proportionnel à J'' et s'écrit :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}$$

Sa représentation en fonction de $\lg(\omega\tau)$ se traduit par un pic symétrique de Debye centré sur $\omega\tau = 1$ et caractérisé par une largeur à mi-hauteur égale à 1,144 et une hauteur égale à $\Delta / 2$.

D'après les paragraphes précédents, l'existence d'un tel pic est due à la variation de la fréquence de sollicitation : quand la fréquence est très élevée, la contrainte change trop vite par rapport au temps d'obtention de l'équilibre, le comportement du matériau est essentiellement élastique et le frottement interne sera nul. Si la fréquence est très faible, le mécanisme de relaxation se produit presque complètement à chaque cycle et il n'y a pas de déphasage et lorsque la période de vibration est voisine du temps de relaxation, le déphasage, donc le frottement interne, est maximal.

La relaxation viscoélastique est liée à une variation de la déformation en fonction du temps sous l'effet de variables thermodynamiques autres que la contrainte. Celle-ci, en plus de produire la déformation ε_{el} , modifie la valeur d'au moins une de ces variables ; le retour du système vers un nouvel état d'équilibre entraîne alors la déformation $\varepsilon_{anél}$.

Un cas fréquent est celui où l'évolution du système se fait par diffusion (d'atomes isolés ou en groupe, thermique, magnétique...) et est thermiquement activée.

1.4.3 La dépendance d'amplitude du frottement interne :

Le frottement intérieur dû à l'hystérésis dépend fortement de l'amplitude de vibration mais dépend peu de la fréquence de sollicitation et subsiste même lorsque celle-ci tend vers zéro, ces deux propriétés différencient très nettement le phénomène d'hystérésis du phénomène de relaxation. Le phénomène d'hystérésis peut provenir aussi des mouvements de dislocations [08-09].

La théorie de Granato-Lücke [09] explique la relation entre le frottement et les phénomènes internes de dislocation et sépare les valeurs mesurées du frottement interne (Q^{-1}) en deux composantes, dépendante et indépendante de l'amplitude :

★ Le frottement interne indépendant de l'amplitude est dû à la vibration des boucles de dislocation ancrées par des défauts ponctuels, c'est donc un phénomène de relaxation.

★ Le frottement interne dépendant de l'amplitude est dû aux parties de dislocations libérées des points d'ancrages mous donnant naissance à des nouvelles dislocations plus longues épinglées par des points d'ancrages durs.

L'augmentation de la contrainte entraîne la formation de boucles de dislocations qui engendrent les sources de Franck-Read. (Figure I.6).

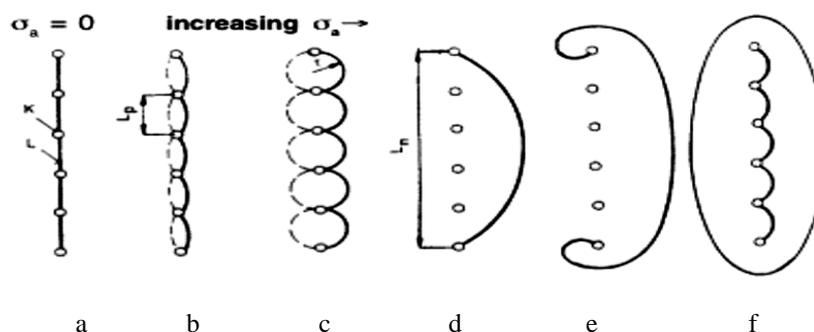


Figure 1.6. Diagram describing the vibration of parts of pinned dislocations and the formation of new dislocations.

1.4.4 Cas des mécanismes thermiquement activés:

Dans ce cas, le temps de relaxation τ du mécanisme à la base de la relaxation s'exprime en fonction de la température suivant une loi d'Arrhenius :

$$\tau = \tau_0 e^{E_a / kT}$$

avec τ_0 (s) temps de relaxation limite,
 E_a (eV) énergie d'activation apparente du mécanisme,
 T (K) température absolue,
 $k = 8,617 \times 10^{-5} \text{ eV} \cdot \text{K}^{-1}$ (constante de Boltzmann).

Cette relation définit une droite dans le diagramme ($\ln \omega$, $1/T$) dont la pente est proportionnelle à l'énergie d'activation E_a et dont l'ordonnée à l'origine permet de déterminer τ_0 . Cette droite est tracée à partir des couples (f_p, T_p) , f_p et T_p correspondant respectivement à la fréquence et à la température du maximum du pic de relaxation.

La loi d'Arrhenius traduit la linéarité entre $\omega\tau$ et $1/T$, ce qui permet d'effectuer le passage de la fréquence à la température. Il est donc théoriquement possible, pour étudier un pic de relaxation, de travailler en balayage de fréquence à température fixe ou en balayage de température à fréquence fixe. Ce dernier cas ne sera satisfaisant que si aucune évolution de la microstructure de l'échantillon ne se produit lors du changement de température et si le mécanisme élémentaire de relaxation est le même dans le domaine de température où se produit le pic de relaxation.

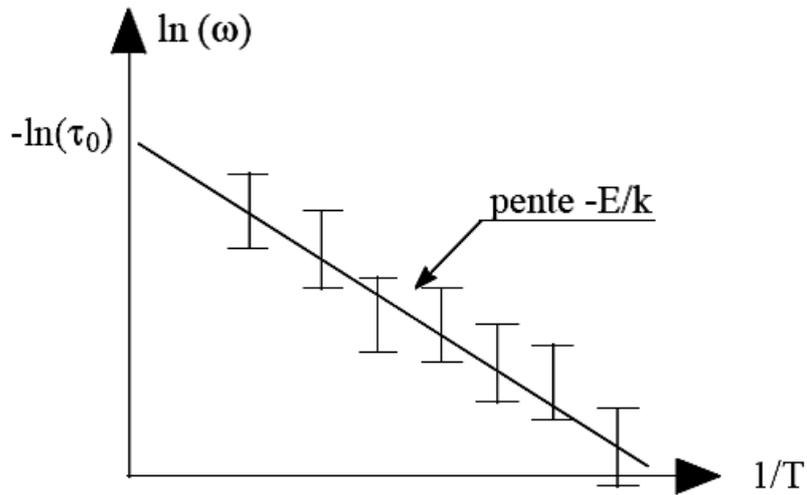


Figure 1.7. Diagramme d'Arrhenius. On reporte $\ln(\omega)$ en fonction de $1/T$ et le graphe obtenu permet de mesurer l'énergie d'activation (par la pente de la droite de régression) et le temps de relaxation (par son ordonnée à l'origine).

1.4.5 Pics élargis :

Le modèle du solide viscoélastique standard de Zener, correspond à un mécanisme élémentaire à temps de relaxation unique. En réalité, dans la plupart des cas, les pics de relaxation observés sont plus larges qu'un pic de Debye [07].

On considère alors que ces pics sont composés de plusieurs pics juxtaposés, ou qu'il existe un spectre continu de temps de relaxation ; dans ce cas, il est nécessaire d'introduire une fonction de distribution du temps de relaxation normalisée.

Ainsi Nowick et Berry [10] ont introduit une distribution gaussienne, basée sur la distribution statistique des temps de relaxation autour d'une valeur moyenne la plus probable. D'autres auteurs ont utilisé une distribution de Fuoss - Kirkwood qui présente l'avantage de posséder une solution analytique. Récemment, il a été montré [11], [12] que des processus de corrélation entre mécanismes de relaxation conduisaient à un pic dont la

forme (hauteur et largeur) était très dépendante de la température de mesure.

Dans ces cas, et même si la loi d'Arrhenius s'applique, les paramètres de relaxation (énergie d'activation et temps de relaxation limite) déduits de la droite d'Arrhenius ne correspondront pas directement à ceux du mécanisme élémentaire, à la base de la relaxation.

1.4.6 Fond continu de hautes températures ou de très basses fréquences:

Les spectres de frottement intérieur de haute température laissent généralement apparaître un fond continu d'allure exponentielle. La présence de ce fond continu rend la détermination des paramètres de relaxation (énergie d'activation et temps de relaxation limite) très délicate. Afin de déterminer avec exactitude les paramètres de relaxation relatifs au mécanisme à la base du frottement interne rend sa suppression est nécessaire. Ainsi les études qui ont été consacrées à ce fond continu (Friedel [79], Woïrgard [80]) aboutissent à une loi de variation de la forme:

$$Q_F^{-1} = \frac{A}{RT} \exp\left(\frac{-H_F}{RT}\right)$$

Où : H_F représente une énergie d'activation apparente, sans signification physique proche de $0.5 H_V$.

Ces résultats sont compatibles avec la théorie de Schoek et al. [36] qui considère que le fond continu représente le le flan gauche d'un pic élargi situé à très haute température ou à très basse fréquence dont l'expression est :

$$Q_F^{-1} = \frac{1}{\omega^n} \exp\left(\frac{nH_V}{RT}\right)$$

Où : n représente un coefficient relié à l'élargissement du pic. Généralement $n = 1/2$ ce qui correspond bien à $H_F = 0.5 H_V$.

Ce pic a été mis en évidence par Gerland [77], puis récemment par A.

Rivière [24] et ce grâce à des essais isothermes de très basse fréquence.

1.4.7 Mécanismes à la base du frottement intérieur dans les métaux et alliages métalliques :

De nombreux mécanismes ont été associés à des pics de frottement interne dans ce type de matériaux. On peut citer [07] :

- ★ les réarrangements atomiques induits par l'application d'une contrainte ;
- ★ la relaxation des dislocations ;
- ★ le mouvement des joints de grains ;
- ★ les transformations de phase, etc.

❶ Frottement interne lié aux défauts ponctuels :

Un défaut ponctuel est susceptible de produire du frottement interne si sa présence induit localement une distorsion ayant une symétrie inférieure à celle du réseau.

C'est le cas de la relaxation de Snoek [13] qui se produit dans des alliages d'insertion dans des systèmes cubiques centrés. Les sites octaédriques occupés par les atomes en insertion sont dissymétriques : on peut les appeler X, Y ou Z selon qu'ils provoquent une déformation plus importante suivant les directions $[100]$, $[010]$ ou $[001]$. L'application d'une contrainte, traction suivant $[001]$ par exemple, créera des conditions stériques plus favorables pour les sites du type Z. Les atomes interstitiels occupant les sites X et Y auront tendance à migrer (par saut atomique) vers les sites Z voisins inoccupés, entraînant ainsi une déformation supplémentaire anélastique dans la direction $[001]$.

Cette diffusion des atomes interstitiels conduira à un pic de relaxation (Figure 1.8) dont la hauteur est proportionnelle à la concentration en atomes interstitiels. La détermination de τ par la relation $\omega\tau = 1$ au maximum du pic permet de déterminer le coefficient de diffusion D des atomes, dans le réseau à la température de mesure : $D = a^2/36\tau$ où a est le paramètre de la maille cristalline. La diffusion est à très courte distance, de l'ordre d'une distance interatomique. Dans le cas d'une solution solide de substitution, la dissymétrie sera apportée par une paire d'atomes de substitution. Ces paires, dont la direction est distribuée de manière aléatoire en l'absence de contrainte, tendront à s'orienter sous l'action d'une contrainte. Ce type de relaxation, appelé effet Zener, ce phénomène a été observé pour la première fois par Zener sur un échantillon monocristallin de laiton à 30 % de zinc [14]. L'intensité de relaxation est proportionnelle au carré de la concentration. Des études récentes [15] ont montré que cette dépendance était bien vérifiée lors de mesures à basses températures, mais qu'à plus haute température l'influence d'un nombre de plus en plus important d'atomes substitutionnels voisins conduisait à un élargissement des pics et à une intensité de relaxation plus importante (Figure 1.9).

D'une façon générale, si deux défauts voisins présentent une interaction, des distorsions localisées qui se produisent seront des sources possibles, d'une part, de mise en ordre induite par la contrainte et, d'autre part, de frottement interne.

❶ Frottement interne lié aux dislocations :

Les mesures d'amortissement sur les métaux, en particulier les métaux purs, sont très sensibles aux traitements thermomécaniques (écrouissage et recuits). Ainsi, les configurations des dislocations introduites par écrouissage ou modifiées par recuit contribuent de manière significative au frottement interne.

Parmi les mécanismes de relaxation mis en évidence et liés aux dislocations, le pic de basse température, observé pour la première fois

par Bordoni [16] et associé [17] au mouvement des dislocations parallèlement aux plans denses par déplacement de décrochements.

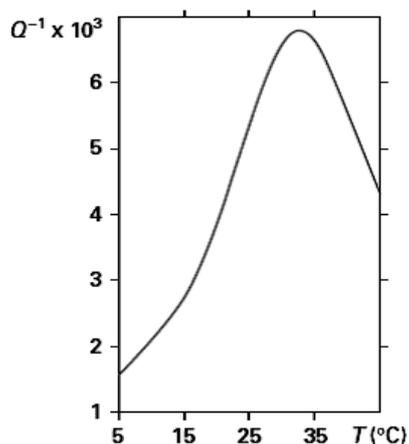


figure 1.8. Pic de relaxation de Snoek dans un alliage d'insertion Fe-C (teneur en C : 40 ppm). Fréquence de mesure : 0,5 Hz [07].

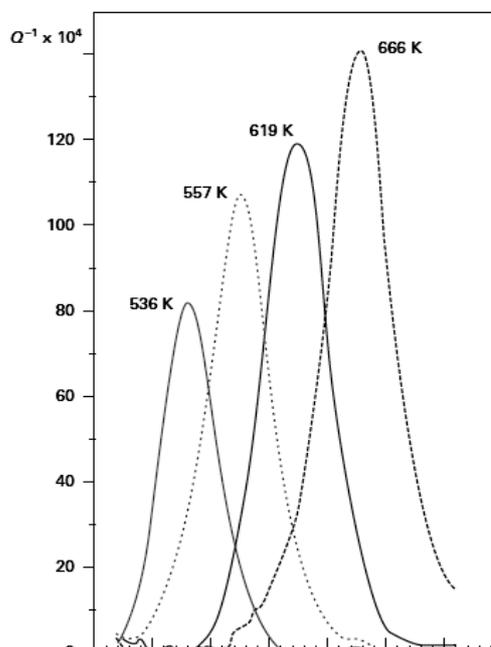


figure 1.9. Pic de Zener mesuré à différentes températures en fonction de la fréquence dans une solution solide de substitution Cu-19 % Al (échantillon monocristallin)[07].

pics liés à des mécanismes de relaxation au sein d'empilement de dislocations ont été mis en évidence [18], [19] sur des monocristaux et des polycristaux de différents métaux. Certains de ces pics avaient été originellement attribués à des mécanismes de relaxation liés aux joints de grains.

1.5. Frottement interne lié aux transformations à l'état solide :

1.5.1 Introduction :

Les transformations à l'état solide sont souvent complexes et la tâche du physicien qui tente de classer et d'expliquer les phénomènes est délicate.

La multitude des travaux effectués dans ce domaine est considérable mais la mesure des propriétés anélastiques a été relativement peu utilisée pour la mise en évidence du phénomène.

La raison principale pourrait être la grande difficulté d'interprétation des résultats.

En effet si des auteurs [20] ont depuis longtemps signalé les anomalies de propriétés anélastiques accompagnant des transitions à l'état solide, il n'y a très peu de travaux reliant les observations expérimentales aux modifications structurales et aux mécanismes permettant la transition.

1.5.2 Classement des transformations :

On peut se borner à un classement sur des critères thermodynamiques (transitions de première ou de seconde espèce) mais il sera également utile de classer les transformations suivant des critères plus directement en liaison soit avec les mécanismes qui permettent de les réaliser, soit avec la nature des interfaces qui séparent la phase mère du produit.

Les transformations sont dites « homogènes » ou « hétérogènes ». Une transformation « homogène » est caractérisée par le passage graduel du système par une série d'états intermédiaires entre l'état initial et l'état final.

Certaines transformations de seconde espèce, et les ségrégations d'atomes d'impuretés autour des dislocations (*effet Cottrell - Le champ de contraintes créé par une dislocation coin engendre un terme de flux forcé.* – [21]) appartiennent à cette catégorie.

Une transformation « hétérogène » au contraire implique la présence de deux régions macroscopiquement distinctes dont certaines sont transformées et d'autres non. Les transformations « hétérogènes » se divisent en deux grands groupes : les transformations nécessitant une diffusion et les transformations « martensitiques » ou sans diffusion. Les transformations hétérogènes sont essentiellement de première espèce.

1.5.3 Transformations dans le cas des alliages :

Les résultats existants dans la littérature sont relatifs aux transformations hétérogènes.

1.5.3.1 Transformations martensitiques :

Guenin (1986) en donne la définition suivante : C'est une transformation structurale displacive du premier ordre présentant une déformation du réseau cristallographique homogène, principalement provoquée par un cisaillement [22],[23].

Lors d'une transformation martensitique, la maille élémentaire change de forme : la microstructure de la martensite est conditionnée par ce changement de forme et par une différence de volume qui existe entre elle et la phase austénitique. Il s'ensuit des contraintes internes lors de l'apparition de domaines martensitiques au sein de l'austénite.

Elles peuvent être relaxées en partie par l'organisation de plusieurs domaines de martensite formant un groupement auto-accommodé afin de minimiser la déformation globale induite. Ces domaines appelés variantes correspondent à des cisaillements équivalents du point de vue de la direction cristallographique mais orientés dans différentes directions. En l'absence de contraintes externes, ces variantes sont équiprobables et la distribution des groupements auto-accommodés permet au matériau transformé de conserver sa forme initiale. La formation de la martensite n'entraîne alors que des déformations élastiques donc réversibles.

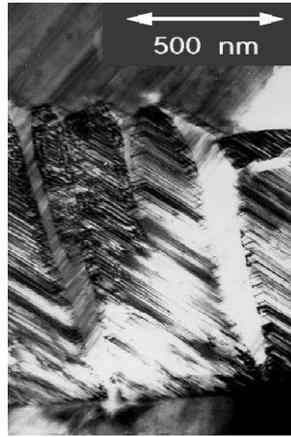


Figure 1.10. Allure typique de macles de Martensite, [22].

A température constante, dans le domaine biphasé, les interfaces martensite-austénite sont immobiles ; une modification de la température dans un sens ou dans l'autre fait déplacer ces interfaces au profit de l'une ou l'autre structure. Les interfaces peuvent aussi se mouvoir sous l'action d'une contrainte. La déformation peut donc être liée à la croissance et de la disparition des variantes de martensite.

Les caractéristiques principales de la transformation martensitique sont donc :

- ★ Un mouvement collectif d'atomes sur de très petites distances qui conduit à une déformation du réseau cristallin.
- ★ faible variation de volume, mais cisaillement de la structure dans une direction déterminée.
- ★ les cristaux de martensite croissent en plaquettes pour minimiser l'énergie à l'interface.

1.5.3.2 Transformations nécessitant une diffusion :

Les transformations par diffusion peuvent se séparer en deux groupes [20]:

Dans la précipitation « discontinue » les changements de structure et les variations de composition se produisent dans les régions immédiatement voisines de l'interface mobile. La phase mère reste pratiquement inchangée jusqu'au passage de cette interface et la transition

est alors complète ; les réactions eutectoïdes appartiennent à cette catégorie [24].

Dans la précipitation « continue » la composition moyenne de la phase mère change de façon continue jusqu'à la valeur d'équilibre et les changements structuraux sont localisés à l'interface matrice précipité.

Ces deux sortes de précipitations paraissent agir sur le frottement intérieur.

Sur l'aluminium-cuivre [25-26], apparaît un large pic attribué à la précipitation de θ' tandis que la précipitation de θ ne fait qu'accroître le fond continu. A 1,5 Hz et vers 180 °C, un pic attribué à l'effet Zener a été observé sur le même alliage [27].

1.5.4 Effets d'anélasticité associée aux changements d'état (Alliages binaires) :

Quand une onde élastique traverse un système biphasé, le déplacement des interfaces s'accompagne d'une redistribution du soluté entre les phases. Cette redistribution est conditionnée par les processus de diffusion et se produit en général beaucoup plus lentement que les variations de températures.

Schoeck [28], a introduit la notion d'énergie d'interaction contrainte appliquées-précipité. Cette énergie d'interaction égale au travail fourni par les forces appliquées pendant la formation du précipité. Cette grandeur a été calculée dans l'hypothèse d'un milieu élastique, continu et isotrope [29] [30], sa valeur maximale est égale à la limite supérieure de la quantité d'énergie qui peut être dissipée pendant un cycle. Selon les hypothèses considérées sur la nature de l'interface, sur les variations de volume spécifique et sur les constantes élastiques associées à la précipitation, trois cas ont été distingués :

- ❶ Le précipité est cohérent et possède les mêmes constantes élastiques que la matrice, mais sa présence entraîne un changement de forme ou de taille.
- ❷ Le précipité est cohérent, et possède des constantes élastiques différentes de celles de la matrice mais sa présence n'entraîne ni changement de forme ni changement de volume.
- ❸ Le précipité est non cohérent (ou semi-cohérent).

Ainsi, les joints d'interphase pourraient comme les joints de grains être à l'origine de pics stables dans un domaine de fréquence supérieur à 1 Hz. Des pics d'interfaces ont été également signalés dans les laitons [31].

1.5.5 Conclusion :

Les changements d'état se manifestent toujours par l'apparition près des points de transition d'anomalies importantes dans l'évolution thermique des propriétés des solides. La nature de ces anomalies dépend des caractéristiques spécifiques de chaque transformation. Il est donc nécessaire de préciser les mécanismes élémentaires qui sont à la base de la dissipation d'énergie :

- ★ Les transformations hétérogènes ont été associées principalement la dissipation d'énergie due au déplacement des interfaces précipité-matrice.
- ★ Pour les transitions de seconde espèce, les effets d'anélasticité ont été associés au mouvement de défauts spécifiques à chaque sorte de transformation.

En résumé bien que l'étude des effets d'anélasticité soit une méthode expérimentale sensible au changement d'état, les mécanismes élémentaires liant les deux phénomènes restent encore mal connus [20].

Chapitre 2

Étude bibliographique des
alliages d'Aluminium-Cuivre

2.1 L'alliage Al-Cu (Aluminium - Cuivre) :

L'intérêt que nous portons à ces alliages n'est pas fortuit, le matériau de notre étude est un composite à matrice métallique (CMM). La matrice en question est un alliage Al-Cu (2024).

L'alliage Al-Cu est un alliage à durcissement structural de la série 2000 (Al/Cu et Al/Cu/Mg), les teneurs en cuivre des alliages de cette série sont comprises entre 2,6 et 6,3 %. Les teneurs en magnésium varient de 0,5 à 1,5 %. Le durcissement structural de ces alliages est dû à la précipitation de composés transitoires d' Al_2Cu et de $CuMgAl_2$. Ces phases leur confèrent d'excellentes propriétés mécaniques. L'addition de Silicium et de Manganèse, favorise la formation de composés quaternaires. Par dispersion, ces derniers améliorent les propriétés de la matrice.

La présence de fer est souvent nuisible ; la formation de la phase Cu_2FeAl_7 , contenant le fer, diminue la quantité de cuivre nécessaire au durcissement structural. Cependant, si, en plus du fer, on ajoute du nickel, il y a formation du composé Al_9FeNi , qui confère à l'alliage une bonne tenue mécanique jusqu'à 230 °C.

A l'état trempé et vieilli, ces alliages (série 2000) présentent la présence de précipités riches en cuivre donc cathodiques par rapport à la matrice, distribués de façon discontinue, ils rendent leur résistance à la corrosion médiocre. Dans le tableau 2.1 sont regroupées quelques propriétés mécaniques de ces alliages. De teneur en Mg plus élevée, l'alliage 2024 possède de meilleures caractéristiques mécaniques. Il est à noter que les teneurs en impuretés de Fe et de Si contenues dans ce dernier sont décroissantes [32].

[32]	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A(%)
2024-T4	410	570	15
2027-T4	360	530	16

Tableau 2.1. Propriétés mécaniques de l'alliage 2027 et 2024 non recristallisés.

2.1.1 Effets de l'alliage (+ Cuivre) :

Les alliages d'Al-Cu de teneurs pondérales en cuivre variant de 2 à 7% sont les plus couramment utilisés (série 2000 avec le cuivre comme élément principal), en effet la présence du cuivre améliore sensiblement la résistance, la dureté et réduit généralement la résistance à la corrosion générale. Ces propriétés mécaniques viennent d'une microstructure particulière, obtenue par traitements thermomécaniques. Ces alliages sont à durcissement structural par opposition aux alliages à durcissement par écrouissage. La précipitation de phases appelées phases durcissantes est à l'origine des bonnes propriétés mécaniques des alliages de cette série.

Dans le tableau 2.2 sont regroupées les différentes séries des alliages de Cu-Al.

Famille	Durcissement par écrouissage				Durcissement structural			
	1000	3000	5000	8000	2000	4000	6000	7000
Eléments d'alliage	Aucun	Mn	Mg	autres (Si+Fe)	Cu	Si	Mg+Si	Zn+Mg
Etendue de la teneur (%mass.)	α	0,5-1,5	0,5-5	Si : 0,3-1 Fe : 0,6-2	2-6	0,8-1,7	Mg : 0,5-1,5 Si : 0,5-1,5	Zn : 5-7 Mg : 1-2
Eléments d'addition	Cu	Mg, Cu	Mn, Cu	divers	Si, Mg		Cu, Cr	Cu
Résistance mécanique R_m (MPa)	50-160	100-240	100-340	130-190	300-480	150-400	200-320	310-600

Tableau 2.2. Désignation des alliages de Cu-Al.

2.1.2 Diagramme de phase :

Sur la figure 2.1 est reporté le diagramme d'équilibre des alliages d'Al-Cu :

Le diagramme d'équilibre d'Al-Cu donné, indique qu'entre 500 et 580 °C, l'alliage Al-4%Cu est monophasé : les atomes de cuivre forment dans l'aluminium une solution solide désordonnée de substitution. En dessous de 500°C l'alliage devient biphasé α + Al₂Cu. Au fur et à mesure que la température diminue, la proportion d'Al₂Cu augmente. A la température ambiante, les proportions d'équilibre sont de 93% de phase α de 7 % de Al₂Cu.

Dans le tableau 2.3 sont regroupés les intervalles des teneurs pondérales en cuivre des différentes phases des alliages de Cu-Al.

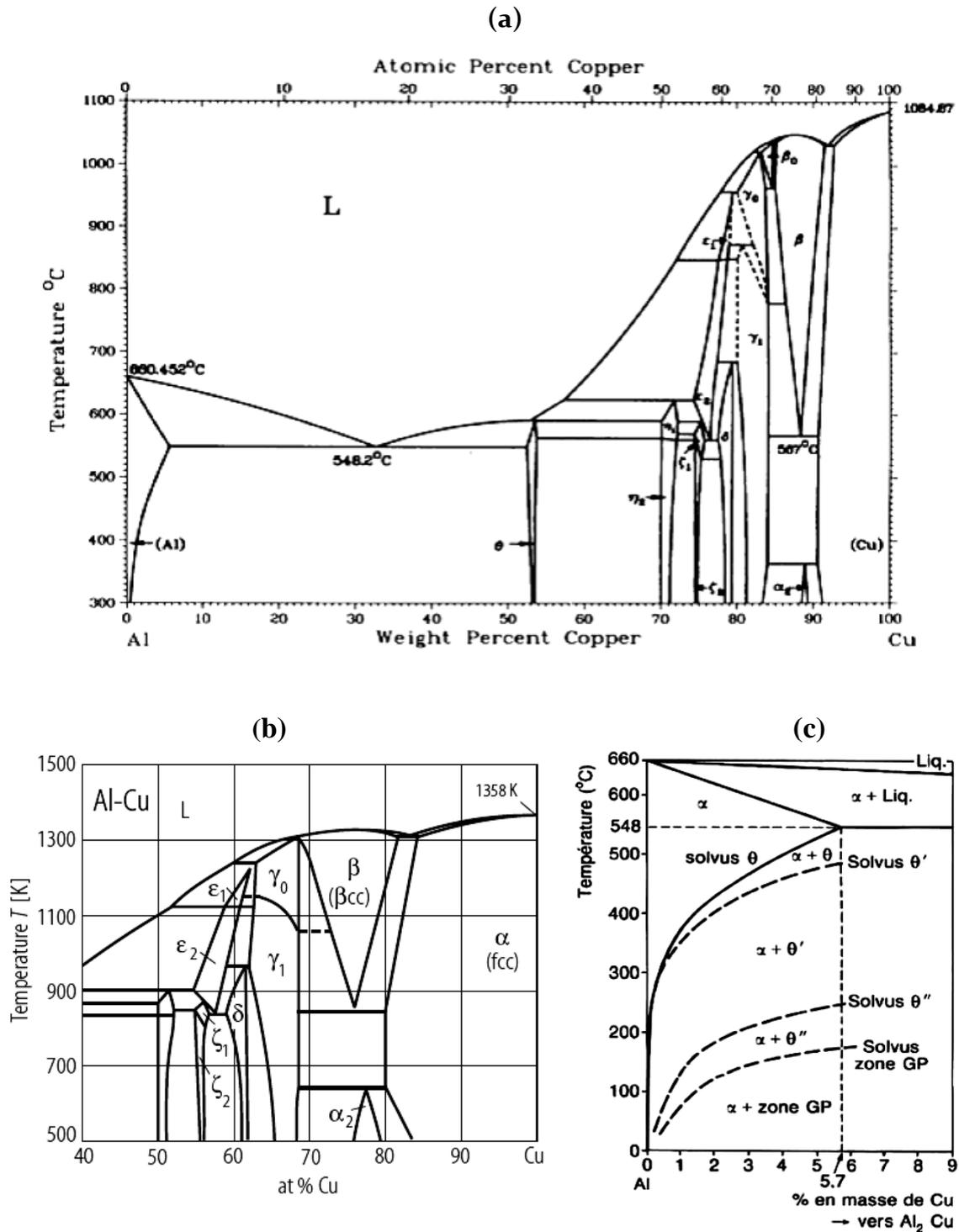


Figure 2.1. Diagramme de phase d'équilibre Aluminium-Cuivre. (a) [33], (b) Partie concernant les concentrations supérieures à 40% at Cu [34] et (c) diagramme des phases stables et métastables [35], [36].

