

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE  
ET DE LA RECCHERCHE SIENTIFIQUE  
UNIVERSITE EL-HADJ LEKHDAR,  
BATNA



Faculté des sciences  
Département de physique  
Laboratoire PRIMALAB Université de  
Batna

Mémoire de Magistère

Intitulé

*Etude par spectroscopie mécanique  
isotherme des mécanismes de relaxation  
dans un alliage d'Aluminium-Magnésium  
(5% at) trempé.*

Présenté par : TAABACHE Salah

Pour l'obtention du Diplôme de :  
Magistère en Physique option:

**Microstructure et mécanique des matériaux**

Soutenu le : 25 /11/2010

Devant la Commission d'examen constituée par le Jury :

M. BELAMRI Chérif	Mc. Université de Batna	Président
Mme. BELHAS Saida	Pr. Université de Batna	Rapporteur
M. HAMANA Djamel	Pr. Université de Constantine	Examineur
M. BELKACEM BOUZIDA Aissa	Pr. Université de Batna	Examineur

# Remerciements

\* Je tiens à remercier tout d'abord **DIEU** le 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 Saïda** Professeur à l'Université de Batna, qui a assuré la direction de ce mémoire, pour son suivi et ses conseils judicieux. Je lui suis très reconnaissant de m'avoir aidé à surmonter les conditions difficiles que j'ai affrontées afin de finaliser ce mémoire.

\* J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur **Belamri Chérif** Maître de conférences à l'Université de Batna, pour l'honneur qu'il me fait de présider le jury. Je tiens aussi à lui exprimer ma profonde gratitude pour sa patience, pour son suivi ainsi que pour ses encouragements et ses conseils fructueux

\* Je tiens également à adresser mes remerciements à Monsieur **Belkacem-Bouziada Aissa**, professeur à l'Université de Batna 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 **Hammana Djamel**, professeur à l'Université Mantouri de Constantine qui a accepté de juger ce travail et qui nous honore en acceptant 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.

\* un très grand et très spécial merci à mes camarades **Adel, Abdelwahed** et **Abdelhamid**.

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

# Tables des matières

# Table des matières

Introduction générale .....	01
-----------------------------	----

## Chapitre I

### *Etude de la phénoménologie du frottement intérieur*

I-1- Introduction .....	03
I-2- Cristaux réels, défauts de structure .....	04
I-3- Effet des défauts sur les propriétés mécaniques .....	05
I-4- Comportement mécanique des matériaux .....	05
I-4-1- Elasticité .....	05
I-4-2- Différents comportements élastiques .....	07
I-4-2-1- Anélasticité .....	07
I-4-2-1-1- L'hystérésis .....	07
I-4-2-1-2- La relaxation.....	09
I-4-2-1-3- Phénomènes de résonance forcée.....	11
I-4-2-2- Elasticité non-linéaire .....	11
I-4-2-3- Thermoélasticité linéaire .....	12
I-4-2-4- Limite d'élasticité .....	13
I-4-3- Amortissement .....	14
I-4-4- Viscoélasticité .....	17
I-4-4-1- Origine physique du comportement viscoélastique .....	17
I-4-4-2- Analogies phénoménologiques simples .....	18
a. Le phénomène de relaxation .....	18
b. Le phénomène de fluage .....	19
I-4-4-3- Les différents modèles viscoélastiques .....	20
I-4-4-3-1- Modèle de Maxwell .....	20
I-4-4-3-2- Modèle de Voigt-Kelvin.....	22

I-4-4-3-3- Solide linéaire standard de Zener .....	24
I-5-Phénoménologie du frottement intérieur .....	29
I-5-1- Introduction .....	29
I-5-2- Définition .....	30
I-5-3- Origine physique de frottement intérieur .....	33
I-5-4- Approche Thermodynamique du Frottement Intérieur .....	34
I-5-5- Description du frottement intérieur .....	37
I-5-5-1- Frottement intérieur lié à une dislocation ancrée .....	42
I-5-5-2- Mécanismes thermiquement activés .....	43
I-5-5-3- Pics élargis .....	45
I-5-6- Fond continu de haute température .....	46
I-5-7- Causes de la relaxation dans les métaux et alliages métalliques .....	47
I-5-7-1- Effet thermoélastique .....	47
I-5-7-2- La relaxation des joints de grains .....	48
I-5-7-3- La relaxation dû à la présence de défauts ponctuels .....	48
I-5-7-4- Réorientations des paires de défauts ponctuels .....	49
I-5-7-5- La relaxation des dislocations .....	51
I-5-8- Modèles théoriques .....	52
I-5-8-1- Modèle de Granato et Lücke .....	53
I-5-8-2- Modèle de Friedel .....	55

## *Chapitre II*

### *Étude bibliographique des alliages d'Aluminium-Magnésium*

II-1- L'aluminium .....	59
II-2- Caractéristiques de l'aluminium .....	60
II-2-1- Caractéristiques physiques .....	60

II-2-2- Caractéristiques mécaniques .....	61
II-3- Propriétés de mise en forme.....	62
II-4- Alliages d'aluminium .....	63
II-4-1- Influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium	63
II-4-2- Types d'alliages d'aluminium .....	63
II-4-3- Classement par type de transformation .....	65
II-5- Traitement thermique des alliages d'aluminium .....	66
II-5-1- Durcissement structural ou (durcissement de précipitation) .....	66
II-5-1-1- Introduction .....	66
II-5-1-2- La Mise en solution .....	67
II-5-1-3- La Trempe.....	67
II-5-1-3-1- Influence de la vitesse de trempe sur le développement des sources de dislocations .....	69
II-5-1-3-2- L'effet de vitesse de trempe sur les propriétés mécaniques .	70
II-5-1-4- Le Revenu .....	74
II-5-2- Durcissement par écrouissage .....	74
II-6- La précipitation des solutions solides .....	75
II-6-1- Les séquences de précipitation.....	75
II-6-2- La nucléation et la croissance .....	79
II-6-3- La précipitation cellulaire ou discontinue.....	86
II-7- L'alliage Aluminium-Magnésium .....	88
II-7-1- Etude de la phase $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub> .....	91
II-7-2- Phénoménologie de précipitation dans l'alliage Al-Mg .....	95

### **Chapitre III**

#### ***Les techniques expérimentales***

III-1- Elaboration des échantillons .....	100
III-2- Pendule de torsion inversé.....	100
III-2-1- Principe de fonctionnement.....	103

III-2-2-Système de détection .....	104
III-2-3- Traitement du signal .....	104
III-3- Conclusion .....	105
III-4- Dépouillement des résultats expérimentaux .....	106
III-4-1- Détermination des paramètres de relaxation .....	108
III-4-2- Représentation de $Q^{-1}$ en fonction de la température .....	108

## Chapitre IV

### ***Les résultats expérimentaux***

IV -1- Introduction.....	110
IV -2- Résultats expérimentaux.....	111
IV -2-1- Influence du vieillissement sur les courbes $Q^{-1} = f(f/Hz)$ .....	111
IV -2-2-Influence de la température sur l'evolution des courbes $Q^{-1} = f(f/Hz)$ <i>stabilisées</i> .....	123
IV -2-3- Influence de la fréquence sur l'evolution des courbes $Q^{-1} = f(T)$ ..	127
IV-3- Observations au microscope électronique à transmission (MET) .....	129
Discussion et interprétation .....	132
Conclusion .....	134
Références bibliographiques.....	136
Résumé .....	142

# Introduction générale

## ***Introduction générale :***

Tout cristal réel comporte des défauts ou imperfections de structure qui exercent une grande influence sur ses propriétés physiques.

Parmi les nombreuses techniques expérimentales employées pour caractériser ces défauts : le frottement interne. C'est une méthode d'analyse indirecte, non destructive et particulièrement sensible au mouvement des défauts existant dans le cristal.

La mesure du frottement interne est très importante dans l'étude de l'état solide de la matière, en particulier des métaux. Elle est à même d'apporter des informations capitales concernant la mobilité et l'interaction des imperfections dans le matériau.

D'un point de vue fondamental cette technique permet de mieux cerner les problèmes d'endommagement des matériaux puisqu'elle s'intéresse la déformation.

Ainsi ; de part sa sensibilité et compte tenu des faibles contraintes mises en jeu, la technique de la spectroscopie mécanique isotherme développé au LMPM de l'ENSMA de Poitiers semblent particulièrement bien adaptés à ce type d'étude.

Cette technique permet, en effet, de balayer un large spectre de fréquence ( $10^{-5}$  -10 Hz) par palier de température choisi ce qui permet l'exploration des très basses fréquences en travaillant sur des structures stables.

### **Présentation du travail**

Dans cette étude, nous avons examiné un alliage polycristallin d'Al 5% at de Mg trempé 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.

Le premier chapitre a été consacré au développement de la phénoménologie du frottement interne, quelques uns des mécanismes de perte d'énergie et leur origine physique, le chapitre II quant à lui regroupe certains résultats bibliographiques concernant l'aluminium et ses alliages de magnésium.

Après une description des techniques expérimentales au chapitre III, nous présenterons au chapitre IV les résultats expérimentaux obtenus sur un alliage polycristallin d'Al 5% at de Mg trempé. Les essais que nous avons dépouillés 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 proposons d'interpréter ces résultats en termes de mouvement des dislocations et de précipitation et nous terminerons enfin par une conclusion.

# Chapitre I

Étude de la phénoménologie du

frottement intérieur

## ***I-1- Introduction :***

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 de l'hertz ; dans ce cas, le frottement interne est  $\delta/\pi$  où  $\delta$  est le décrement 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 à  $1/e$  du pic de résonance. Enfin, l'atténuation des ondes ultrasonores permet une mesure dans la gamme du mégahertz. 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.

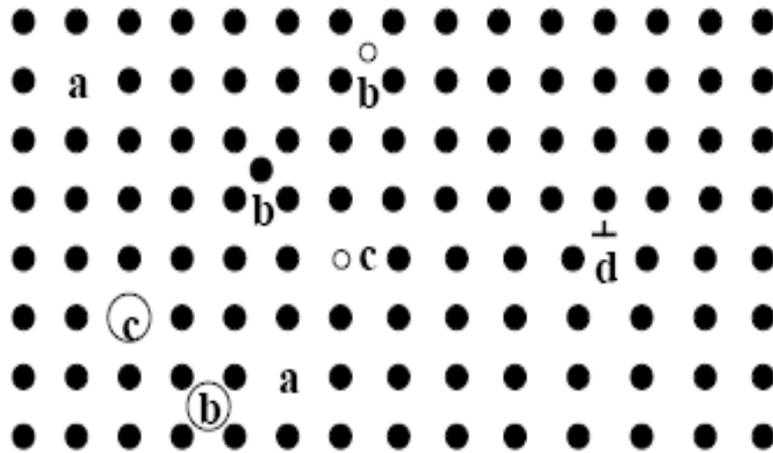
Le frottement interne peut être associé à divers mécanismes, parmi lesquels en général on distingue :

- 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.

## *I-2- Cristaux réels, défauts de structure :*

Les matériaux solides sont constitués d'un ensemble d'atomes. Dans toutes les structures cristallines, ces atomes sont ordonnés selon des règles strictes. On appelle « défaut de structure » un écart à cette structure périodique. Les cristaux réels présentent toujours de tels défauts.



**Figure I-1-** Représentation schématique de défauts de structure ponctuels (a : lacune, b : interstitiel, c : substitutionnel) et linéaire (d : dislocation) dans un cristal. Le symbole conventionnel (T renversé) indique la direction du demi-plan et la position de son extrémité.

Par exemple, (cf. Figure I-1) l'absence d'un atome sur un site qui devrait être occupé est un défaut nommé « lacune ». Un atome présent sur un site qui devrait ne pas être occupé est appelé « interstitiel ». La ligne formée par l'extrémité d'un demi-plan atomique est appelée « dislocation ».

Il existe encore de nombreux autres types de défauts de structure (macles, joints de grain, précipités, impureté substitutionnelles, ...).

Comme le montrent ces quelques exemples, les défauts de structure peuvent être ponctuels (lacunes, interstitiels, ...), linéaires (dislocation), bidimensionnels (macles, joints de grain), ou tridimensionnels (précipités).

Les défauts ponctuels peuvent être intrinsèques (dus à des atomes normalement présents dans le cristal) ou extrinsèques (dus à des impuretés).

Chaque défaut de structure introduit une déformation du réseau cristallin qui provoque une augmentation de l'énergie interne du cristal et une variation de sa forme macroscopique. Le mouvement des défauts internes a donc une influence sur la déformation du solide.

### ***I-3- Effet des défauts sur les propriétés mécaniques :***

La présence de défauts de structure modifie les propriétés mécaniques des matériaux. La modification des propriétés du fer par la présence d'impuretés dans les aciers en est un exemple. (Augmentation de la limite élastique ou de la dureté par l'ajout de carbone).

Les défauts ont principalement un effet sur la plasticité et l'anélasticité des matériaux. Sur la plasticité, les principales modifications dues aux défauts sont l'habilité à la déformation plastique (mouvement à grande distance des dislocations) et l'augmentation de la limite élastique (épinglage des dislocations). Les effets sur l'anélasticité sont l'existence de déformation anélastique (réversible non-instantanée) et la modification des propriétés d'amortissement (due aux mouvements des défauts sous l'action d'une contrainte).

### ***I-4- Comportement mécanique des matériaux :***

#### ***I-4-1- Elasticité :***

L'expérience montre que si la déformation du matériau est suffisamment faible, il reprend son état initial non déformé lors de la suppression des efforts extérieurs ayant provoqué sa déformation.

Le comportement élastique parfait correspond à une réversibilité mécanique parfaite. Le tenseur des déformations  $\bar{\varepsilon}$  est alors une variable d'état et sa donnée détermine, de manière biunivoque, le tenseur des contraintes  $\bar{\sigma}$ . Le travail de déformation développée entre deux états d'équilibre est alors indépendant du chemin suivi entre ces deux états.

Les matériaux présentent au-delà d'un certain seuil de chargement qui leur est propre un comportement élastique quasi réversible caractérisé par une densité volumique de potentiel élastique  $\pi(\bar{\varepsilon})$  qui s'identifie en régime isotherme  $T=T_0$  à leur densité volumique d'énergie libre  $f(\bar{\varepsilon})$ . A l'incrément de déformation  $d\bar{\varepsilon}$  correspond l'état de contrainte tel que :

$$\bar{\sigma} = \frac{\partial \pi}{\partial \bar{\varepsilon}} = \frac{\partial f}{\partial \bar{\varepsilon}} \Big|_T = \frac{\partial \varepsilon}{\partial \bar{\varepsilon}} \Big|_T - T_0 \frac{\partial S}{\partial \bar{\varepsilon}} \Big|_T \quad (\text{I.1})$$

La relation (I.1) montre que l'origine de l'élasticité est double : une contribution provient de la variation d'énergie interne associée à la déformation. L'autre provient de celle de l'entropie. Selon les classes de matériaux ces deux contributions peuvent être d'ordre de grandeur très différente.

Pour les matériaux très déformables comme les élastomères, les conformations des chaînes macromoléculaires peuvent être considérablement modifiées par les déformations quasiment sans variation des distances interatomiques et le terme entropique, responsable de la haute élasticité caoutchouteuse, devient prépondérant. Les déformations résultantes sont importantes et le comportement élastique est non linéaire du fait de l'évolution de la résistance au changement de conformation des macromolécules, désenchevêtrement, étirement, alignement. La contrainte augmente bien avec la déformation puisque l'entropie diminue, la structure interne du matériau initialement désordonnée s'ordonne par étirement des chaînes macromoléculaires.

La variation d'énergie interne est prépondérante pour les matériaux cristallins pour lesquels de légères variations des distances interatomiques associées à la déformation

entraînent des variations considérables de l'énergie de cohésion alors que l'entropie n'est quasiment pas modifiée. Ce type de comportement élastique linéaire commun à la plupart des structures s'étudie généralement dans le cadre des petites déformations en élasticité linéaire.

#### ***I-4-2- Différents comportements élastiques :***

Le domaine d'élasticité est donc souvent représenté par une relation de proportionnalité entre la contrainte et la déformation (loi de Hooke). Il est cependant important de savoir que ceci n'est qu'une schématisation plus ou moins réaliste du comportement réel du matériau. En effet, le comportement élastique d'un matériau n'est jamais strictement linéaire.

##### ***I-4-2-1- Anélasticité :***

Dans la plupart des cas, les solides ne se comportent pas de façon parfaitement élastique. D'un point de vue macroscopique, les mécanismes à la base du frottement intérieur peuvent être les phénomènes de relaxation, d'hystérésis et de résonance.

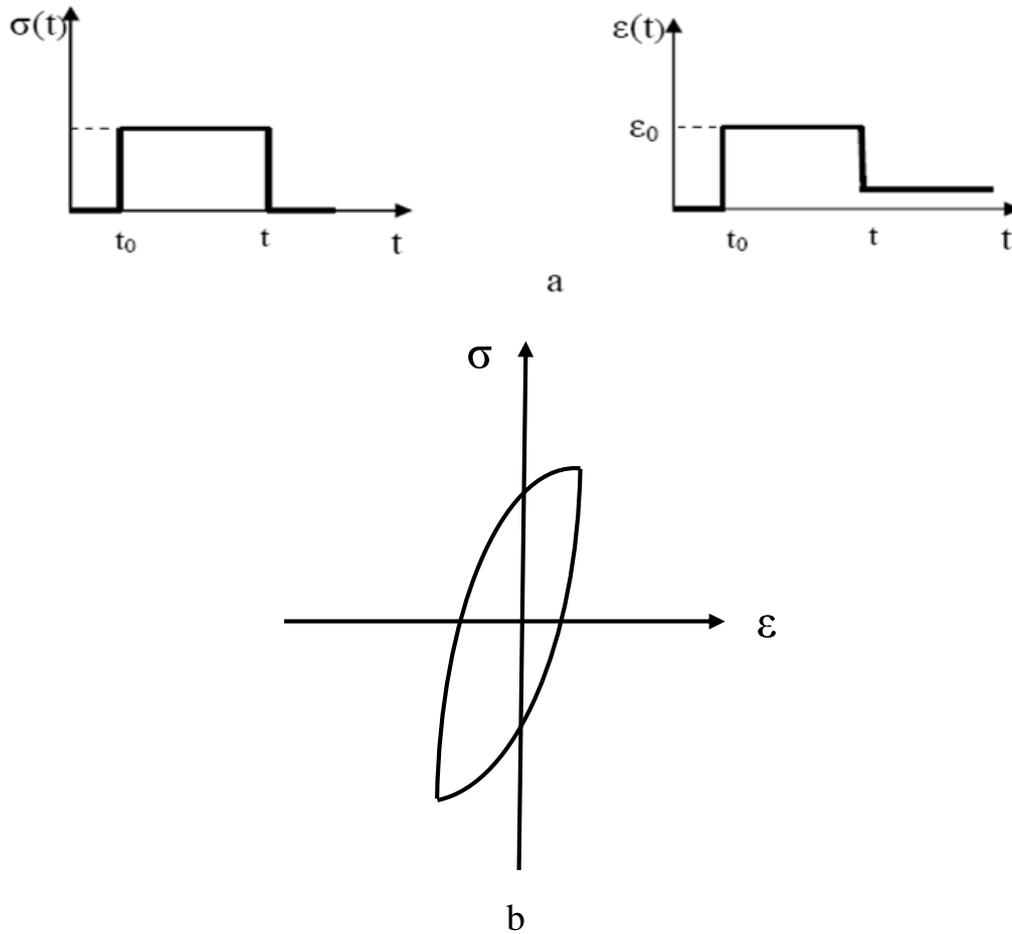
##### ***I-4-2-1-1- L'hystérésis :***

Il y a hystérésis lorsqu'une contrainte appliquée à un solide, puis supprimée, laisse apparaître une déformation rémanente (figure-I-2-a), ainsi les phénomènes d'hystérésis ne sont apparents qu'à partir d'une contrainte suffisante pour déclencher le processus irréversible : C'est alors une propriété plastique du matériau.