<i>Phase</i>	$\alpha(\text{Al})$	θ	η_1	η_2	ζ_1	ζ_2	ε_1	ε_2	δ
<i>Composition</i>	0	52,5 à	70,0	70,0	74,4	74,4	77,5	72,2	77,4 à
<i>W% Cu</i>	à 5,65	53,7	à 72,2	à 72,1	à 77,8	à 75,2	à 79,4	à 78,7	à 78,3
<i>Phase</i>	γ_0	γ_1	β_0	β	α_2	$\alpha(\text{Cu})$	θ'	β'	Al_3Cu_2
<i>Composition</i>	77,8	79,7	83,1	85,0	88,5	90,6			61,0
<i>W% Cu</i>	à 84,0	à 84,0	à 84,7	à 91,5	à 89,0	à 100	---	---	à 70,0



Phases métastables

Tableau 2.3. Phases des alliages de Cu-Al.

Les différentes phases de durcissement des alliages Al-Cu seront détaillées dans les paragraphes suivants.

2.2 Précipitation des alliages d'aluminium :

2.2.1 Etapes du traitement thermique :

2.2.1.1 Mise en solution ou homogénéisation:

L'alliage est porté à une température supérieure à la température de solvus (pour l'Al, elle est comprise entre 400 et 500°C), pour permettre la dissolution des éléments (atomes de soluté) qui provoquent le durcissement. Pour écarter tout risque de fusion partielle, cette température doit rester inférieure à la température eutectique et à la température de fusion des phases intermétalliques éventuellement présentes.

La durée de maintien de la température est de l'ordre de 30 min. Le durcissement final dépend fortement de la température et de la durée de mise en solution. Pour certains alliages de la série Al-Cu, il est recommandé de contrôler la température avec une précision de ± 5 °C.

2.2.1.2 La trempe :

La trempe a pour but de maintenir les éléments d'addition en solution métastable. L'état de la structure obtenue dépend fortement de la vitesse de refroidissement. En effet, les vitesses de refroidissement peuvent-être classées en trois catégories :

★ Pour un refroidissement lent, l'enthalpie libre de précipitation est faible et par conséquent le taux de germination l'est aussi. Pour assurer la proportion d'équilibre en Al_2Cu , les rares germes doivent croître en de gros précipités très distants les uns des autres (figure 2.2.a). Les dislocations n'auront pas de mal à contourner les précipités et l'alliage ainsi obtenu a de faibles caractéristiques mécaniques.

★ Après un refroidissement rapide, la structure obtenue est beaucoup plus fine. Les précipités, quoique petits, sont très rapprochés (figure 2.2.b). Les dislocations mobiles auront du mal à les franchir et l'alliage est ainsi plus dur. La solution solide sursaturée obtenue est dite de substitution (figure 2.2.c). La vitesse de refroidissement nécessaire dépend très fortement de l'alliage. Par exemple l' $Al-4\%Cu$ doit être refroidi jusqu'à $200^\circ C$ en moins de 5 à 15 s. En dessous de $200^\circ C$ la vitesse de refroidissement n'est plus critique.

★ Un refroidissement très rapide n'engendre pas de précipitation. La dureté de l'alliage peut augmenter considérablement en faisant suivre la trempe d'un vieillissement.

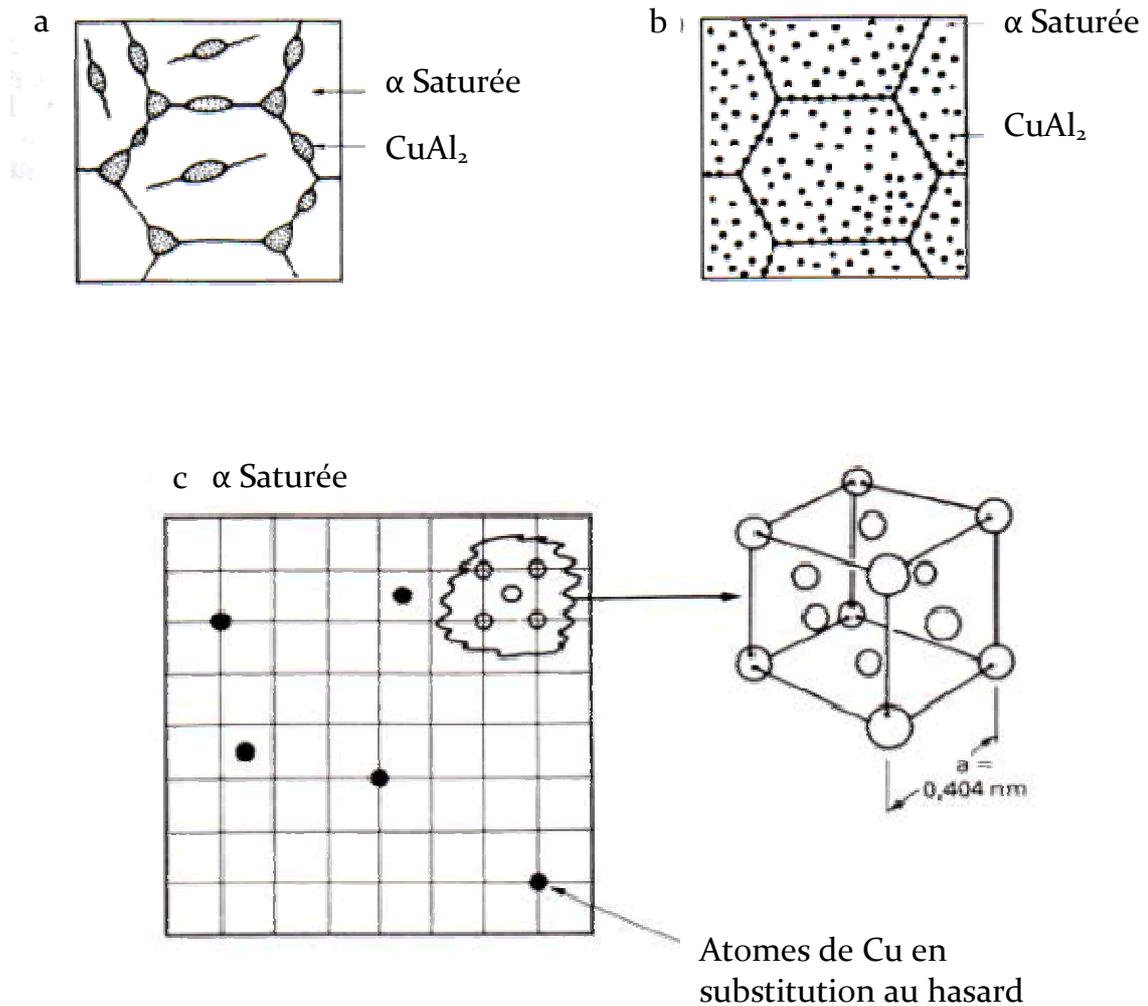


Figure 2.2. microstructures obtenues à l'ambiante dans un alliage Al-4% Cu . a) par refroidissement lent à partir de 550°C. b) par refroidissement rapide à partir de 550°C .c) la solution solide de substitution Al-Cu [81]

2.2.1.3 Revenu et Vieillissement:

La maturation ou vieillissement naturel est le maintien à température ambiante après la trempe. Cette opération permet la démixtion de la solution sursaturée et la formation de petits amas de soluté : les zones GP (Guinier-Preston). Par contre un chauffage ultérieur à la trempe à des températures inférieures aux températures de mise en solution, de l'ordre de 100 à 200°C est un revenu. Cette opération permet d'accélérer les

phénomènes de décomposition de la solution solide sursaturée et donc la précipitation responsable du durcissement.

Les traitements thermomécaniques aboutissent à une microstructure complexe composée de nombreux intermétalliques classés généralement en trois catégories :

★ Les dispersoïdes : ayant une taille de quelques centaines de nanomètres au maximum, ils ne peuvent pas être dissous complètement après leur formation, ils ne sont pas cohérents avec la matrice et ne participe donc pas au durcissement structural.

★ Les particules intermétalliques : leur taille peut atteindre une vingtaine de micromètre et ne participent pas au durcissement. Elles sont constituées soit de phases ordonnées soit de particules issues d'une décomposition eutectoïde.

★ Les précipités durcissants : leur taille peut atteindre jusqu'à plusieurs centaines de nanomètres. Ils sont formés soit lors de la trempe soit lors de la maturation ou du revenu. Ce sont des amas d'atomes (zones GP) ou de phases métastables issues de leur précipitation, ces dernières sont soit cohérentes soit semi-cohérentes avec la matrice.

Dans le cas de l'alliage Al 4% massique de Cu :

Au dessus de 500°C, la solution Al 4%Cu est en équilibre. En dessous de cette température le composé intermétallique Al_2Cu se forme d'après le mécanisme de "germination et croissance". Les nouveaux grains qui apparaissent ont une structure cristalline différente de celle de la matrice, et il n'y a aucune relation entre les axes cristallographiques des deux réseaux.

La naissance d'un tel grain nécessite une forte activation thermique pour la formation de l'interface lors de la germination. Cette énergie d'interface est particulièrement élevée pour une interface entre deux réseaux cristallins distincts. L'énergie de liaison entre les atomes formant le joint entre les deux réseaux est donc réduite et diminue l'énergie de cohésion de l'alliage.

A température ambiante les fluctuations thermiques ont des amplitudes beaucoup trop petites pour que la germination d'un nouveau grain puisse prendre naissance de la même manière qu'à température élevée. Parmi tous les types d'interfaces possibles, celui dont l'énergie d'interface est la plus faible, est celui, pour lequel la nouvelle composition (Al_2Cu) s'arrange dans le réseau de la matrice, ce sont les zones de Guinier-Preston. La diffusion à basse température étant extrêmement lente, ces zones GP restent forcément très petites. En fait, elles sont tellement petites que leur observation n'est pas du tout facile. Dans l'Al-Cu, elles consistent en une couche atomique d'environ 30 par 30 atomes de Cu qui s'arrangent dans un plan cristallographique (100).

En effectuant le revenu à des températures plus élevées, d'autres formes de précipités apparaissent. Vers 150°C les précipités deviennent plus grands, et changent de structure cristalline tout en restant encore en cohérence cristallographique. Ces zones GP sont différentes des précédentes, elles sont appelées GPII et sont constituées de la phase métastable θ' de l' Al_2Cu (figure 2.3). Entre 200 et 300°C , il se forme des plaquettes (θ') qui ont déjà la structure cristalline de l' Al_2Cu en équilibre. Ce n'est qu'au dessus de 300°C que la germination et la croissance produisent des grains de tailles habituelles (μm) et d'orientation aléatoire. Ces grains sont constitués de la phase θ qui est la phase d'équilibre de l' Al_2Cu (tétraogonale).

La figure 2.4 montre les étapes du traitement thermique typique de durcissement d'un alliage Cu-Al (2024) par précipitation.

Le tableau 2.4 résume cette séquence de précipitation. La solution solide (phase α cc.), qui est toujours présente, s'appauvrit graduellement en Cu lorsque la microstructure s'approche de l'équilibre $\alpha + \theta$.

Le durcissement des alliages est optimal quand il y a des zones GP I et GP II c.-à-d. des précipités cohérents et ultramincés. La coalescence, qui a lieu au delà de 200°C , diminue la limite élastique et la résistance à la rupture : état de « sur-vieillessement ». Pour arriver à des caractéristiques

mécaniques optimales, le vieillissement prend 5 à 8 jours dans les alliages Al-Cu .

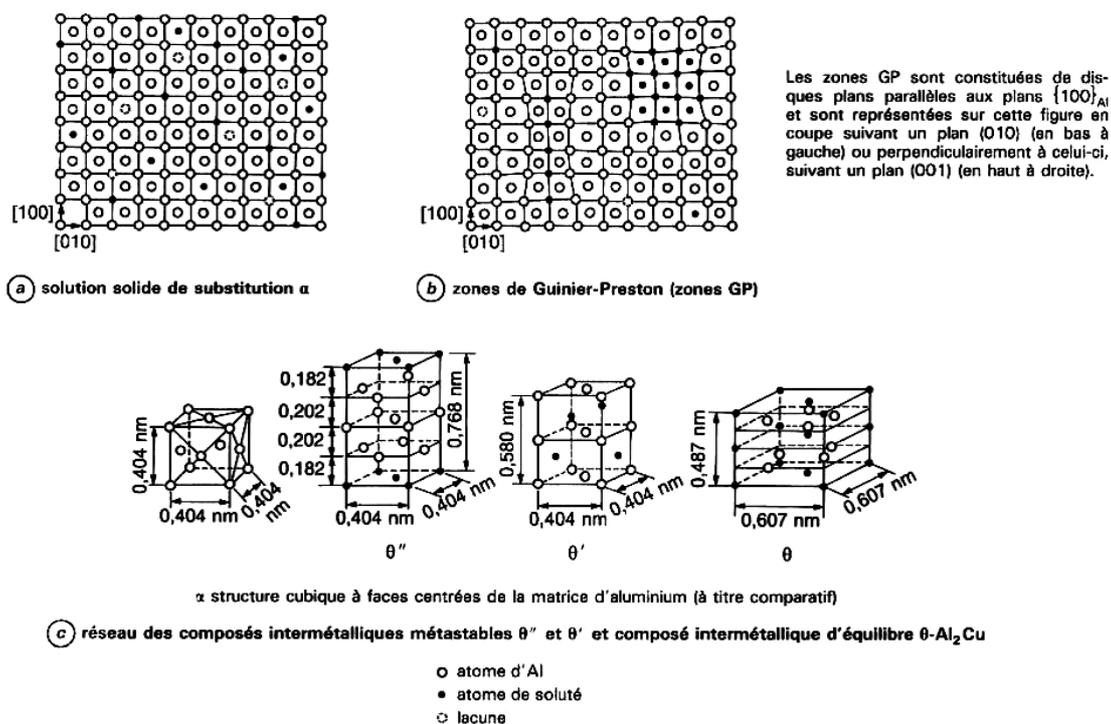


Figure 2.3. Schémas des différentes étapes de la séquence de précipitation du système Al-Cu [37].

	Structure crist.	a [nm]	c [nm]	Remarque
θ	tetragonale non-cohérent	0,607	0,487	Sur-vieillessement, diminue la résistance à la corrosion
θ'	tetragonale partiellement cohérent	0.404	0.580	Sur-vieillessement
$\theta'' = \text{G.P. II}$	tetragonale cohérent	0.404	0.760	durcissement
G.P. I	cc. cohérent	0.404	-----	durcissement

Tableau 2.4. Séquence de précipitation et effet des précipités dans l'alliage Al-4%Cu

Le revenu entre 150 et 200°C permet d'atteindre ce but en 4 à 24 h (selon l'alliage). Les résistances mécaniques que donne le traitement accéléré sont parfois légèrement plus élevées que celles obtenues par le

vieillissement. Par rapport au durcissement par écrouissage, le durcissement par précipitation à l'avantage de ne pratiquement pas diminuer l'allongement à la rupture.

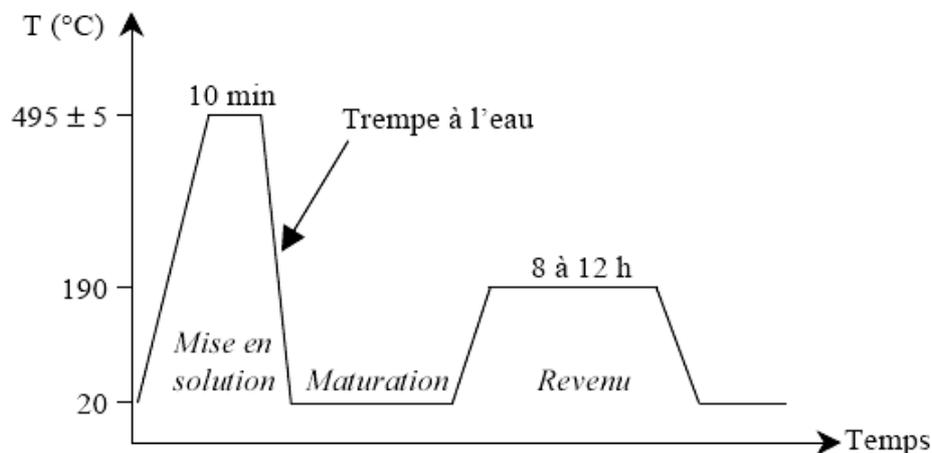


Figure 2.4. Traitement thermique typique d'un alliage Al-Cu (2024) [36],

2.2.2 Séquences de précipitation des alliages d'aluminium trempant:

2.2.2.1 Alliages d'Al-Cu :

Le tableau 2.5 résume la synthèse des désignations, des caractéristiques structurales, des morphologies et des relations d'orientation avec la matrice pour les zones GP, les précipités de transition métastables et les précipités d'équilibre par ordre d'apparition dans la solution solide après revenus à durée et/ou température croissantes. La composition chimique ainsi que le motif cristallographique de nombreuses phases de transition restent encore inconnus dans de nombreux systèmes. Les décompositions selon la séquence (solution solide → phase X) indiquée ci-après sous-entendent qu'à partir d'une solution initiale sursaturée en éléments de solutés, s'obtient spontanément par traitement thermique une nouvelle solution solide appauvrie et la formation par précipitation des phases métastables puis stables .

Système	Précipitation (1)	Paramètres cristallographiques des précipités	Épitaxie	Réseau du précipité
Al-Ag	Zones GP sphériques γ' -Ag ₂ Al γ -Ag ₂ Al	$a = 0,288 \text{ nm} ; c = 0,457 \text{ nm}$	$(00.1)_{\gamma'} // (111)_{Al} ; [11.0]_{\gamma'} // [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$ $(00.1)_{\gamma} // (111)_{Al} ; [11.0]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$	hexagonal hexagonal
Al-Cu	Zones GP planaires θ'' -Al ₂ Cu θ' -Al ₂ Cu θ -Al ₂ Cu	$a = 0,405 \text{ nm} ; c = 0,763 \text{ nm}$ $a = 0,572 \text{ nm} ; c = 0,581 \text{ nm}$ $a = 0,607 \text{ nm} ; c = 0,487 \text{ nm}$	Zones// $(100)_{Al}$ Plaquettes : $(001)_{\theta''} // (001)_{Al} ; [100]_{\theta''} // [100]_{Al}$ Plaquettes : $(001)_{\theta'} // (001)_{Al} ; [100]_{\theta'} // [110]_{Al}$	quadratique quadratique quadratique
Al-Cu-Mg (Cu/Mg $\approx 2,2$)	Zones GP ou GPB S' -Al ₂ CuMg S -Al ₂ CuMg	$a = 0,404 \text{ nm} ; b = 0,924 \text{ nm}$ $c = 0,720 \text{ nm}$ $a = 0,400 \text{ nm} ; b = 0,923 \text{ nm}$ $c = 0,714 \text{ nm}$	Aiguilles parallèles à $[001]_{Al}$: $[100]_{S'} // [100]_{Al} ; [010]_{S'} // [012]_{Al}$ $[001]_{S'} // [021]_{Al}$ Aiguilles parallèles à $[001]_{Al}$: $[100]_{S} // [100]_{Al} ; [010]_{S} // [012]_{Al}$ $[001]_{S} // [021]_{Al}$	orthorhombique orthorhombique
Al-Cu-Mg-Si (Mg \approx Si ; Cu $> 3 \%$)	θ' -Al ₂ Cu λ' -Al ₅ Cu ₂ Mg ₈ Si ₇	$a = 0,572 \text{ nm} ; c = 0,581 \text{ nm}$ $a = 1,032 \text{ nm} ; c = 0,405 \text{ nm}$	Plaquettes : $(001)_{\theta'} // (001)_{Al}$ $[001]_{\theta'} // [110]_{Al}$ Aiguilles : $(21.0)_{\lambda'} // (100)_{Al}$ $[10.0]_{\lambda'} // [100]_{Al}$	quadratique hexagonal
Al-Mg-Si (Mg/Si $\approx 1,6$)	Zones GP filiformes β' -Mg ₂ Si β -Mg ₂ Si	$a = 0,634 \text{ nm}$ $a = 0,634 \text{ nm}$	Zones// $[001]_{Al}$ Aiguilles// $[001]_{Al}$ Plaquettes : $(001)_{\beta} // (001)_{Al}$ $[110]_{\beta} // [100]_{Al}$	cfc cfc
Al-Zn	Zones GP sphériques α'' -Zn α' -Zn α -Zn	$a = 0,400 \text{ nm} ; \beta = 91^{\circ}55'$ $a = 0,399 \text{ nm}$ $a = 0,266 \text{ nm} ; c = 0,494 \text{ nm}$	Plaquettes sur $(111)_{Al}$ Plaquettes sur $(111)_{Al}$	rhomboédrique hexagonal
Al-Zn-Mg Al-Zn-Mg-Cu (Zn $\geq 3 \%$)	Zones GP sphériques η' η -MgZn ₂ ou η -Mg (ZnAlCu) ₂ T' -Mg ₃₂ (Al, Zn) ₄₉	$a = 0,496 \text{ nm} ; c = 1,403 \text{ nm}$ $a = 0,515 \text{ à } 0,522 \text{ nm}$ $c = 0,848 \text{ nm}$ $a = 1,416 \text{ nm}$	Plaquettes : $(001)_{\eta'} // (111)_{Al}$ $[10.0]_{\eta'} // [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$ Plaquettes (η_2) : $(00.1)_{\eta} // (111)_{Al}$ $[10.0]_{\eta} // [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$ Globules ou plaquettes (η_1) : $(00.1)_{\eta} // (110)_{Al}$ $[10.0]_{\eta} // [001]_{Al}$ Bâtonnets ou plaquettes (η_4) : $(00.1)_{\eta} // (110)_{Al}$ $[10.0]_{\eta} // [\bar{1}\bar{1}2]_{Al}$ Cuboïdes : $(100)_{T'} // (111)_{Al}$ $[010]_{T'} // [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$	hexagonal hexagonal hexagonal hexagonal cubique
Al-Mg	Zones GP-Al ₃ Mg β' -Al ₃ Mg ₂ β -Al ₃ Mg ₂	$a = 0,404 \text{ nm}$ $a = 1,002 \text{ nm} ; c = 1,636 \text{ nm}$ $a = 2,824 \text{ nm}$	Sphères : $(100)_{GP} // (100)_{Al}$ $[001]_{GP} // [001]_{Al}$ Plaquettes : $(00.1)_{\beta'} // (001)_{Al}$ $[01.0]_{\beta'} // [110]_{Al}$ Aiguilles et plaquettes : $(111)_{\beta} // (001)_{Al}$ $[110]_{\beta} // [010]_{Al}$	cfc hexagonal cfc
Al-Si	Si	$a = 0,542 \text{ nm}$	Plaquettes : soit $// (001)_{Al}$, soit $// (111)_{Al}$, soit $// (112)_{Al}$	cubique

*Tableau 2.5. Caractéristiques morphologiques,
Cristallographiques et structurales [37].*

(1) les compositions du composé intermétallique d'équilibre du système sont données
Pour les phases précipitées.

La séquence de précipitation est représentée sur la figure 2.5 a, b, c et d [81]; les étapes sont les suivantes :

Solution solide initiale \rightarrow zones GP \rightarrow θ'' \rightarrow θ' \rightarrow θ -Al₂Cu

(a) Zones de Guinier-Preston

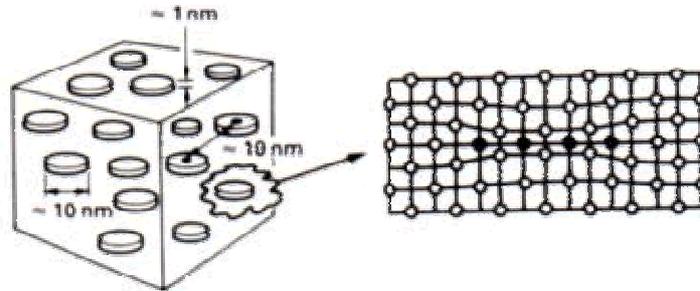


Figure 2.5. (a) : Les zones GP sous forme de disques germent à partir de la solution solide. Les faces des disques sont parfaitement cohérentes avec la matrice. Les côtés des disques sont aussi cohérents mais avec une forte déformation

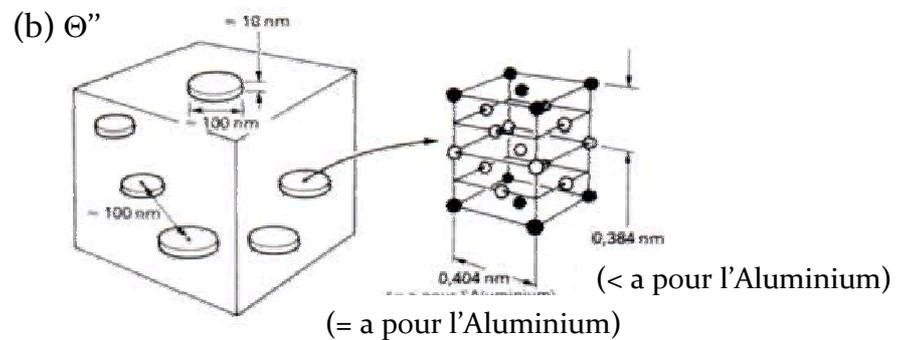


Figure 2.5. (b) : Certaines zones GP croissent pour former les précipités θ'' . Les autres zones GP se dissolvent alors et le cuivre ainsi libéré est incorporé par diffusion aux précipités θ'' qui grossissent

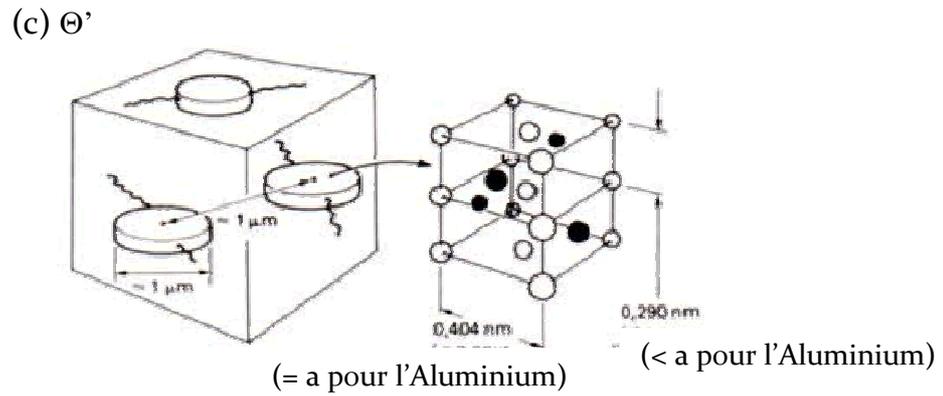


Figure 2.5. (c) : Les précipités Θ' germent sur les dislocations de la matrice. Les précipités Θ'' se dissolvent alors et le cuivre libéré est incorporé à la phase Θ' qui grossit.

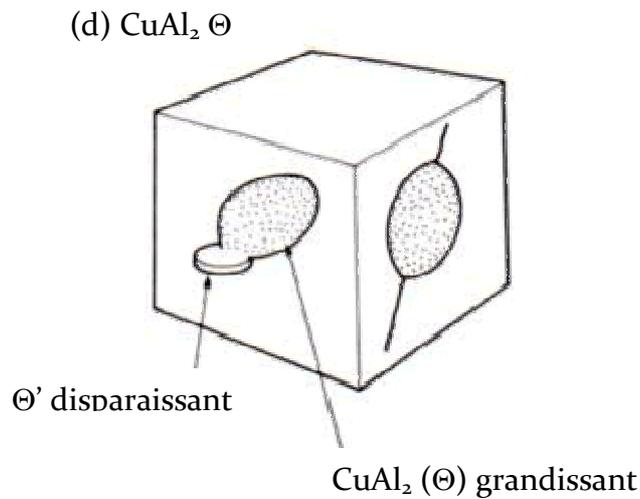


Figure 2.5 (d) : La phase d'équilibre $\Theta \text{Al}_2 \text{Cu}$ germe aux joints des grains et aux interfaces Θ' /matrice, Les précipités Θ' se dissolvent et transfèrent le cuivre à la phase Θ qui précipite . $\text{Al}_2 \text{Cu}$ est complètement incohérent avec la matrice . Il ne croît plus sous forme de disque , mais sous forme de globules.

Les courbes de solvus (courbe limite de solubilité) métastables des zones GP et des phases de transition sont données sur la figures 2.6, 2.7 [39]. Les figures 2.9, 2.10 et 2.11 montrent les observations au MET des différentes phases de précipitation [40]. Les zones GP [41] [42] sont formées de disques plans parallèles aux plans {100} de la matrice [43], notés $\{100\}_{Al}$ (Figure 2.3.b, 2.5.a et Figure 2.8). Elles seraient constituées soit de monocouches [44], soit de couches superposées pouvant contenir jusqu'à 50% d'atomes de cuivre (25 à 45 % [45]).

Les structures des précipités sont représentées sur les figures 2.3.c et. La phase θ'' (figures 2.5.b et 2.8), cohérente, précipite sous forme de plaquettes parallèles aux plans {100} de la matrice, soit par précipitation homogène en présence des zones GP, soit par précipitation hétérogène sur les zones GP. La phase θ' semi-cohérente précipite en plaquettes (Figures 2.5.c et 2.8) préférentiellement par germination hétérogène et croissance sur les dislocations, au détriment de la phase θ'' cohérente, lors d'un survenu ou après un écrouissage entre la trempe et le revenu. La précipitation séquentielle ou mixte de ces phases métastables conduit à un durcissement structural progressif avec la durée du revenu et la composition en atomes de Cu (Figure 2.12, 2.13).

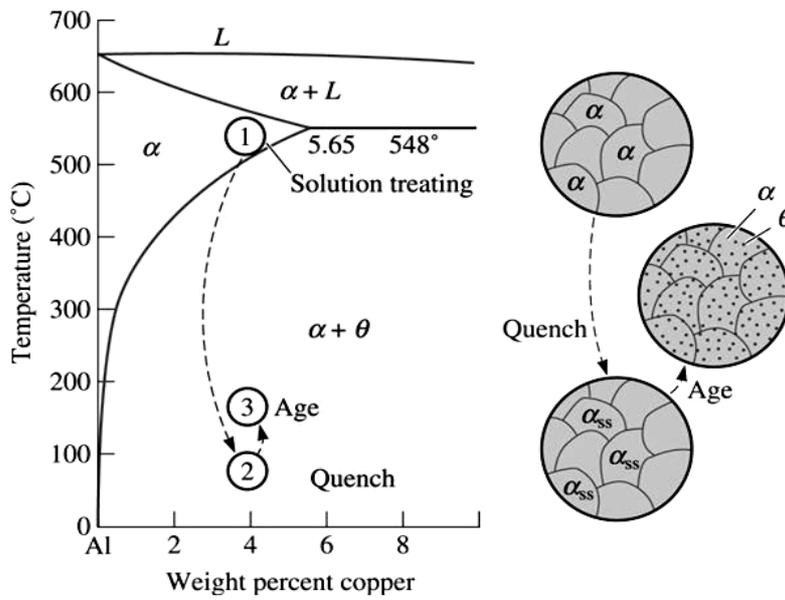


Figure 2.6. The aluminum rich end of the Al-Cu phase diagram showing the three steps in the age-hardening heat treatment and the microstructures that are produced. [Askeland, 1994], [39].

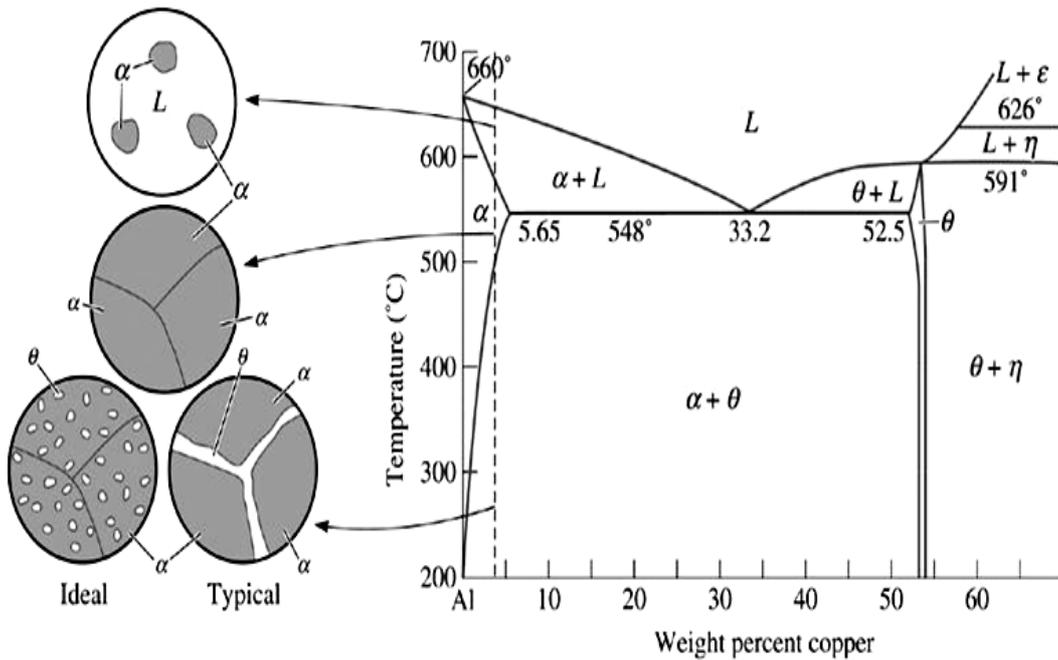


Figure 2.7. The aluminum-copper phase diagram and the microstructures that may develop during cooling of an Al-4% Cu alloy, [39].

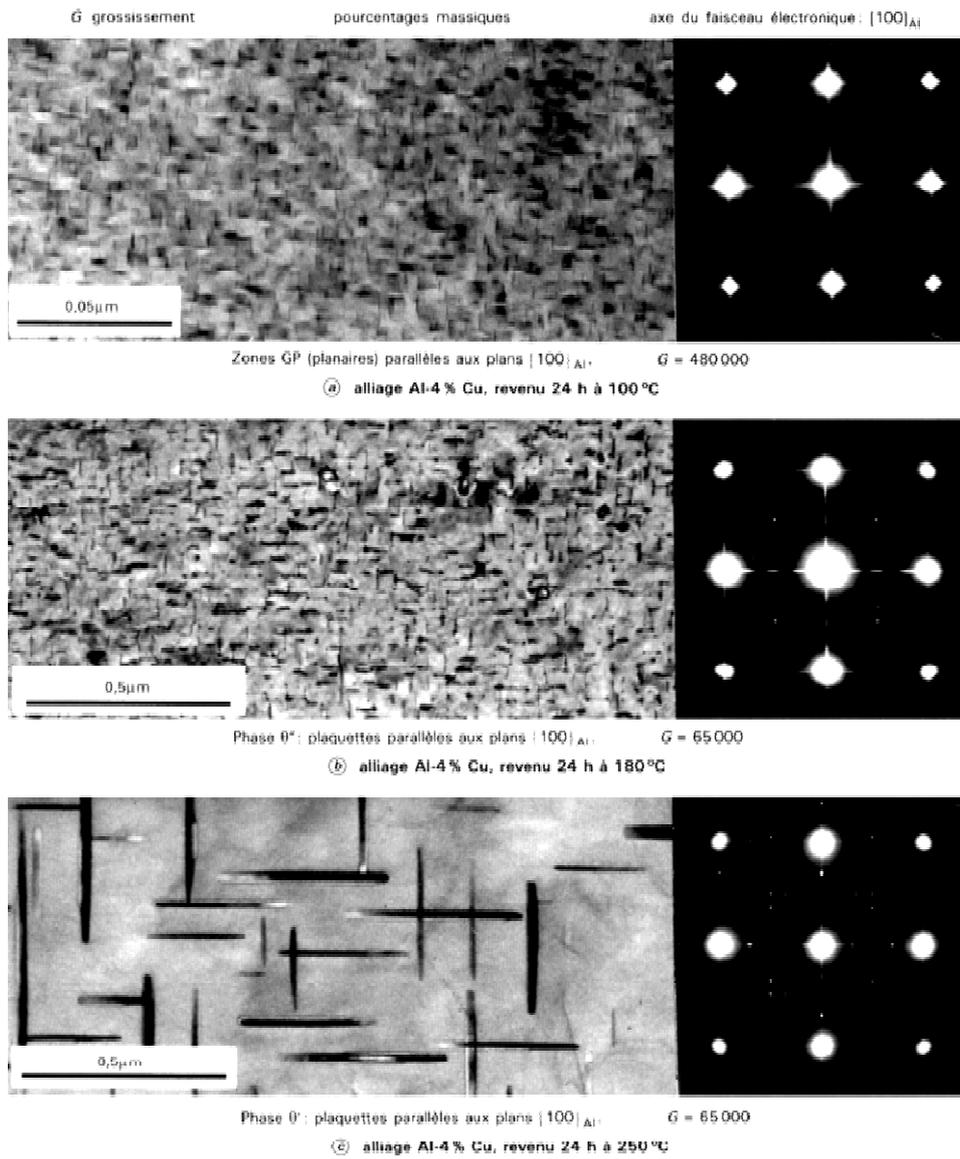
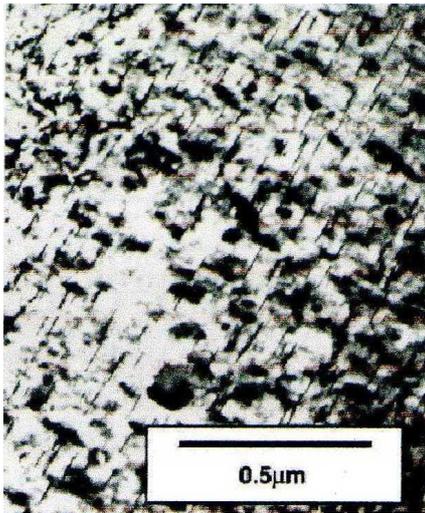


Figure 2.8. Précipitation structurale dans les alliages du système Al-Cu (images de microscopie électronique en transmission et diagrammes de microdiffraction électronique) [37].

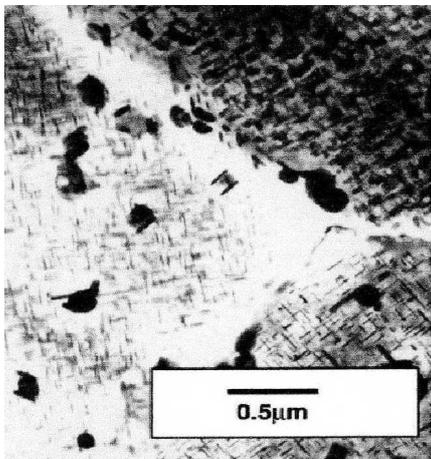


**Water quenched
+ 180 °C for 6 h**

Precipitates
GP zones + θ''

Properties
0.1%PS (MPa) = 370
TS (MPa) = 470
Hardness (Hv)= 160

Figure 2.9. Micrograph showing Cu rich GP zones in Al-4% Cu, platelets on matrix [100], aged for 6 hours at 180 °C, [40].

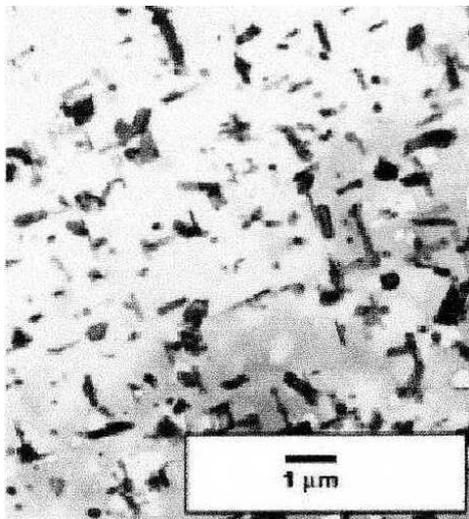


**Water quenched
+ 200 °C for 2 h**

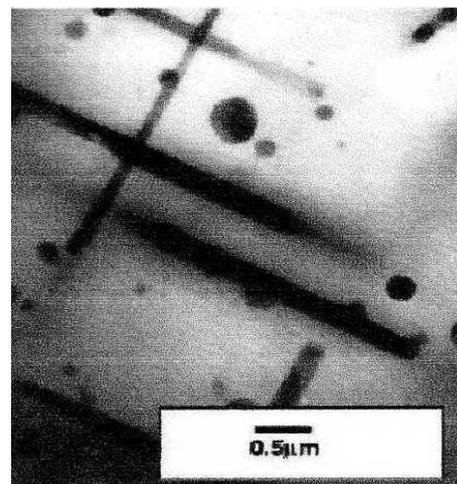
Precipitates
 θ'

Properties
0.1%PS (MPa) = 330
TS (MPa) = 436
Hardness (Hv)= 144

Figure 2.10. Micrograph showing θ' precipitates in Al-4% Cu, aged for 2 hours at 200 °C, [40].



Water quenched + 350 °C for 45 min
Precipitates $\theta' + \theta$
Properties 0.1%PS (MPa) = 110
TS (MPa) = 206
Hardness (Hv)= 66



Water quenched + 450 °C for 45 min
Precipitates θ
Properties 0.1%PS (MPa) = 90
TS (MPa) = 190
Hardness (Hv)= 60

Figure 2.11. Micrograph showing θ precipitates in Al-4% Cu, aged for 45 mins at 450 °C, [40].

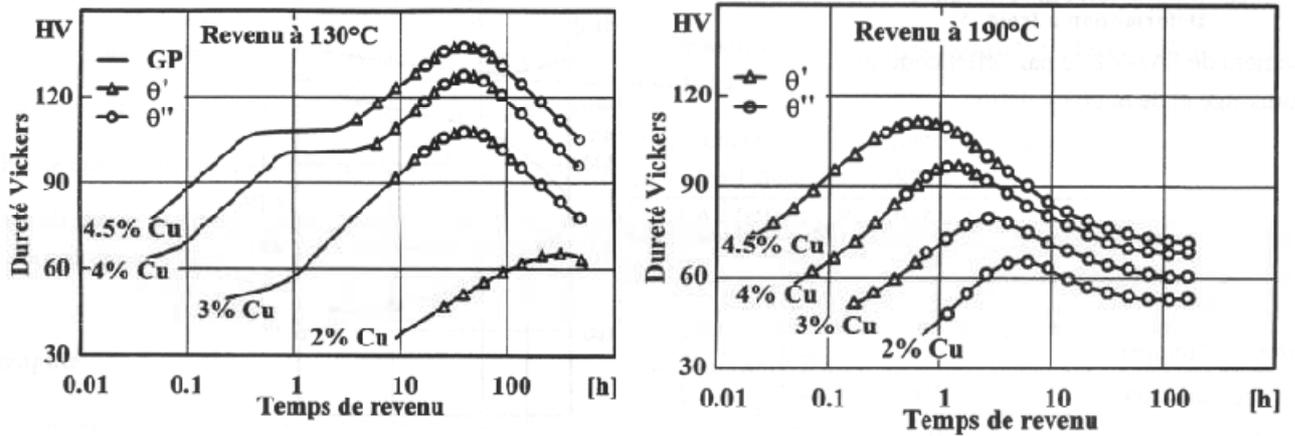


Figure 2.12. Dureté en fonction du temps de revenu à 130 et 190° C pour les alliages binaires Al-Cu Ecrois [38].

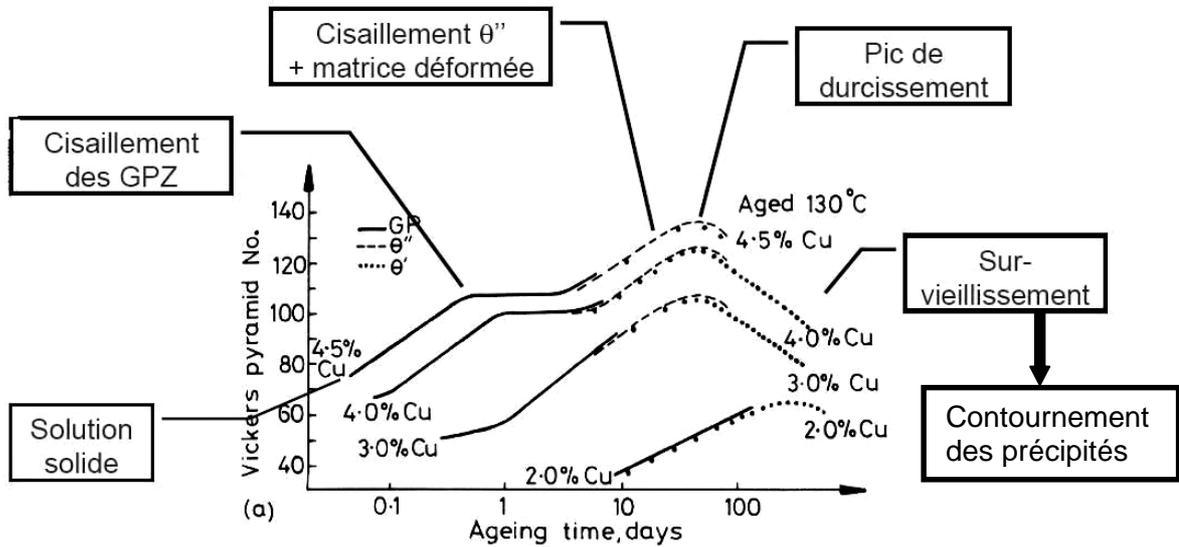


Figure 2.13. Évolution de la dureté Vickers en fonction du temps de revenu à 130 ° C pour différentes concentrations massiques des alliages binaires Al-Cu écrois préalablement trempés [37, [38].

2.2.2.2 L'alliage d'Al-Cu 2024 :

L'alliage 2024 est susceptible de présenter le phénomène de durcissement structural. Sa composition nominale est présentée dans le tableau 2.6.

Eléments	Al	Cu	Mg	Mn	O	Si	Fe
% en masse	Base	3 - 6	1,2 - 1,8	0,3 - 1	< 1	< 1	< 1

Tableau 2.6. Composition chimique nominale de l'alliage 2024.

Compte tenu de la teneur importante de Mg, l'alliage 2024 fait partie de la sous famille des Al-Cu-Mg de la série 2000. Le cuivre et le magnésium ont pour principal objectif d'augmenter les propriétés mécaniques de l'alliage par précipitation des phases durcissantes.

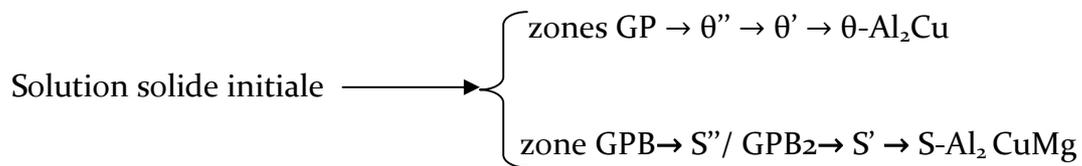
Une séquence de précipitation en quatre étapes fut proposé pour la première fois par Bagaryatsky [46].

Solution solide sursaturée \rightarrow zone GPB \rightarrow S'' / GPB₂ \rightarrow S' \rightarrow S-Al₂CuMg

Les phénomènes complexes de précipitation durcissante dans les alliages Al-Cu-Mg sont toujours d'actualité, [47,48] trouvèrent que la précipitation est très dépendante de la composition alliages et des traitements thermomécaniques subits par les échantillons.

Les zones de Guinier-Preston-Bagaryatsky (appelées GPB pour les différencier des GP du système Al-Cu) [49] sont considérées comme un ordre à courte distance pour les atomes de Cu et de Mg. La phase S-Al₂CuMg est décrite comme non cohérente avec la matrice, elle est de structure orthorhombique ($a_s = 0,400$ nm, $b_s = 0,923$ nm et $c_s = 0,714$ nm). Contrairement aux phases θ'' et θ' des alliages Al-Cu qui sont des plaquettes, les phases S et S' sont des aiguilles parallèles à la direction $[001]_{Al}$ [50].

Selon Dubost et al [50], les alliages Al-Cu-Mg se distinguent par le rapport des teneurs en cuivre et magnésium. Les alliages dont ce rapport vaut 2.2 appartiennent au système quasi binaire Al-Al₂CuMg alors que ceux présentant un excès de cuivre (rapport supérieur à la valeur précédente), présentent une séquence de coprécipitation mixte :



En plus des précipités durcissants, l'alliage contient un certain nombre de particules intermétalliques grossières parmi lesquelles existent des phases ordonnées. De part leur taille supérieure à celle des précipités durcissant, ces particules n'interviennent pas dans le processus de durcissement.

2.3. Mécanismes de durcissement :

Les alliages Al-Cu contenant entre 3 et 6% de Cu peuvent à la suite d'un traitement thermique présenter un durcissement structural.

Le durcissement de la solution solide obtenue immédiatement après la trempe, augmente avec la concentration de l'élément en solution (figures 2.12 et 2.13), en effet, ce dernier résulte de la précipitation de fines particules de phases stables ou métastables. Les deux paramètres physique et mécanique sensibles à l'état de précipitation étant la limite d'élasticité et la dureté.

Les mécanismes physiques du durcissement permettent de rendre compte qualitativement de l'évolution des limites d'élasticité des alliages en fonction de leur traitement de revenu (figure 2.14).

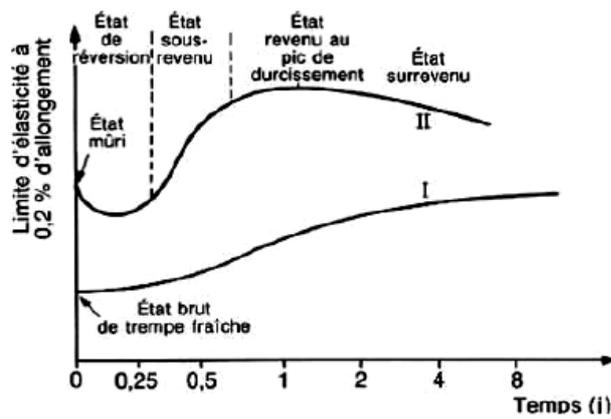


figure 2.14. Evolution Schématique de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium à durcissement structural [50].

T_a température ambiante
 T_r température de revenu
 I maintien à T_a (maturation) après trempe
 II maintien à T_r après trempe et maturation à T_a .

Les principaux mécanismes physiques du durcissement structural se classent en fonction du mode d'interaction entre les précipités et les dislocations.

2.3.1. Contournement des précipités par les dislocations :

Lorsque les particules deviennent plus dures que la matrice, les dislocations présentes dans cette dernière ne peuvent pas pénétrer les précipités, alors elles sont obligées de les contourner. Deux types de contournement sont possibles, soit par glissement primaire soit par glissement dévié.

2.3.1.1. Contournement par glissement primaire :

La dislocation évite le précipité (incohérent donc non cisillable) par contournement tout en restant dans son propre plan de glissement. Une fois l'obstacle contourné, les deux brins de la dislocation se recombinaient laissant autour du précipité une boucle de dislocation. Le mécanisme de contournement d'Orowan est schématisé sur la figure 2.15.

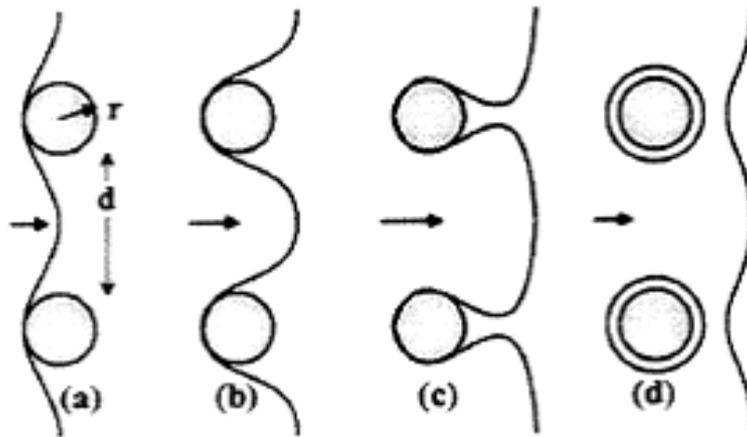


figure 2.15. Interaction d'une dislocation avec des particules dures(contournement) [38]

2.3.1.2. Contournement par glissement dévié :

La forte énergie de faute d'empilement de l'aluminium facilite le glissement dévié des dislocations par changement de leur plan de glissement. Le glissement dévié s'accompagne de l'émission de boucles de dislocations et de la formation de crans sur la ligne de dislocation. Ce mécanisme génère de nombreux débris de dislocations jouant eux-mêmes le rôle d'obstacles [50].

2.3.2. Cisaillement des précipités par les dislocations :

Les précipités ne peuvent-être cisailés que s'ils sont cohérents ou semi-cohérents de sorte que la dislocation puisse glisser de manière continue de la matrice dans les précipités. Ce mécanisme engendre la création de nouvelles interfaces précipité-matrice. Lorsque les plans de glissement de la matrice et des précipités sont en épitaxie, le cisaillement s'effectue dans un seul plan (figure 2.16). Si ce n'est pas le cas, le cisaillement peut conduire à la formation soit de boucles de dislocations à l'interface précipité-matrice soit d'un cran le long de la ligne de dislocation.

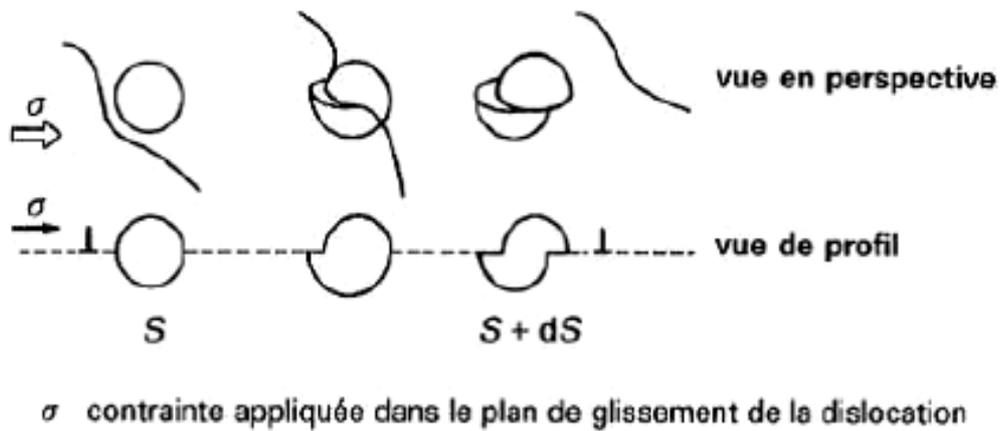


figure 2.16. Cisaillement d'un précipité sphérique cohérent dans le plan de glissement d'une dislocation [50].

Le franchissement du précipité par une dislocation engendre la création d'une paroi d'antiphase dans le plan de cisaillement (figure 2.17), par conséquent l'ordre entre les atomes voisins n'est plus respecté.

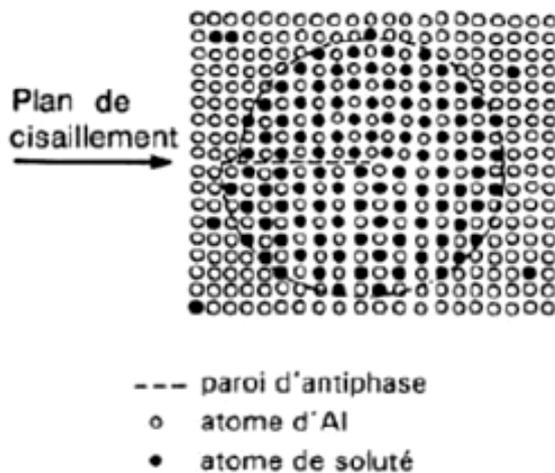


figure 2.17. Création d'une paroi d'antiphase par une dislocation coin dans un précipité [50].

Dans ce cas le durcissement peut-être généré par plusieurs mécanismes :

- ★ La création de nouvelles interfaces entre les précipités et la matrice contribue à freiner le mouvement des dislocations.

- ★ La création des défauts de structure dans les précipités : paroi d'antiphase, défauts d'ordre et défauts d'empilement...
- ★ L'écart entre les énergies de faute d'empilement de la matrice et des précipités (différence entre la largeur de la faute) est à l'origine de la modification de l'énergie des dislocations.

Les figures 2.13 et 2.14 montrent l'évolution du durcissement par conséquent la limite d'élasticité en fonction de la durée du revenu, elles mettent clairement en évidence la simultanéité des deux cas précédents : Le cisaillement et le contournement des précipités par les dislocations.

2.3.3. Effets à distance :

Les effets à distance sont dus à plusieurs facteurs, en effet le mouvement des dislocations peut-être affecté par :

- ★ Les microcontraintes interne au matériau créées par l'écart entre les constantes d'élasticité de la matrice et des précipités.
- ★ La force d'interaction précipité-dislocation générée par la différence de module de cisaillement entre le précipité et la matrice.
- ★ L'interaction entre le champ de distorsion élastique autour des précipités et le champ de déformation associé aux dislocations. Ce mécanisme peut avoir pour origine une différence soit du paramètre de maille soit du coefficient de dilatation thermique entre matrice et précipités.

Chapitre 3

Matériaux composites

3.1 Introduction :

Le matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion). Le nouveau matériau ainsi constitué possède des propriétés que les éléments seuls ne possèdent pas.