Toutefois il peut y avoir hystérésis à l'échelle microscopique, par exemple le mouvement des parois de Bloch dans les métaux ferromagnétiques. Il n'y a pas de déformation rémanente macroscopique, c'est alors un phénomène d'anélasticité. Le phénomène d'hystérésis peut provenir aussi des mouvements de dislocations (modèle de Granato et Lücke [1]).

En régime de sollicitations périodiques, le mouvement est alors décrit, sur un diagramme contrainte – déformation, par une boucle non elliptique (figure-I-2-b).

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 lors que celle-ci tend vers zéro, ces deux propriétés différencient très nettement le phénomène d'hystérésis du phénomène de relaxation.



**Figure I-2-** Phénomène de l'hystérésis.

### ***I-4-2-1-2- La relaxation:***

A l'application ou à la suppression de la contrainte externe, le solide ne reprend pas instantanément sa forme initiale, il ne la retrouve qu'après un certain temps (son adaptation vers un nouvel état d'équilibre interne). La déformation est alors en deux termes, la déformation instantanée et la déformation retardée, le premier terme disparaît instantanément après la suppression de la contrainte alors que le second s'élimine progressivement au cours du temps.

Cette propriété selon laquelle, la contrainte et la déformation ne sont pas liées de façon homogène et dépendent en particulier du temps, caractérise l'anélasticité.

Un matériau viscoélastique soumis de manière instantanée à une contrainte constante  $\sigma_0$ , très inférieure à la limite élastique, présentera une déformation instantanée élastique  $\varepsilon_{el}$  suivie d'une déformation anélastique  $\varepsilon_{ané}$  augmentant avec le temps d'application de la contrainte et tendant vers une valeur limite  $\varepsilon_{tot}$ , on parle alors de traînage élastique (Figure I-3-a).

En régime de sollicitations périodiques, la relaxation se traduit par un déphasage entre contrainte et déformation, représenté par une ellipse sur un diagramme déformation - contrainte (Figure I-3-b).

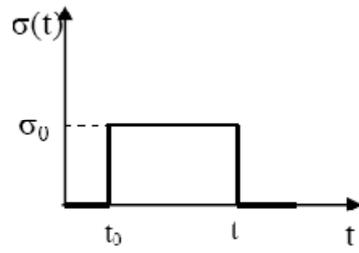
L'angle de déphasage est aussi appelé angle de perte, il est désigné par le symbole  $Q^{-1}$  par analogie avec la terminologie utilisée en électrotechnique où  $Q$  représente le facteur de qualité d'un circuit résonnant :

$$\frac{\Delta W}{W} = 2\pi \text{tg}\varphi \quad \text{et} \quad Q^{-1} = \text{tg}\varphi$$

La dissipation de l'énergie qui en résulte est indépendante de l'amplitude mais dépend de la fréquence :

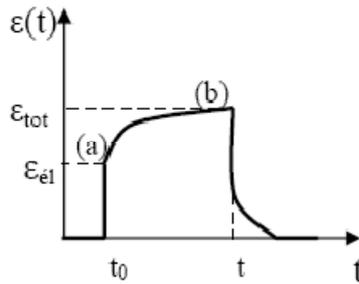
- A faible fréquence, l'équilibre a le temps de s'établir : pas d'amortissement.
- A fréquence élevée, aucun réarrangement n'est possible : pas d'amortissement.
- A fréquence intermédiaire, l'amortissement passe par un maximum : " Pic "

(a)



excitation

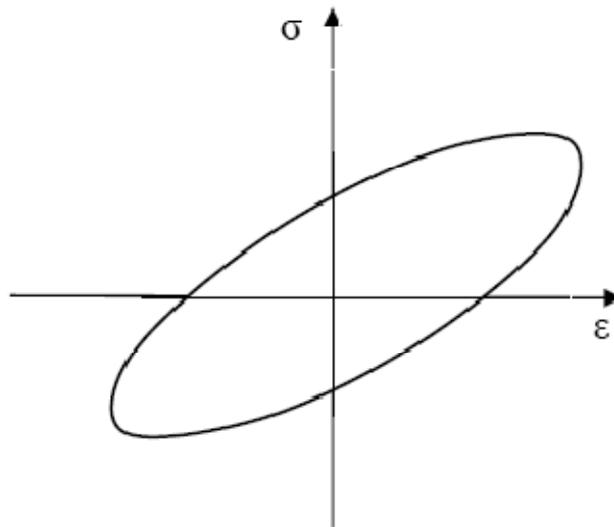
$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{él} + \varepsilon_{anél}$$



(a)  $\varepsilon_{él}$  déformation instantanée.

(b) Zone de trainage élastique.

(b)



**Figure I-3-** Comportement d'un solide anélastique à contrainte imposée.

L'anélasticité se définit donc en trois points :

- La linéarité de la déformation par rapport à la contrainte appliquée.
- Le retard de la déformation par rapport à la contrainte appliquée.
- La déformation est entièrement recouvrable lorsque la contrainte est supprimée.

#### ***I-4-2-1-3- Phénomènes de résonance forcée :***

Un troisième type de phénomène donnant lieu à des pertes d'énergies est la résonance. Citons, à titre d'exemple, le frottement intérieur attribué à la résonance suramortie des dislocations vibrant autour de leur position d'équilibre sous l'action d'une sollicitation périodique. De même dans un solide, les défauts linéaires peuvent entrer en résonance sous l'action d'une sollicitation périodique, la dissipation de l'énergie serait due aux frottements visqueux provoqués par les interactions avec les phonons thermiques.

Ces phénomènes ont lieu à des fréquences très élevées ( $\approx$  Mhz), dépendent de la fréquence de sollicitation, de l'amplitude et de la température.

#### ***I-4-2-2- Elasticité non-linéaire :***

Le cas particulier du caoutchouc est donné sur la figure I-4 (courbe de traction). Son comportement est quasi-élastique, mais fortement non-linéaire. On parle alors d'élasticité non-linéaire. Le solide emmagasine de l'énergie au cours de la traction, puis la restitue totalement lorsqu'on arrête la contrainte. Pour représenter ce comportement, on utilise une "loi de Hooke" où les coefficients du tenseur de rigidité varient en fonction de la déformation.

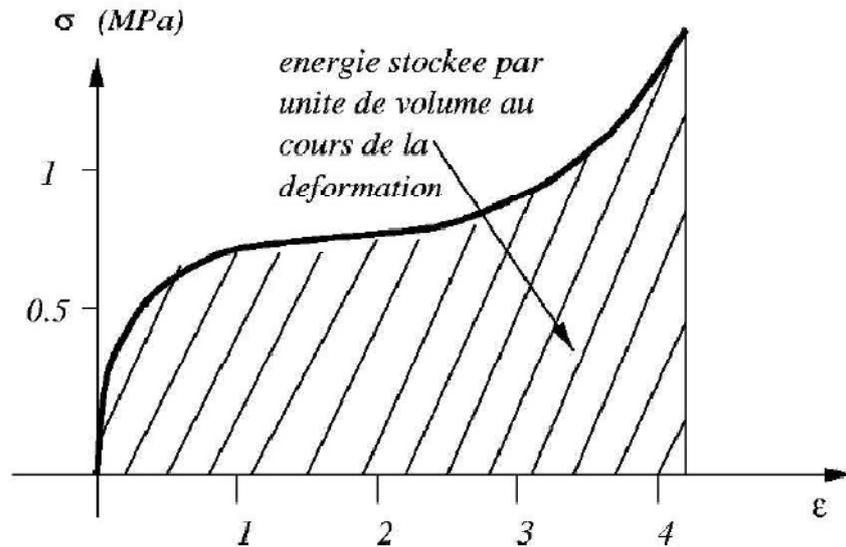


Figure I-4– Courbe de traction d’un caoutchouc [2].

#### I-4-2-3- Thermoélasticité linéaire :

Les matériaux sont souvent soumis à des chargements thermiques qui ont pour effet de dilater les structures. Les déformations thermiques sont directement proportionnelles à la variation de température  $\Delta T$ , par le coefficient de dilatation thermique  $\alpha$  :

$$\epsilon^{th} = \alpha \Delta T \quad (I.2)$$

Lorsque la structure n’est pas liée mécaniquement à l’extérieur, alors ce champ de déformation thermique ne générera pas de contraintes s’il vérifie les équations de compatibilité. Une telle condition impose un champ de températures linéaire dans la structure. Dans le cas contraire, ou si la structure est liée mécaniquement à l’extérieur (on parle alors de dilatation contrariée), alors des contraintes seront générées dans le solide.

Par exemple, lorsqu’on chauffe de façon homogène une barre de métal, celle-ci se dilate sans qu’il y ait création de contraintes à l’intérieur. Par contre, si on impose à

celle-ci de garder la même longueur, alors une contrainte de compression sera créée dans la barre pour respecter cette condition. Une autre façon de créer des contraintes dans la barre est de la chauffer de façon non homogène. Par exemple, lors d'un chauffage par induction à haute fréquence, le diamètre extérieur de la barre est plus dilaté que le centre. La partie extérieure de la barre sera donc mise en compression par la partie intérieure. D'une façon plus générale, lors d'une sollicitation dite "thermomécanique", les déformations thermiques s'ajoutent aux déformations mécaniques, elles même reliées aux contraintes par la loi de comportement du matériau. Dans le cas élastique linéaire isotrope, la relation entre les déformations et les contraintes est sous la forme :

$$\epsilon = \frac{1+\nu}{E} \sigma + \left( \alpha \Delta T - \frac{\nu}{E} \text{tr}(\sigma) \right) I \quad (I.3)$$

L'inversion de cette relation fournit la loi de comportement dite "thermoélastique" du matériau :

$$\sigma = \frac{E}{1+\nu} \left( \epsilon + \frac{\nu}{1-2\nu} \text{tr}(\epsilon) I \right) - \frac{E}{1-2\nu} \alpha \Delta T I \quad (I.4)$$

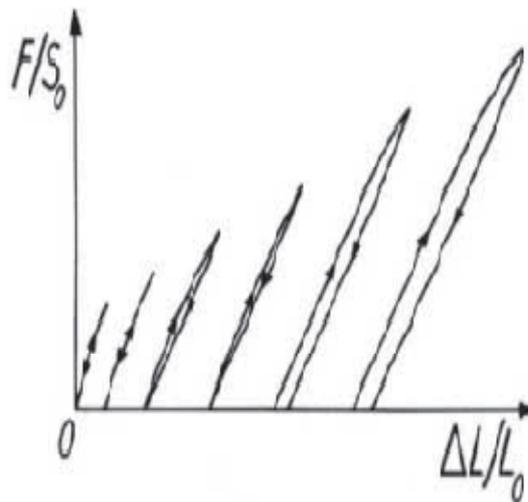
En évitant les contraintes générées par le chauffage.

#### ***I-4-2-4- Limites d'élasticité :***

Les différentes définitions des limites d'élasticité sont à mettre en relation avec la difficulté de mesure de la vraie limite d'élasticité, c'est-à-dire celle pour laquelle il commence à apparaître un allongement rémanent. Pour réaliser cette mesure, il faut charger successivement l'éprouvette à des charges croissantes et la décharger. Le diagramme ainsi obtenu est représenté sur la figure-I-5. Il apparaît immédiatement que la valeur de la limite d'élasticité vraie est fonction de la précision de la mesure des allongements, et elle est d'autant plus faible que cette précision est grande. Au début le comportement est purement élastique, puis il devient viscoélastique au-delà d'une

certaine limite avant d'atteindre la limite d'élasticité vraie. Cela correspond au mouvement des dislocations qui, totalement immobiles si la charge est trop faible, commencent par avoir un déplacement réversible produisant une boucle dissipatrice d'énergie dans le diagramme charge-déplacement. La limite d'élasticité vraie est atteinte quand le déplacement des dislocations n'est plus réversible [3].

En pratique, rares sont ceux qui respectent les notations de la norme et en particulier  $R_p$  est le plus souvent désignée par  $R_e$ . La contrainte  $\sigma$  vaut  $F/S$  et elle n'est donc pas égale à la charge unitaire  $F/S_0$ .



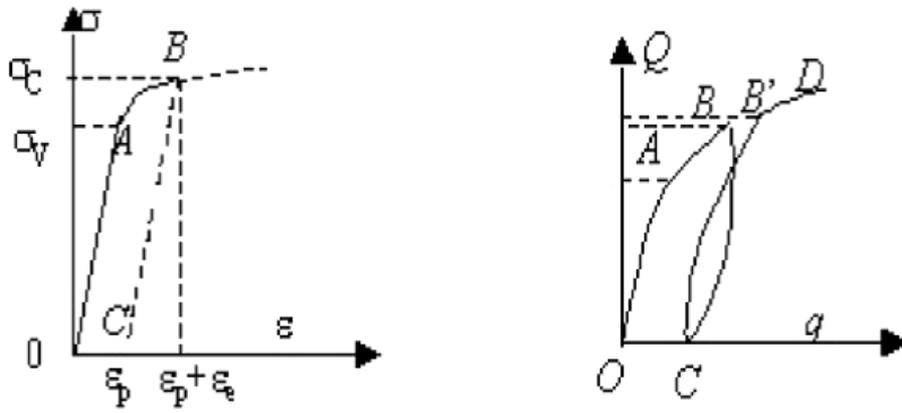
**Figure I-5** -Détermination de la vraie limite d'élasticité

#### ***I-4-3- Amortissement :***

En dessous du seuil de plasticité les déformations ne restent pas toujours parfaitement élastiques (frottements internes), mais après décharge, le corps doit reprendre progressivement mais intégralement sa forme initiale. Le seuil de plasticité doit être vu comme une schématisation commode : au-delà du seuil les déformations permanentes deviennent beaucoup plus importantes que les déformations élastiques. La définition du seuil est conventionnelle (cf. Figure I-6-) et dépend de la précision des moyens de mesure utilisés. La limite d'élasticité vraie (point A) définie par la valeur

de la contrainte  $\sigma_v$  qui produit une déformation permanente dans le premier grain de la microstructure du matériau est inaccessible à la mesure expérimentale. Lorsque le nombre de grains plastifiés augmente la déformation permanente devient accessible à la mesure. Elle est définie comme la déformation  $\varepsilon_p$  mesurée après une décharge élastique (trajet BC) qui récupère la partie de déformation élastique  $\varepsilon_e$ , les propriétés élastiques (modules élastiques) étant supposées raisonnablement non modifiées par le très faible taux de plastification subit par le matériau (identité des pentes des trajets OA et BC). A cette déformation définie conventionnellement par  $\varepsilon_p = 2 \cdot 10^{-2}$  (ou  $10^{-5}$  selon la précision des moyens de mesure utilisés) correspond le seuil d'élasticité conventionnelle  $\sigma_c(\varepsilon_p)$  appelé seuil de plasticité. En pratique, le seuil de plasticité est appelé limite d'élasticité du matériau, terminologie prêtant à confusion puisqu'ils agissent en réalité d'une limite d'élasticité conventionnelle.

La résistance à la déformation plastique dépend plus ou moins, selon les matériaux et la température, de la vitesse de déformation (viscoplasticité) et de l'histoire des déformations permanentes déjà subies par le matériau soit au cours du processus d'élaboration, soit au cours de sollicitations antérieures (écrouissage). Il a été constaté expérimentalement que lorsqu'un solide est soumis à une contrainte non isotrope, il possède vis-à-vis d'un nouveau chargement un seuil égal à la plus grande valeur de la charge antérieure. Ainsi, sur la figure I-8 représentant la courbe de charge (force  $Q$ , déplacement  $q$ ), le seuil de plasticité à la première charge  $OB$  correspond au point A. A la seconde charge  $CB'$ , le seuil de plasticité correspond au point  $B'$ . L'absence de coïncidence rigoureuse entre B et  $B'$  et la boucle de décharge-recharge  $BCB'$  sont la conséquence d'un effet de frottement interne. Pour des chargements infiniment lents, les frottements internes n'interviennent pas, les points B et  $B'$  et les trajets BC et  $CB'$  sont confondus, la plasticité est alors indépendante du temps, absence d'effet visqueux. Dans ce cas, le nouveau seuil de plasticité au point  $B'$  confondu avec B est bien égal à la valeur de la plus grande charge atteinte lors de la charge précédente, point B. C'est cette évidence expérimentale qui justifie la notion de seuil d'écoulement.



**Figure I-6-** Seuil de plasticité.

Il existe une différence de plusieurs ordres de grandeur entre la limite élastique théorique et celle mesurée expérimentalement (Cf. Tableau-I-1), ce que confirme également le tableau des limites élastiques normalisées  $\frac{\sigma_e}{E}$ . En 1934, pour lever cette contradiction entre théorie et expérience, Taylor a émis l'hypothèse que le glissement des plans atomiques ne s'effectue pas d'un bloc mais progressivement par propagation d'un défaut appelé dislocation dans l'arrangement des atomes. Son déplacement est plus aisé que le glissement en bloc car il n'intéresse qu'un tout petit nombre d'atomes à la fois. Du point de vue de la déformation macroscopique, il aboutit au même résultat lorsque la ligne de dislocation a balayé tout le plan atomique, mais l'énergie nécessaire pour déplacer ce défaut de proche en proche correspond à celle du basculement d'une seule rangée atomique au lieu du basculement simultané de toutes les liaisons du plan de glissement. De ce fait, elle est nettement plus faible que l'énergie de basculement simultané. Il en est de même de la contrainte à appliquer pour obtenir le glissement.

	Module de cisaillement $\mu$ (Gpa)	Limite d'élasticité $\sigma_e$ (Mpa)	$\frac{\mu}{\sigma_e}$
monocristaux			
Al monocristal	25	0,4	60000
Ag monocristal	28	0,6	45000
polycristaux			
Al polycristal	25	30	830
Al polycristal écroui	25	100	250
Alliages			
Dural(AU4G)	25	360	70
Acier	80	650	120
Acier Cr-Ni	80	1200	67

**Tableau-I-1**-limite élastique théorique et expérimentale

#### ***I-4-4- Viscoélasticité :***

La viscoélasticité sert à décrire le comportement réversible des matériaux, mais sensibles à la vitesse de déformation.

##### ***I-4-4-1- Origine physique du comportement viscoélastique :***

Pour expliquer physiquement les phénomènes observés, on peut raisonnablement supposer que la déformation macroscopique n'est que le reflet d'une modification microscopique des configurations des chaînes dans le matériau. Les phénomènes viscoélastiques trouveraient donc leur origine dans la possibilité de mouvements intra ou intermoléculaires des chaînes par rapport à une position d'équilibre statistique.

Cette explication permet de rendre compte des observations expérimentales en relaxation par exemple. À température donnée, pour des temps de sollicitation courts, aucun mouvement n'est possible au sein du matériau, le module est élevé et le matériau a le comportement d'un verre (plateau vitreux). Lorsque le temps de sollicitation est plus long, des mouvements locaux de la chaîne (séquences de plus en plus longues d'environ 50 à 100 atomes du squelette de la macromolécule) deviennent

possibles (zone de transition); le temps de relaxation reflète le temps nécessaire à ces mouvements ou, en d'autres termes, le temps pour qu'un segment de longueur donnée renouvèle entièrement sa configuration.

#### ***I-4-4-2- Analogies phénoménologiques simples :***

L'établissement d'une expression mathématique du comportement viscoélastique linéaire des polymères peut se faire à l'aide de modèles analogiques. Les lois de comportement les plus simples, élastique (loi de Hooke)  $\tau = G\gamma$  et visqueuse (loi de Newton)  $\tau = \eta\dot{\gamma}$  peuvent être représentées respectivement par l'analogie mécanique d'un ressort de raideur  $G$  et d'un amortisseur de viscosité  $\eta$  (Figure-I-7).



**Figure-I-7**–Modèles élémentaires

La viscoélasticité se manifeste de façon statique par deux phénomènes caractéristiques [4], [5]:

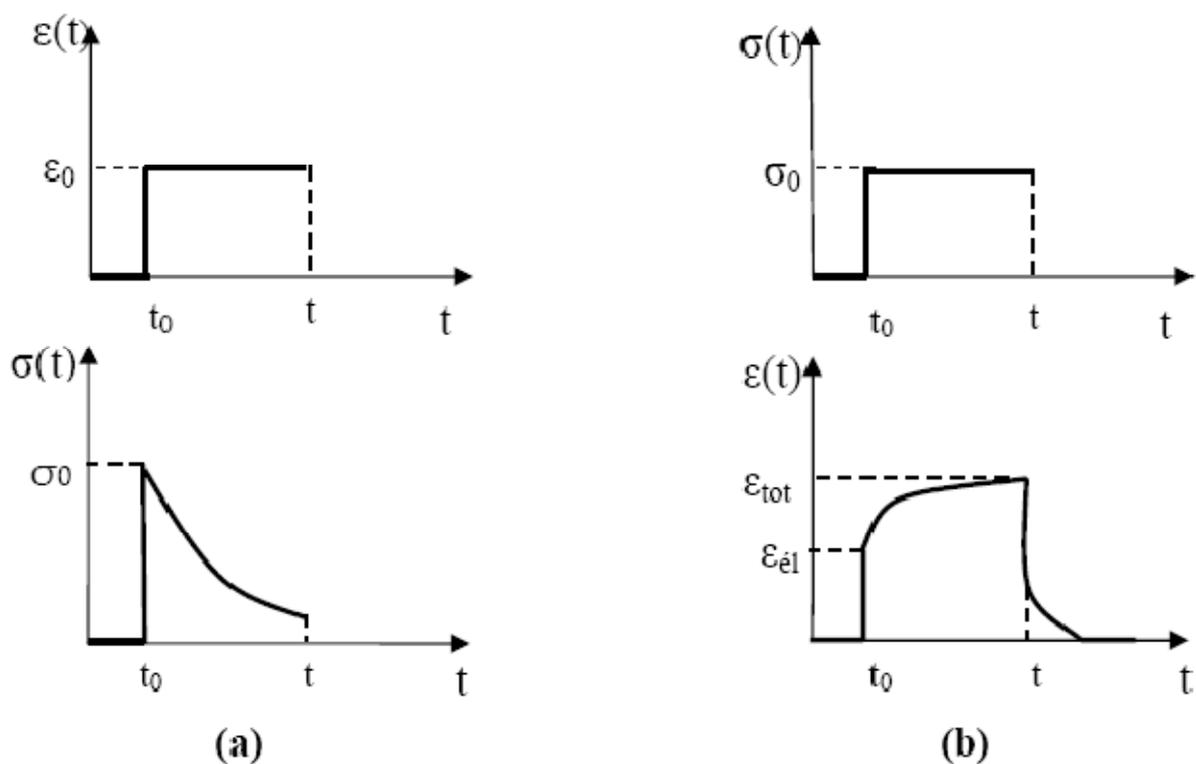
##### ***a. Le phénomène de relaxation :***

A déformation imposée, la contrainte décroît avec le temps, il y a relaxation de la contrainte (figure -I-8-a).

A contrainte imposée, la déformation instantanée  $\varepsilon_{\text{él}}$  est suivie d'une déformation progressive  $\varepsilon_{\text{anél}}$ : il y a traînage élastique (figure -I-2).

**b. Le phénomène de fluage :**

Qui se traduit par un accroissement avec le temps de la déformation à contrainte imposée (figure -I-8-b).



**Figure-I-8 (a)** phénomène de relaxation à déformation imposée.

**(b)** phénomène de fluage à contrainte imposée.

### ***I-4-4-3- Les différents modèles viscoélastiques :***

Les modèles analogiques permettent de représenter le comportement mécanique d'un matériau viscoélastique, et permettent de rendre compte plus facilement du comportement d'un matériau du point de vue phénoménologique.

Ainsi pour décrire un comportement viscoélastique linéaire, plusieurs modèles ont été proposés [6].

#### ***I-4-4-3-1-Modèle de Maxwell :***

Ce modèle, représenté sur la figure I-9, est constitué d'un ressort de module  $E$  en série avec un amortisseur de viscosité  $\eta$ ; il permet de représenter le comportement de relaxation. Dans ce cas la contrainte est la même dans les deux éléments, alors que la déformation totale est la somme des déformations dues à chaque élément.



**Figure I-9-** Modèle de Maxwell.

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{ressort} + \varepsilon_{amortisseur} \quad (I.5)$$

On déforme dans le domaine anélastique, puis l'on maintient la déformation il s'ensuit que la contrainte évolue avec le temps, puisque :

\*A déformation imposée :  $\varepsilon = \varepsilon_0$  ainsi  $\dot{\varepsilon} = 0$ .

A partir de (I.5) :  $\dot{\varepsilon}_{tot} = \dot{\varepsilon}_{ressort} + \dot{\varepsilon}_{amortisseur}$

$$\dot{\varepsilon}_{tot} = \frac{1}{E} \dot{\sigma} + \frac{\sigma}{\eta} = 0$$

$$\text{d'où : } \frac{\dot{\sigma}}{\sigma} = -\frac{E}{\eta} \Rightarrow \frac{d\sigma}{\sigma} = -\frac{E}{\eta} dt$$

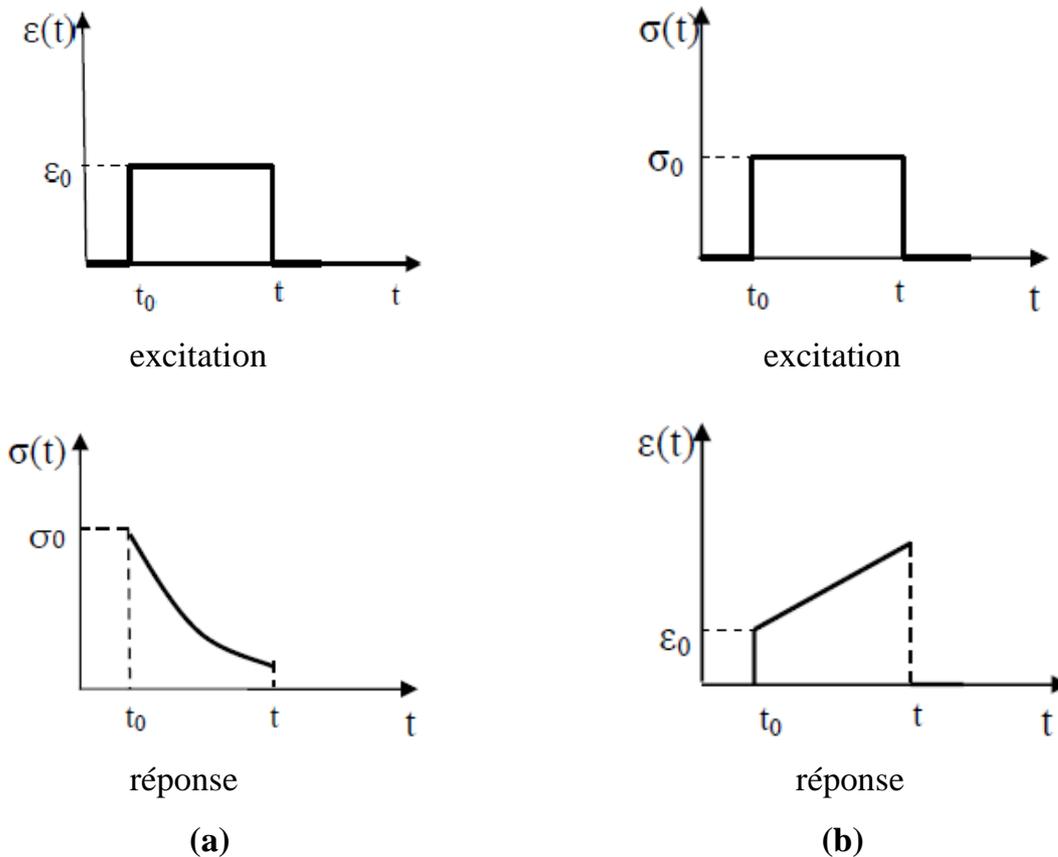
Par intégration (depuis une valeur  $\sigma_0$  au temps zéro), on obtient :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \exp\left(-\frac{E}{\eta} t\right) = \sigma_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau_\epsilon}\right) \quad (\text{I.6})$$

La constante  $\tau_\epsilon$  égale à  $\frac{\eta}{E}$  est appelée le temps de relaxation à déformation imposée caractéristique du modèle de Maxwell.

➤ A déformation imposée, il y a relaxation de la contrainte. (figure I-10-a)

➤ A contrainte imposée  $\sigma_0$ , nous remarquerons que :  $\epsilon(t) = \epsilon_0 + \frac{\sigma_0}{\eta} t$  (fig I-10-b)



**Figure I-10-** réponse du solide de Maxwell

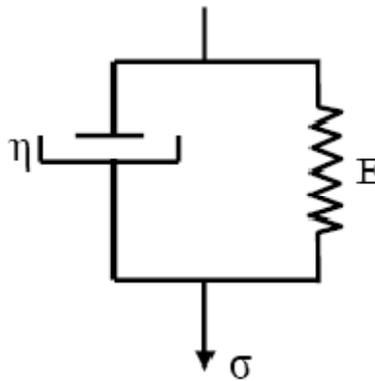
(a) : Déformation imposée. (b) : Contrainte imposée

Ainsi :

Le modèle de Maxwell est la représentation de base d'un fluide viscoélastique, car sa réponse à long terme à contrainte imposée est celle d'un fluide : il continue à se déformer (figure I-10-b), il ne répond donc pas à la définition du solide anélastique.

#### ***I-4-4-3-2- Modèle de Voigt-Kelvin :***

Schématisé sur la figure I-11, ce modèle se compose d'un ressort et d'un amortisseur montés en parallèle ; il permet de représenter le comportement de fluage. Dans ce modèle, les deux composants présentent la même déformation alors que la contrainte totale est la somme des contraintes de l'élément élastique et de l'élément visqueux.



**Figure I-11- Modèle de Voigt-Kelvin**

$$\sigma = \sigma_{ressort} + \sigma_{amortisseur} \quad (I.7)$$

\*A contrainte imposée :  $\sigma = \sigma_0$ :

$$\Rightarrow \sigma_0 = E\varepsilon + \eta \frac{d\varepsilon}{dt}$$

$$\text{Soit : } \frac{\sigma_0}{E} - \varepsilon = \frac{\eta}{E} \frac{d\varepsilon}{dt}$$

Pour obtenir la loi de variation de la déformation au cours du temps, il faut donc résoudre l'intégrale suivante :

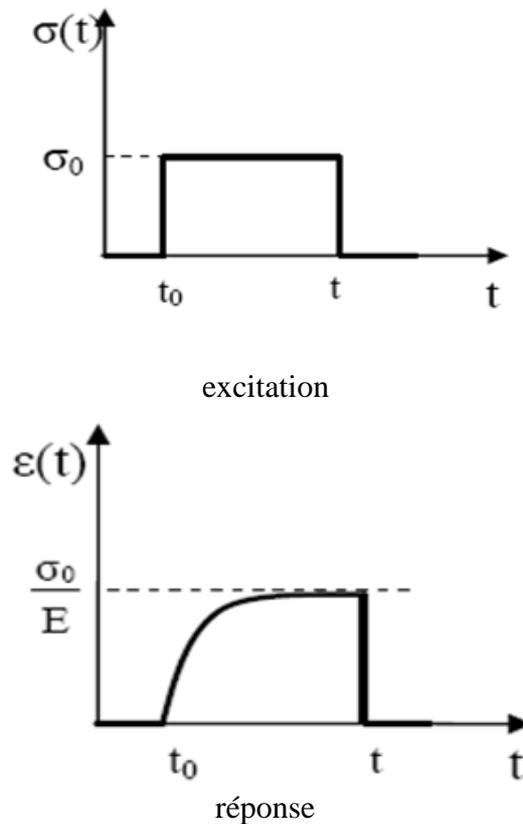
$$\int_0^\varepsilon \frac{d\varepsilon}{\frac{\sigma_0}{E} - \varepsilon} = \frac{E}{\eta} \int_0^t dt$$

Soit :

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{E}{\eta} t\right) \right] = \frac{\sigma_0}{E} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_\sigma}\right) \right] \quad (\text{I.8})$$

$\tau_\sigma$  est habituellement appelé le temps de retard à contrainte imposée, caractéristique du modèle de Voigt-Kelvin.

\* A contrainte imposée, la réponse n'est pas instantanée et tend à augmenter vers une limite  $\frac{\sigma_0}{E}$  (figure I-12).



**Figure I-12-** comportement du solide de Voigt-Kelvin

Ainsi :

Le modèle de Voigt-Kelvin est la représentation de base d'un solide viscoélastique, car sa réponse à long terme à l'application d'une contrainte est celle d'un solide ; il cesse de se déformer.

Comme pour le modèle précédent, le modèle de Voigt-Kelvin à contrainte imposée ne représente pas le solide anélastique ; absence de la réponse instantanée et du traînage élastique.

#### ***I-4-4-3-3- Solide linéaire standard de Zener:***

La combinaison de deux éléments (ressort et amortisseur) ne suffit donc pas pour décrire, même approximativement, le comportement d'un matériau viscoélastique.

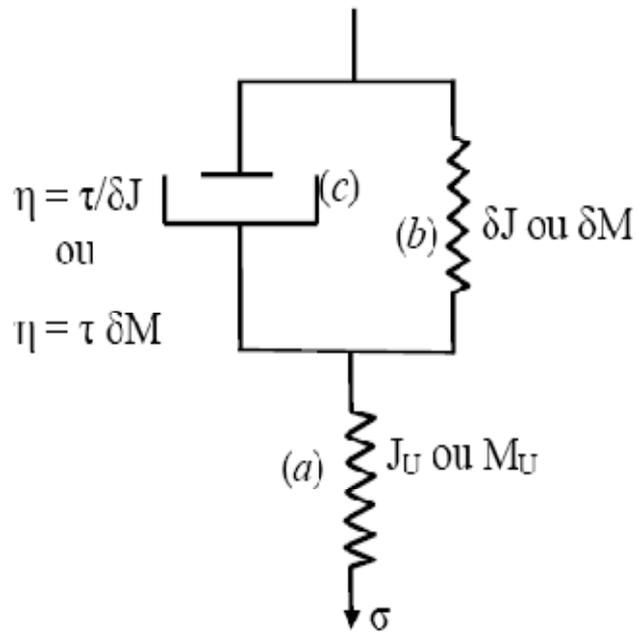
Ainsi Zener [7] a développé la théorie de l'anélasticité :

Par le remplacement dans le solide de Maxwell de l'amortisseur par un solide de Voigt  $\Rightarrow$  utilisation de la complaisance  $J$ .

Ou par le remplacement dans le solide de Voigt de l'amortisseur par un solide de Maxwell  $\Rightarrow$  utilisation du module  $M$ .

Ces deux solides sont parfaitement équivalents lors de la résolution des équations que ce soit à contrainte imposée ou à déformation imposée.

La figure I-13 représente le formalisme a été repris par Nowick et Berry [6].



**Figure I-13-**Solide linéaire standard de Zener.

$$\delta J = J_R - J_U$$

$$\delta M = M_U - M_R$$

Avec :

$J_U$  : complaisance instantanée.

$J_R$  : complaisance relaxée.

$M_U$  : module instantané.