Ce phénomène, qui permet d'améliorer la qualité de la matière face à une certaine utilisation (légèreté, rigidité à un effort, etc.), explique l'utilisation croissante des matériaux composites, dans différents secteurs industriels. Néanmoins, la description fine des composites reste complexe du point de vue mécanique.

3.2 Principaux composites :

- ★ Les fibres de verre sont utilisées notamment dans la fabrication de piscines.
- ★ Les fibres de carbone utilisées dans l'aviation.
- ★ Le contreplaqué utilisé en menuiserie, construction, ébénisterie.
- ★ Les cloisons de Placoplatre, très utilisé dans le bâtiment hors intempéries.
- ★ Le béton armé en génie civil.
- ★ La fibre d'aramide (ou Kevlar qui est une dénomination commerciale) utilisée dans les protections balistiques gilets pare-balles
- ★ (Attention, les gilets pare-balles ne sont pas des composites! Par contre, le kevlar qui les compose est bien utilisé en tant que fibre pour composites dans d'autres types d'utilisations.)
- ★ Le Glare composé principalement d'aluminium et de fibre de verre est utilisé en aéronautique.

3.3 Matériau composite à matrice métallique :

Les matériaux composites à matrice métallique ont été développés dans les années 1960-1965.

Il faut souligner qu'à ce jour ces matériaux sont encore en pleine évolution, et que les propriétés que l'on peut en attendre ne sont que partiellement connues. Ces propriétés sont très largement supérieures à celles des alliages métalliques.

L'utilisation d'une matrice métallique dans un composite présente plusieurs avantages par rapport aux matrices organiques :

- ★ meilleure tenue en température permettant de reculer les limites d'utilisation en environnements moteurs ou structures hypersoniques ;
- ★ meilleures propriétés mécaniques intrinsèques de la matrice, permettant le renfort localisé ou unidirectionnel ;
- ★ meilleure tenue au vieillissement et au feu ;
- ★ ductilité élevée de la matrice ;
- ★ meilleure étanchéité aux gaz (herméticité).

En revanche, les technologies de fabrication des composites à matrice métallique sont en général plus complexes que pour les composites à matrice organique. Au cours de la fabrication, il faut assurer une bonne cohésion aux interfaces entre matrice et renfort, sans dégrader ce dernier. La liaison fibre-matrice doit être réalisée avec une matrice en phase liquide ou semi-liquide. L'intérêt de matériaux légers et à propriétés spécifiques élevées des différentes matrices métalliques permet à l'aluminium et ses alliages d'occuper une place privilégiée comme matrice de composites pour les transports et les pièces en mouvement.

Principaux sigles	
Sigles	Définition
CMAI	composite à matrice aluminium
CMM	composite à matrice métallique
CMMg	composite à matrice magnésium
CMTi	composite à matrice titane
PAN	polyacrylonitrile
PCS	polycarbosilane
PTCS	polytitanocarbosilane

3.4 Les renforts :

3.4.1 Définitions :

Composite : association artificielle de deux ou plusieurs matériaux.

Renfort : matériau dispersé dans le composite sous forme de particules ou de fibres. Le terme de renfort est généralement réservé aux composites structuraux, mais la définition inclut les charges, terme utilisé dans le cas de composites pour applications non structurales.

Matrice : matériau interconnecté dans le composite et entourant le renfort. Dans le cas des matrices métalliques, ce matériau peut être monophasé (métal pur ou solution solide) ou multiphasé (alliage durci par précipitation).

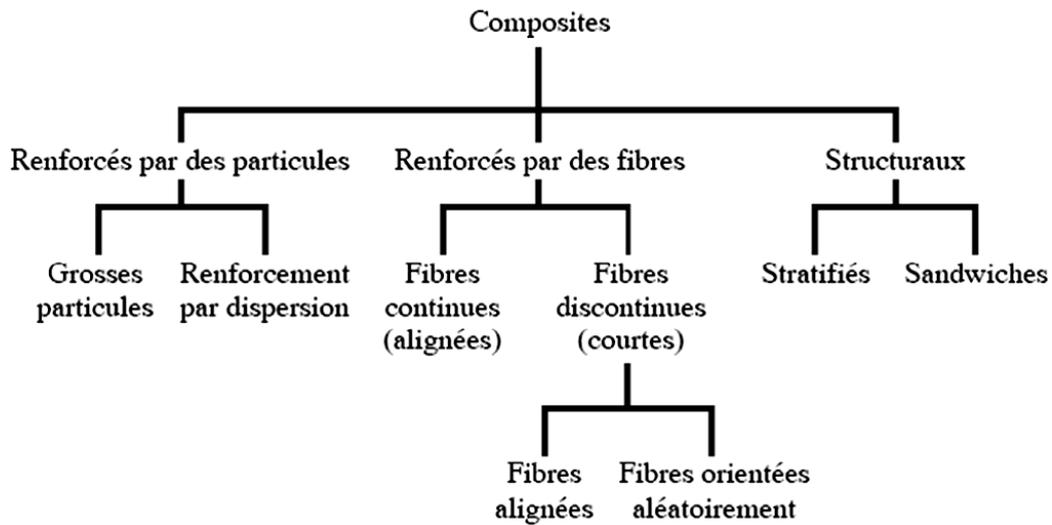
Interface : zone de raccordement de la matrice et du renfort.

Préforme : préparation du renfort sous forme d'un corps aggloméré à porosité contrôlée.

Composite à matrice: matériau composite constitué d'une matrice et d'un renfort. Les matrices peuvent être organiques, métalliques ou céramiques.

Composite multicouche : matériau constitué d'empilements de couches de matériaux différents.

Composite à matrice métallique : matériau composite constitué d'une matrice métallique et d'un renfort métallique ou céramique. Nous le désignerons par le sigle CMM.



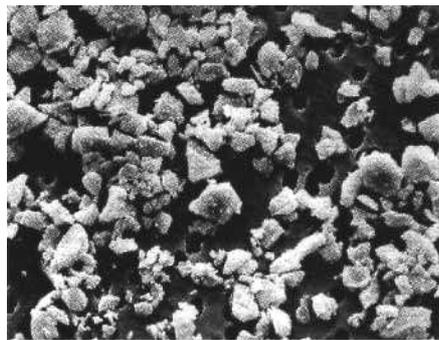
3.4.2 Typologie et propriétés des renforts :

Les renforts discontinus sont les renforts dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions du composite à matrice métallique. Les renforts continus sont les renforts dont au moins une dimension est supérieure ou égale aux dimensions du composite. Les renforts hybrides représentent toute combinaison de renforts continus et discontinus.

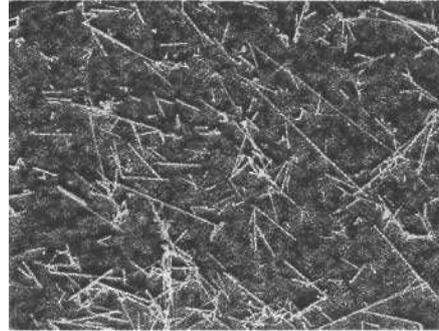
La fraction volumique de renfort est mesurée après dissolution sélective de la matrice.

3.4.2.1 Renforts discontinus :

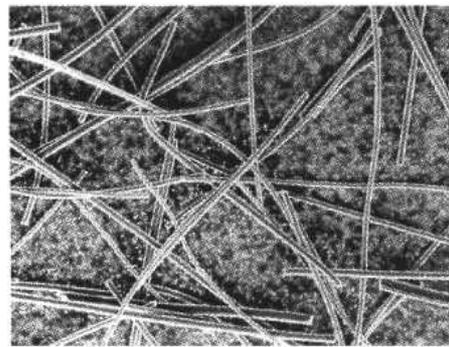
La figure 3.1 illustre les morphologies des trois types de renfort discontinu utilisés dans les composites à matrice métallique. Les caractéristiques de ces renforts sont rassemblées au tableau 3.1. Ces types de renforts sont désignés respectivement par les indices p , t , f_c , les particules, les trichites et les fibres courtes.



(a) particules



(b) trichites



(c) fibres courtes

Figure 3.1. Morphologie des renforts discontinus ($G = 180$), [51].

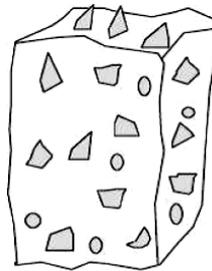
Tableau 3.1 [51] – Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM					
Type	Nature chimique	Densité à 20 C°	Diamètre (μm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Particules	SiC	3,2	5 à 50	480	
	TiC	4,7	5 à 10	310 à 380	
	B ₄ C	2,5	5	390	
	Al ₂ O ₃	3,9	3 à 30	390	
Trichites	SiC	3,2	0,1 à 0,5	400 à 700	3 à 14
	K ₂ On(TiO ₂)	3,3	0,2 à 0,5	280	17
Fibres courtes	Al ₂ O ₃	3,3	3	300 158	2
	Al ₂ O ₃ + SiO ₂	2,7	3		2,5

❶ Renforts de particules :

Le terme de « particules » est relatif à toutes les morphologies, de renfort quasi isotropes [facteur : l/d (longueur/diamètre) compris entre 0,2 et 1]. Ces morphologies peuvent être de type sphérique ou aciculaire. Dans les composites à matrice aluminium, les renforts particuliers les plus utilisés sont le carbure de silicium et l'alumine, de type aciculaire.

Pour les renforts de particules, les fractions volumiques généralement, employées varient entre 10 et 50 %. La taille moyenne des particules peut varier entre 5 et 50 μm , suivant les types d'applications envisagées.

Les particules peuvent être directement associées au métal sous forme dispersée par mélanges, ou préparées en préformes et imprégnées ultérieurement par le métal. La première approche est adaptée aux faibles fractions volumiques (10 à 30 %), la seconde est limitée aux fractions volumiques élevées (30 à 70 %).



Particules

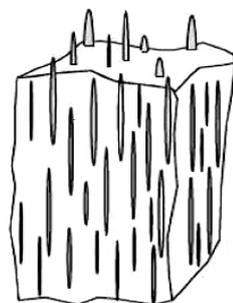
❷ Renforts de trichites :

Les trichites sont des fibres discontinues monocristallines, et présentent de ce fait des propriétés mécaniques très élevées (tableau 3.1). Pour les CMM, les trichites testées ont été le carbure de silicium, le nitrure de silicium et le titanate de potassium. Les procédés de fabrication de trichites sont basés sur une croissance en épitaxie à partir d'une phase gazeuse (carburée ou azotée) ou par pyrolyse d'un précurseur riche en silicium [52], [53].

Les fractions volumiques de trichites dans les CMM sont comprises entre 15 et 25 %. Le diamètre moyen des trichites disponibles

industriellement varie entre 0,1 et 0,5 μm et leur longueur entre 20 et 100 μm . La manipulation des trichites sous forme divisée pose des problèmes de sécurité, leur inhalation est cancérigène.

Les trichites peuvent être directement associées au métal sous forme dispersée par mélanges, ou préparées en préformes et imprégnées ultérieurement par le métal. Les deux approches conviennent pour des fractions volumiques comprises entre 15 et 25 %.



Trichites
(whiskers)

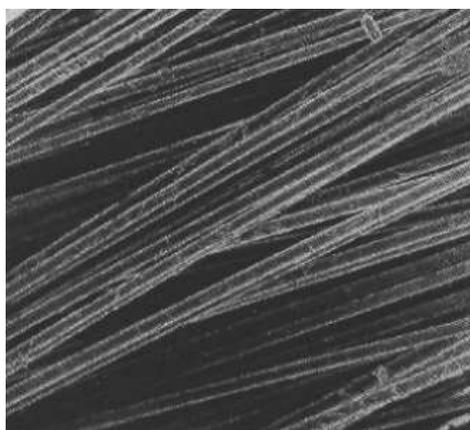
⊗ Renforts de fibres courtes :

Les fibres courtes employées dans les CMM sont des fibres polycristallines ou amorphes d'alumine ou de mélanges d'alumine et de silice. Les caractéristiques de ces fibres sont inférieures à celles des trichites (tableau 3.1). Ces fibres sont souvent dérivées de produits pour l'isolation thermique et la fabrication de réfractaires, et sont fabriquées par centrifugation. Ces procédés de fabrication conduisent à un mélange de fibres et de produits non fibreux (globules). La taille et la fraction volumique de ces globules peuvent influencer sur les propriétés du composite. Les fractions volumiques de fibres courtes dans les CMM sont comprises entre 5 à 25 %. Le diamètre moyen des fibres courtes varie entre 3 et 5 μm , leur longueur entre 100 et 600 μm .

Les fibres courtes peuvent être directement associées au métal sous forme dispersée par mélanges, mais le plus souvent elles sont préparées en préformes et imprégnées ultérieurement par le métal.

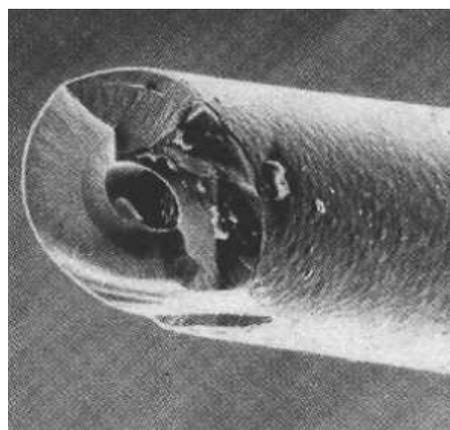
3.4.2.2 Renforts continus:

La figure 3.2 illustre les morphologies des deux types de renfort utilisés dans les CMM. Les propriétés de ces renforts sont rassemblées au tableau 3.2.



$G = 200$

a. Mèche multi-filamentaire hybride.



$G = 200$

b. Monofilament.

Figure 3.2. Morphologie des renforts discontinus, [51].

Tableau 3.2 [51] – Caractéristiques des renforts continus utilisés dans les CMM					
Type	Nature chimique	Densité	Diamètre (μm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Mèche multi-filamentaire	PCS-SiC	2,55	15	196	2,75
	PTCS-SiC	2,4	8 à 12	200	2,8
	$\text{Al}_2\text{O}_3\alpha$	3,9	20	379	1,4
	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$	3,2	17	200	1,5
	Carbone-HR(1)	1,76	7	230	3,53
	Carbone-HM(2)	1,81	6	392	2,74
	Acier	7,74	13	196	4,12
Mono-filament	Bore	2,49	140	392	3,5
	SiC	3	140	427	3,5
	Acier	7,8	150	200	2,2

(1) HR haute résistance.
(2) HM haut module.

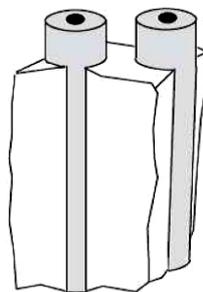
❶ Mèches multifilamentaires :

Ces renforts sont présentés sous forme de mèches de 300 à 10 000 filaments unitaires. Les mèches céramiques sont obtenues par filage d'un précurseur organométallique et par pyrolyse. Les mèches métalliques sont obtenues par cotréfilage. Les diamètres des filaments varient entre 5 et 20 μm , et la plupart de ces mèches sont d'une manipulation aisée. Il est donc possible de les utiliser sous forme de nappes, de tissus, de préformes tridimensionnelles ou d'enroulements filamenteux.

On retiendra quatre catégories de produits : les fibres contenant du SiC, les fibres d'alumine, les fibres de carbone et les fibres d'acier. Les fibres PCS-SiC et PTCS-SiC sont obtenues respectivement à partir de précurseurs de polycarbosilane (PCS) et polytitanocarbosilane (PTCS) [54]. Les fibres d'alumine sont obtenues à partir d'une suspension de particules d'alumine dans une solution d'oxychlorure d'aluminium [55] [56]. Les fibres de carbone sont obtenues à partir d'un précurseur de polyacrylonitrile (PAN) ou de brai [57].

❷ Monofilaments :

Ce type de renfort présente des diamètres de 100 à 300 μm . Comme il s'agit de produits à rigidité élevée, leur manipulation dans cette gamme de diamètres est délicate. Ils peuvent être tissés à condition de choisir pour trame une mèche multifilamentaire souple.



Monofilament

Les fibres de bore et de SiC sont élaborées par dépôt chimique, en phase vapeur (DCPV) sur un monofilament de tungstène ou de carbone (DCPV-SiC). Les fibres d'acier sont obtenues par tréfilage.

3.4.2.3 Renforts hybrides :

Les mèches multifilamentaires comportant une fine dispersion de particules (SiC) entre les fibres. Ces particules ont pour fonction de maintenir écartés les filaments de la mèche au cours de la fabrication du composite, de manière à faciliter le gainage de chaque filament par la matrice métallique. Nous désignerons les renforts hybrides par l'indice h.

3.5 Les renforts de Carbure de Silicium SiC:

Les composites à matrice métallique renforcés par le carbure de silicium SiC sont les plus utilisés. Les avantages d'employer le SiC comme renfort sont l'amélioration de la rigidité, de la résistance, de la conductivité thermique, de la résistance à l'usure et la diminution de la dilatation thermique. En plus les renforts du SiC sont en général peu coûteux et ont une faible densité.

Les renforts du SiC peuvent-être aussi bien sous forme de particules ou de whiskers, leurs caractéristiques sont regroupées dans le tableau 3.1.

La figure suivante montre les deux types de renforts dans deux matrices différentes d'alliages d'Al présentant les types de précipités relatifs au rapport Cu/Mg montrant ainsi que le renfort n'altère en aucun cas les séquences de précipitation.

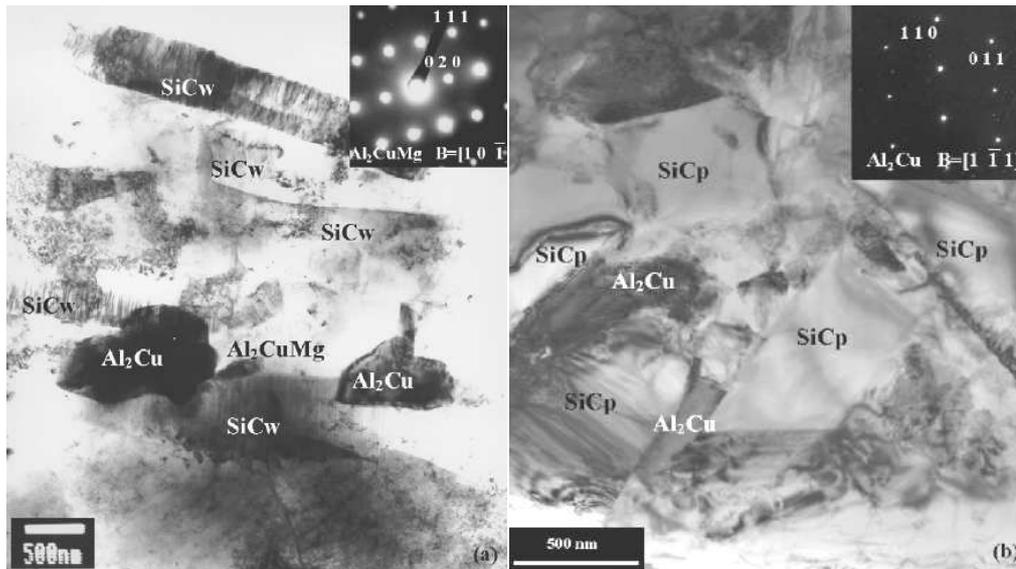


Figure 3.3. TEM images of θ (Al_2Cu) precipitates associated to SiC cluster zones: (a) AA2009/SiC/15w composite with ED pattern of Al_2CuMg $[1\ 0\ \bar{1}]$ and (b) AA2009/SiC/15p composite, including ED pattern of Al_2Cu $[1\ \bar{1}\ 1]$, [73].

Figure 3.4 montre un diagramme de phase évalué d'équilibre du système de SiC [58]. Cependant ce diagramme de phase ne distingue entre le α -SiC et le β -SiC, La liaison chimique dans le SiC est non seulement covalente mais également légèrement ionique en raison de l'électronégativité différentielle entre le silicium et le carbone. Le composé stable est obtenu à la composition stœchiométrique.

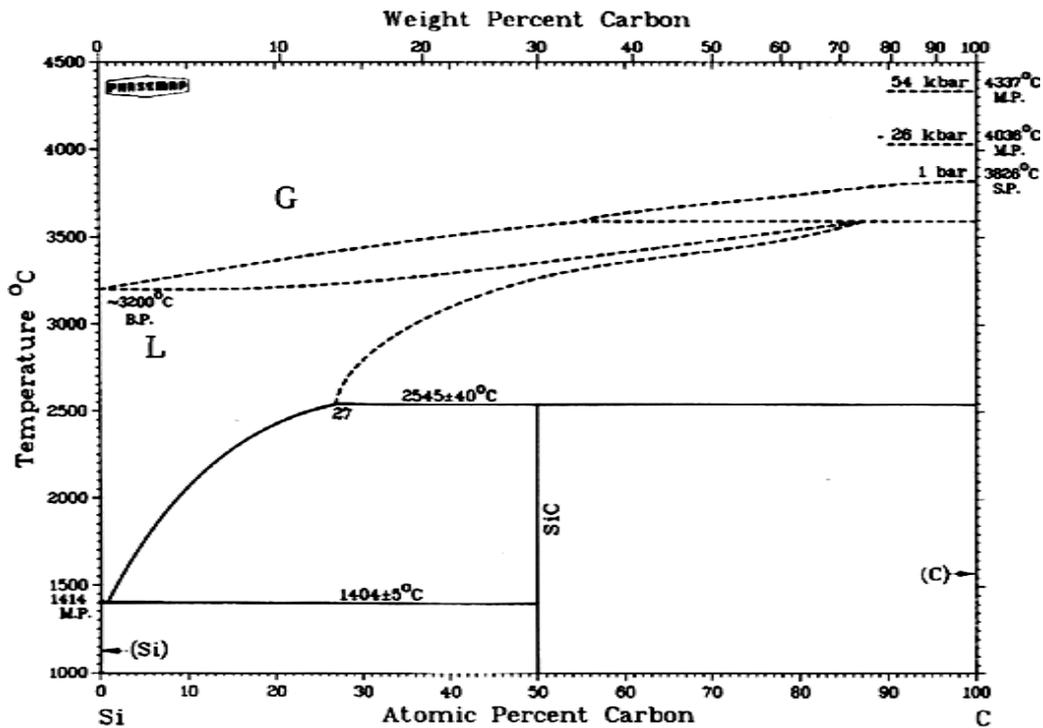


Figure 3.4. diagramme de phase d'équilibre du système du SiC [58].

3.5.1. Comportement du dural Al-4% Cu / 20% SiCw :

Les caractéristiques de précipitation en métallurgie du composite dural d'Al-4%Cu renforcé de whiskers de SiC ont été étudiées [59] en utilisant la microscopie électronique de transmission (MET), la calorimétrie différentielle (DSC) et la microdureté.

Les résultats de la microdureté prouvent que le vieillissement maximal est sensiblement retardé dans les alliages d'Al-Cu renforcés de whiskers de SiC. Les auteurs ont aussi constaté, la disparition de la formation des précipités θ'' . Selon Les auteurs, cette disparition des précipités θ'' joue un rôle important dans le durcissement par vieillissement retardé, elle a été attribuée à une densité des dislocations dues à la différence dans la contraction thermique entre les interfaces et la matrice.

Papazian et al [60] ont signalé que l'ordre de la précipitation n'est pas affecté par des renforts de SiC dans l'alliage 2024 d'aluminium mais que le

volume de la fraction des zones GPB (Guinier-Preston- Bagaryatsky) a été diminuée avec l'augmentation du renfort de SiC. Ils ont proposé que la diminution de la fraction de volume des zones de GPB soit due à la sensibilité à la trempe par des renforts de SiC.

Les micrographes obtenues au MET n'ont montré aucun précipité aussi bien pour la matrice (Al 4% de Cu) que pour la matrice renforcée par 15% de SiC dans l'état de mise en solution traité et trempé à l'eau (Figure 3.5). Les dislocations développées à partir des Wiskers sont présentent sur la figure 3.5 (c).

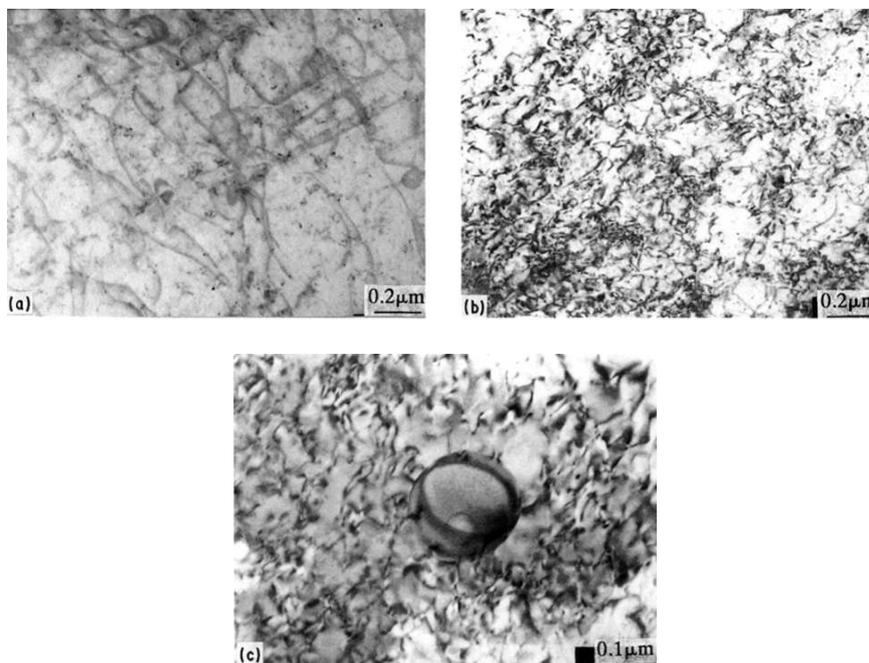


Figure 3.5. Transmission electron micrographs for the solution treated and water-quenched materials, which show no precipitates in the matrix. (a) Matrix of the Al-4 wt % Cu; (b) matrix of the 15 wt % SiC whisker-reinforced Al-4 wt % Cu; (c) matrix of the 15wt% SiC whisker-reinforced Al-4wt% Cu (dislocations developed from the whisker are shown), [59].

La microstructure de la matrice et de la matrice renforcée avec du SiC du même matériau vieilli artificiellement 5H à 433 K ne renferme que les précipités θ' . Les précipités θ'' n'étant pas observés dans les deux cas (figure 3.6).

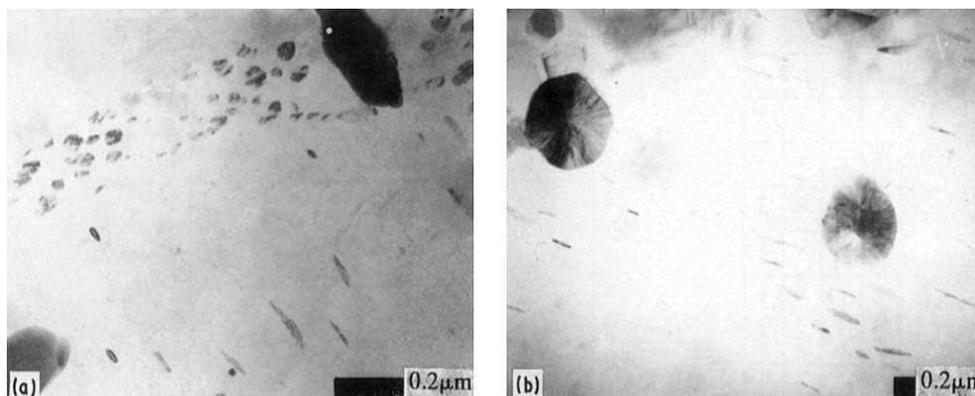


Figure 3.6. Transmission electron micrographs of the Al-4 wt % Cu, solution treated and artificially aged for 5 h at 433 K. An homogeneously nucleated θ' are shown in the matrix. Notice that θ'' precipitates are not shown in the matrix. (a) θ' precipitates in the matrix; (b) SiC whisker and θ' precipitates, [59].

3.5.2. Comportement d'un composite d'alliage d'Al 2024 – SiC_p :

L'évolution de la précipitation du composite d'Al 2024-SiC_p a été suivie lors de l'étude du comportement au vieillissement de ce matériau et de sa matrice. La mise en solution à 495°C avec un temps de maintien variant de 1 à 3 heures est suivie d'une trempe à l'eau froide, puis d'un vieillissement à 191 °C entre 1 et 10 h. [61].

Les observations au MEB, la diffraction X ainsi que les mesures de dureté ont permis aux auteurs de mettre en évidence l'influence du temps de maintien sur l'évolution des précipités et de la dureté. Les points essentiels de cette étude se résument comme suit :

★ Les phases de précipitation présentes dans le composite sont essentiellement les phases Cu-Al_2 et Cu-Mg-Al_2 comme le montre le spectre de la diffraction X (figure 3.7). Le temps de maintien d'une heure ne change pratiquement pas cette distribution (figure 3.8).

★ Les mesures de dureté montrent que le traitement adéquat est celui de 2h vu que la cinétique de vieillissement est la plus rapide est que la dureté est maximale (figure 3.9). Pour l'échantillon relatif à 1 h de maintien, la dureté maximale a été atteinte dans l'échantillon sans renforts avant le composite. Comparativement à l'échantillon relatif à 2 h de maintien, pour celui de 3h, la cinétique de vieillissement reste inchangée alors que la valeur de la dureté a diminué.