$M_R$  : module relaxé.

$$\eta = \frac{\tau}{\delta J} = \tau \delta M$$

$$\sigma = \sigma_a = \sigma_b + \sigma_c$$

$$\varepsilon = \varepsilon_a + \varepsilon_b = \varepsilon_a + \varepsilon_c$$

$$\sigma = \sigma_a = M_U \varepsilon_a, \sigma_b = \delta M \varepsilon_b \text{ et } \sigma_c = \eta \dot{\varepsilon}_c$$

$$\varepsilon_a = J_U \sigma_a = J_U \sigma \text{ et } \varepsilon_b = \varepsilon_c = \delta J \sigma_b$$

$$\text{D'où : } \sigma = \frac{\varepsilon_b}{\delta J} + \eta \dot{\varepsilon}_c$$

$$\text{Ou encore : } \sigma = \frac{\varepsilon - \varepsilon_a}{\delta J} + \eta(\dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_a)$$

$$\text{En remplaçant } \varepsilon_a \text{ et } \dot{\varepsilon}_a, \text{ nous aurons : } \sigma = \frac{\varepsilon}{\delta J} - \frac{\sigma J_U}{\delta J} + \eta \dot{\varepsilon} - \eta$$

$$\text{D'où : } \sigma + \frac{\sigma J_U}{\delta J} + \eta J_U \dot{\sigma} = \frac{\varepsilon}{\delta J} + \eta \dot{\varepsilon}$$

$$\text{Ainsi : } \frac{\sigma}{\delta J} [J_R - J_U + J_U] + \eta J_U \dot{\sigma} = \frac{\varepsilon}{\delta J} + \eta \dot{\varepsilon}$$

$$\sigma J_R + \tau J_U \dot{\sigma} = \varepsilon + \tau \dot{\varepsilon} \quad (\text{I.9})$$

$$\sigma J_R + \tau J_U \dot{\sigma} = \varepsilon + \tau \dot{\varepsilon}$$

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = \frac{1}{J_R} (\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon})$$

L'état d'un solide viscoélastique de Zener peut alors être défini par trois constantes indépendantes :  $\tau_\varepsilon$  ;  $\tau_\sigma$  ;  $M_R$  et son équation dynamique est de la forme :

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = M_R (\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon}) \quad (\text{I.10})$$

Avec :

$\tau_\varepsilon = \tau_\sigma (J_U / J_R)$  ; Appelé temps de relaxation sous déformation constante.

$\tau_\sigma = \eta \delta J$  ; Appelé temps de relaxation sous contrainte constante.

$M_R$ , Le module relaxé.

A contrainte imposé :  $\sigma = \sigma_0$  d'où :  $\dot{\sigma} = 0$  à  $t > 0$ ,

$\varepsilon = \varepsilon_0 = \sigma_0 J_U \Leftrightarrow J_U = \frac{\varepsilon_0}{\sigma_0}$  à  $t = 0$  (figure (I-2) a)

L'équation (I.10) devient :

$$\sigma_0 J_R = \varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon} \Leftrightarrow - \frac{d\varepsilon}{\sigma_0 J_R - \varepsilon} = \frac{1}{\tau_\sigma} dt$$

Après intégration on obtient :

$$\ln\left(\frac{\sigma_0 J_R - \varepsilon}{\sigma_0 J_R - \varepsilon_0}\right) = \frac{1}{\tau_\sigma}$$

$$\Leftrightarrow \frac{\varepsilon_0}{J_R} - \sigma = \left(\frac{\varepsilon_0}{J_R} - \sigma\right) \exp \exp\left(-\frac{t}{\tau_\varepsilon}\right)$$

$$\text{D'où : } \sigma(t) = \varepsilon_0 \left[ M_R + (M_u - M_R) \exp\left(-\frac{t}{\tau_\varepsilon}\right) \right] \quad (\text{I.11})$$

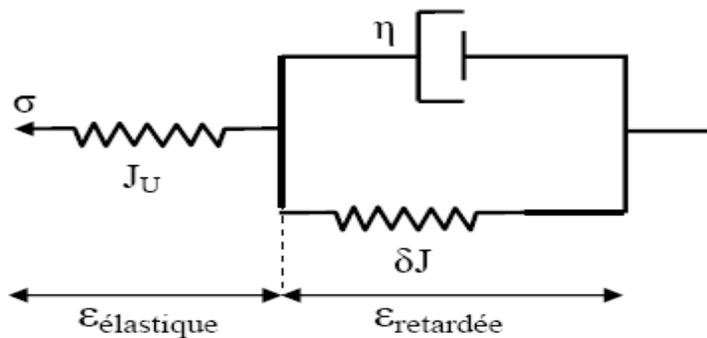
Avec :  $r(t) = M_R + (M_u - M_R) \exp\left(-\frac{t}{\tau_\varepsilon}\right)$  : la fonction de relaxation.

Ainsi :

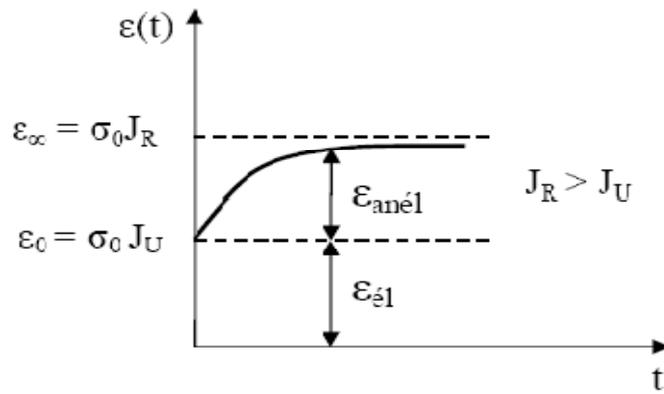
$$r(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0}$$

Quand  $t \rightarrow \infty$ .

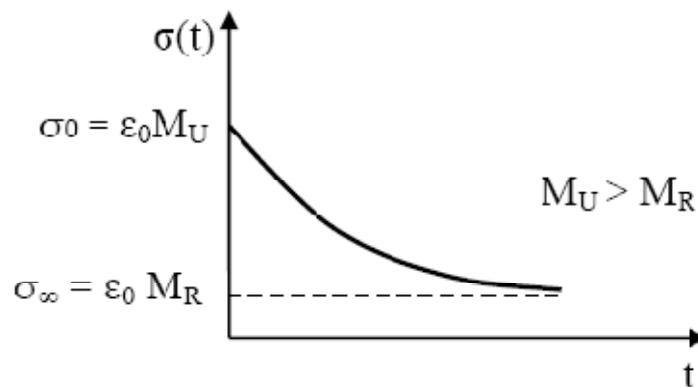
$$\sigma_\infty = \varepsilon_0 M_R \Leftrightarrow M_R = \frac{\sigma_\infty}{\varepsilon_0} \quad (\text{I.12})$$



**Figure I-14**-Contribution de la cellule de Voigt-Kelvin et du solide de Hooke dans la déformation totale à contrainte imposée.



a- Déformation instantanée et trainage élastique à contrainte imposée.



b- Relaxation de la contrainte à déformation imposée.

**Figure I-15-** Réponses du solide linéaire standard de Zener.

Ainsi le solide linéaire standard de Zener s'accorde parfaitement avec la définition d'un solide anélastique.

$$\begin{cases} \frac{\tau_\sigma - \tau_\varepsilon}{\tau_\varepsilon} = \frac{\tau_\sigma \left(1 - \frac{J_U}{J_R}\right)}{\tau_\varepsilon} = \frac{\tau_\sigma}{\tau_\varepsilon} \left(\frac{J_R - J_U}{J_R}\right) & \text{avec: } \frac{\tau_\sigma}{\tau_\varepsilon} = \frac{J_R}{J_U} \\ \frac{\tau_\sigma - \tau_\varepsilon}{\tau_\varepsilon} = \frac{J_R - J_U}{J_U} = M_U \left(\frac{M_U - M_R}{M_R M_U}\right) = \frac{M_U - M_R}{M_R} \end{cases}$$

Avec :  $M_U > M_R, J_R > J_U$ , donc  $\tau_\sigma > \tau_\varepsilon$ .

L'abaissement de module  $M_U - M_R$  est appelé effet de module et le rapport  $\Delta$  représente l'intensité de relaxation.

$$\Delta = \frac{M_U - M_R}{M_R} = \frac{J_R - J_U}{J_U} = \frac{\tau_\sigma - \tau_\varepsilon}{\tau_\varepsilon} \quad (I.13)$$

## ***I-5- Phénoménologie du frottement intérieur :***

### ***I-5-1- Introduction :***

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

Le frottement intérieur est une des meilleures méthodes expérimentales sensibles au changement de la microstructure ; elle est basée sur le fait que des oscillations produites artificiellement dans le corps solide, sont amorties avec le temps; l'énergie élastique des oscillations est dissipée en se transformant en énergie thermique [8]. Les différents mécanismes de transformation de l'énergie élastique en chaleur sont rassemblés sous l'appellation générale de Frottement Intérieur (F.I.).

L'aptitude des matériaux à dissiper l'énergie des oscillations élastiques sans accumulation de défauts de structure et sans rupture lors de leur exploitation (par

exemple, dans les pales des turbines des centrales électriques, les parois des tubes de transport,...etc.), peut être contrôlée par la méthode du F.I, aussi bien dans des conditions industrielles que dans celles du laboratoire.

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

$$\Psi = 2\delta = \frac{\Delta W}{W} \quad (\text{I.14})$$

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

#### ***I-5-2- Définition :***

Le frottement intérieur est une mesure relative de l'énergie mécanique dissipée au sein d'un solide soumis à des sollicitations périodiques de faible amplitude ; cette énergie peut être mise en évidence de deux façons :

- Par amortissement des oscillations libres.
- Par oscillations forcées.

Les mécanismes élémentaires pouvant être à l'origine de ce phénomène sont de deux types : Les effets d'hystérésis peu dépendant de la fréquence mais dépendant fortement de l'amplitude de vibration et les effets de relaxation donnant lieu à des "Pics" d'amortissement dépendant de la fréquence de sollicitation.

Si la déformation imposée est une déformation sinusoïdale (figure I-16-a) de pulsation  $\omega$  et d'amplitude  $\varepsilon_0$  notée :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin \omega t \quad (\text{I.15})$$

Pour un matériau purement élastique:  $\sigma = E\varepsilon$

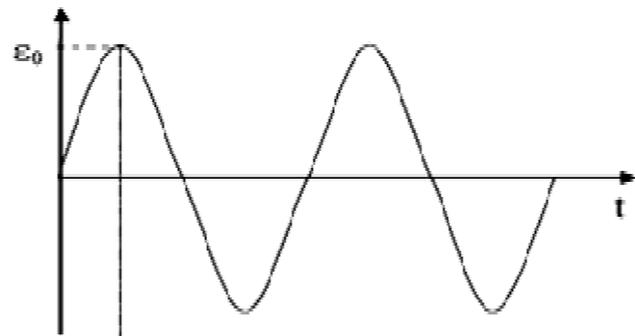
La contrainte résultante est aussi sinusoïdale (figure I-16-b), de même fréquence et en phase avec la déformation :  $\sigma = E\varepsilon_0 \sin \omega t$  (I.16)

Si le matériau a un comportement purement visqueux :  $\sigma = \eta \left( \frac{d\varepsilon}{dt} \right)$

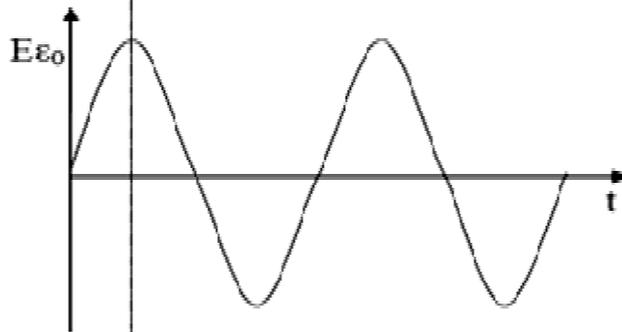
Avec  $\eta$  viscosité dynamique, la contrainte résultante est aussi sinusoïdale et de même fréquence (figure I-16-c), mais elle est en quadrature de phase avec la déformation :

$$\sigma = \eta \omega \varepsilon_0 \sin \left( \omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (1.17)$$

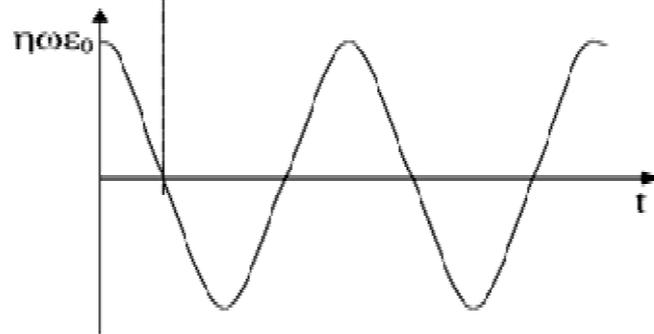
a- déformation imposée.



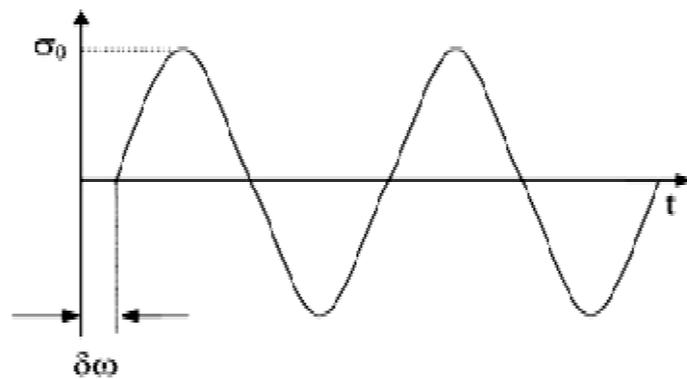
b- réponse d'un matériau purement élastique.



c- réponse d'un matériau purement visqueux.



d- réponse d'un matériau purement viscoélastique.

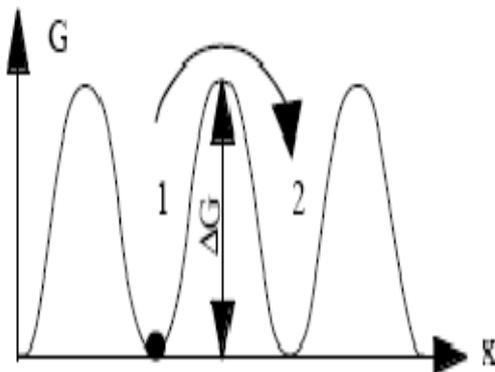


**Figure I-16-** Réponse d'un matériau à une déformation imposée suivant sa nature.

Dans le cas qui nous intéresse, celui d'un matériau viscoélastique (figure I-16-d) la contrainte présente un déphasage compris entre 0 et  $\frac{\pi}{2}$  noté  $\varphi$  (angle de perte) [7].

### ***I-5-3- Origine physique de frottement intérieur:***

Tous les atomes d'un cristal (parfait ou imparfait) sont piégés sur des sites énergétiquement favorables: ils sont dans des puits de potentiel (cf. figure I-17). Pour faire diffuser un atome, c'est à dire le faire passer d'un puits de potentiel à un autre, il faut lui fournir l'énergie nécessaire pour vaincre la barrière de potentiel  $\Delta G$ . Deux contributions vont s'ajouter: la force externe fournie par l'expérimentateur et l'énergie thermique.



**Figure I-17-**Représentation schématique de la distribution d'énergie libre  $G$  dans un cristal. L'atome situé en 1 doit franchir la barrière énergétique  $\Delta G$  pour passer en 2.

L'effet de l'énergie thermique peut-être mis en évidence par l'exemple de la diffusion: Les atomes ne sont pas fixes mais vibrent au fond de leur puits de potentiel avec une certaine fréquence et une amplitude dépendant de la température (amplitude nulle à  $T = 0$  °K). Cette amplitude n'est pas identique pour tous les atomes, mais elle est distribuée selon la statistique de Boltzmann. A chaque température différente de zéro, il y a donc une probabilité non nulle que certains atomes aient la possibilité de

diffuser; cette probabilité augmente avec la température. Ce phénomène de diffusion est un exemple de phénomène thermiquement activé.

Dans le cas du mécanisme de Snoek, les atomes doivent diffuser pour réorienter le dipôle élastique, il sera donc thermiquement activé. Ceci signifie que le temps de relaxation du pic de Snoek va varier avec la température, puisque les atomes auront plus de facilité à migrer d'un site à l'autre à haute température qu'à basse température.

Il faut remarquer que tous les mécanismes ayant lieu dans un cristal ne sont pas tous thermiquement activés, même lorsqu'ils dépendent de la température. Nous pouvons citer deux exemples typiques de mécanismes dépendants de la température et non activés thermiquement :

- \* Le pic de frottement intérieur relatif à la transition de phase martensitique – austénitique.
- \* Le pic de frottement intérieur relatif à la précipitation.

#### ***I-5-4- Approche Thermodynamique du Frottement Intérieur :***

Outre les approches phénoménologiques et rhéologiques de l'anélasticité et du frottement intérieur, on peut également aboutir au comportement des matériaux en ne se basant que sur des principes thermodynamique et en appliquant la statistique de Boltzmann. Ces approches sont strictement équivalentes, chacune permettant de confirmer les autres.

Le changement de la structure interne du solide (déplacement de défauts) dû à l'anélasticité peut-être formalisé par l'introduction d'une variable abstraite  $\xi$  décrivant l'état interne du solide, l'énergie libre du solide est alors une fonction de  $\xi$ .

L'énergie libre d'un cristal par unité de volume est alors fonction de trois variables:

La température  $T$ , la contrainte  $\sigma$  et  $\xi$ :  $g = g(T, \sigma, \xi)$ .

La contrainte  $\sigma$  et la déformation  $\varepsilon$  sont reliées directement pour la déformation élastique (via le module de Young  $E$ ) et par la variable  $\xi$  pour la déformation anélastique.

La relaxation anélastique est l'évolution vers l'équilibre du système, c'est-à-dire la modification des variables internes vers de nouvelles valeurs d'équilibre. Cette évolution nécessitant du temps, cela explique la non-instantanéité de la déformation anélastique.

L'énergie libre du système pour un état d'équilibre donné :

$$dg = \left( \frac{\partial g}{\partial T} \right)_{\sigma, \xi} dT + \left( \frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} d\sigma + \left( \frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{\sigma, T} d\xi \quad (\text{I.18})$$

ou encore

$$dg = -SdT - \varepsilon d\sigma - Ad\xi. \quad (\text{I.19})$$

avec :

$$\varepsilon = - \left( \frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} = \text{déformation} = \text{variable conjuguée de } \sigma. \quad (\text{I.20})$$

$$S = - \left( \frac{\partial g}{\partial T} \right)_{\sigma, \xi} = \text{entropie} = \text{variable conjuguée de } T. \quad (\text{I.21})$$

$$A = - \left( \frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{\sigma, T} = \text{affinité} = \text{variable conjuguée de } \xi. \quad (\text{I.22})$$

Prenons comme état d'équilibre de référence le choix  $T = T_0, \sigma = 0$  et  $\xi = 0$ .

On peut alors développer  $g(T, \sigma, \xi)$  autour de la position d'équilibre  $g(T_0, \sigma, \xi)$ .

Dans des conditions isothermes, on obtient:

$$g(T, \sigma, \xi) = g(T_0, \sigma, \xi) - \frac{1}{2} J_u \sigma^2 - \kappa \sigma \xi - \frac{1}{2} \beta \xi^2 \quad (\text{I.23})$$

où  $J_u, \kappa, \beta$  sont les dérivées secondes de  $g$  par rapport à  $\sigma$  et  $\xi$ .