Ces différences ne peuvent-êtré attribuées qu'à la variation de la concentration en atomes de soluté en fonction du temps de maintien.

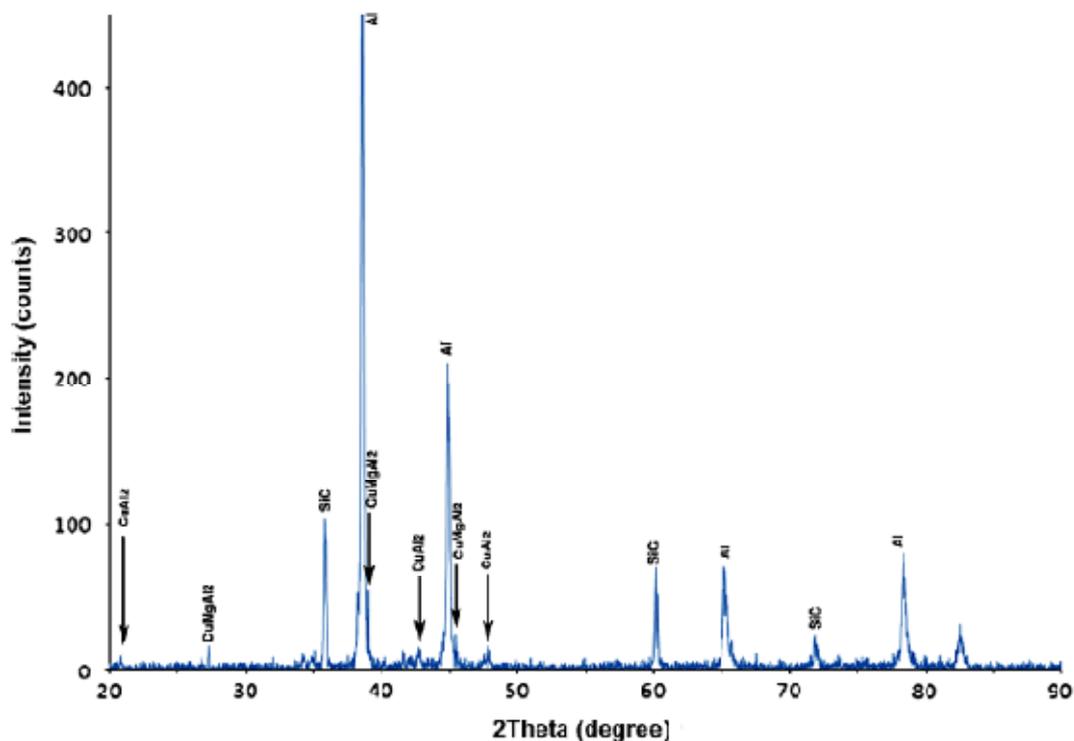


Figure 3.7. XRD patterns of the 2024 Al alloy- 20% SiCp composite[61].

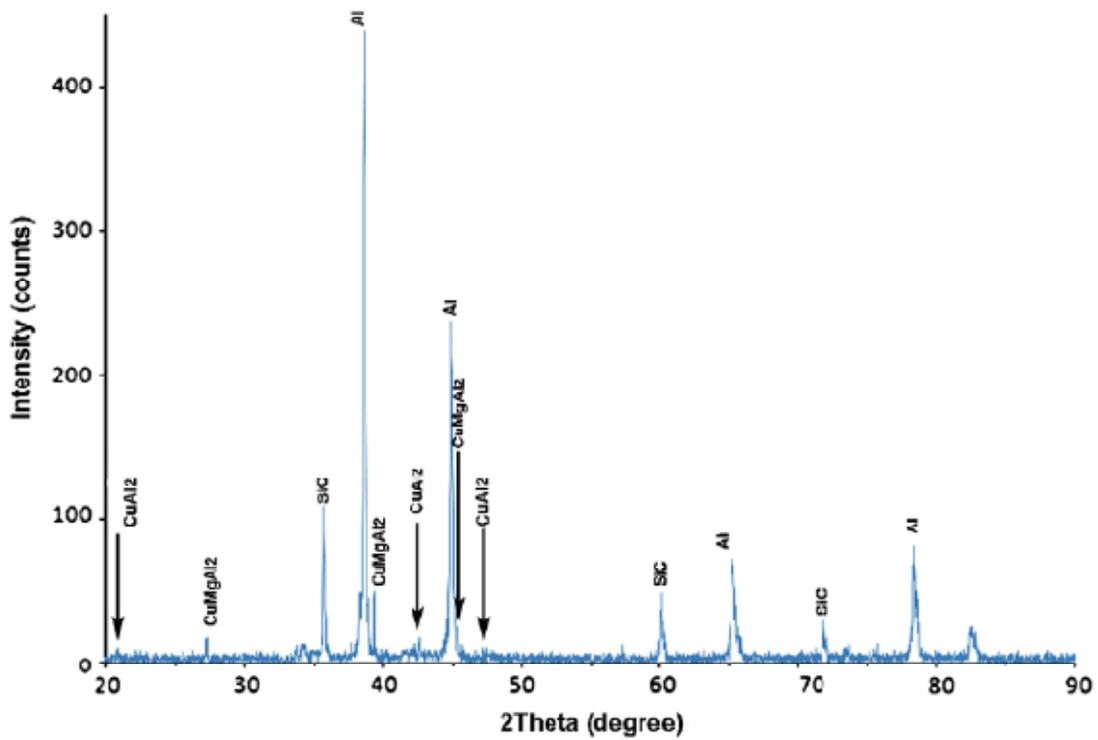


Figure 3.8. XRD patterns of the 2024 Al alloy- 20% SiCp composite solution treated at 495°C for 1 h[77].

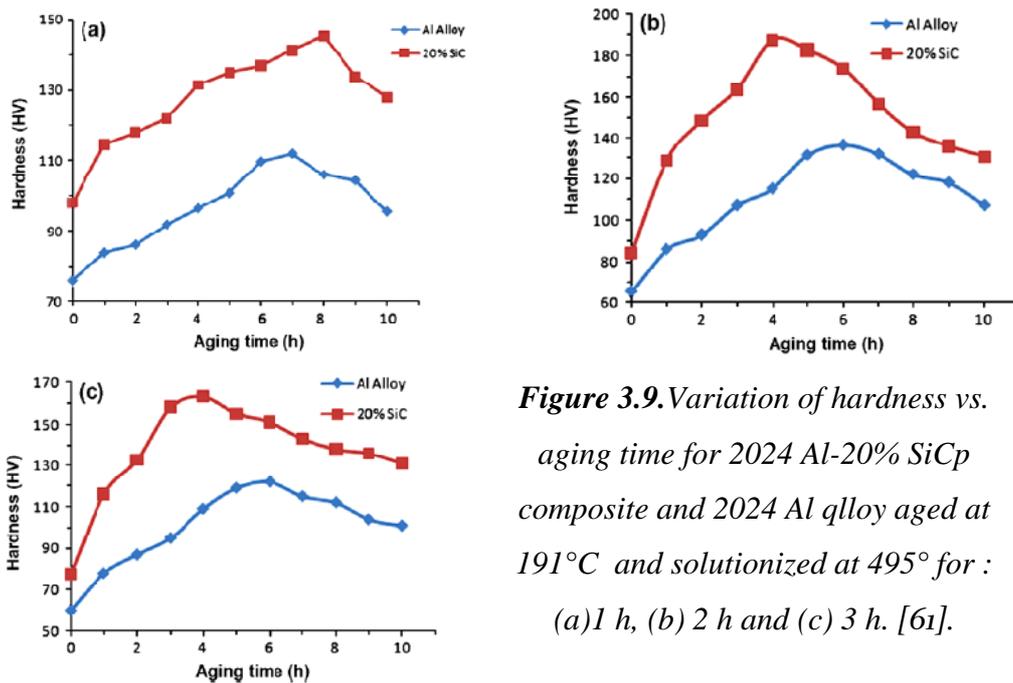


Figure 3.9. Variation of hardness vs. aging time for 2024 Al-20% SiCp composite and 2024 Al alloy aged at 191°C and solutionized at 495° for : (a) 1 h, (b) 2 h and (c) 3 h. [61].

La figure 3.9 (a), montre que la cinétique de vieillissement est plus lente sur le composite comparativement à celle de la matrice, ceci peut-être du à plusieurs facteurs [62] :

★ Suite à la trempe et à la différence entre les coefficients de diffusion thermique de la matrice et des renforts, des contraintes thermiques apparaissent à l'interface et entraînent la formation d'une importante densité de dislocations à l'interface matrice-renfort à proximité des particules de SiC. Ces dislocations fournissent des sites favorables à la nucléation hétérogène des précipités de la seconde phase ce qui par conséquent mène à une accélération de la cinétique de vieillissement.

★ La ségrégation excessive d'éléments d'alliage à l'interface Al-SiC et la présence de précipités grossiers non dissous est en grande partie responsable de l'appauvrissement de la matrice en atomes de soluté. Cet appauvrissement conduira à une sursaturation minimum en soluté ce qui par conséquent tendra à réduire le processus de précipitation dans le composite.

★ La présence des particules de SiC conduit à une réduction de la fraction volumique des zones de GP. En effet, la faible concentration en lacunes dans le composite (les grandes interfaces entre matrice-renforts jouent le rôle de puit de lacunes) comparativement à l'alliage sans renforts, est responsable dans le retard de la formation des zones GP.

3.6 Comportement des composites :

3.6 .1 Élasticité et viscoélasticité :

Les composites mettent souvent en défaut les approximations classiques. La nature de la loi de comportement mécanique peut varier avec la direction : élastique et linéaire dans le sens du renfort, elle peut être non linéaire, voir plastique dans d'autres directions [63].

Par ailleurs si le comportement du composite peut être considéré comme linéaire pour de faibles déformations, il faut prendre en compte sa viscoélasticité pour de plus grandes déformations. C'est pourquoi un grand intérêt est porté depuis quelques années aux caractéristiques d'amortissement des CMM.

3.6.2 Capacité d'amortissement des CMM :

Les capacités d'amortissement de certains matériaux obtenus par différentes méthodes ont été mesurés par [64]. Les valeurs obtenues par les auteurs, permettent de constater que l'ajout de fibres augmente l'amortissement pour certains matériaux (Gr / Mg- 1% Si) et le fait chuter pour d'autres (P55 Gr / Mg - Zr [0°]. Ce qui permet de dire que la capacité d'amortissement d'un composite peut provenir de différentes sources dont trois possibles : la matrice, le renfort et la zone interfaciale.

D'autres études de mesure de la capacité d'amortissement en fonction de la température ont montré que le renfort SiC a un comportement élastique et que les fibres à base de Bore ont un comportement anélastique [65]. Aussi, dans le composite, l'amortissement peut-être influencé par différents facteurs introduits lors de la fabrication : le vide, le délaminage, la déformation des fibres et les contraintes résiduelles, l'orientation et la continuité des fibres et la zone interfaciale [66].

D'autres auteurs ont montré que l'amortissement dépend de l'amplitude de déformation pour un CMM renforcé soit par des fibres continues ou discontinues [67, 68, 69, 70] :

Pour les composites graphite / Al et graphite / Mg, les capacités d'amortissement sont plus élevées que celles des matrices, les interfaces fibre-matrice contribuent considérablement à ce comportement [69].

Pour le composite SiC/Al, l'amortissement augmente de manière significative en fonction de l'amplitude de déformation [70].

Ce comportement pourrait être dû au déblocage des dislocations à l'intérieur de la matrice et ce aux niveaux des interfaces fibre-matrice où une forte densité des dislocations est due à la différence des coefficients de dilatation thermique [71, 72] :

Chamis [73] s'est intéressé aux facteurs à l'origine des mécanismes d'amortissement au niveau de l'interface fibre-matrice. Pour ce faire, il a

étudié l'évolution des concentrations de contraintes à l'interface due à un chargement longitudinal et au chauffage. En effet, les concentrations de contraintes au niveau de l'interface fibre-matrice peuvent conduire soit à un décollement soit à la création d'une importante densité des dislocations.

Cette étude a révélé une forte dépendance des concentrations de contraintes de la fraction volumique v_f des fibres. Dans les deux cas considérés, ce paramètre décroît quand v_f augmente. Cette étude a aussi révélé que la variation des contraintes de cisaillement aux interfaces en fonction de v_f (figure 3.10) dépend du rapport des modules des constituants E_f / E_m (fibre et matrice).

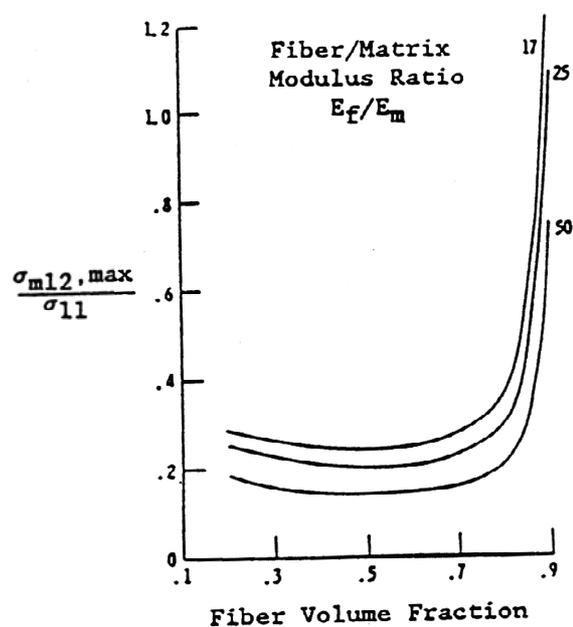


Figure 3.10. Concentration de contraintes de cisaillement maximales due au chargement longitudinal.

La figure ci-dessus montre que la concentration des contraintes de cisaillement croît avec la décroissance du module des fibres, cette croissance est importante lorsque v_f dépasse 75%. Ainsi pour minimiser la concentration de contraintes de cisaillement à l'interface, il faut maximiser le rapport des modules E_f / E_m .

Chapitre 4

Les techniques expérimentales

4.1. Echantillon composite :

L'échantillon étudié a été élaboré par Good-Fellow (pour le LMPM de l'ENSMA de Poitiers) par la technique du moulage-forgeage (squeeze-casting) et filage de manière à obtenir des barres de diamètre 16 mm qui ont été fournies après trempe et maturation à température ambiante (état T₄).

La barre contenait 20% de trichites (whiskers) de carbure de silicium (SiC) dans une matrice d'alliage 2024. Les trichites étaient orientées dans le sens de la longueur de la barre.

Les éprouvettes de frottement interne ont été prélevées dans cette barre sous forme de lames ($50 \times 5 \times 1$) mm³, là aussi les trichites éventuelles étaient alignées dans le sens de la longueur.

4.1.1 Composition de la matrice :

La composition de la matrice sans renfort a été déterminée par microscopie à balayage. Le résultat de l'analyse est reporté sur le tableau suivant :

Eléments	% massique
Mg	1,54
Al	92,01
Mn	0,98
Cu	5,43
O	< 1
Si	< 1
Fe	< 1

4.1.2 Mesure de la dureté :

L'alliage d'Aluminium 2024 constituant la matrice présente le phénomène de durcissement structural. Les échantillons trempés et maturés à l'ambiante sont susceptibles d'évoluer par précipitation des phases θ'' , θ' ou θ , au cours de maintien à des températures au-dessus de l'ambiante.

Les mesures de frottement intérieur par spectroscopie mécanique isotherme s'opèrent par palier de température fixe et nécessitent des temps de maintien très long au cours du balayage en fréquence de 50 Hz à 10^5 Hz. Ces temps sont souvent supérieurs à 24 Heures à chaque température de mesure afin d'atteindre les basses fréquences. Au cours de chaque essai, la microstructure doit-être stable et donc ne doit pas présenter d'évolution au cours de la mesure.

Sachant que les mesures de frottement intérieur, permettent de mettre en évidence les phénomènes de relaxation dus à la présence des défauts de structure en volume et que l'éprouvette de mesure n'admet qu'un mm d'épaisseur, alors, nous avons effectué des mesures de la dureté Vickers sur un échantillon pour les différentes températures de recuit et ce pour avoir une idée sur sa stabilité au cours de l'essai.

Un échantillon a subi un recuit à différentes températures. L'évolution de sa dureté a été déterminée pour chaque température de recuit, quand celle-ci est stabilisée, l'échantillon est alors porté de nouveau à une température supérieure ect.... De cette manière le temps minimum de maintien à chaque température de mesure a été déterminé. Les valeurs obtenues pour ce temps sont évidemment variables selon les températures considérées ; il atteint 72 Heures dans certains cas.

Sur la Figure 4.1 sont reportés les résultats des mesures de la dureté Vickers. Nous pouvons constater que la stabilisation au cours du maintien au-dessus de 600 K arrive rapidement contrairement aux maintiens de plus basses températures.

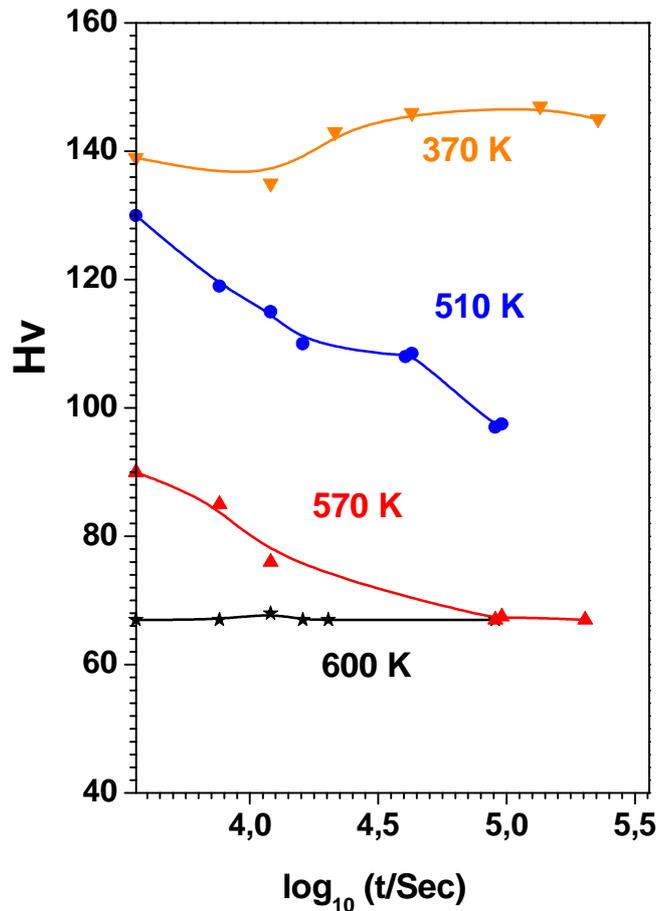


Figure 5.1. Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien à différentes températures de revenu de l'échantillon composite 2024-20% Sic-W.

4.1.3 Etude micrographique :

Les observations au MEB de notre échantillon ont été reportées sur la figure 4.2.

Les photos (a) et (b) prises à deux endroits différents de grossissements respectifs 1000 et 1500 montrent que les whiskers de SiC sont uniformément répartis et tous orientés dans la même direction.

La photo (c) de grossissement 5000 montre des amas clairs de formes irrégulières à côté des whiskers. La photo (d) montre que ces amas ne sont que des whiskers mal formés et que leur dimension est plus

importante que celle des whiskers réguliers dont le diamètre est d'environ $1\mu\text{m}$.

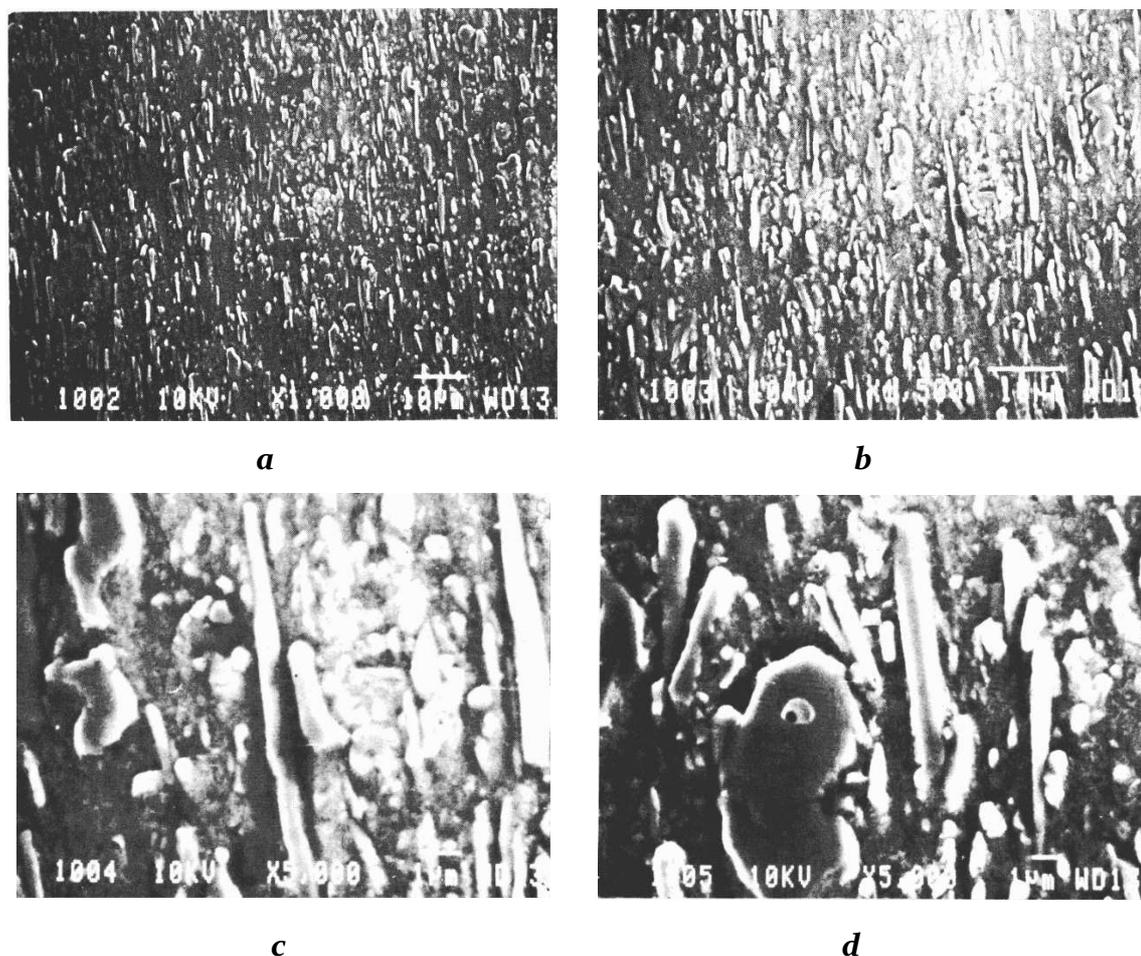


Figure 4.2. Morphologie des renforts du SiC- Whiskers. (a) grossissement de 1000. (b) grossissement de 1500. (c) grossissement de 5000. (d) grossissement de 5000.

4.2 Description du pendule inversé utilisé :

L'appareil utilisé au cours de cette étude est un pendule de torsion inversé travaillant à fréquence variable dans un intervalle s'étendant de 10 Hz à 10^{-5} Hz (les performances de cet appareil sont actuellement améliorées : de 60 Hz à 10^{-5} Hz) ; le chauffage se fait par un four extérieur. Ce principe de mesure du frottement intérieur a été mis au point au laboratoire par Woïgard et autres [74]. En dehors des mesures de frottement intérieur, il permet aussi d'effectuer des essais de micro-fluage longitudinal dans les mêmes conditions de

température entre l'ambiante et 1320 K avec une contrainte allant jusqu'à 1.5 MPa. A. Rivière et al. [75] ont donné une description complète de ce spectromètre (Pendule).

Tous les essais sont effectués sous un vide secondaire de 10^{-6} Torr. Les traitements thermiques se font in situ dans le pendule sans démonter l'échantillon. Les figures 4.3 à 4.6 représentent respectivement une vue d'ensemble de l'appareil, son plan général et le détail du système de détection.