La relation (I.23) est obtenue après un développement limité au second ordre sachant que les premières dérivées s'annulent à l'équilibre.

Les relations suivantes sont obtenues à partir de (I.23), de (I.20) et de (I.22) :

$$\varepsilon = - \left. \frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} = J_u \sigma + \kappa \xi \quad (\text{I.24})$$

$$A = - \left. \frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{\sigma, T} = \kappa \sigma - \beta \xi \quad (\text{I.25})$$

On remarque immédiatement que :  $\varepsilon = 0$  si  $\sigma = 0$  et  $\xi = 0$

$\kappa \xi$  = déformation anélastique.

Nouvel état d'équilibre induit par une modification d'une variable (T,  $\sigma$ ,  $\xi$ ).

En appliquant une contrainte  $\sigma = \sigma_0$  (= constante) au matériau, le nouvel état d'équilibre sera atteint lorsque  $dg = 0$ , ce qui implique  $A = 0$ , vu que  $T = T_0$  et  $\sigma = \sigma_0$ .

La valeur d'équilibre  $\langle \xi \rangle$  de la variable interne sera :

$$\langle \xi \rangle = \frac{\kappa}{\beta} \sigma = \alpha \sigma \quad (\text{I.26})$$

En introduisant (I.26) dans (I.25), la relation devient :

$$A = - \beta (\xi - \langle \xi \rangle) \quad (\text{I.27})$$

L'affinité A est donc la force motrice vers l'équilibre.

Dans l'évolution vers l'équilibre de la thermodynamique des processus irréversibles, la variation d'une variable est proportionnelle à sa variable conjuguée :

( $\dot{\xi} = M A$ ). En l'introduisant dans (I.27), on obtient:

$$\dot{\xi} = -M \beta (\xi - \langle \xi \rangle) \quad (\text{I.28})$$

$M \beta$  a la dimension de l'inverse d'un temps, en posant:

$$M \beta = 1 / \tau \quad (\text{I.29})$$

Il vient:

$$\tau \dot{\xi} + \xi = \alpha \sigma \quad (\text{I.30})$$

Cette relation représente l'équation d'un phénomène de relaxation avec un temps caractéristique  $\tau$ .

Ainsi de (I.20), il vient:

$$\xi = \frac{\varepsilon - J_u \sigma}{\kappa} \quad (\text{I.31})$$

En utilisant (I.30) :

$$\tau \left( \frac{\dot{\varepsilon} - J_u \dot{\sigma}}{\kappa} \right) + \frac{\varepsilon - J_u \sigma}{\kappa} = \alpha \sigma \quad (\text{I.32})$$

ou encore

$$\varepsilon + \tau \dot{\varepsilon} = \tau J_u \dot{\sigma} + J_R \sigma \quad (\text{I.33})$$

L'équation (I.33) est l'équation du solide linéaire idéal avec  $J_R = J_u + \kappa \alpha$ , c'est-à-dire

$$\delta J = J_R - J_u = \kappa \alpha \quad (\text{I.34})$$

#### ***I-5-5- Description du frottement intérieur:***

La méthode de mesure de la déformation anélastique suggérée par la figure I-15 est très difficile à appliquer. En effet, pour une déformation élastique d'environ  $10^{-6}$ , il est nécessaire de mesurer des déformations anélastiques de l'ordre de  $10^{-9}$  à  $10^{-8}$  afin de pouvoir détecter des phénomènes de relaxation anélastique dans les métaux. Pour ce faire, des méthodes dynamiques sont en général utilisées.

Lorsqu'une contrainte cyclique est appliquée à l'échantillon:

$$\sigma = \sigma_0 \exp i \omega t \quad (\text{I.35})$$

La linéarité de la relation entre la contrainte et la déformation assure que la déformation résultante est aussi périodique et possède la même fréquence:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \exp(i\omega t - \varphi) \quad (\text{I.36})$$

où  $\varphi$  est le déphasage entre la contrainte et la déformation due à l'anélasticité du matériau.

En introduisant ces deux termes dans (I.31), l'équation suivante est obtenue:

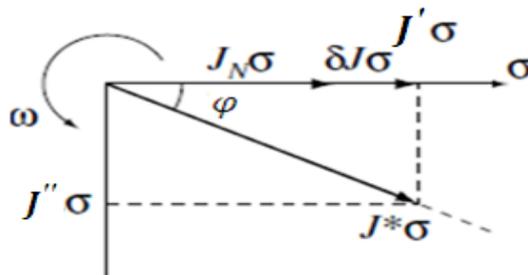
$$\varepsilon = J^*(\omega) \cdot \sigma = \left[ J'(\omega) - iJ''(\omega) \right] \sigma \quad (\text{I.37})$$

où  $J'(\omega)$  et  $J''(\omega)$  sont respectivement la partie réelle et la partie imaginaire de la complaisance complexe  $J^*(\omega)$ .

La réponse dynamique des matériaux est définie dans le modèle de Zener par les équations :

$$J' = J_N + \frac{J_R - J_u}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad \text{et} \quad J'' = (J_R - J_u) \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (\text{I.38})$$

La déformation totale peut être représentée dans le plan complexe par un vecteur tournant (figure I-18).



**Figure I-18** : Diagramme vectoriel dans le plan complexe montrant la relation de phase entre la contrainte, la déformation et la complaisance complexe. Le diagramme tourne autour de son origine à une fréquence angulaire  $\omega$ .

Donc le frottement intérieur  $FI$  dans un matériau est une mesure de l'énergie dissipée dans le matériau sous forme de chaleur au cours d'un cycle de déformation  $\Delta Q_{dis}$  par rapport à l'énergie élastique maximale emmagasinée  $W_{max}^{el}$ :

$$FI = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta Q_{dis}}{W_{max}^{el}} \quad (I.39)$$

Le frottement intérieur, qui est en fait la capacité d'amortissement des vibrations dans un matériau, s'écrit aussi souvent comme l'inverse du facteur qualité  $Q$ .

Il est possible de montrer que dans le cas schématisé sur la figure I-20, le frottement intérieur s'exprime de la manière suivante [9]:

$$FI = \tan(\varphi) = \frac{J''}{J'} \quad (I.40)$$

Le frottement intérieur est ainsi directement rattaché au déphasage entre la contrainte et la déformation. L'introduction de (I-36) dans (I-38), en considérant que  $J_R - J_u \ll J_u$ , donne:

$$FI = \Delta \frac{\omega\tau}{1+\omega^2\tau^2} \quad \text{et} \quad \frac{\delta J}{J} = \frac{J'(\omega) - J_u}{J_u} = \Delta \frac{1}{1+\omega^2\tau^2} \quad (I.41)$$

Les courbes équivalentes à ces deux équations sont représentées sur la figure I-19.

Le terme  $\left| \frac{\delta J}{J} \right| = \left| \frac{\Delta E}{E} \right|$  correspond à la variation du module dynamique en valeur absolue.

L'expression de  $FI$  possède un maximum en  $\omega_p \tau_p = 1$ . Ce pic fournit les paramètres  $\Delta$  (hauteur du pic) et  $\tau$  (position du pic) de la relaxation anélastique.

Une mesure effectuée en fonction de la fréquence angulaire  $\omega$  avec  $\tau$  constant permet ainsi d'obtenir les paramètres de la relaxation. Dans le cas où le processus de relaxation est thermiquement activé, le temps de relaxation  $\tau$  varie exponentiellement avec la température  $T$ :

$$\tau(T) = \tau_0 \exp \frac{E_{act}}{KT} \quad (I.42)$$

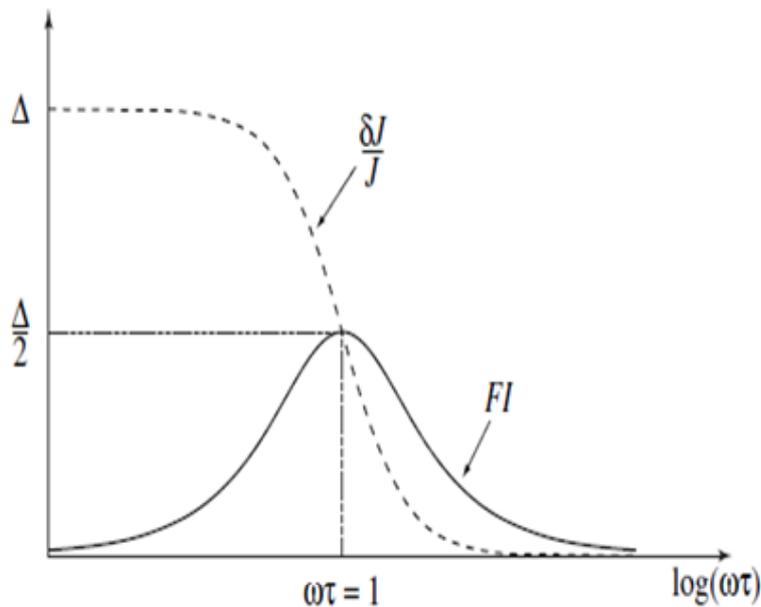
où  $E_{act}$  est l'énergie d'activation du phénomène,  $k$  la constante de Boltzmann et  $\tau_0$  un temps de relaxation limite. Cette dernière équation démontre qu'il est possible d'effectuer des mesures en fonction de la température à une fréquence angulaire  $\omega_P$  constante. Le maximum du pic se trouve alors à une température  $T_P$  définie par:

$$\omega_P \tau_0 \exp\left(\frac{E_{act}}{KT_P}\right) = 1 \quad (I.43)$$

Il existe ainsi deux manières de mesurer  $FI$ :

- i) en condition isotherme, en faisant varier la fréquence;
- ii) à fréquence constante, en faisant varier la température.

Dans les deux cas, l'équation (I.43) permet de déterminer l'énergie d'activation  $E_{act}$  du mécanisme de relaxation et son temps de relaxation limite  $\tau_0$ .



**Figure I-19** : Pic de Debye et variation du module associée.

Toutes les équations précédentes décrivent un mécanisme de relaxation unique. Lorsque plusieurs mécanismes indépendants, caractérisés par les temps de relaxation  $\tau_i$  et les amplitudes  $\Delta_i$ , sont activés, il est possible d'utiliser le principe de superposition:

$$FI = \sum_i \Delta_i \frac{\omega \tau_i}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \quad (\text{I.44})$$

$$\frac{\Delta E}{E} = \sum_i \Delta_i \frac{\omega \tau_i}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \quad (\text{I.45})$$

Il existe aussi de nombreux cas où le temps de relaxation ne peut être considéré comme un seul paramètre. Il est souvent nécessaire de définir un spectre de temps de relaxation caractérisant un mécanisme. Une distribution de temps de relaxation doit alors être introduite. Fuoss et Kirkwood [10] ont proposé une distribution empirique pour des processus de relaxation diélectriques. Ils ont proposé une expression de la constante diélectrique, qui est l'analogue de  $J''$ .de la forme:

$$J''(x) = J''(x_0) \operatorname{sech}[\alpha(x - x_0)], \quad 0 < \alpha \leq 1 \quad (\text{I.46})$$

Et  $x_0 = -\ln(\tau_m)$  ou  $\tau_m^{-1}$  est la valeur de la fréquence du pic. Cette expression est une simple généralisation du solide anélastique standard. Elle permet d'écrire le frottement intérieur d'une manière assez simple, très proche de la formulation d'un pic de Debye pur (éq. (I.41)) en substituant  $x = \ln(\omega\tau)$ :

$$FI = \Delta \frac{\omega \tau^\alpha}{(1 + \omega^2 \tau^2)^\alpha}, \quad 0 < \alpha \leq 1 \quad (\text{I.47})$$

Le paramètre  $\alpha$  intervient donc comme un paramètre d'élargissement. Dans le cas où  $\alpha = 1$ , la formule (I.47) devient identique à la formule (I.41) et correspond ainsi à un pic de Debye pur. Lorsque  $\alpha < 1$ , le pic décrit par l'équation (I.47) subit un élargissement par rapport à un pic de Debye.

L'interprétation de l'existence d'un tel pic est la suivante :

- 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.

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 autre que la contrainte.

Celle-ci, en plus de produire la déformation  $\varepsilon_{el}$ , modifie la valeur d'au moins une de ces variables; le retour du système vers un nouvel état d'équilibre entraîne alors la déformation  $\varepsilon_{anel}$ .

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.

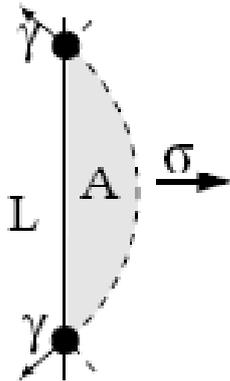
#### ***I-5-5-1- Frottement intérieur lié à une dislocation ancrée :***

Les dislocations étant des défauts de structure, une énergie leur est associée. Ceci a pour effet que les dislocations tendent à minimiser leur longueur. Il apparaît une force généralisée, appelée tension de ligne et notée  $\gamma$ . On peut donc assimiler la dislocation à une corde élastique. Dans le cas de faibles contraintes, les dislocations peuvent rester bloquées sur d'autres défauts (sites d'ancrage fort, comme un précipité, un interstitiel avec un faible coefficient de diffusion, une autre dislocation non-glissile,...) et voir ainsi leur mouvement limité à de faibles déplacements.

La dislocation va donc s'arquer, ce qui génère une déformation anélastique du cristal. Dans le cas où la contrainte est relâchée, la dislocation revient à sa position d'équilibre sous l'effet de la tension de ligne afin de minimiser sa longueur. Ce mouvement est l'un des mécanismes responsables de l'anélasticité des métaux. Dans le cas d'une contrainte cyclique, ce mouvement de dislocations va dissiper de l'énergie [11] (travail des forces agissant sur la dislocation) et générer un déphasage entre la contrainte et la déformation. Cette dissipation est appelée "frottement intérieur". La mesure du déphasage entre contrainte et excitation permet de déterminer le frottement

intérieur. Le frottement intérieur est donc une mesure des propriétés d'amortissement du matériau.

On remarquera que les mêmes défauts peuvent causer soit de la plasticité, soit de l'anélasticité selon les conditions de contrainte. La connaissance des mécanismes anélastiques peut donc aider à comprendre la plasticité.



**Figure I-20-**Mouvement d'une dislocation ancrée. La position d'équilibre en l'absence de contrainte est en trait plein et la position d'équilibre avec contrainte est en pointillé. Le segment de longueur L parcourt l'aire A sous l'effet d'une contrainte  $\sigma$  non nulle. La tension de ligne  $\gamma$  est la force motrice qui ramène la dislocation vers sa position d'équilibre (trait plein).

#### ***I-5-5-2- Mécanismes thermiquement activés :***

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

$$\tau = \tau_0 \exp \frac{H}{KT} \quad (\text{I.48})$$

avec :

$\tau_0$  (s) : temps de relaxation limite.

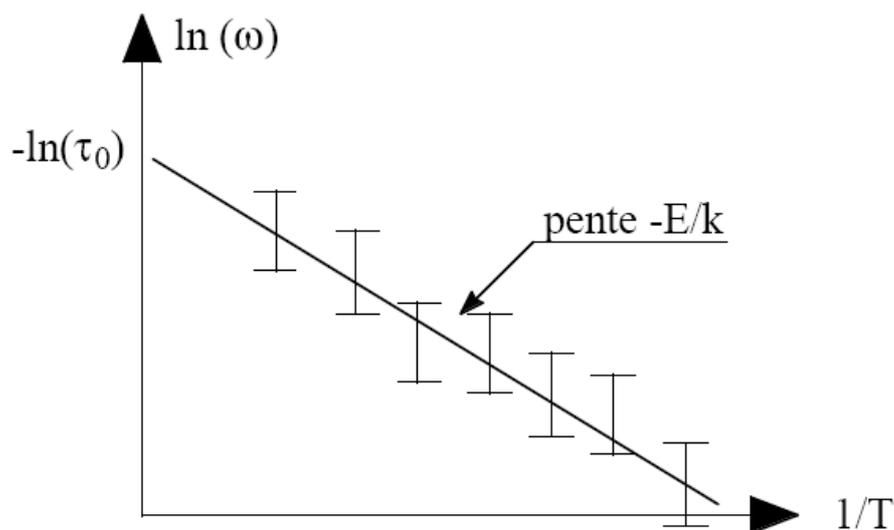
H (eV où en KJ / mole) : énergie d'activation du mécanisme.

T (K) : température absolue.

$K = 1.380658 \times 10^{-23} \text{ Jk}^{-1}$  (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  $H$  et dont l'ordonnée à l'origine permet de déterminer  $\tau_0$ . Cette droite est tracée à partir des couples  $(N_p, T_p)$ ,  $N_p$  et  $T_p$  correspondent 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-I-21-** Courbe d'Arrhénius.  $\ln(\omega)$  est reporté 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).

Dans le cas de mécanismes simples à temps de relaxation unique, on peut également déterminer l'énergie d'activation par la mesure de la largeur du pic à mi-hauteur.

Remarquons pour cela que :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{1}{2 \cosh \left( \frac{E}{K_B} \left( \frac{1}{T_p} - \frac{1}{T} \right) \right)}$$

La hauteur maximale du pic est  $\Delta/2$ . Donc, à mi-hauteur, par définition,

$$Q^{-1} = \Delta/4$$

Les deux solutions  $T_1$  et  $T_2$  de  $Q^{-1} = \Delta/4$  permettent de mesurer  $E'$ , l'énergie d'activation du mécanisme.

$$E' = \frac{2.633 K_B}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}}$$

Dans le cas où le pic n'est pas de Debye, on a :  $E' < E$

La comparaison de  $E$  et de  $E'$  aide à remonter au type de phénomène mis en jeu.

### ***I-5-5-3- 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.

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 de temps de relaxation normalisée.

Ainsi Nowick et Berry [6] 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 (Martinez-Vega et Rivière [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.

#### ***I-5-6- Fond continu de haute température :***

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.

Les études qui ont été consacrées à ce fond continu (Friedel [13], Woïrgard[14]) aboutissent à une loi de variation de la forme:

$$Q_F^{-1} = \frac{A}{RT} \exp\left(\frac{-H_F}{RT}\right) \quad (I.49)$$

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. [15] qui considère que le fond continu représente le pied d'un pic élargi situé à très haute température ou à très basse fréquence dont l'expression est :

$$Q_F^{-1} = \frac{1}{\omega^n} \exp\left(\frac{nH_V}{RT}\right) \quad (I.50)$$

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

Ce pic a été mis en évidence par Gerland [16], puis récemment par Rivière [33] et ce grâce à des essais isothermes de très basse fréquence.

### ***I-5-7- Causes de la relaxation dans les métaux et alliages métalliques :***

Les phénomènes de relaxation ne se limitant pas uniquement aux matériaux polycristallins ( Kê [17]), Woïrgard [14] montra la présence sur des monocristaux de pics ayant des caractéristiques identiques à ceux observés sur des polycristaux et attribua donc les pics de haute température à des mouvements de dislocations.

De nombreux mécanismes ont été associés à des pics de frottement interne dans les matériaux. On peut citer :

- L'effet thermoélastique ;
- La relaxation des joints de grains
- La relaxation due à la présence de défauts ponctuels simples :
  - a) Réarrangement des atomes interstitiels dans les métaux cubiques centrés (Pic de Snoek) [18].
  - b) Réarrangement des atomes interstitiels dans les alliages cubiques à faces centrées.
  - c) Frottement interne dû aux interstitiels dans les métaux cubiques à faces centrées.
  - d) Réorientations des paires de défauts ponctuels :
  - e) Pic de Zener (substitutionnels).
  - f) Relaxation des lacunes et des bilacunes.
  - g) Relaxation des bi-interstitiels.
  - h) Relaxation des paires d'atomes substitutionnels et interstitiels.
  - i) La relaxation des dislocations.

#### ***I-5-7-1- Effet thermoélastique :***

L'effet thermoélastique est une cause universelle de relaxation dans les métaux. Il est dû à l'établissement d'un gradient de température entre les zones d'un échantillon soumis à des déformations inhomogènes.

### ***I-5-7-2- La relaxation des joints de grains :***

Dans les métaux polycristallins, les faibles tensions de cisaillement entraînent une dissipation d'énergie de type visqueux aux joints de grains par suite de la relative mobilité des joints de grains, ce phénomène de relaxation a été mis en évidence par Kê pour la première fois en 1947 [17].

### ***I-5-7-3- La relaxation dû à la présence de défauts ponctuels :***

Ces phénomènes sont dus à la diffusion et à la remise en ordre des atomes d'impuretés dans le cristal.

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.

**a) Pic de Snoek :** (Réarrangement des atomes interstitiels dans les métaux CC).

Ce phénomène apparaît en général dans les métaux CC contenant des atomes interstitiels en solution. Snoek [18] l'étudia pour la première fois dans le fer contenant une faible teneur de carbone et d'azote.

Les résultats obtenus et la théorie développée s'appliquent aussi à des solutions de carbone, d'azote et d'oxygène dans d'autres mailles CC tels que le Vanadium, le tantale ou le niobium.

**b) Réarrangement des atomes interstitiels dans les alliages CFC.**

Dans un CFC, l'interstitiel simple se place dans les sites  $(1/2, 1/2, 1/2)$ , le plus grand espace libre de la maille et provoque une distorsion de symétrie cubique qui ne peut pas donner lieu à un phénomène de relaxation. Pourtant différents chercheurs ont mis en évidence des pics d'amortissement dans des aciers austénitiques. En effet dans les alliages composés d'atomes métalliques de différentes tailles, les atomes de carbones interstitiels provoquent des déformations non cubiques dans leur voisinage. Il a été remarqué qu'à pourcentage égal en carbone, l'effet de relaxation dans de tels

alliages est beaucoup plus faible que l'effet Snoek, ceci s'explique par le fait que les sites octaédriques de ses alliages s'écartent moins de la symétrie cubique que ceux du Fer  $\alpha$ .

c) Frottement interne du aux interstitiels dans les métaux CFC.

Les calculs effectués par Huntington [19], ont montrés que les sites  $(1/2, 1/2, 1/2)$  d'un CFC ne sont pas stables c'est-à-dire que l'interstitiel et l'un des atomes du réseau forment un doublet, une telle configuration présente une symétrie de type tétragonal  $\langle 100 \rangle$  d'où le phénomène de relaxation par réorientation sous l'action d'une contrainte.

Il est à noter que les résultats aussi bien théoriques qu'expérimentaux obtenus par différents chercheurs sont en désaccord.

#### ***1-5-7-4- Réorientations des paires de défauts ponctuels :***

Les paires de défauts ponctuels telles que, deux atomes substitutionnels occupant des sites voisins, deux lacunes, un atome substitutionnel avec une lacune ou avec un interstitiel peuvent être à l'origine de frottement intérieur.

a) Le pic de Zener :

Une paire d'atomes substitutionnels dans un métal CFC provoque une déformation tétragonale de son voisinage.

Si les atomes de la paire sont plus gros que ceux du réseau cristallin, les axes préférentiels de réorientation sont ceux qui diffèrent le moins de la direction de sollicitation : si l'effort est appliqué suivant par exemple  $[111]$ , les directions préférentielles seront :  $[011]$ ,  $[101]$ ,  $[110]$ .

Si les atomes de la paire sont plus petits que ceux du réseau, les directions préférentielles de réorientation seront perpendiculaires à la direction de sollicitation.

Ce type de relaxation, appelé effet de Zener, a été observé pour la première fois par Zener sur un échantillon monocristallin de laiton  $\alpha$  à 30% de Zinc (1943).

L'amortissement est proportionnel au nombre de paires susceptibles de se réorienter.

Cette proportionnalité a été vérifiée par Nowick [20] sur les alliages Al-Zn de diverses compositions.

L'intensité de relaxation est alors proportionnelle au carré de la concentration. Des études récentes (Belhas et al [21] et Rivière et al. [22]) 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.

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

Autre que la théorie de Zener [23], il existe celle de LeClaire et Lomer [24] et de Nowick et Seraphin [25]. Dans tous les cas, il semble que la réorientation s'effectue par saut de lacunes.

#### **b) Relaxation des lacunes et des bilacunes :**

Dans certains alliages dilués, les lacunes sont attirées par les atomes en solution et il s'établit un équilibre entre lacunes, atomes en solution et paires atome-lacune en solution.

Selon Eikum et Thomas [26] les lacunes en sursaturation après trempe sont d'abord piégées par les atomes de soluté isolés ou en amas puis s'échappent par activation thermique.

#### **c) Relaxation des bi-interstitiels :**

L'énergie de liaison des paires provient de l'interaction élastique (Zener), en effet lorsqu'un atome interstitiel se place dans un site octaédrique d'une maille CC, le réseau se déforme élastiquement dans son voisinage, pour certains sites la plus courte distance entre deux atomes métalliques peut soit augmenter soit diminuer légèrement.

Ainsi il faudra donc moins d'énergie de déformation pour placer le deuxième interstitiel dans un site allongé que dans un autre.

**d) Relaxation des paires d'atomes substitutionnels et interstitiels :**

Les études menées sur différents alliages contenant des atomes aussi bien substitutionnels qu'interstitiels associent généralement les pics observés à l'interaction de ces deux types d'atomes.

***I-5-7-5- La relaxation des dislocations :***

Les mesures d'amortissement sur les métaux, en particulier les métaux purs, sont très sensibles aux traitements thermomécaniques (écrouissage et recuits), ce qui indique que les dislocations contribuent au frottement interne.

Parmi les mécanismes de relaxation mis en évidence et liés aux dislocations, un pic de basse température, observé pour la première fois par Bordoni [27] (dans des métaux CFC) est associé au mouvement des dislocations parallèlement aux plans denses par déplacement des décrochements. Sous l'action de très faibles contraintes, les dislocations se déplacent par mouvement des décrochements déjà présents et par la formation de nouvelles paires de décrochements. Le frottement interne est maximum lorsque la fréquence de la contrainte appliquée est égale à la fréquence de formation des décrochements.

Seeger et al. [28] ont proposé une analyse qui s'appuie sur l'hypothèse que la relaxation repose sur des propriétés intrinsèques des dislocations, ils partent d'une dislocation parallèle à l'une des directions cristallines les plus denses. Un calcul

approché suppose que la fréquence de formation des paires de décrochements suit la formule d'Arrhenius :

$$\nu = \nu_0 \exp\left(\frac{-H}{KT}\right)$$

$\nu_0$  : représente le nombre de fois par seconde ou la dislocation est dans une position favorable à la formation d'un décrochement (fréquence d'oscillation de la dislocation dans le puit de Peierls). Cette équation ne demeure en fait applicable qu'aux mouvements d'atomes isolés alors que la formation de décrochements fait intervenir de très nombreux atomes. Ainsi, Seeger et al. [28] établissent une théorie plus élaborée en accord avec l'expérience. Ils trouvent une énergie d'activation pratiquement indépendante de l'amplitude des vibrations

De nombreux auteurs font intervenir l'interaction entre les dislocations et les défauts ponctuels qui peuvent créer des obstacles au mouvement des dislocations s'ils se trouvent à courte distance ou même les ancrer, diminuant ainsi l'amplitude de leurs mouvements. Le point d'ancrage exerce une force de la forme :  $E_{dd} / b$ ,  $E_{dd}$  étant l'énergie d'interaction défaut- dislocation et  $b$  le vecteur de Burgers de la dislocation.

A haute température [ $T > 0.3 T_F$  ( $T_F$  température de fusion)], plusieurs pics liés à des mécanismes de relaxation au sien d'empilement de dislocations ont été mis en évidence (Woïrgard [29], Belhas [30] Rivière et Gadaud [31], Rivière [33], Belamri [32]), 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.

#### ***I-4-8- Modèles théoriques :***

Depuis le modèle de Kê (1947), attribuant le frottement intérieur de haute température au relâchement des contraintes de cisaillement dans les joints de grains, plusieurs modèles ont été proposés. Les plus anciens font intervenir les joints de grains

et les plus récents, les mouvements des dislocations soit intergranulaires ou intragranulaires. Une description complète et détaillée de ces modèles a été exposée par Rivière [33].

Dans le cadre de cette étude, nous nous contenterons du modèle sur le mouvement des dislocations dans le cas d'alliages de structure CFC.

#### ***I-4-8-1- Modèle de Granato et Lücke :***

Les études et les investigations de l'effet de l'amplitude de la déformation sur la mesure de frottement interne sont basées sur le modèle de ressort, proposé par Granato et Lücke [34]. Les premières expériences ont déjà montré une bonne concordance entre les calculs théoriques et les données expérimentales, et d'autres travaux ont confirmé les hypothèses, bien que les expériences aient été effectuées sous des conditions différentes.

La théorie originale est applicable à différents métaux, avec une structure spécifique de dislocation à 0°K. Le modèle critique est associé avec le développement de considérations physiques détaillées concernant l'effet des boucles sur le déplacement de dislocations, avec les nouveaux résultats obtenus concernant le mouvement des défauts ponctuels ancrant les dislocations, et avec les données sur l'activation thermique et microplasticité.

Cependant, la théorie peut également être appliquée à des matériaux ayant une teneur élevée en élément de soluté [35], à des températures supérieures à la température de relaxation de Bordoni [36], etc. Le modèle du ressort vibrant [44], qui déjà tenait compte de la force de tension dans la dislocation, des forces visqueuses et d'inertie a été proposé par Köhler [37], ce modèle a aussi lié la dispersion de l'énergie mécanique avec le désancrage des dislocations à partir des points d'ancrages.

Granato et Lücke [34] ont proposé une théorie quantitative du mouvement des dislocations basées sur la dépendance du frottement intérieur de l'amplitude de déformation. Les calculs sont basés sur les Hypothèses suivantes :

1. Tous les segments de dislocation du réseau ont la même longueur  $L_n$ ,
2.  $L_n \gg L_p$  ;
3. Quand la contrainte est nulle, la distribution des segments de dislocation avec la longueur  $l$  est désordonnée, et est exprimée par la distribution de Köhler sous la forme :

$$N(l)dl = \frac{\rho}{L_p^2} \exp\left(-\frac{l}{L_p}\right) dl, \quad (\text{I.51})$$

Où  $N(l)dl$  est le nombre de segments avec une longueur comprise entre  $l$  et  $l + dl$ ,  $L_p$  est la longueur moyenne du segment,  $\rho$  est la densité des dislocations libérées par les points d'ancrages. En conséquence :

$$Q^{-1} = \frac{C_2}{\pi \varepsilon_0^{1/2}} \sum_{i=1}^n X_i \quad (\text{I.52})$$

Où:

$$C_1 = \frac{\Omega \Delta_0 \rho L_n^3}{L_p} C_2 \quad (\text{I.53})$$

et

$$C_2 = \frac{k\eta b}{L_p}, \quad (\text{I.54})$$

Ici  $\Omega$  est le facteur d'orientation,  $\varepsilon_0$  l'amplitude de déformation, et  $\Delta_0$  est donné par:

$$\Delta_0 = \frac{8Gb^2}{\pi_2 S},$$

$G$  est le module d'élasticité de cisaillement,  $S$  est la force de tension dans la dislocation,  $k$  est la constante de Boltzmann,  $\eta$  est le paramètre de Cottrell,  $b$  est le vecteur de Burgers. Les calculs ont été effectués sous la condition :  $\sigma_0/r \ll 1$ , où  $\sigma_0$  est l'amplitude de la contrainte du chargement externe et  $r$  la contrainte exigée pour séparer dislocation ayant la longueur  $L_p$  des imperfections.

À faibles amplitudes, l'équation (I.52) est en bon accord avec les résultats expérimentaux. La condition  $L_n \gg L_p$  montre que la théorie n'est pas appropriée aux métaux purs et ceci a été confirmé dans un grand nombre d'investigations. La théorie est en excellent accord avec les expériences faites sur les métaux de pureté commerciale à des températures supérieures à la température  $T$  de condensation des atmosphères de Cottrell sur les dislocations.

La théorie est complétée par les pertes dynamiques dans le désancrage des dislocations par les atomes de soluté [38]. L'hypothèse considérée est basée sur le fait que le mouvement de la dislocation désancrée est déterminé non seulement par l'allongement linéaire mais aussi par son interaction avec les atomes de soluté présents dans la solution et ce dans la zone dans laquelle elle se déplace. L'analyse statistique du processus de désancrage de la dislocation des points d'ancrage avec différentes forces de liaisons pour les contraintes d'amplitudes moyennes donne :

$$Q^{-1} \approx \sigma^2 \quad [39].$$

#### ***I-4-8-2- Modèle de Friedel :***

Friedel admet que de tels segments s'échappent de leurs ancrages de façon catastrophique après libération d'un premier atome d'impureté. La fréquence de désancrage est alors donnée par :

$$\nu_{1+} = \nu_D \frac{b}{2l} e^{-\frac{|W_M| - \sigma b^2 l}{KT}}$$

Comme le suggère Friedel, le dépiégeage simultané de  $n$  atomes d'impuretés conduisant au désencrage catastrophique de toute la ligne. Cette hypothèse est également envisagée par Lücke [40], dans le cas des températures relativement élevées. Dans ces conditions, on peut admettre que la fréquence de désancrage est donnée par :

$$v = v_0 e^{\frac{E_0 - \sigma \vartheta}{KT}}$$

où  $v_0$  est la fréquence d'attaque du segment de dislocation et qui est généralement trouvée expérimentalement de l'ordre de  $10^{10 \pm 1}$  [40, 41], ce qui est en accord avec l'analyse théorique de Teutonico et al. [42].  $E_0$  est de l'ordre de  $nW_M$ , énergie d'activation apparente sous contrainte nulle, et est de l'ordre de  $nb^2l$ , volume d'activation.

Considérons une contrainte périodique appliquée définie par :

$$+\sigma \text{ pour } 0 < t < \frac{1}{2v} \text{ pour et } -\sigma \text{ pour } \frac{1}{2v} < t < \frac{1}{v}$$

Le désancrage thermiquement activé ainsi défini conduit au bout d'un temps à  $\frac{1}{2v}$  désancrage d'une certaine fraction des dislocations  $\alpha$  [33], telle que :  $\alpha = \frac{N}{N_0}$

Avec :

$$N = N_0 \cdot \frac{v_0}{2v} e^{-\frac{E_0 - \sigma v}{KT}}$$

Les auteurs pensent que la déformation appliquée  $\varepsilon_M$  correspondant au maximum de la courbe  $\delta = f(\varepsilon)$  provoque le désancrage de la même fraction  $\alpha$  des segments de dislocation quelle que soit la température. Dans ces conditions la valeur de  $\varepsilon_M$  peut-être utilisée afin de prévoir la variation avec la température de la déformation  $\varepsilon_M$  au maximum de la courbe  $\delta = f(\varepsilon)$  :

$$\varepsilon_M = \frac{E_0}{Gv} \left( 1 - \frac{T}{T_C} \right)$$

$$\text{Avec : } T_C = \frac{E_0}{K \text{ Log } \frac{v_0}{2\alpha v}}$$

En effet, dans ce domaine de déformation, on peut généralement admettre que :  $\sigma_M = G\varepsilon_M \cdot l$  peut être évaluée en remarquant que la concentration en impuretés sur la dislocation est celle imposée par le recuit à la température  $T_t$  précédant la trempe :

$$c = c_0 \exp \frac{|W_M|}{KT_r}$$

Les dérivées des équations de Friedel [43] forment un lien entre le frottement interne, la fréquence et la température et ce en supposant un certain nombre de dislocations  $\rho$  avec une longueur  $L_n$  uniformément ancré par des défauts ponctuels, situé à la distance  $L_p$ , où  $L_n \gg L_p \gg b$ . Le changement d'énergie par rapport à l'amplitude de la contrainte est exprimé par l'équation :

$$U_{(\sigma)} = W_M - \sigma b d L_p,$$

où  $W_M$  est l'énergie totale de la liaison défaut ponctuel-dislocation,  $d$  est la distance de la liaison effective, un encrage répété de la dislocation a été ignoré. Pour les conditions données, l'auteur obtient :

$$Q_m^{-1} = \frac{\rho L_n^4 v_0 b}{24\pi L_p^2} \exp \left[ - \frac{W_M - \sigma_0 b d L_p}{KT} \right].$$

L'équation est valide si :  $\sigma_0 < \sigma_{Kr} = \frac{W_M}{b d L_p}$

La désencrage a lieu pour  $\sigma_0 \geq \sigma_{Kr}$  par conséquent :

$$Q_m^{-1} = \frac{\rho L_n^3}{12\pi} \left( \frac{\sigma_{Kr}}{\sigma_0} \right)^2$$

L'amplitude de  $Q^{-1}$  à  $\sigma_0 < \sigma_{Kr}$  varie avec le changement de température et de la fréquence. Le désancrage du premier point ancré a lieu à une fréquence faible en comparaison avec le désancrage des derniers points ancrés, sachant que les conditions suivantes doivent être satisfaites

$$\exp \frac{\sigma b d L_p}{2KT} > 1. \quad (\text{I.55})$$

$$\varepsilon \frac{L_p}{b} > 10^{-2} \quad (\text{I.56})$$

Pour un matériau à haute pureté, les conditions (I.55) et (I.56) sont vérifiées quand  $L_p > 10^2 b$ ,  $\varepsilon > 10^{-4}$  et que la concentration moyenne des solutés est  $c_0 < 10^{-5}$  wt.%.