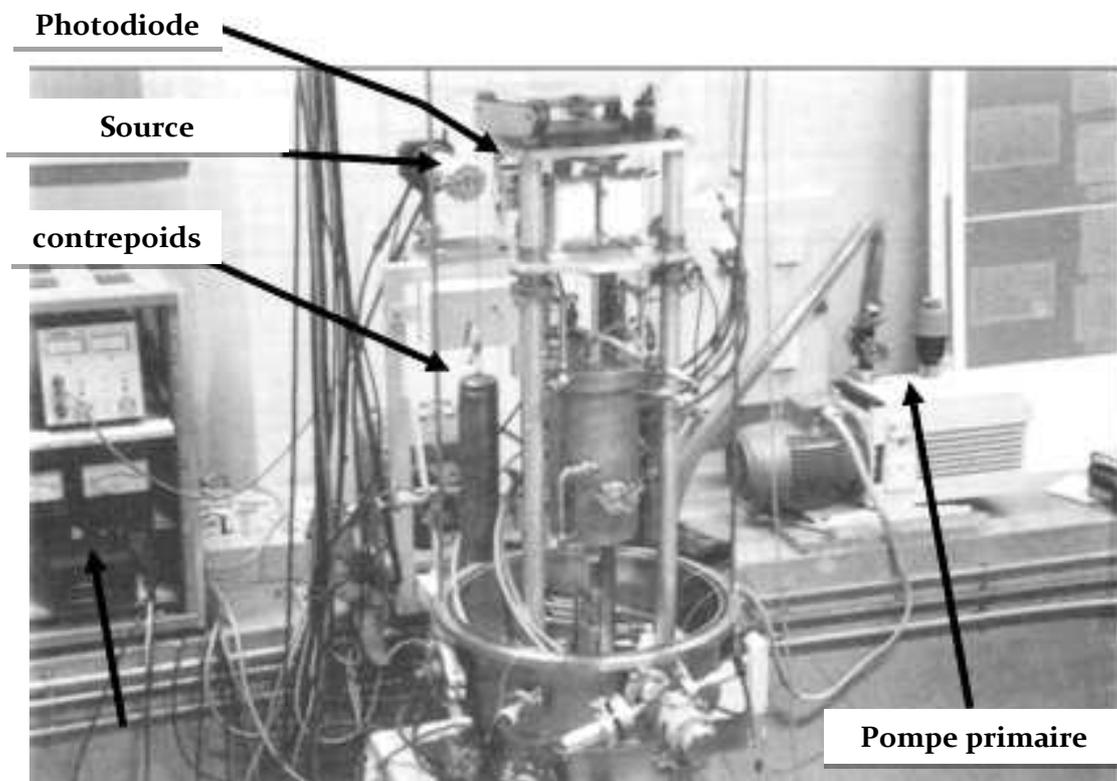


Figure 4.3

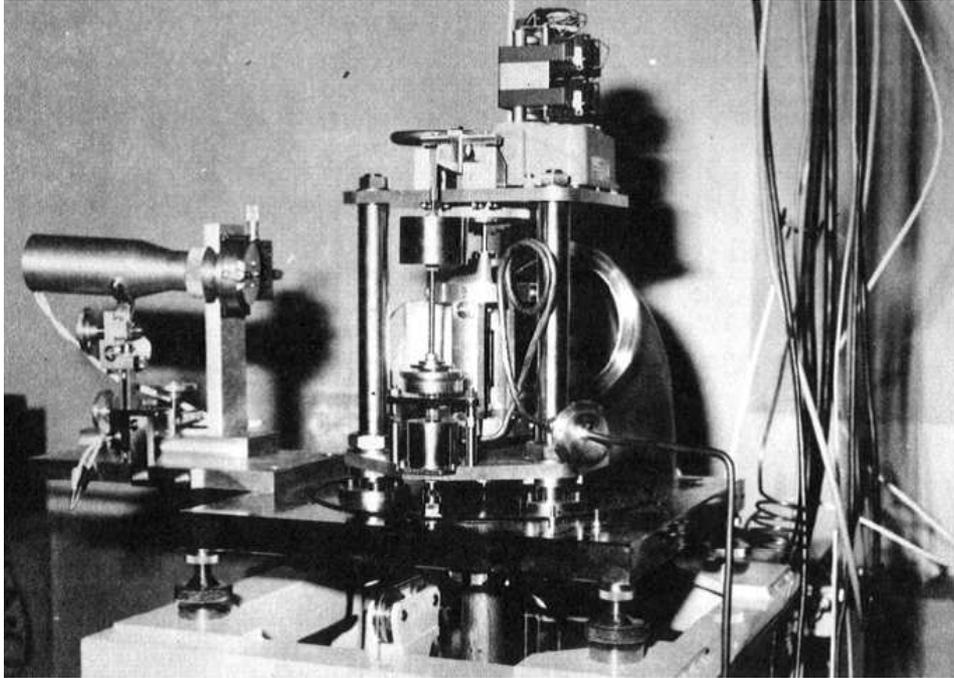


Figure 4.4

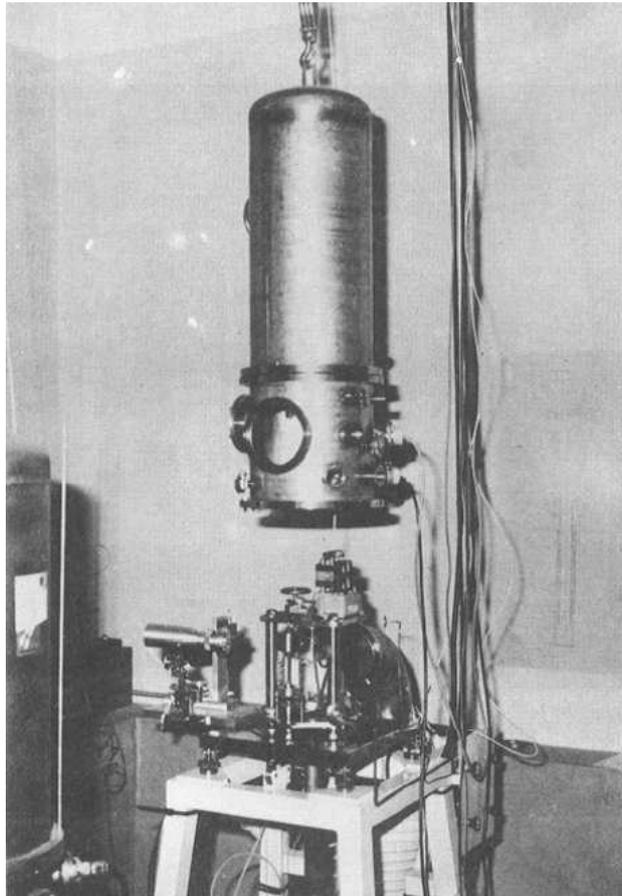


Figure 4.5

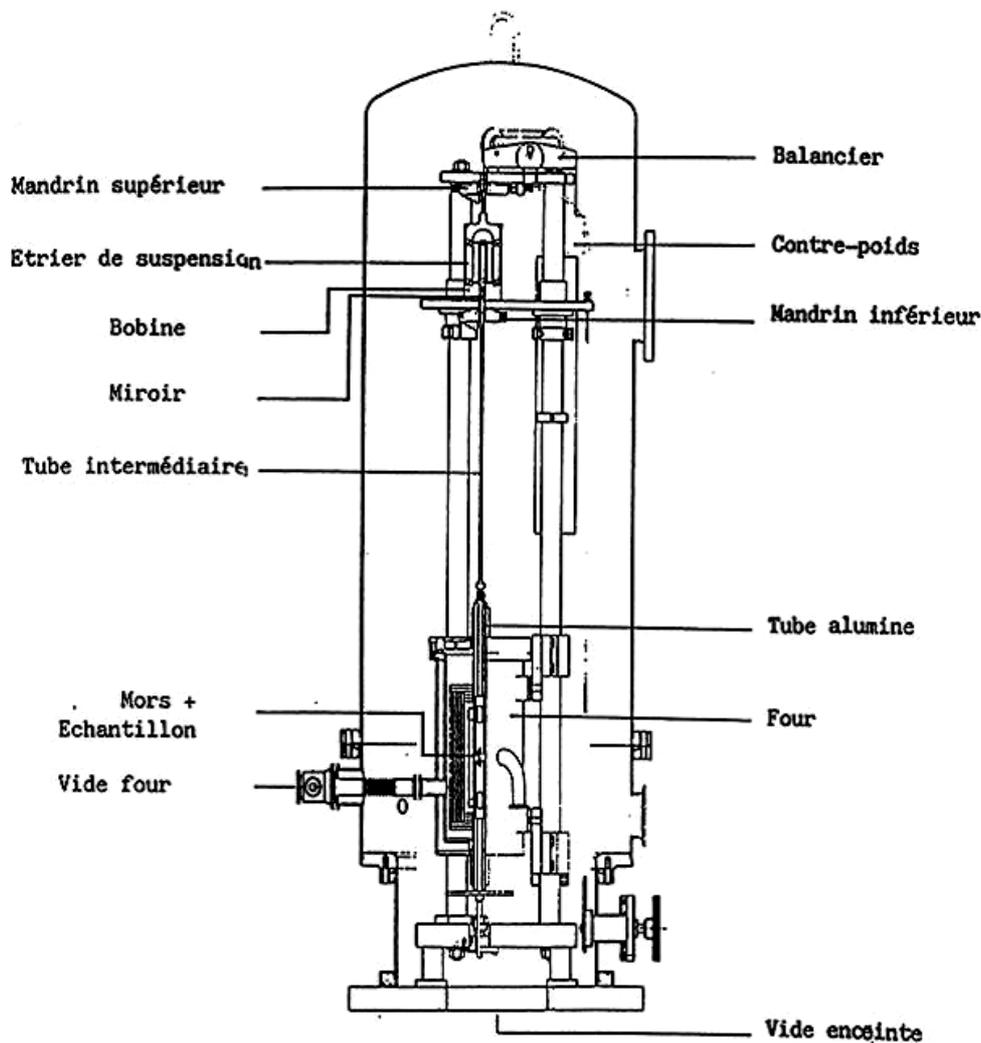


Figure 4.6 Plan général du pendule de torsion inversé.

4.2.1 Principe de fonctionnement :

L'appareil est un pendule de torsion à fréquence propre élevée (de 100 à 200 Hz suivant la géométrie et la rigidité de l'éprouvette). L'équipage mobile est sollicité en torsion, son mouvement est repéré par la méthode de Poggendorf. Lorsqu'on impose des vibrations de torsion à l'aide d'un courant sinusoïdale parcourant les bobines d'excitation, la déformation est déduite de la déflexion du miroir.

4.2.2 Système de détection :

Le mouvement de l'éprouvette est traduit en un signal électrique par un système optique contenant une lampe, un miroir sphérique solidaire de l'équipage mobile et une photodiode différentielle rapide. Sur la figure 4.7 est représenté le schéma de principe de la détection.

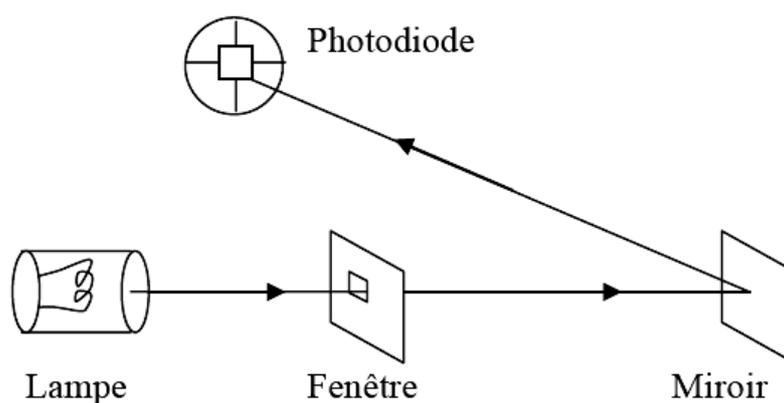


Figure 4.7 Schéma de principe de la détection.

4.2.3 Traitement du signal :

Les systèmes électroniques qui ont permis d'automatiser les mesures de frottement intérieur ont été réalisés au laboratoire. L'appareil de mesure de la réponse en phase et en amplitude est destiné à l'analyse automatique de la réponse d'un système soumis à une excitation de très basse fréquence ; il permet d'opérer entre 10^{-9} et 60 Hz. Le système délivre une tension périodique qui peut être transformée dans le cas d'essais mécaniques en une force appliquée à la structure étudiée.

Dans le cadre de nos mesures, le système délivre un courant d'excitation qui attaque deux bobines de Helmholtz qui communiquent à

leur tour par l'intermédiaire d'un aimant permanent un mouvement de torsion à l'équipage mobile solidaire de l'éprouvette (par le mors supérieur de fixation). Les précisions offertes sont de 10^{-5} rad. pour le déphasage et de 0.005 % pour l'amplitude ; ces valeurs sont affectées par la présence de vibrations mécaniques parasites impossibles à éliminer totalement.

L'ensemble est piloté par un micro-ordinateur, les mesures se font automatiquement, les conditions expérimentales : fréquence de vibration, amplitude de déformation, etc... étant programmées.

Les essais peuvent se faire à température stabilisée soit à amplitude de déformation, soit à contrainte imposée, en balayage linéaire ou logarithmique de fréquence. Les éprouvettes utilisées pour les mesures ont une forme lamellaire (dimensions maximums : 65 x 5 x 2 mm³) et sont serrées par des mors de fixation en alliage réfractaire permettant d'opérer sous vide jusqu'à 1570K.

L'appareil décrit précédemment permet de mesurer la réponse en phase et en amplitude d'un système avec un degré de précision remarquable compte tenu de la gamme des basses fréquences utilisées; tous les traitements thermiques sont effectués in situ à l'intérieur du pendule sans démonter l'échantillon.

Pour les mesures de frottement intérieur, cet appareil a permis une description directe des pics (dus à la présence des défauts de structure en volume) en fonction de la fréquence de vibration à température stabilisée ce qui diffère considérablement des mesures effectuées avec les pendules classiques opérant à fréquence fixée (généralement à 1 Hz) en fonction de la température.

4.3 Dépouillement des résultats expérimentaux:

Les mesures du frottement intérieur obtenues à l'aide du pendule décrit précédemment peuvent correspondre à des pics de relaxation superposés à un fond continu de basse fréquence (\approx haute température). La détermination des paramètres de relaxation nécessite la soustraction de ce fond continu.

Pour ce faire, nous avons supposé que le fond continu évolue avec la fréquence suivant une loi en $\frac{1}{\omega^n}$ [76], [77]. En l'absence de pic, la courbe exprimant $\ln Q^{-1}$ en fonction de $\log(f/\text{Hz})$ est une droite ; ainsi dans le cas de la présence d'un pic, les points situés sur le fond continu de part et d'autre du pic doivent s'aligner. Une méthode rigoureuse de soustraction du fond continu de basse fréquence à basse température ou à haute température a été récemment mise au point et détaillée par S. Belhas et al [78]. La soustraction ne peut se faire que si l'on s'assure que le supposé fond continu ne représente pas le flanc gauche d'un pic de très basses fréquences.

Sur la figure 4.8 ont été reportées les différentes étapes de la soustraction du fond continu de basses fréquences.

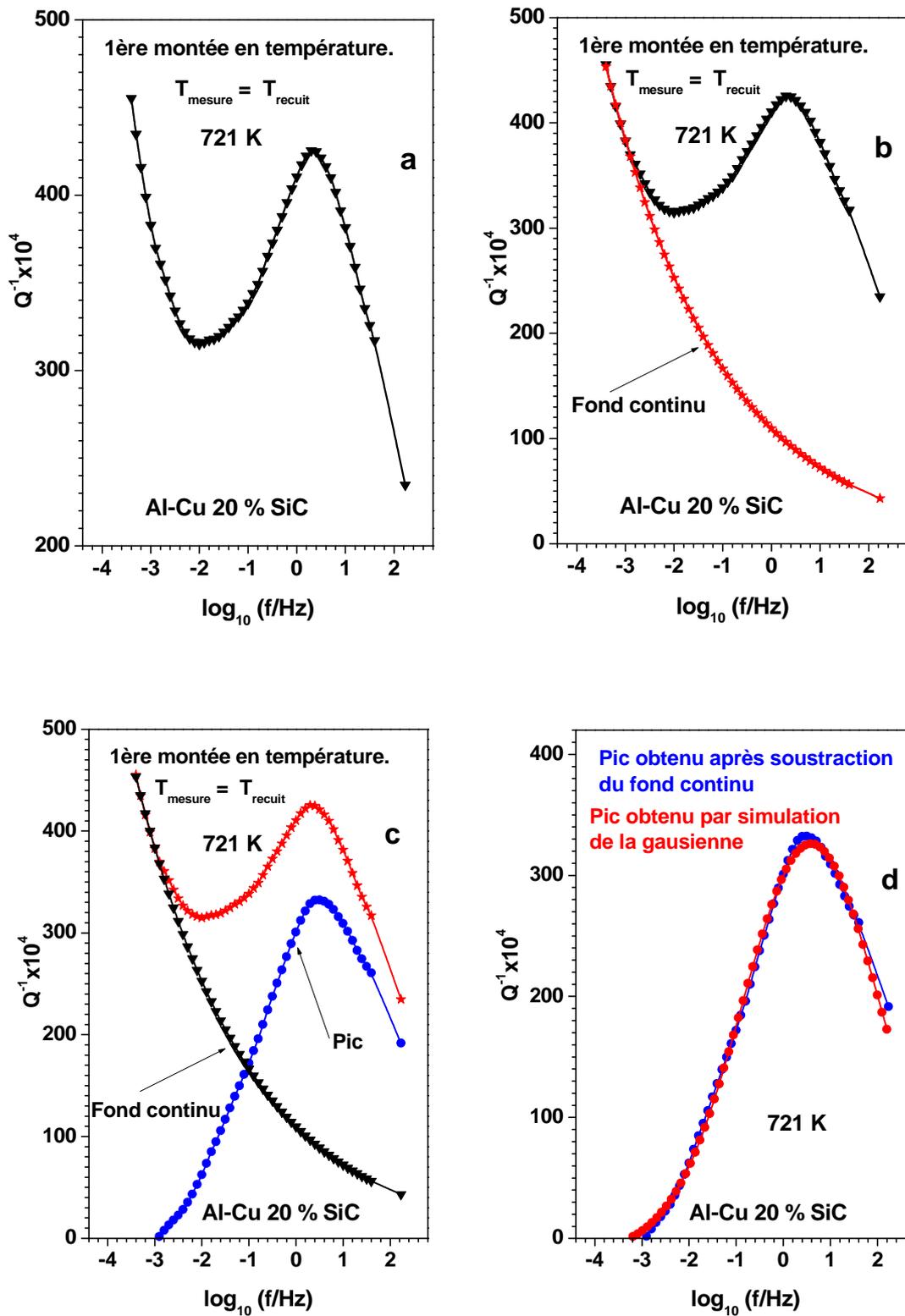


Figure 4.8. (a), (b), (c) et (d) Méthode de dépouillement pour la mise en évidence des pics de relaxation.

4.4. Détermination des paramètres de relaxation :

Pour la détermination des paramètres de relaxation, nous devons tenir compte de la loi d'Arrhenius $\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{H}{RT}\right)$ et de $\omega\tau = 1$ pour le maximum du pic avec $\omega = 2\pi N$, L'équation de la droite qui nous permet de déterminer τ_0 et H s'écrit :

$$2\pi N\tau = 2\pi N\tau_0 \exp\left(\frac{H}{RT}\right) \Leftrightarrow N = \frac{1}{2\pi\tau_0} \exp\left(-\frac{H}{RT}\right) \Leftrightarrow \ln N = \ln\left(\frac{\tau_0^{-1}}{2\pi}\right) - \frac{H}{RT}$$

Pour les couples (N_p, T_p) , la pente de cette droite nous permet de calculer l'énergie d'activation H associée au pic et son ordonnée à l'origine le temps de relaxation limite τ_0 .

La position des maximums des pics que ce soit en fréquence ou en température est déterminée avec exactitude par la simulation de la Gaussienne associée au pic considéré.

4.5. Représentation de Q^{-1} en fonction de la température :

Afin de représenter les spectres du frottement intérieur en fonction de la température, nous considérons les points relatifs à toutes les températures de mesure pour chaque fréquence, la figure 4.9 illustre les valeurs de Q^{-1} en fonction de la température à 0,1 Hz.

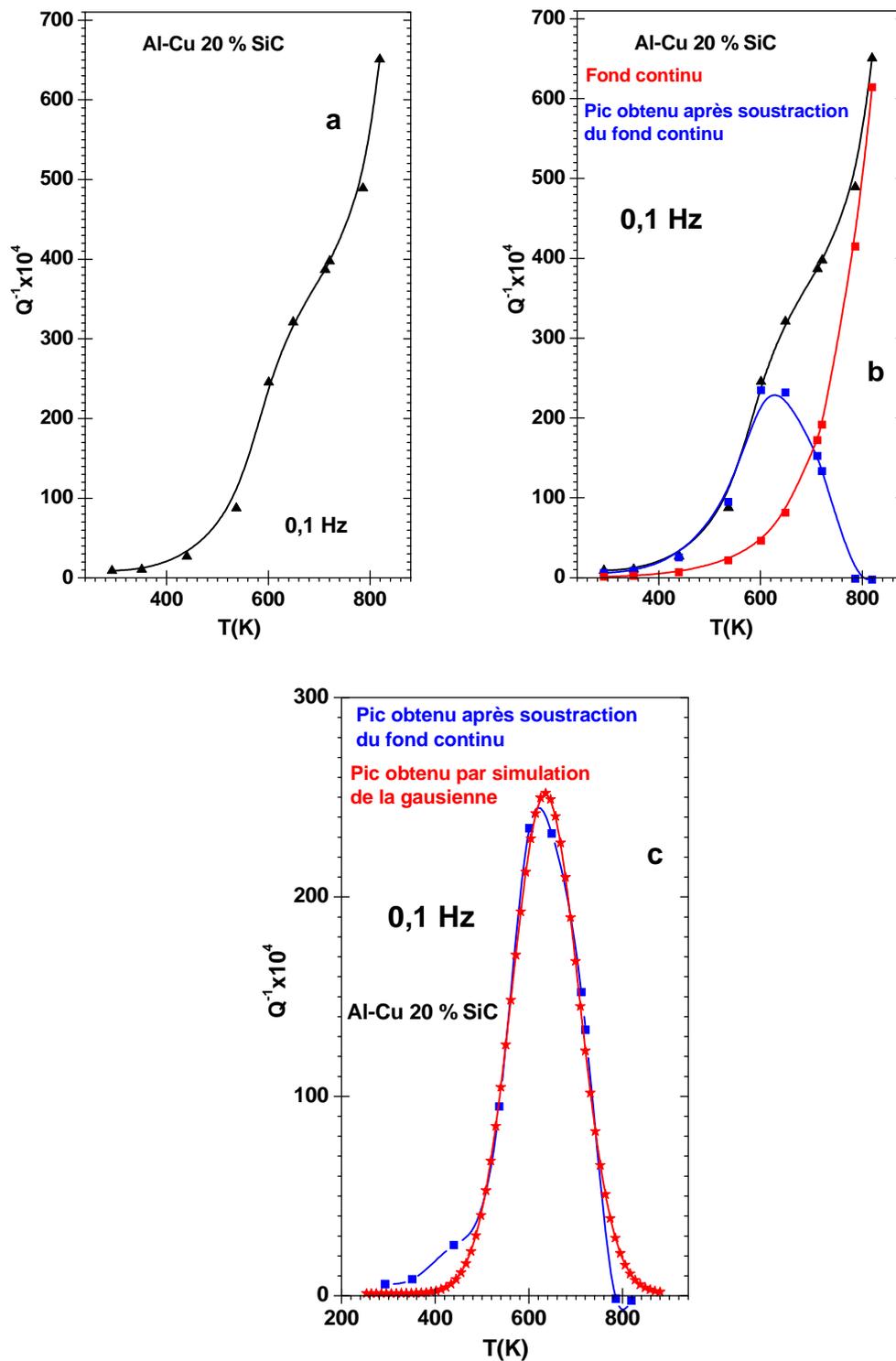


Figure 4.9. Evolution du frottement intérieur en fonction de la température de mesure à 0.1 Hz

4.6 Conclusion :

L'appareil décrit précédemment permet de mesurer avec une bonne précision le frottement intérieur en fonction de la fréquence, ce qui donne une description directe des pics en fonction de la fréquence de vibration à température stabilisée. Parallèlement au frottement interne, cette technique nous permet aussi de suivre avec précision l'évolution du module dynamique de torsion avec la fréquence pour chaque température de mesure et de pouvoir le reporter aussi en fonction de la température. De plus, les courbes déduites en fonction de la température permettent de mettre en évidence des pics à très basses fréquences, donc indécélables avec les pendules classiques opérant à fréquence fixe, généralement 1Hz par paliers de température.

Chapitre 5

Les résultats expérimentaux
et discussion

5.1. Introduction :

La littérature nous apprend que le frottement intérieur d'une matrice métallique est, souvent, modifié par l'addition de fibres au sein de celle - ci.

L'étude menée, à ce sujet, par G. Graeme et al. [64], sur un ensemble de composites, montre que ce phénomène est étroitement lié à la nature du renfort. D'après eux ; la capacité d'amortissement peut augmenter ou diminuer selon la fibre utilisée. Ils arrivent, ainsi, à la conclusion que l'anélasticité peut avoir comme origine trois sources possibles : la matrice, les fibres et l'interface matrice -fibres.

Au cours de ce travail, nous avons étudié le frottement intérieur d'un matériau composite à matrice métallique (CMM) : 2024-(20%SiC)/W.

Le comportement mécanique de ce matériau a été analysé par la technique de la spectroscopie mécanique isotherme sur une large gamme de fréquence (10^{-5} Hz - 10 Hz).

Cette méthode présente un double avantage. Elle est, d'une part, non destructive et d'autre part, elle permet de travailler sur des solutions solides stables.

Ainsi ; toute modification structurale rapide sera, en principe, écartée et l'identification des mécanismes à la base des phénomènes d'anélasticité se fera en terme d'interaction entre les défauts présents au cours des essais.

Le but recherché à travers cette étude est, donc, la caractérisation des mécanismes qui contribuent aux phénomènes d'amortissement observés dans le CMM : 2024-(20%SiC)/W.

Pour ce faire ; nous avons comparé le comportement de l'alliage Al - Cu (2024-T4) et celui du même alliage renforcé, afin de mettre en évidence l'apport du renfort.

Parallèlement à cela, nous avons suivi tout particulièrement l'influence de deux paramètres :

- ★ Le niveau de déformation appliquée : 2×10^{-6} , 5×10^{-6} et 10^{-5} Hz.
- ★ La température de recuit : Ambiante - 546°C (819K) - Ambiante.

On notera que lors de la montée en température ; la température de mesure (T_M) est elle-même celle du recuit (T_R), alors qu'en descente : $T_R > T_M$.

Les résultats expérimentaux seront présentés sous forme de planches. Ils seront agencés et discutés de telle sorte à clarifier le rôle joué par chaque paramètre.

5.2. Résultats expérimentaux et discussion:

5.2.1. Influence des whiskers sur le frottement intérieur du CMM : 2024-(20%SiC)/W.

Afin de mettre en évidence l'influence de l'addition des whiskers à la matrice en dural, nous avons comparé le frottement intérieur de l'alliage Al - Cu (2024-T4) et celui du même alliage renforcé par des fibres de SiC.

Nous avons reporté les courbes : $Q^{-1} = f(f/\text{Hz})$ de la matrice : Al - Cu (2024-T4), à différentes températures :

- ★ L'évolution de ces dernières exhibe un important frottement intérieur qui s'amplifie avec le recuit et qui se manifeste toujours à la même fréquence. Cet alliage est donc le siège de phénomènes non activés thermiquement qui ont lieu dans la gamme de températures : 308°C - 525°C .
- ★ Ainsi ; entre 308°C et 363°C , nous remarquons l'existence d'un épaulement alors qu'à partir de 462°C se développe un pic et ce jusqu'à 525°C .

Ce comportement n'est, donc, pas dû à un effet de relaxation. Il traduit, en fait, un processus de transformations de phase dans ce type de matériau.

En effet ; l'alliage Al - Cu (2024-T4) est un alliage à durcissement structural dont la précipitation obéit globalement aux séquences suivantes :

Solution solide sursaturée → zones GP → θ'' → θ' → θ -Al₂Cu.

D'après la littérature ; entre 200 et 300°C, il se forme des plaquettes (θ') et ce n'est qu'au dessus de 300°C que la phase θ , qui est la phase d'équilibre de l'Al₂Cu, apparait [82].

Dans notre cas ; l'épaule correspondrait, donc, à la dissolution de la phase (θ') et au début de la précipitation de la phase stable (θ) alors que le développement du pic traduirait la dissolution progressive de cette dernière.

Ainsi ; l'origine du frottement intérieur de l'alliage Al - Cu (2024-T4) peut être attribuée à l'interaction des segments de dislocations avec les précipités. Ces derniers constituent des points d'ancrage durs dont la densité agit directement sur la longueur de ces segments.

Nous avons reporté, à différentes températures, les courbes : $Q^{-1} = f$ (f /Hz) relatives à la matrice: Al - Cu (2024-T4) et au CMM : 2024-(20%SiC)/W.

La comparaison entre ces deux matériaux permet de dégager les points suivants :

- ★ Le frottement intérieur n'a pas lieu aux mêmes fréquences dans les deux cas.
- ★ Pour le composite 2024-(20%SiC)/W, l'apparition du pic est assez tardive par rapport à celui de l'alliage : Al - Cu (2024-T4), et il se déplace vers les hautes fréquences en s'élargissant.

Le premier point montre clairement que l'origine du frottement intérieur n'est pas régie par le même mécanisme dans les deux cas.

Quant au second point ; il est révélateur d'un phénomène assez complexe du fait de l'élargissement du pic. Ce comportement suggère, en fait, l'idée d'une coexistence de deux mécanismes différents : l'un, serait activé thermiquement et l'autre pas, ce qui est d'ailleurs confirmé par les figures 3 et 4 représentant $Q^{-1} = f(T)$.

Par ailleurs ; cette comparaison confirme clairement que l'introduction des whiskers modifie de manière considérable le processus de précipitation dans la matrice.

En effet ; les interfaces Al-SiC vont jouer le rôle de puits de lacunes, ce qui induit une ségrégation excessive d'éléments d'alliage à leur niveau et appauvrit la matrice en atomes de soluté. Cet appauvrissement conduira à une sursaturation minimum en soluté ce qui par conséquent tendra à réduire le processus de précipitation dans le composite [32].

En résumé nous pouvons conclure que cette étude comparative prouve que le renforcement du dural par des trichites en Sic joue un rôle primordial dans l'anélasticité de ce CMM.

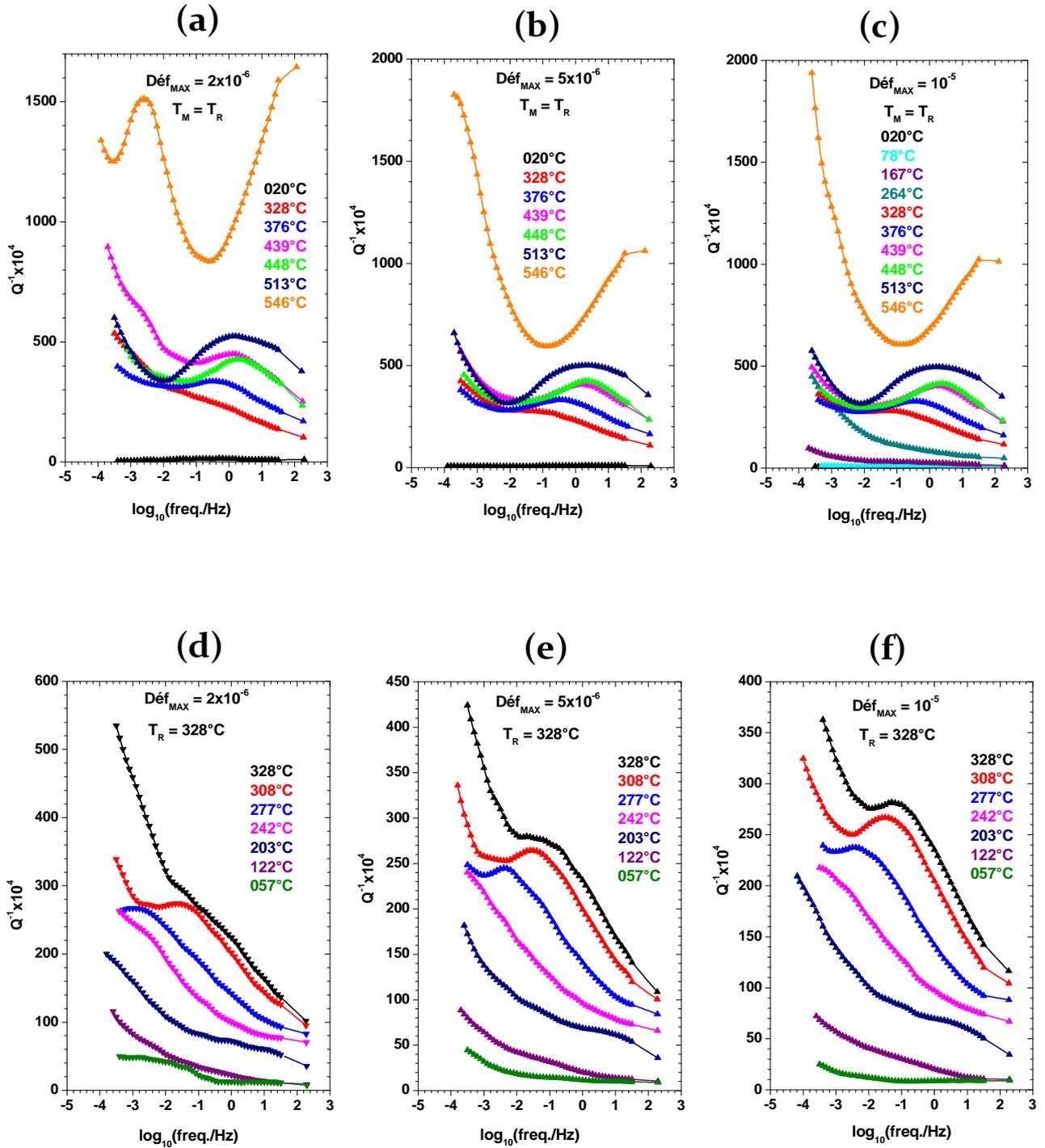
En effet ; de nombreuses observations [72, 83,84 et 85], effectuées sur ce type de matériaux, ont révélé la présence d'une densité de dislocations importante autour de chaque whiskers.