Lors du calcul de  $Q_m^{-1}$ , Koiva et Hasigutti [44] ont utilisé l'équation suivante :

$$\frac{dN(t)}{dt} = [N_0 - N(t)] v_1 \exp \left[ -\frac{U_0 - \sigma v}{KT} \right].$$

Des calculs approximatifs ont été effectués pour  $\sigma_0 v / KT < 1$ , l'équation obtenue est la suivante:

$$Q_m^{-1} = N_0 \frac{L_n^3}{12\pi} \left[ f(\alpha) + \frac{\sigma_0 v}{KT} h(\alpha) \right]$$

Cette relation prévoit un maximum du frottement interne en fonction de l'amplitude de déformation avec le changement de température. Le niveau de contrainte influe sur les fonctions  $f(\alpha)$ ,  $h(\alpha)$  et la forme de maximum.

Les résultats obtenus montrent que le modèle proposé par Lücke et al est bien adapté pour des mesures prises à basses températures et hautes fréquences, tandis que le modèle proposé par Friedel convient aux métaux de haute pureté.

# Chapitre II

Etude bibliographique des

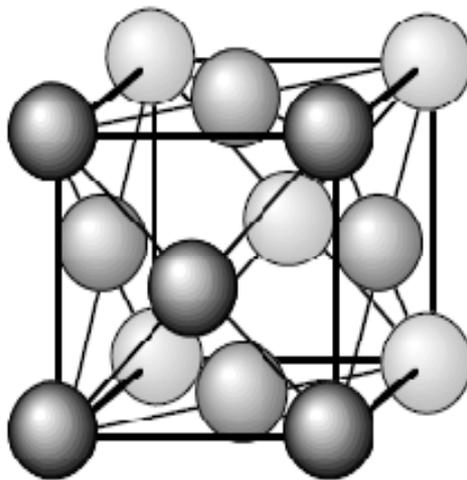
alliages

d'Aluminium - Magnésium

## ***II-1- L'aluminium :***

L'aluminium a connu un développement spectaculaire depuis sa naissance en 1854 symbolisée par la présentation à l'académie des sciences, par le chimiste français Saint-Claire Deville, d'un petit lingot réalisé par voie chimique, mais le véritable début de développement industriel de l'aluminium et ses alliages se produit en 1886 avec l'invention du procédé d'électrolyse de l'aluminium par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux Etats-Unis. L'aluminium est aujourd'hui le premier métal non ferreux ; en tonnage, il a supplanté l'étain dans les années 1920.

L'aluminium est un métal blanc. Après polissage, il peut devenir réfléchissant. Il est un élément du III<sup>ème</sup> groupe de la classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique est 13 et la masse atomique 26,98 (environ 27). L'aluminium possède un réseau cubique à faces centrées à équidistance :  $a = 4,0412 \text{ \AA}$ , sa caractéristique la plus importante est la faible densité  $2,7 \text{ g/cm}^3$  (celle du fer  $7,8 \text{ g/cm}^3$  et celle du cuivre  $9 \text{ g/cm}^3$ ). L'aluminium représente environ 7,5 % en masse dans l'écorce terrestre.



**Figure II-1-** Structure Cubique à Faces Centrée (CFC).

## ***II-2- Caractéristiques de l'aluminium :***

### ***II-2-1- Caractéristiques physiques :***

- Température de fusion : 660°C.

- Point d'ébullition : 2060°C.

- Chaleur spécifique :

à 20°C : 0,214 cal/g°C

à 100°C : 0,223 cal/g°C

à 500°C : 0,266 cal/g°C

- Conductibilité thermique : (c'est un excellent conducteur de chaleur)

à 0°C: 0,50 cal/cm.s°C.

à 100°C: 0,51 cal/cm.s°C.

à 200°C : 0,52 cal/cm.s°C.

- Résistivité à l'état pur  $2,63.10^{-8} \Omega.m$ .

- Allongement linéaire : 20 à 100°C :  $24. 10^{-6} /^{\circ}C$  et jusqu'à 600°C :  $28,5. 10^{-6}/^{\circ}C$ .

- Densité (à 20°C) :  $2,7 g/cm^3$ .

- Conductibilité électrique : (65% de celle du cuivre pour l'aluminium pur à 99,5%).

La conductibilité électrique de l'aluminium diminue lorsque les impuretés augmentent.

L'aluminium, grâce à sa résistivité, est surtout utilisé pour la fabrication de chaudière et d'ustensiles de cuisine. Lorsqu'il est poli, c'est un métal blanc et brillant et possède un grand pouvoir de réflexion, on l'utilise comme réflecteur pour chauffage et éclairage ou surface réfléchissante des miroirs de télescopes. La capacité de réflexion peut atteindre jusqu'à 90 %.

Un conducteur d'aluminium, comparé avec un autre en cuivre, peut avoir la même résistance, la moitié de son poids, mais 1,3 fois plus grand. Donc l'utilisation de l'aluminium dans l'électrotechnique est très limitée à cause du diamètre des conducteurs.

### ***II-2-2- Caractéristiques mécaniques :***

A cause de sa structure du type CFC, l'aluminium pur est très bien déformable à froid et à chaud, il est donc très ductile. Cette plasticité élevée à l'état recuit rend le corroyage facile contrairement à l'usinage. L'aluminium se prête bien à toutes les modalités de soudage sous gaz inerte tels que l'argon ou l'hélium (gaz de protection), sinon l'aluminium s'oxyde facilement et forme une pellicule d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Sa faible dureté et sa faible limite élastique sont défavorables pour son emploi en mécanique. Les propriétés mécaniques de l'aluminium dépendent :

- Des traitements mécaniques (forgeage, laminage, etc.).
- Des traitements thermiques (trempe, recuit, etc.).
- Des éléments d'addition (Fe, Cu, Mn, Zn, Mg, Si).

A titre d'exemple :

- Les propriétés mécaniques de l'aluminium (99,6 %) coulé sont :

$R$  (résistance à la traction) = 70 à 100 N/mm<sup>2</sup>.

$R_{0,002}$  (limite élastique) = 30 à 40 N/mm<sup>2</sup>.

$A$  (allongement) = 15 à 25 %.

$HB$  (dureté brinell) = 15 à 25 HB.

$E$  (module d'élasticité) = 67500 N/mm<sup>2</sup>.

- Les propriétés mécaniques de l'aluminium (haute pureté) recuit :

$R = 50 \text{ N/mm}^2$ .

$R_{0,002} = 15 \text{ N/mm}^2$ .

$A = 50 \%$ .

$E = 71000 \text{ N/mm}^2$ .

Une déformation plastique à froid de l'aluminium industriel augmente sa charge de rupture jusqu'à  $150 \text{ N/mm}^2$  mais l'allongement baisse jusqu'à  $6 \%$ .

	Fe	Cu	Al	Ni	Mg	Ti	Mo	W
Module de Young (GPa)	211	130	<b>70</b>	200	45	120	325	410
Coé.Poisson	0.293	0.343	<b>0.345</b>	0.312	0.291	0.361	0.293	0.28

**Tableau II-1-** Module d'élasticité et coefficient de poisson.

Alliage métallique	Limite conventionnelle d'élasticité (MPa)	Résistance à la traction (MPa)	Allongement à la rupture (A%)
Acier (1020)	180	380	25
Aluminium	<b>35</b>	<b>90</b>	<b>40</b>
Cuivre	69	200	45

**Tableau II-2-** Propriétés mécaniques de quelques métaux.

### ***II-3- Propriétés de mise en forme :***

L'aluminium a une température de fusion relativement basse ( $660 \text{ }^\circ\text{C}$ ), et un point d'ébullition de  $2060 \text{ }^\circ\text{C}$ , il en résulte une facilité de fusion qui présente un avantage pour la fonderie. L'aluminium étant très ductile, peut facilement se mettre en forme à l'état solide, par déformation plastique (laminage, filage, étirage,...) soit à chaud soit à température ambiante.

#### ***II-4- Alliages d'aluminium :***

L'aluminium et ses alliages prennent encore aujourd'hui une place importante dans les différents domaines de l'industrie. Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce aux propriétés particulières qu'il présente :

- 1- Légèreté et bonne résistance, ce qui facilite son utilisation dans la construction mécanique.
- 2- Bonne conductivité de chaleur et d'électricité.
- 3- Bonne tenue à la corrosion grâce à la formation en surface d'une pellicule très fine,  $\approx 0,7 \mu\text{m}$ , et très résistante de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (plus l'aluminium est pur plus sa tenue à la corrosion est élevée). L'aluminium, en contact avec l'oxygène de l'air, forme très vite une couche d'oxyde  $\text{Al}_2\text{O}_3$  qui protège le métal contre les attaques chimiques. Cette pellicule est non soluble dans l'eau ce qui le rend très résistant contre l'influence atmosphérique, il est très utilisé surtout dans l'industrie chimique et alimentaire.
- 4- Possibilité facile de déformation et de soudage.

#### ***II-4-1- Influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium :***

L'aluminium pur, non allié possède des propriétés mécaniques faibles, afin d'améliorer ces propriétés, différents éléments lui ont été additionnés lors de sa fusion, tels que Mg, Mn, Cu, Si, Ni, Ti, Zn, Co, etc. Ces éléments entrent en solution solide ou formant des précipités qui entraînent des compositions d'alliages industriels. L'avantage de la majeure partie des alliages d'aluminium est qu'ils permettent d'avoir une bonne résistance mécanique tout en conservant une faible masse volumique.

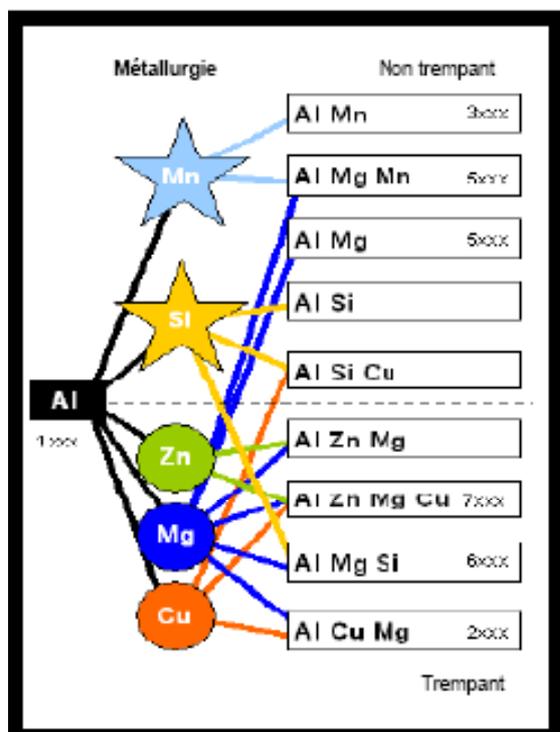
#### ***II-4-2- Types d'alliages d'aluminium :***

Il existe deux grandes familles d'alliages d'aluminium, des alliages corroyés, et d'alliages de fonderies.

Les différents alliages à base d'aluminium sont désignés par un nombre de quatre chiffres et sont classés en fonction des éléments d'alliages principaux comme le montre le tableau suivant :

Série	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale Présent dans l'alliage
<b>1000</b>	1xxx	99% d'aluminium au minimum	
<b>2000</b>	2xxx	Cuivre (Cu)	Al <sub>2</sub> Cu-Al <sub>2</sub> CuMg
<b>3000</b>	3xxx	Manganèse (Mn)	Al <sub>6</sub> Mn
<b>4000</b>	4xxx	Silicium (Si)	-
<b>5000</b>	5xxx	Magnésium (Mg)	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
<b>6000</b>	6xxx	Magnésium(Mg)+Silicium (Si)	Mg <sub>2</sub> Si
<b>7000</b>	7xxx	Zinc (Zn)	MgZn <sub>2</sub>
<b>8000</b>	8xxx	Lithium et autres	Al <sub>3</sub> Li

**Tableaux II-3-** Tableau des différents alliages d'aluminium corroyés



**Figure II-2-** Différentes classes d'alliages d'aluminium. [54]

comportement électrochimique d'alliages modèle binaire Aluminium-Cuivre.]

### **II-4-3- Classement par type de transformation :**

Parmi ces huit classes, une autre distinction peut être faite entre les alliages non trempant et les alliages trempant [46]:

Les alliages non trempant correspondent aux séries 1000, 3000, et 5000 ce sont des alliages sans durcissement structural.

Et les alliages trempant à durcissement structural qui correspondent aux séries 2000,6000 et 7000.

Selon la classe d'alliages envisagée, différentes méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques peuvent être adoptées.

En effet, en ce qui concerne les alliages non trempant, trois méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques existent : le durcissement de solution solide, le durcissement par précipités et dispersoïdes ou le durcissement par écrouissage.

	Alliages trempant Ou A durcissement structural Ou A traitement thermique	Alliages non trempant Ou A durcissement par écrouissage Ou Sans traitement thermique
Série	2000 4000 6000 7000	1000 3000 5000

**Tableau II-4-** Classement des alliages d'aluminium corroyé.

Pour les alliages trempant, la principale méthode de durcissement correspond à un traitement thermique, appelé traitement à durcissement structural.

Le processus de durcissement structural permet d'améliorer nettement les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium en conduisant à la formation de précipités durcissants.

Cette modification de la microstructure du matériau s'accompagne souvent d'une chute de la résistance à la corrosion ce qui amène dans la plupart du temps à travailler, en terme de compromis entre bonnes propriétés mécaniques et résistance à la corrosion intéressante.

## ***II-5- Traitement thermique des alliages d'aluminium :***

Les traitements thermiques n'ont pas comme seul but d'agir sur le niveau de résistance mécanique, ils sont susceptibles d'influencer un grand nombre d'autres propriétés parfois très importantes pour les utilisateurs telles que l'aptitude à la transformation à chaud ou à froid, la résistance à la corrosion, à la fatigue, au fluage, l'aptitude à l'oxydation anodique, la conductivité électrique, la stabilité dimensionnelle, etc.

Dans la métallurgie des alliages d'aluminium, la tendance est de mettre au point ou de définir des traitements thermiques vraiment spécifiques en vue d'améliorer une propriété donnée d'un alliage déterminé.

### ***II-5-1- Durcissement structural ou (durcissement de précipitation) :***

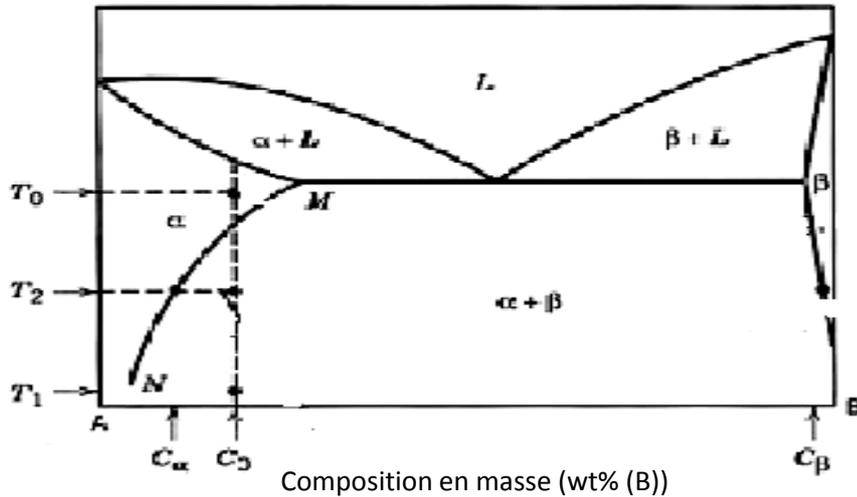
#### ***II-5-1-1- Introduction :***

La résistance et la dureté de certains alliages aluminium peuvent être améliorés par une série de traitements thermiques, cette série de traitements constitue un processus nommé « durcissement structural ».

Cette série provoque de très fines particules appelées « précipités », d'une deuxième phase répartie uniformément dans la matrice initiale.

Le durcissement structural se réalise à l'aide de trois traitements thermique :

- La mise en solution.
- La trempe.
- Le revenu (vieillissement)



**Figure-II-3-** Diagramme d'équilibre hypo-euthétique d'un alliage à durcissement structural de composition  $C_0$ .

### *II-5-1-2- La Mise en solution :*

La mise en solution consiste à chauffer l'alliage jusqu'à une température  $T_0$  située dans le domaine de la phase  $\alpha$ , et à maintenir cette température jusqu'à ce que la phase  $\beta$  soit entièrement dissoute, on obtient ainsi un alliage constitué uniquement de la phase  $\alpha$ , et de composition  $C_0$  : Figure-II-3.

Cette étape permet de dissoudre toutes les phases ayant pu précipiter antérieurement dans l'alliage, ce qui contribue aussi à diminuer la dureté.

### *II-5-1-3- La Trempe :*

La trempe est, d'une façon générale la plus importante étape dans la séquence des opérations de traitement thermique. L'objectif de la trempe est de préserver la solution solide formée à la température de traitement thermique de la solution, par refroidissement rapide à des basses températures, généralement à la proximité de la température ambiante. Cette énonciation ne s'applique pas seulement à maintenir les atomes de soluté dans la solution, mais également pour maintenir un certain nombre de

sites vacants en réseau pour aider à la promotion de la diffusion à basse température requis à la formation de la zone. Les atomes de soluté précipités sur les joints de grains, les dispersoïdes, ou d'autres particules, ainsi que les sites vacants qui migrent (avec une rapidité maximale) aux régions désordonnées, sont irrécupérables et perdus et ne contribuent pas à la consolidation.

Dans la plupart des cas, pour éviter ces types de précipitations qui sont préjudiciables aux propriétés mécaniques ou à la résistance à la corrosion, la solution solide formée durant le traitement thermique de la solution doit être trempée assez rapidement (et sans interruption) pour produire une solution sursaturée à température ambiante avec les conditions optimales pour les précipitations de durcissement. Ainsi, pour éviter la précipitation préjudiciable au cours du refroidissement, deux conditions doivent être satisfaites :

- Tout d'abord, le temps requis pour le transfert de la charge à partir du four au milieu de trempé doit être assez court pour exclure le pré-refroidissement lent dans l'intervalle de température où la précipitation très rapide a lieu. Pour l'alliage 7075, cet intervalle s'étend à peu près de 400 à 290°C (750 à 550°F), et quelques sources citent cet intervalle (ou un intervalle légèrement différent) comme l'intervalle le plus critique pour la trempé de quelques alliages d'aluminium. Des erreurs importantes peuvent résulter de l'hypothèse que la précipitation est négligeable en dehors est ce qu'on appelle "intervalle critique".