Ces dislocations, provenant de la différence entre les coefficients de dilatation de l'alliage : 2024 et du Sic, semblent indiquer que l'interface : fibre - matrice serait à l'origine du frottement intérieur observé dans le 2024-(20%SiC)/W [71, 72].

Cette hypothèse est d'autant plus plausible que les renforts en carbure de silicium peuvent ne pas contribuer au phénomène d'amortissement. En effet ; ceux - ci peuvent avoir un comportement élastique du fait de la valeur très élevée de leur module par rapport à celle du module de la matrice 2024 (rapport : 7 à 12).

Planche I

Evolution des courbes : $Q^{-1} = f(\text{freq.})$.



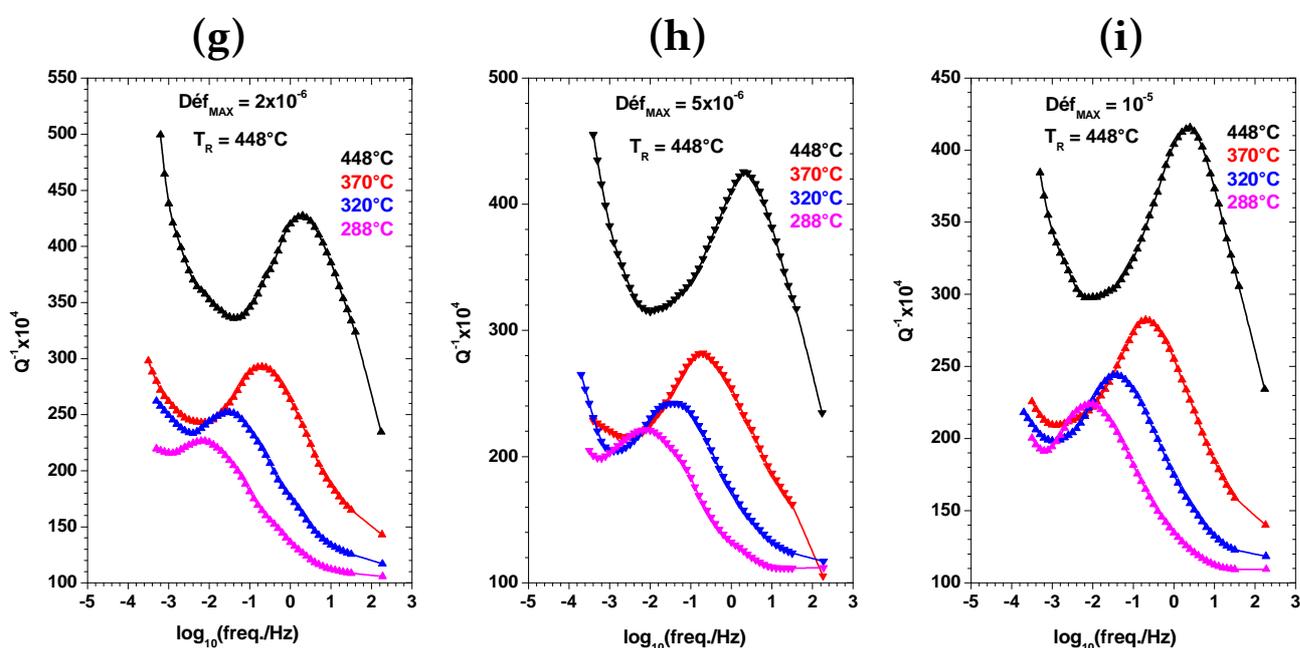
5.2.2. Nature du pic observé sur le CMM : 2024-20%SiC)/W.

Afin de préciser la nature du frottement intérieur observé sur le CMM : 2024-(20%SiC)/W et surtout d'en déterminer le mécanisme ; nous avons reporté les courbes : $Q^{-1} = f(f/\text{Hz})$ à différentes températures pour les états initiaux suivants (planche : I) : trempé et recuit, respectivement, à 328°C, 448°C et 546°C et ce pour les trois niveaux de déformations.

D'ailleurs ; les valeurs des paramètres de relaxation, déduites des courbes d'Arrhenius, confirment bien qu'il s'agit de dislocation puisque : $\tau_0 \approx 4 \times 10^{-10} \text{ s}$.

Planche I

Evolution des courbes : $Q^{-1} = f(\text{freq})$



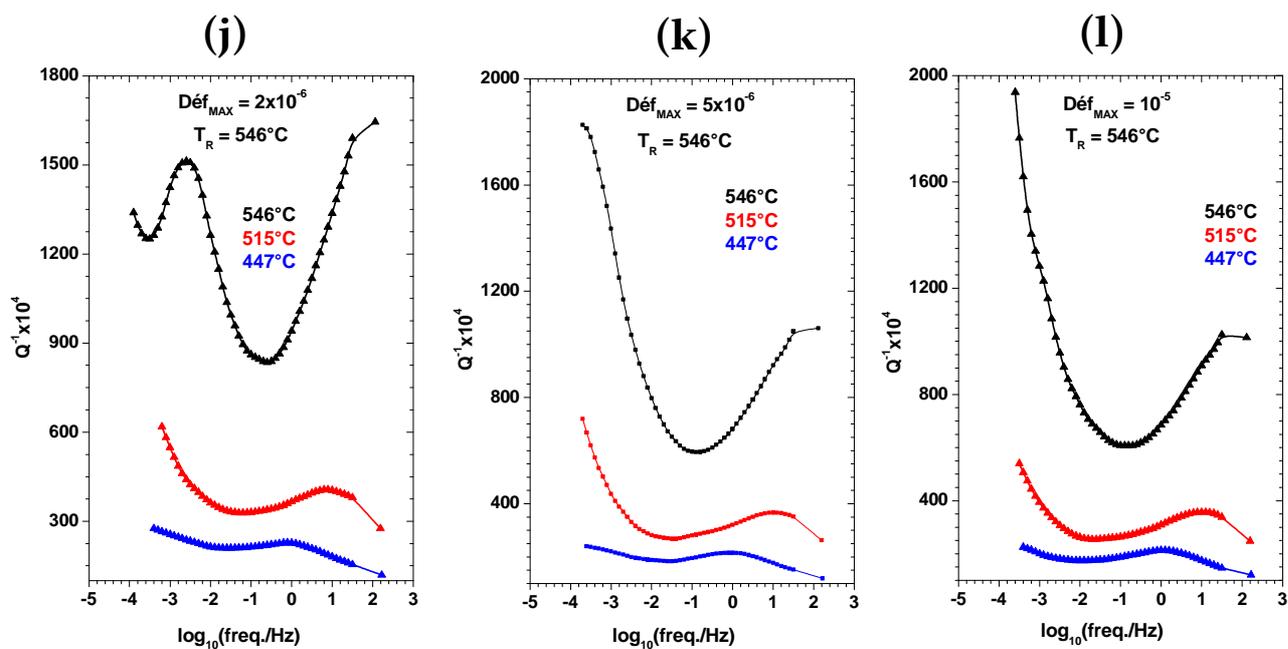
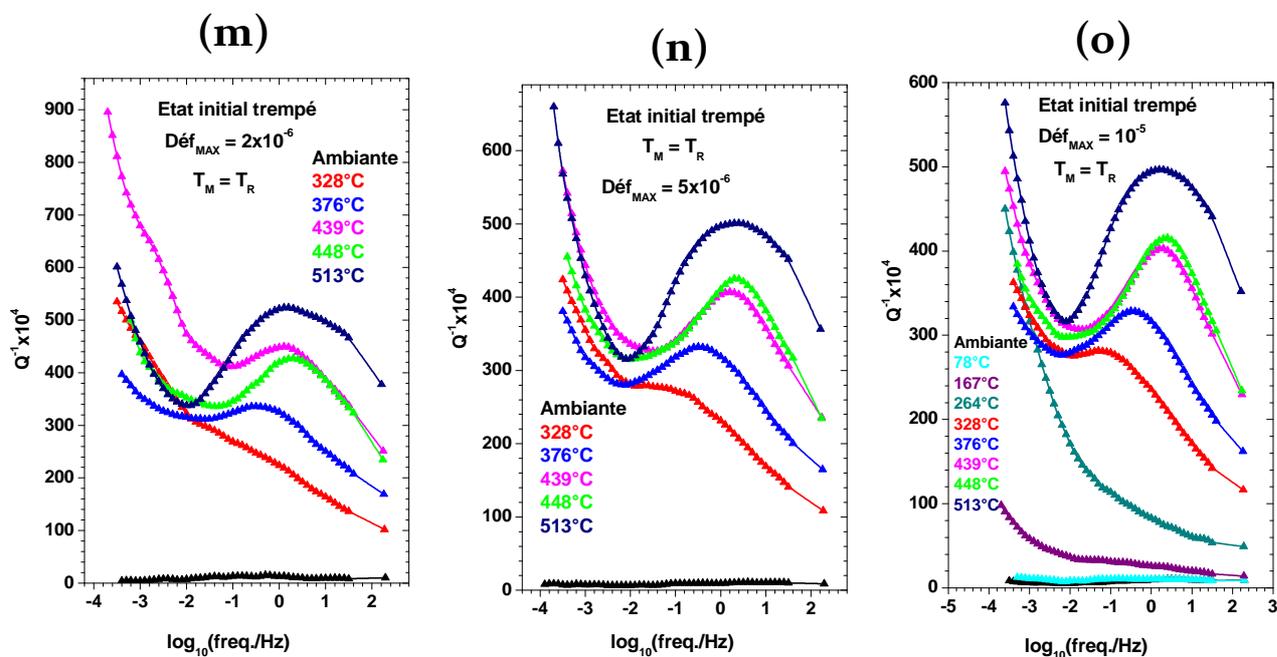
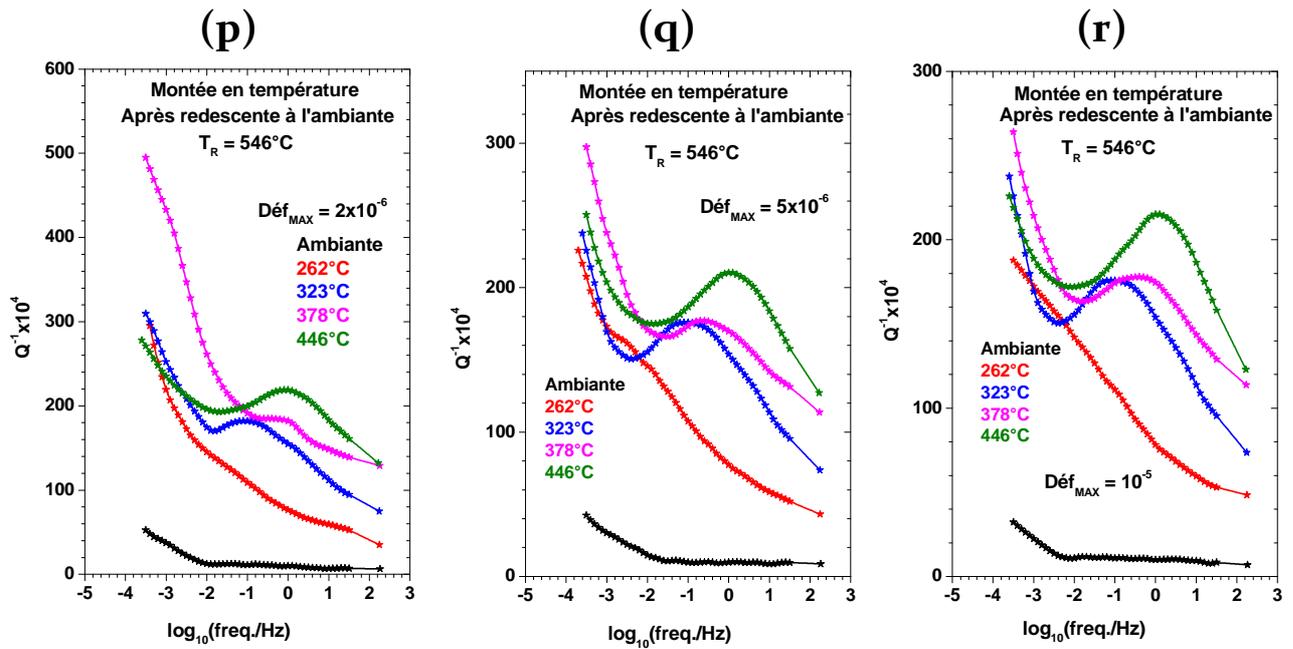


Planche I

Evolution des courbes : $Q^{-1} = f(freq)$





5.2.3. Influence du recuit sur le pic observé sur le CMM : 2024-(20%SiC)/W.

Les résultats relatifs à ce paramètre sont regroupés sur la planche : II. Pour toutes les déformations étudiées, la comparaison entre les états : trempé et recuit, à différentes températures, dégage les points suivants :

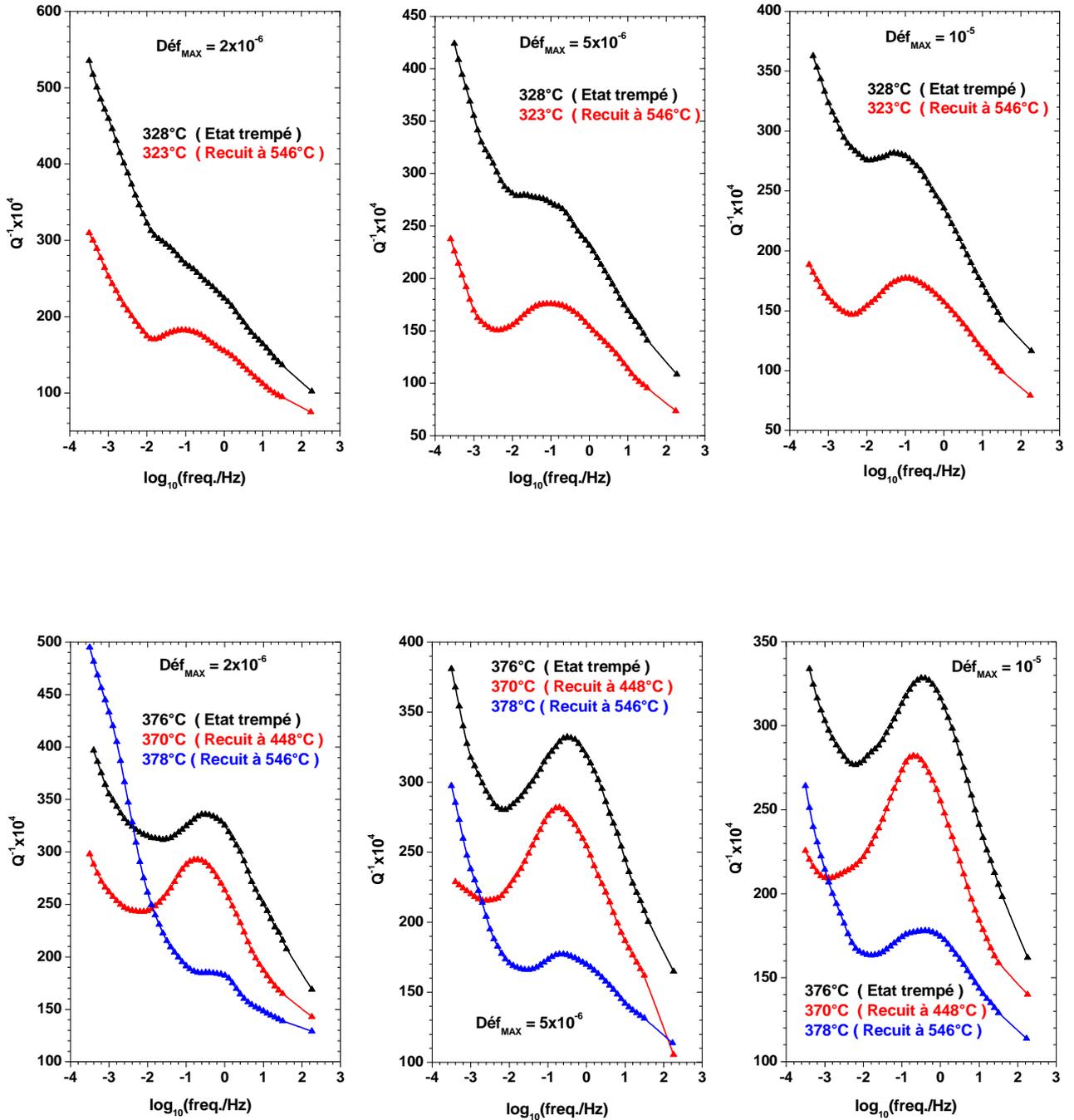
- ★ Le pic se manifeste à la même fréquence pour des températures de mesure très voisines.
- ★ Pour ces mêmes températures de mesure, l'amplitude de ce pic diminue considérablement quand la température de recuit augmente.

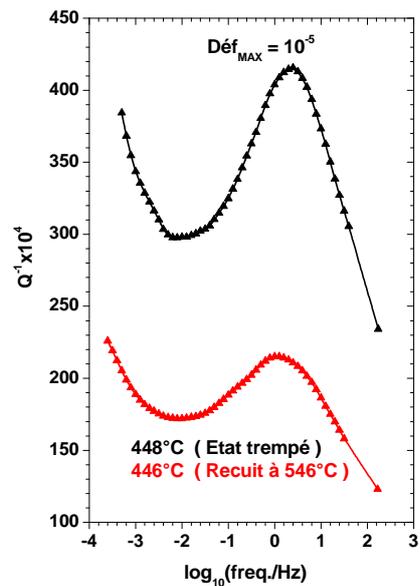
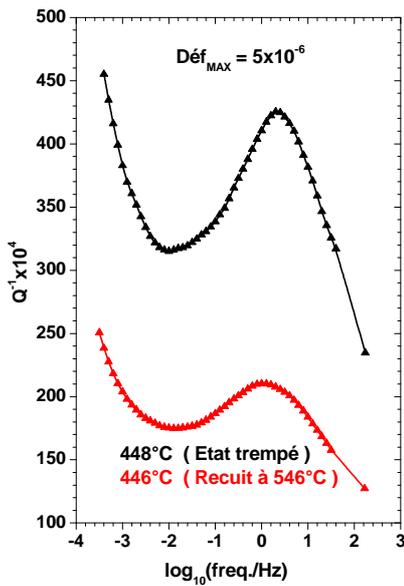
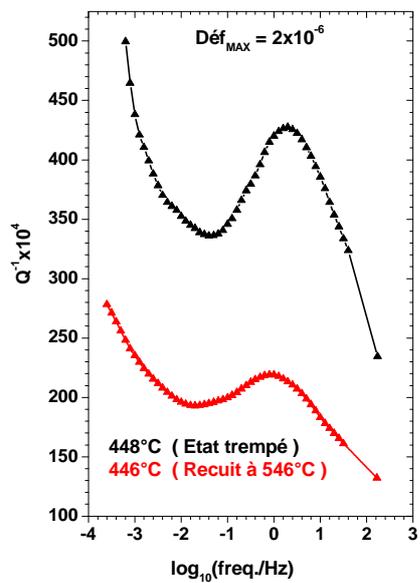
Le premier point indique clairement qu'il s'agit du même pic et que le recuit n'a absolument aucune influence sur le mécanisme de relaxation à la base du phénomène de frottement intérieur.

Le second point, par contre, suggère l'idée d'une grande sensibilité au recuit de la structure d'empilement des dislocations qui forment l'interface : whiskers – matrice.

Planche II

Influence du recuit sur les courbes : $Q^{-1} = f(\text{freq})$.





5.2.4. Influence de la déformation sur les courbes :

$Q^{-1} = f(f/Hz)$ pour les différentes températures étudiées.

Il est à noter à cet effet que pour chaque température étudiée, nous avons mené nos essais en appliquant trois (03) niveaux de déformation différents (2×10^{-6} , 5×10^{-6} et 10^{-5}).

5.2.4.1. Etat trempé :

La planche III : regroupe nos résultats effectués lors de la montée en température : ($T_M = T_R$).

Les courbes (figures : a, b, c, d, e, f, g et h) de cette planche représentent aussi bien l'évolution des courbes : $Q^{-1} = f(f/Hz)$ que celle du module.

Il apparait, ainsi, que l'allure de ce dernier (signature de l'état microstructural du matériau) n'évolue pratiquement pas, ce qui témoigne de la stabilité de la structure au cours de nos essais isothermes. On remarquera, cependant, que son amplitude croit de manière très significative avec la déformation, traduisant de ce fait une plus grande rigidité du matériau.

En effet ; compte tenu de l'importante différence entre les modules des fibres en Sic et de la matrice 2024 ainsi que de la nature discontinue de ces fibres, il s'ensuit que la déformation ne peut pas être équitablement répartie entre ces deux composantes du matériau.

En effet ; celle - ci restera pour l'essentiel localisée au niveau de la matrice, ce qui entraîne une faible contribution du renfort. Une sollicitation plus importante impliquerait donc une déformation plus conséquente des whiskers, d'où une plus grande rigidité.

Quant à l'évolution du frottement intérieur : $Q^{-1} = f(f/Hz)$, nous pouvons constater que :

- ★ A l'ambiante, aucun phénomène n'apparait. Le spectre est parfaitement plat pour les trois déformations étudiées.

- ★ Entre 78°C et 264°C, nous avons opté directement pour la plus forte déformation (10^{-5}) afin d'être sûrs de l'implication des whiskers.

Dans cette plage de température ; nous remarquons vers les basses fréquences, le développement du flanc gauche du pic qui se confirmera par la suite.

- ★ A 328°C, le pic apparaît de manière nette notamment à 5×10^{-6} et 10^{-5} . Il se déplace vers les hautes fréquences quand la température de mesure (recuit) augmente. Comme nous l'avons prouvé dans les paragraphes précédents, ce pic est l'expression d'un phénomène de relaxation à la base du frottement intérieur observé sur le 2024-(20%SiC)/W.
- ★ A partir de 328°C, ce pic est présent pour les trois déformations auxquelles il semble être insensible. Il ne disparaîtra totalement qu'à 546°C où un pic d'une tout autre nature apparaît pour la seule déformation de 2×10^{-6} .

Ce dernier pourrait être attribué à la matrice du fait qu'il n'existe pas pour les deux autres déformations qui sont plus élevées (5×10^{-6} et 10^{-5} Hz).

Nous pouvons donc légitimement supposer qu'à 2×10^{-6} et à 546°C, ce pic est propre à la matrice du fait de la faible contribution à la déformation des Whiskers.

A la lumière de ce qui précède ; nous pouvons avancer que le pic de relaxation, observé entre 328°C et 513°C, est caractéristique de la structure renforcé de notre échantillon. Il est parfaitement reproductible pour toutes les déformations considérées, ce qui implique une parfaite cohésion entre la matrice et le renfort.

Entre 328°C et 448°C ; on notera, cependant, une forte sensibilité du fond continu de basse fréquence à la déformation.

Cette sensibilité de l'amortissement a, d'ailleurs, été relevée par plusieurs auteurs [67, 68, 69, 70], qui attribue ce comportement au déblocage des dislocations dans la matrice.

Planche III

Influence de la déformation sur les courbes : $Q^{-1} = f(\text{freq})$ pour les différentes températures de mesure (recuit)

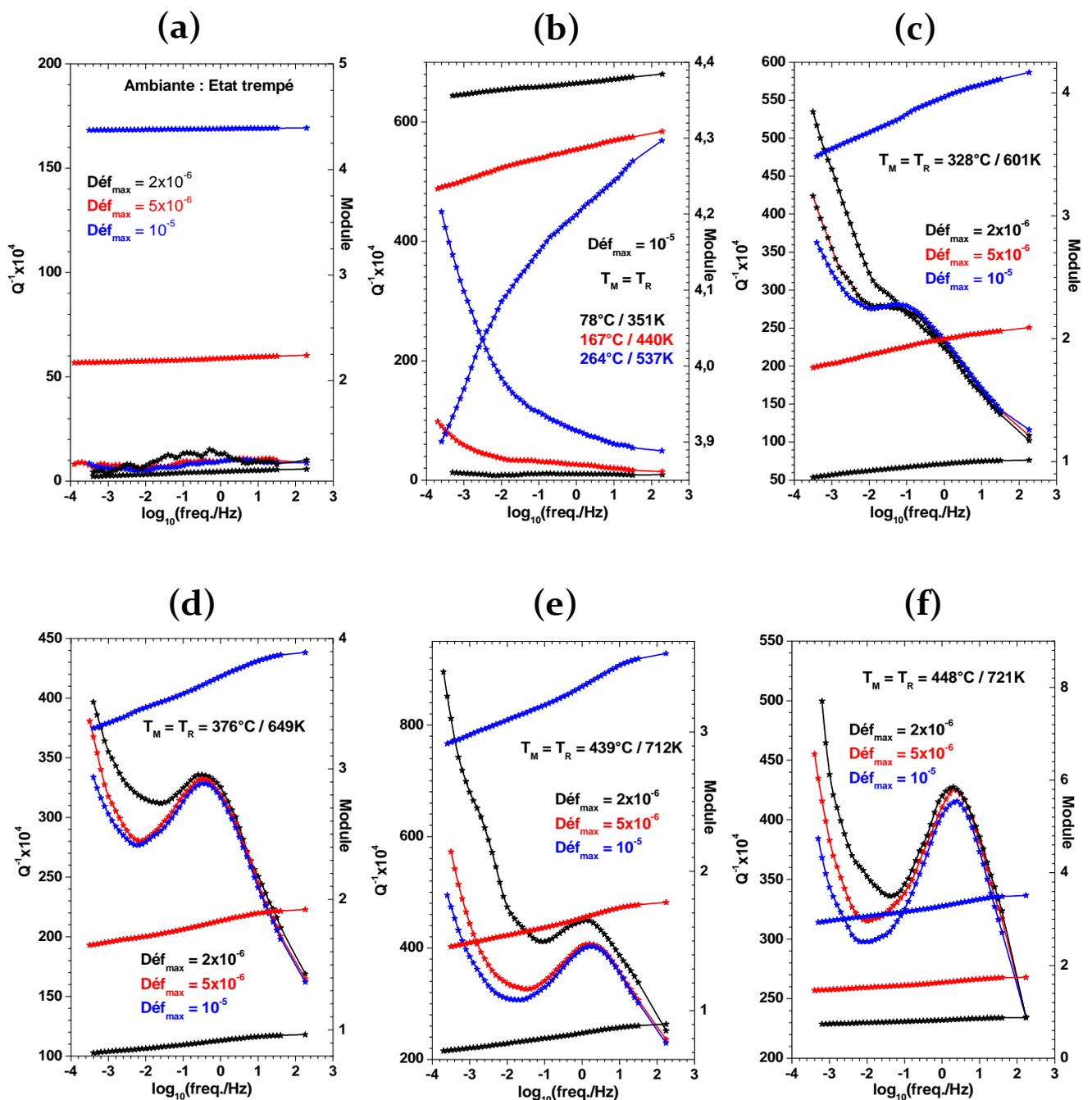
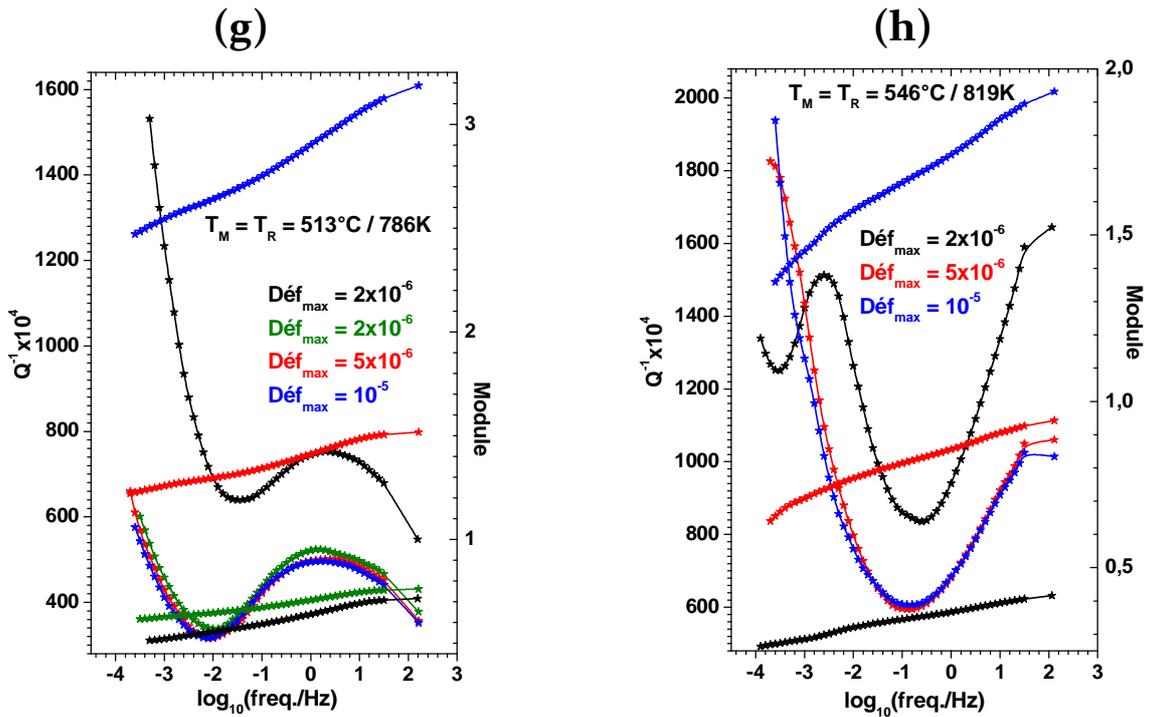


Planche III

Influence de la déformation sur les courbes : $Q^{-1} = f(\text{freq})$ pour les différentes températures de mesure (recuit)



5.2.4.2. Etat recuit :

La planche IV: regroupe nos résultats effectués lors des descentes en température : ($T_M < T_R$).

Pour ces essais ; nous avons choisi trois températures (respectivement : 328°C , 448°C et 546°C) à partir desquelles nous avons effectué des descentes.

Le recuit semble, à priori, n'avoir aucune influence sur l'existence du pic. Il est présent pour les trois déformations avec une reproductibilité quasi-parfaite entre les essais menés à : 5×10^{-6} et 10^{-5} Hz.

A 2×10^{-6} Hz; il est par contre, situé légèrement plus haut que les deux autres. L'origine de ce comportement pourrait s'expliquer par une mauvaise répartition de la déformation entre les fibres. On peut supposer, à cet effet, qu'à faible déformation certains whiskers restent inactifs ce qui fait supporter aux autres une déformation plus importante, d'où l'amplification du frottement intérieur.

La comparaison entre les états : trempé et recuit fait apparaître les points suivants :

- ★ Le fond continu de basse fréquence est présent à 57°C pour l'état recuit à 328°C (planche : IV, figure f), alors qu'il est totalement absent pour l'état trempé. Ce comportement pourrait être attribué à la libération des dislocations dans la matrice.
- ★ Les mêmes remarques, concernant la sensibilité du fond continu de basse fréquence et l'allure du module, faites précédemment pour l'état trempé, restent valables dans le cas présent.

Planche IV

Evolution des courbes : $Q^{-1} = f(\text{freq})$ en fonction du recuit pour les différents niveaux de déformation.

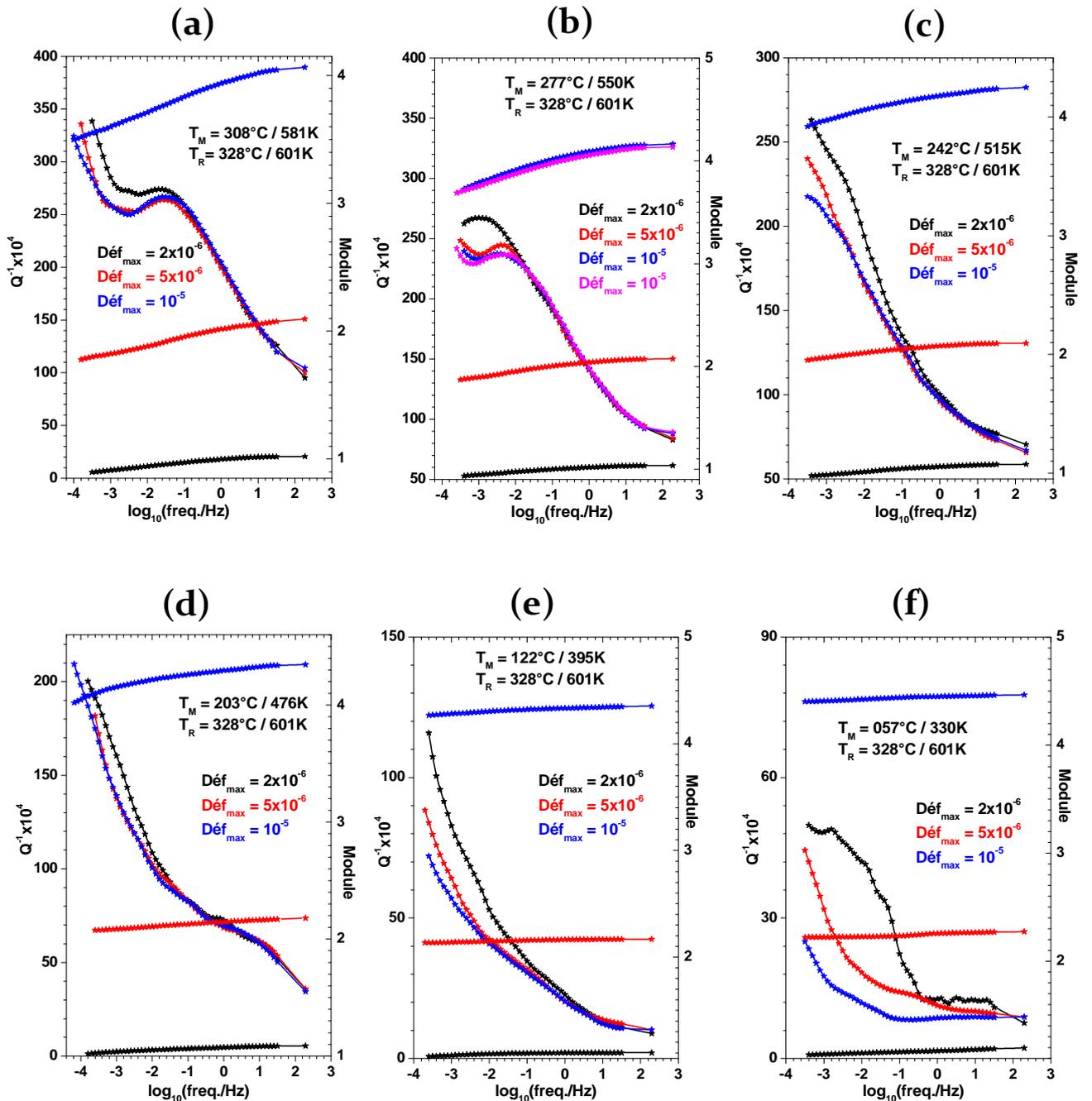
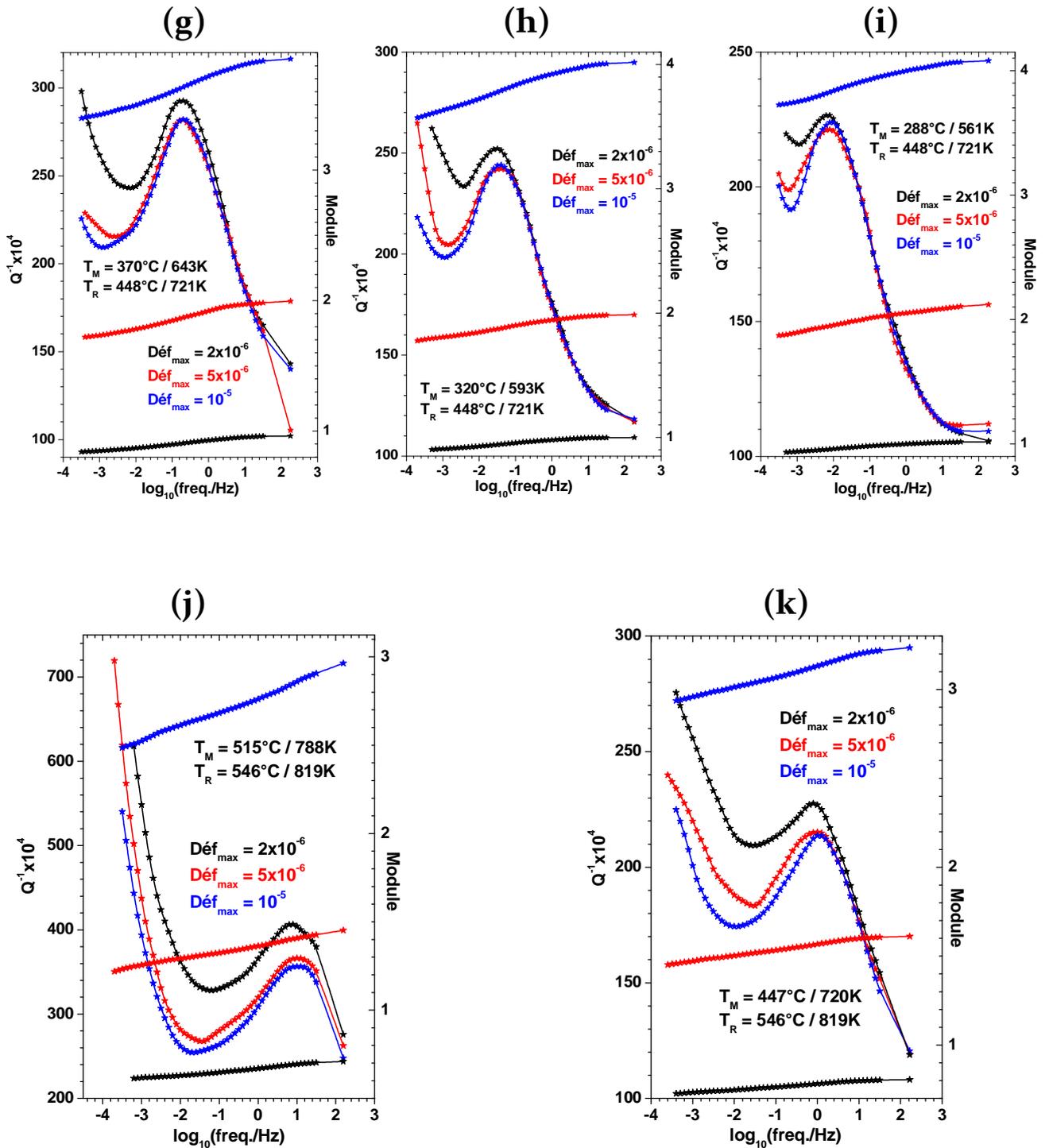


Planche IV

Evolution des courbes : $Q^{-1} = f(\text{freq})$ en fonction du recuit pour les différents niveaux de déformation



Conclusion

Conclusion

Nous avons utilisé la technique de la spectroscopie mécanique isotherme pour réaliser nos essais de frottement intérieur sur un composite à matrice métallique : le CMM 2024-(20%SiC)/W.

Grâce au dispositif expérimental utilisé, mis à notre disposition par le LMPM- ENSMA de Poitiers, nous avons pu balayer une large gamme de fréquences (10^{-5} Hz - 10 Hz).

Au cours de cette étude, nous avons pu cerner l'origine du frottement intérieur observé sur ce composite. Nous avons, ainsi, pu mettre en évidence à un phénomène de relaxation induit par l'introduction des whiskers au sein de la matrice : 2024-T4.

Par ailleurs ; la comparaison entre le comportement de l'alliage : Al – Cu (2024-T4) et du CMM 2024-(20%SiC)/W, nous a permis de dégager les points suivants :

- ★ Le ralentissement de la cinétique de précipitation due à l'introduction des whiskers.
- ★ L'identification du mécanisme de relaxation dont l'origine a été attribuée au mouvement des segments de dislocations à l'intérieur des empilements se trouvant à l'interface.
- ★ L'origine du fond continu qui a été attribuée au mouvement des dislocations débloquées dans la matrice.

En résumé nous pouvons conclure que la spectroscopie mécanique isotherme est, non seulement, une technique parfaitement adaptée à l'étude des phénomènes de relaxation mais elle s'avère être également un puissant outil de contrôle non destructif de l'endommagement des composites.

En effet ; une décohésion : matrice - renfort ou une propagation de fissure n'auraient pas permis l'obtention d'une parfaite reproductibilité du pic constatée lors de l'application des différents niveaux de déformation.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [01] Christian G' Sell et Jean-Marie Hiver, « Nouvelles méthodes d'essais mécaniques pour la détermination des lois de comportement des polymères », Ecole des Mines de Nancy, INPL.
- [02] F. Oulevey, « Frottement Intérieur », EPFL, mai 1996.
- [03] A.S Nowick et B.S. Berry, « Anelastic Relaxation in Crystalline Solids », Academic Press, New York (1972).
- [04] Dominique François, « Essais mécaniques des métaux, Détermination des lois de comportement », Techniques de l'Ingénieur, M 120.
- [05] W. Benoit, G. Gremaud et R. Schaller, « Anelasticity and Dislocation Damping, in Plastic deformation of amorphous and semi-crystalline materials », B. Escaig et Ch. G' Sell éditeurs, Les éditions de physique, France (1982).
- [06] Bernard Vittoz, Bernard Secretan et Bernard Martinet, « Frottement interne et anélasticité des solides », Lausanne, Zamp, Vol. 14, 1963.
- [07] Juan-Jorge Martinez-Vega, André Rivière, « Mesure de frottement interne », Techniques de l'Ingénieur, P 1 310.
- [08] H. Tezuka, s. Saito i, a. Kohyama and n. Igata, « application of internal friction measurementsto SiC/Al composite materials », Journal of Nuclear Materials 155-157 (1988) 340-343.
- [09] A. Granato and K. Lücke, J. Appl. Phys. 27 (1956) 583.
- [10] Nowick (A.-S) et Berry (B.-S.), « Anelastic relaxation in crystalline solids », Academic Press, New York (1972).
- [11] Rivière (A), Gadaud (P) et Woirgard (J). « Damping in glass-ceramic matrix composites, Damping in multiphase inorganic materials-R.B. Bhagat ed », ASM Materials Park p. 137-140 (1993).
- [12] Ngai (K.-L), « Universal patterns of relaxations in complex correlated systems. Disorder effects on relaxational proceses, Richert and Blumen, eds », Springer-Verlag, Berlin, p. 89-150 (1994).
- [13] Snoek (J.-L), « Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron », Physica VIII, 7, p. 711-733 (1941).

- [14] Zener (C.), « Internal friction of an alphabrass crystal », *Trans. Amer. Inst. Min. and Metall. Engrs.* 153, p. 122-126 (1943).
- [15] Rivière (A.), « Materials characterization by isothermal mechanical spectroscopy, Proceedings of international conference on microstructures and functions of materials », N. Igata, Y. Hiki, I. Yoshida, S. Sato eds., Tokyo p. 63-71 (1996).
- [16] Bordoni (P.-G.), « Elastic and anelastic behavior of some metals at very low temperature », *The journal of the acoustical society of America.* 24 n° 4, p. 495-502 (1954).
- [17] Seeger (A.), « On the theory of the low temperature internal friction peak observed in metals », *Philosophical Magazine*, 1, p. 651-662 (1956).
- [18] Woïrgard (J.), « Modèle pour les pics de frottement interne observés à haute température sur les monocristaux », *Philosophical Magazine*, 33, p. 623-637 (1976).
- [19] Rivière (A.) et Gadaud (P.), « High temperature relaxations in aluminium studied by isothermal mechanical spectrometry », *Metal-lurgical and Materials Transactions A*, 28A, p. 1661-1665 (1997).
- [20] P. F. Gobin, « Changements d'état et propriétés anélastiques des solides métalliques », I. N. S. A., Lyon, C2, 65-82, 1971.
- [21] J. Philibert, « Diffusion dans un champ de contraintes », lpces.u-psud.fr.
- [22] Les alliages à mémoire de forme, *CARMA* « Centre d'animation régional en matériaux avancés », *Actualisation décembre 2001*.
- [23] J. F. Delorme, R. Schmid, M. Robin et P. Gobin, « Frottement intérieur et microdéformation dans les transformations martensitiques », *Colloque C2, supplément au n° 7, tome 32, Juillet 1971, page C2-101*.
- [24] Polotskii (I.G.), Mordiyuk (N.S.), « Internal friction in metals and alloys », Postnikov (V.S.), Tavadze (F.N.), Gordienko (L.K.), Consultants Bureau N. Y., 1967, 64.
- [25] Berry (B.S) and Nowick (A . S.), *Nat. Adv. Comittee for Aeronautics* Washington, 1958, TN 4225.
- [26] KÊ (T. S.), *J. A. P.*, 1950, 21, 414.
- [27] Berry (B . S.), *Acta Met*, 1961, 9, 98.
- [28] Schoeck (G.), *Phys. Stat. Sol*, 1969, 32, 651.

- [29] Eshelby (J . D.), *Pyocr. oy. Soc*, 1957, A 241, 376.
- [30] Eshelby (J . D.), *Progress. Sol. Stat. Phys.*, 1956, 3, 79.
- [31] Clarebrough (L. M .), *Acta Met*, 1957, 5, 413.
- [32] R. Develay. *TI, M440*, 1992.
- [33] *ASM Metals HandBook Volume 03 - Alloy Phase Diagrams*, 2001.
- [34] Liu, X.J, Ohnuma ; J, Kainuma and R, Ishida, K. *J. Alloys and Comp.* 264 (1998) 201.
- [35] Beton (R.H.) et Rollason (E.C.). – *J. Inst. Met*, 86, p. 77 (1957-1958).
- [36] Hornbogen (E.). – *Aluminium*, 43, p. 9 (1967).
- [37] Bruno Dubost, et Pierre Sainfort, « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », *Techniques de l'Ingénieur*, M 240.
- [38] D.A. Portis, K.E. Easterling, « Phase Transformation in metals and alloys », Van Nostrand Reinhold 1980.
- [39] Donald R. Askeland – Pradeep P. Phulé, *The Science and Engineering of Materials*, 4th ed, 2003.
- [40] Courtesy of MH Jacobs, « Precipitation-Hardening », *Talat-Lecture*, 1204-03, The University of Birmingham.
- [41] Guinier (A.), « Un nouveau type de diagramme de rayons X », *CR Acad. Sci.* 226, p. 1641-3 (1938).
- [42] Preston (G.D.), « The Diffraction of X-Rays by Age-Hardened Al-Cu Alloys », *Proc. Royal Soc., A* 167, p. 526-38 (1938).
- [43] Nicholson (R.B.) et Nutting (J.), *Acta Metall*, 9, p. 332 (1961).
- [44] Gerold (V.), *Z. Metallk.*, 45, p. 953 et p. 599 (1954).
- [45] Hono (K.), Hashizume (T.), Hasegawa (Y.), Satom (T.), Hirano (K.) et Sakurai (T.), « An Atom Field Ion Microscopic Study of GP Zones in Al-Cu Alloys dans "Aluminium Alloys". Their Physical and Mechanical Properties », Vol. 1, STARKE (E.A.) et SANDERS (T.H.) eds EMAS Warley (RU), p. 635-645 (1986).
- [46] Y. Bagaryatsky. Characteristics of Natural Aging of Aluminum Alloy. *Dokl Akad SSSR*, 87, 559, 1952.
- [47] S.M. Wang, S.C. precipitates and intermetallic phases in hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloy. *International Materials Reviews*, 50(23), 193, 2005.

- [48] S.P. Ringer and K. Hono. Microstructural evolution and age hardening in aluminum alloys : Atom Probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy studies. *Materials Characterisation*, 44(1-2), 101, 2000.
- [49] J. Silcock. The structural ageing characteristics of Al-Cu-Mg alloys. *J.Inst.Met.*, 89, 203, 1961.
- [50] P. Dubost et Sainford. Durcissement par précipitation des alliges d'aluminium. *Techniques de l'Ingénieur*, M240, 1991.
- [51] Salim Dermarkar, « Matériaux composites à matrice métallique » , *Techniques de l'Ingénieur*, M 250.
- [52] Milewski (J.V), Gac (F.D), Petrovic (J.J) et Skaggs (S.R), « Growth of beta-silicon carbide whiskers by the VLS process (Croissance de trichites de carbure de silicium bêta par le procédé VLS) » , *Journal of Materials Science*, 20 , p. 1160-6, 1 tabl., 10 fig., bibl. 9, réf. éd. Chapman and Hall (1985).
- [53] Petrovic (J.J), Milewski (J.V), Rohr (D.L) et Gac (F.D), « Tensile mechanical properties of SiC whiskers (Propriétés mécaniques en traction des trichites de SiC) » , *Journal of Materials Science*, 20, p. 1167-77, 10 fig., bibl. 28, réf. éd. Chapman and Hall (1985).
- [54] Okamura (K), « Ceramic fibres from polymer precursors (Fibres céramiques obtenues à partir de précurseurs polymères) », *Composites*, vol. 18, n° 2, p. 107-20, 5 tabl., 16 fig., bibl. 53, réf. éd. Butterworth & Co, avril 1987.
- [55] Seufert (L.E), « Alumina Fiber (Fibre d'alumine) », *Brevet US*, n° 3808015, 30 avril 1974.
- [56] D'ambrosio (B), « Continuous filaments and yarns (Filaments continus et mèches). *Brevet US*, n° 3853688, 10 déc. 1974.
- [57] Biensan (M) et Komornicki (J), « Fabrication des fibres de carbone ex-PAN », *composites n° 1*, p. 24-8, 4 tabl., 8 fig., bibl., 7 réf., janv.-fév. 1985.
- [58] Lance L. Snead, Takashi Nozawa, Yutai Katoh, Thak-Sang Byun, Sosuke Kondo, David A. Petti, « Handbook of SiC properties for fuel performance modeling », *Journal of Nuclear Materials* 371 (2007) 329-377.

- [59] T. S. Kim, T. H. Kim, K. H. Oh, H. I. Lee, « Suppression of θ'' formation in the SiC whisker-reinforced Al-4 wt% Cu composites », *Journal of materials science* 27 (1992) 2599-2605.
- [60] J.M. Papazian, A. Levy and P. N. Alder, Technical report AFOSR-TR-87-1658, USA (1987).
- [61] S.M.R. Mousavi Abarghouie, S.M. Seyed Reihani, « Aging behavior of a 2024 Al alloy-SiC_p composite », *Materials and Design* 31 (2010) 2368–2374.
- [62] Pal. Sharmilee Pal, R. Mitra and V.V. Bhanuprasad. *Materials Science and Engineering A* 480 (2008) 496-505.
- [63] Michel Chatain, « Matériaux composites : présentation générale » , *Techniques de l'Ingénieur*, AM 5000.
- [64] G.Caraeme, Wren and K. Kinra; "Damping in Metal-Matrix Composites; Theory and experiments" *Aerospace Engineering Department; TEXAMS A. and M. University*, 1990.
- [65] J.A.Dicarlo and W.Williams, *Composite Materials : Testing and Desing (First Conference) ASTM-STP 674*, S.w .Tsai ed., *American Society for Testing and Materials*, 1979,201 .
- [66] J.A.Lee and D.L. Mykkanen, *Metal and Polymer Matrix Composites*. Noyes Data Corporation, Park Ridge,New Jersey, 07656,4 , 1987.
- [67] N.S .Timerman andJ.Doherty, *Army Materials and Mechanics Recherche Center, Final Report, AMMRC TR 84-22*, June 1984.
- [68] E.F.Crawley and R.L.Shen, *Proceedings of the Vibration Damping Worshop, AFWAL-TR-84-3064?* November 1984. F-2.
- [69] M.S.Misra and P.D. Lagreca, *Proceedings of the Vibration Damping Worshop, AFWAL-TR-84-3064?* November 1984. U-1.
- [70] A.Wolfenden and M.R. Hamrouche, *Testing Technology of Metal Matrix Composites. ASTM Committee D-30 on High Modulus Fibers and their Composites*, November 1985.
- [71] S.P. Rawal and M.S. Misra, *Interfaces and Damping in Continuous Gr/Al Composites ; Role of Surfaces and interfaces on Material. Damping* , B.B. Rath and M.S. Misra editors, *ASM, Metals Park Ohio*, 1986, 43.
- [72] R.J. Arsenault and N. Shi, *Materials Science and Engineering* , 1986, 81,

- 175.
- [73] C.C. Chamis, NASA Report N°. TN-D6588, Lewis Research Center, Washington D.C. February 1972.
- [74] J.-J. Rousseau, « cristallographie géométrique et radiocristallographie », Dunod (Paris), 2000.
- [75] A. Rivière, in: R. Schaller, G. Fantozzi, G. Gremaud (Eds.), Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001 with Applications to Materials Science, Trans tech Publication Ltd., Switzerland, 635–651 (2001).
- [76] J. Woïrgard, Phil. Mag, 33, 623 (1976).
- [77] M. Gerland, thèse de docteur de troisième cycle, Poitiers, 1979.
- [78] S. Belhas, C. Belamri and A. Rivière. Anelasticity in a Cu-AL single crystal at elevated temperatures. Materials Science and Engineering A. Volumes 521-522, 15 September 2009, Pages 98-101.
- [79] J. Fridel, C. Boulanger, et C. Crussard, ACTA METALLURGICA, 3, 380 (1955)
- [80] J. Woïrgard, Thèse de doctorat, Poitiers, 1974.
- [81] MF. ASHBY DRH. JONES, Matériaux, 2. microstructure et mise en œuvre, DUNOD 1991
- [82] G. Steckel, Aerospace Corporation, El Segundo, California, ONR Report N° TOR-0084-A5726-01, October 198.
- [83] T. Christman and S. Surech, Acta Met. 1988, 36, 1691.
- [84] I. Dut Ta, D.L. Bourel and D. Lartimer, J. Comp. Mat. 1988, 22, 189.
- [85] M. Jogesland, P.J. Arsenault and R.H. Fisher, Met. Trans. 1986, 17A, 379.
- [86] A. Rivière and J. Woïrgard. Journal de Physique. 1981, 42, C5.
- [87] L. No, J. Esnouf, J. Sanjuan and G. Fantozzi, Acta. Met. 1988, 36, 837.

Résumé

Résumé

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés au Dural renforcé par 20% de whiskers de carbure de silicium (SiC). A travers cette étude ; nous avons abordé le problème lié aux effets de relaxation observés, en frottement intérieur, sur ce matériau composite dont la matrice est sujette à un durcissement structural. Le frottement interne de ce matériaux a été étudié en fonction de la fréquence (10^{-4} – 50 Hz) entre l'ambiante et 820 K.

Un pic de relaxation de haute température a été mis en évidence ainsi qu'un phénomène non activé thermiquement révélateurs d'une évolution de son état microstructural au cours des essais. Les résultats expérimentaux ont, aussi, permis de mettre en évidence différents phénomènes liés à l'amplitude de déformation et à la température de recuit .

La technique de la spectroscopie mécanique isotherme s'est révélée très bien adaptée pour ce genre d'étude notamment à très basse fréquence. L'intérêt porté à l'analyse d'un échantillon composite a pour souci majeur de mettre en évidence le rôle de la présence des whiskers dans le comportement en frottement interne de ce type de matériau.

Mots clés :

Frottement interne, Spectroscopie mécanique, Matrice métallique, Matériaux composite, Whiskers.

Abstract

As part of this work, we are interested to the Dural strengthened by 20% of whiskers of silicon carbide (SiC). Through this study, we approached the problem of relaxation effects observed in internal friction of this composite material whose matrix is subject to a structural hardening. The internal friction of this material has been studied as a function of frequency (10^{-4} - 50 Hz) between ambient and 820 K.

A high temperature relaxation peak has been highlighted together with a no thermally activated phenomenon. This indicative of a change in the microstructural state during testing. The experimental results have also helped to highlight different phenomena related to the amplitude of deformation and annealing temperature. The technique of isothermal mechanical spectroscopy has proved that it is a very well suited for this study at very low frequency. Interest in the analysis of a composite sample concern to highlight the role of the presence of whiskers in the internal friction behavior of this type of material.

Keywords:

Internal Friction, Mechanical Spectroscopy, Metal Matrix, Composite Materials, Whiskers.

مُلخَص

في إطار هذا العمل، سَنهتَم بخلِيط الأَلنِيوم-نحاس (Al-Cu) المُقسى بـ 20% من ألياف رقيقة لكاربون السليسيوم (SiC). من خلال هذه الدراسة، أشرنا المشكل المتعلق بآثار الاسترخاء الملاحظة، في الاحتكاك الداخلي، على هذه المادة المركبة حيث أن قالب المادة معرض لتقسية بنوية. الاحتكاك الداخلي لهذه المادة مدروس بدلالة الترددات 10^{-4} - 50 هرتز بين درجة الحرارة الاعتيادية و 820 K.

ذروة استرخاء في درجة حرارة مرتفعة - تأخذ بعين الاعتبار كذلك ظاهرة غير مفعلة حرارياً - تكشف تطوراً في البنية المجهرية لهذه المادة أثناء الاختبارات والتجارب. النتائج التجريبية تسمح أيضاً بالأخذ بعين الاعتبار الظواهر المرتبطة بتردد التشوه و درجة حرارة إعادة الإحماء (recuit).

إن تقنية المطيافية الميكانيكية في درجات حرارة ثابتة (isotherme) تظهر كفاءة عالية مع هذا النوع من الدراسة وبالأخص مع ترددات جد منخفضة. أهمية تحليل عينة من مادة مركبة هي الأخذ بعين الاعتبار دور وجود الألياف الرقيقة في سلوك المادة اعتماداً على الاحتكاك الداخلي لهذا النوع من المواد.

كلمات مفتاحية:

الاحتكاك الداخلي، المطيافية الميكانيكية، قالب معدني، المواد المركبة، الألياف الرقيقة.