- La deuxième condition est que le volume, la capacité d'absorption de la chaleur, et le taux d'écoulement du milieu de la trempé doivent être tel qu'aucune précipitation ne se produise au cours du refroidissement.

Les alliages qui sont relativement dilués, comme le 6063 et le 7005, sont particulièrement bien adaptés à la trempé à l'air, et leurs propriétés mécaniques ne sont pas considérablement affectées par la faible vitesse de refroidissement.

### ***II-5-1-3-1- Influence de la vitesse de trempe sur le développement des sources de dislocations :***

Pour que les dislocations puissent se développer, il est nécessaire que la force de sursaturation soit supérieure à la force due à la tension de ligne de la dislocation source, soit :

$$F_S > \alpha \frac{\mu b^2}{l} \quad (\text{II.1})$$

avec  $\alpha \simeq 1$

$\mu$  : module de cisaillement,

$b$  : vecteur de Burgers,

$l$  : longueur de la dislocation initiale : taille de l'inclusion, et :

$$F_S = \alpha \frac{\sin \Psi}{b^2} U_{fl} \left(1 - \frac{T}{T_t}\right)$$

$\Psi$  : angle du vecteur de Burgers avec le plan de la boucle de dislocations,

$U_{fl}$  : énergie de formation d'une lacune,

$T$  : température à partir de laquelle on trempe l'échantillon,

$T_t$  : température de l'échantillon dans le bain d'huile.

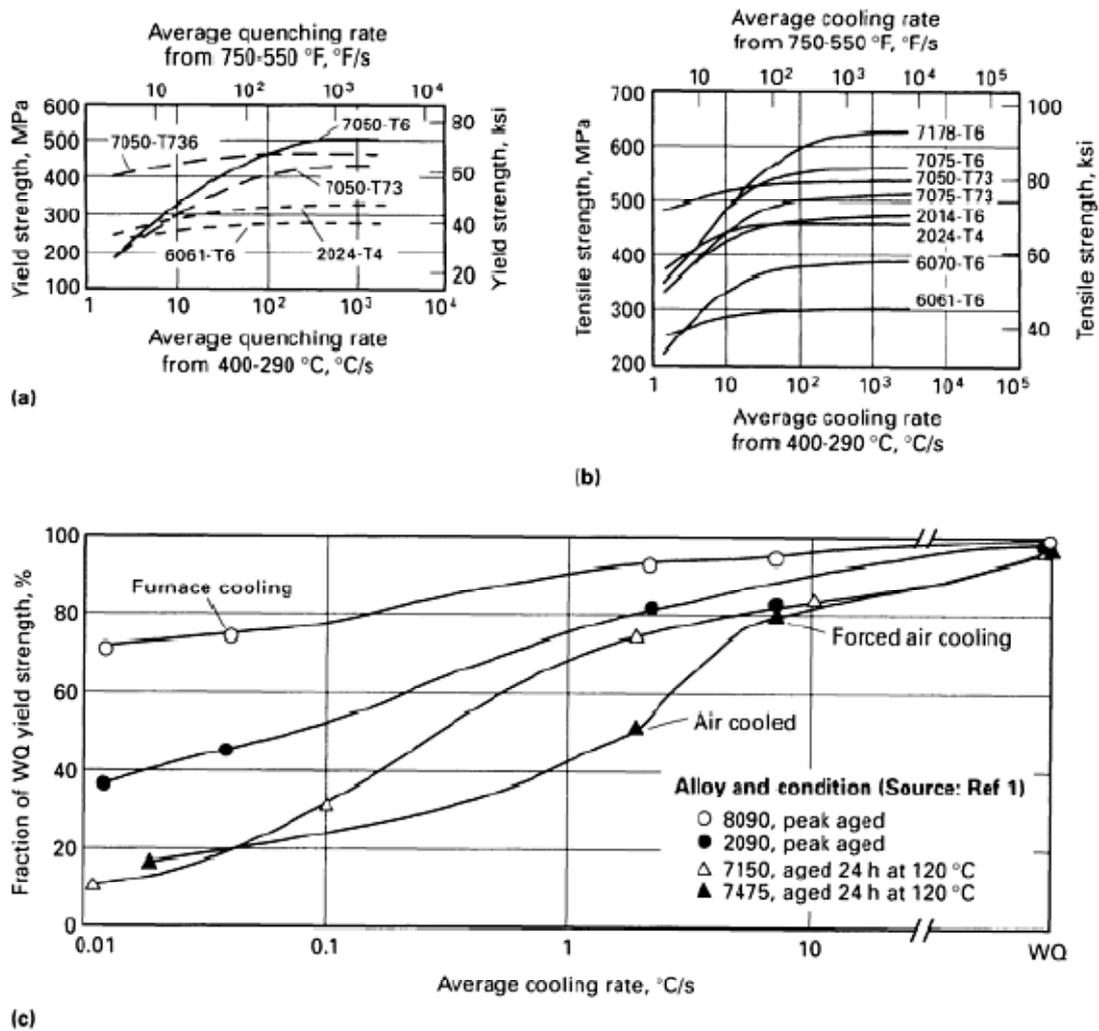
Si l'inégalité (II-1) est vérifiée encore faut-il que la dislocation ait le temps de se développer au cours de la trempe.

Pour une trempe à l'eau, la loi de variation de température  $T$  en fonction du temps est :

$$\frac{T-300}{T_t-300} \simeq e^{-\frac{t}{0.3}} .$$

### ***II-5-1-3-2- L'effet de la vitesse de trempe sur les propriétés mécaniques :***

Beaucoup de travaux ont été effectués au cours des années précédentes pour comprendre et prévoir comment les conditions de trempe et la forme du produit ont une influence sur les propriétés. Les effets relatifs des méthodes de trempe peuvent être comparés en termes de vitesse moyenne de trempe. Dans la Figure II-4, par exemple, les effets de trempe sur la limite d'élasticité de quatre alliages sont comparés en termes de vitesse moyenne de trempe dans l'intervalle de 400 à 290°C (750 à 550°F). Pour des alliages très sensibles à la vitesse de trempe, tel que les 7075 ; des vitesses d'environ 300 °C/s (540 °F/s) ou plus sont exigées afin d'obtenir la plus proche au maximum de la résistance après traitement thermique de précipitation.

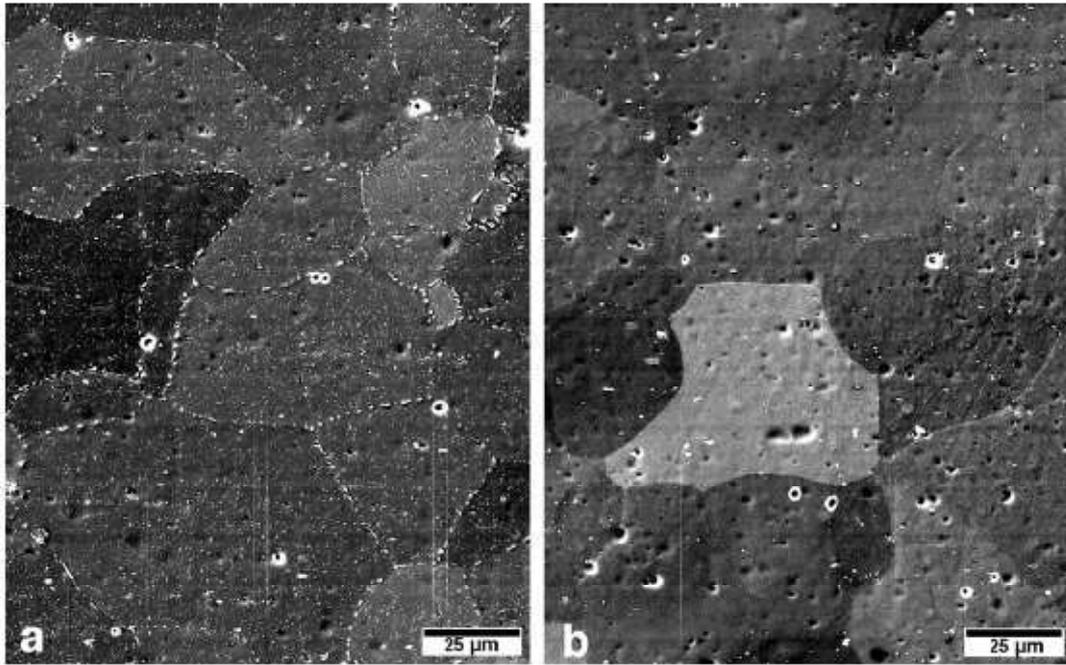


**Figure II-4-** Sensibilité de trempe de différents alliages d'aluminium en fonction de la vitesse moyenne de trempe. (a) limite d'élasticité après le vieillissement de quatre alliages corroyés.(b) Résistance à la traction après le vieillissement de huit alliages corroyés.(c)Sensibilité relative de trempe de deux alliages d'aluminium-lithium (2090 et 8090, les deux solution traitée pendant 1 h à 520°C , ou 970°F) et de deux alliages d'aluminium Zn-Mg-Cu (7150 et 7475, les deux solution traitée pendant 40 minutes à 480°C , ou 895°F).

Les vitesses moyennes de trempe sont utiles pour comparer les résultats expérimentaux des différentes méthodes de trempe. Cependant, les vitesses moyennes de trempe comparent seulement les résultats dans un intervalle de température « critique », où la précipitation est le plus susceptible de se produire. Cette méthode n'est pas entièrement précise, car une importante précipitation significative peut également se produire en dehors de l'intervalle de la température critique indiquée des vitesses moyennes de trempe. D'ailleurs, pour les alliages à haute résistance, la dureté et la résistance à la corrosion peuvent être altérées sans perte significative de résistance à la traction.

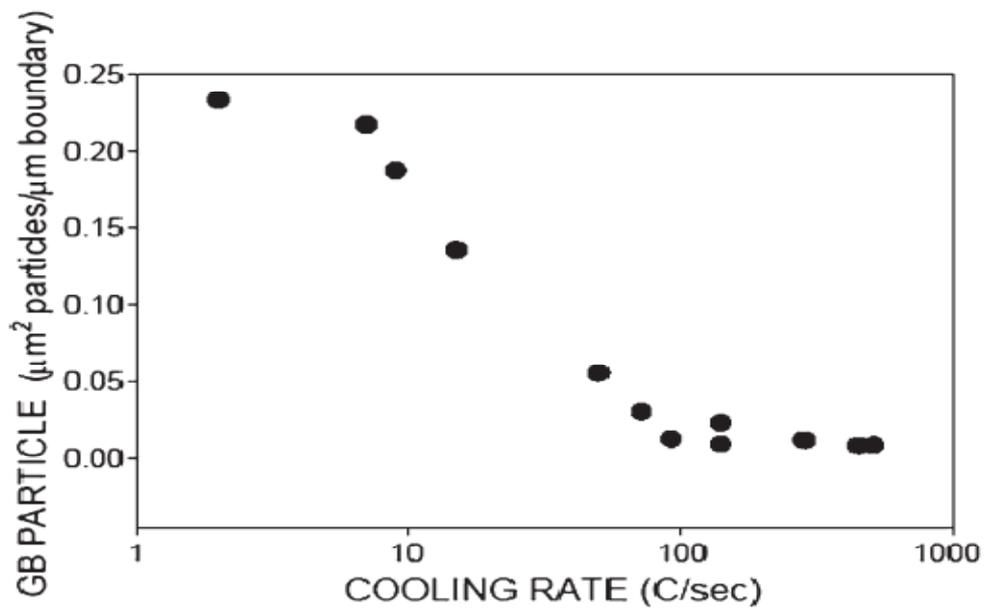
La vitesse de trempe, suivant le traitement thermique de solution, détermine le point auquel les solutés diffusent aux joints, et le degré de précipitation au joint, et est donc un paramètre critique dans le choix du traitement. L'optimisation des paramètres impliqués dans la trempe admet des conséquences sur les propriétés mécaniques du matériau. Lorsque les détails du processus sont inconnus, une mesure du niveau de la précipitation sur des joints de grain peut également donner une indication de l'histoire de la trempe.

La figure II-5- montre des images prises au MEB de deux échantillons identiques ayant subi des trempes à deux vitesses différentes. La Figure II-5-a correspond à la vitesse de trempe de 7 C°/s, tandis que figure II-5-b correspond à la vitesse de trempe de 401 C°/S. Suite à ces observations, l'auteur lie le niveau de la précipitation de joint de grain à la vitesse de trempe, comme le confirme la courbe de la figure II-6. Cette courbe montre que pour des vitesses de trempe au-dessus de 140 C°/s il n'y a essentiellement aucun effet de vitesse de trempe sur la précipitation de joint de grain, cette température s'identifie à un seuil de la vitesse de trempe pour l'alliage étudié.



**Figure-II-5-** Niveaux de précipitation dans un échantillon trempé de Jominy 6111.

(a) Trempe lente à une vitesse de  $7^{\circ}\text{C}/\text{s}$ , (b) Trempe rapide à une vitesse de  $401^{\circ}\text{C}/\text{s}$ . [47].



**Figure-II-6-** Influence de la vitesse de refroidissement sur la précipitation dans les joints de grains dans AA6111 [47].

#### ***II-5-1-4- Le Revenu :***

Appelé aussi vieillissement, qui consiste à chauffer la solution solide obtenue, sursaturée  $\alpha$ , jusqu'à une température intermédiaire  $T_2$ , du domaine  $\alpha + \beta$ , à cette température, la vitesse de diffusion devient appréciable, et un précipité d'équilibre  $\beta$  de composition  $C_\beta$  commence à apparaître sous la forme de fine particules dispersés, ce traitement est appelé « revenu » ou « vieillissement ».

Après un temps de revenu, suffisamment long à la température  $T_2$ , on laisse refroidir l'alliage à la température ambiante, la vitesse de refroidissement n'a guère d'importance, La nature des particules  $\beta$  ainsi que la résistance et la dureté de l'alliage dépendent à la fois de la température  $T_2$ , et la durée du revenu, à cette température pour certains alliages le revenu se produit spontanément, bien que le refroidissement se fasse lentement à la température ambiante.

Au cours de cette étape de vieillissement, il y a modification des propriétés et du durcissement de l'alliage, La nature des particules  $\beta$  ainsi que les propriétés mécaniques de l'alliage dépendent à la fois de la température  $T_2$  et de la durée du vieillissement à cette température.

#### ***II-5-2- Durcissement par écrouissage :***

L'écrouissage dépend du matériau, de la quantité de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation).

En particulier, on distingue la déformation à froid (température de déformation inférieure à environ  $1/3$  de la température absolue de fusion  $T_f$ ) et la déformation à chaud ( $T_{\text{def}} > T_f / 3$ ). Schématiquement, on peut dire que l'augmentation de la température facilite la déformation. Les relations entre la déformation appliquée et la contrainte s'appellent les lois de l'écrouissage, de l'écoulement ou du comportement.

Elles dépendent étroitement des mécanismes fondamentaux de la déformation plastique en relation avec les évolutions de la microstructure à l'intérieur des grains.

Les procédés de mise en forme sont très largement directionnels : les propriétés évoluent différemment suivant la direction de sollicitation (par exemple en filage : la direction de filage). Ainsi, la microstructure acquiert une orientation préférentielle, appelée texture, de plus en plus importante à mesure que la déformation augmente.

L'écrouissage crée de nombreux défauts cristallins, sources d'une énergie interne stockée hors d'équilibre, et qui peuvent éventuellement être annihilés par des traitements thermiques à température élevée afin de restaurer les propriétés initiales. On désigne habituellement deux stades dans ce processus :

- la restauration proprement dite qui permet un adoucissement du matériau par le réarrangement et l'annihilation, en général partielle, des défauts cristallins ;

- la recristallisation au cours de laquelle les défauts sont éliminés par migration des joints de grains sur des distances relativement importantes. La recristallisation donne lieu à une évolution rapide et profonde de la structure granulaire et contrôle en grande partie la taille des grains du matériau. En général, elle dépend des mêmes paramètres que l'écrouissage qui la précède car elle est gouvernée par les mêmes microstructures de déformation.

Si la déformation a lieu à une température suffisamment élevée, les processus de restauration s'opèrent simultanément à la déformation et sont appelés restauration dynamique et recristallisation dynamique. Dans le cas des alliages d'aluminium, la restauration dynamique peut commencer à la température ambiante mais la recristallisation dynamique est peu fréquente, même à des températures proches de la température de fusion.

## ***II-6- La précipitation des solutions solides :***

### ***II-6-1- Les séquences de précipitation :***

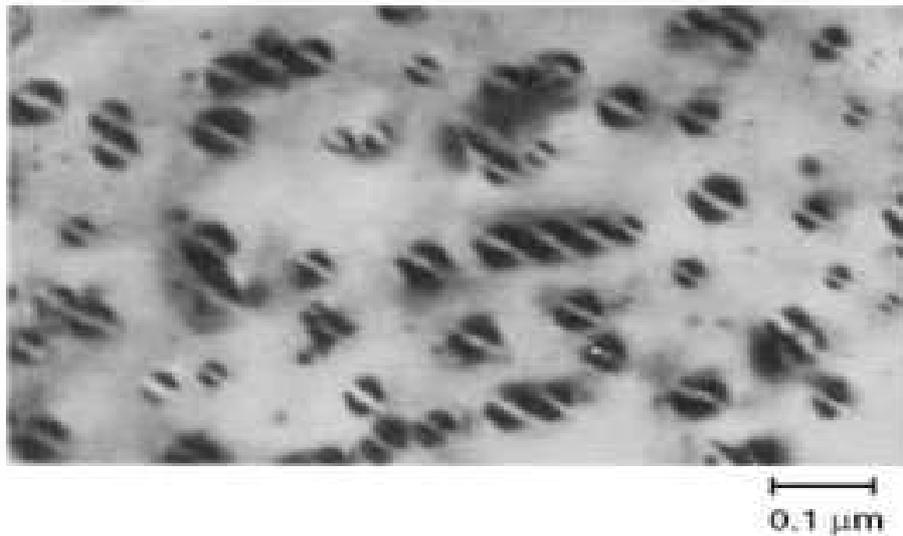
Dans de nombreux systèmes de précipitations et dans pratiquement tous les alliages à durcissement par vieillissement, la matrice sursaturée se transforme en plusieurs

étapes, produisant un ou plusieurs précipités de transition métastable avant l'apparition de la phase d'équilibre. L'approche à l'équilibre est contrôlée par l'activation (nucléation) des barrières séparant l'état initial des états de plus basse énergie libre. Les précipités de transition sont cristallographiquement semblables à la matrice, permettant la formation d'une interface cohérente à faible énergie au cours du processus de nucléation.

Souvent, la séquence de précipitation commence par la nucléation de petites phases entièrement cohérentes connues sous le nom de zones Guinier et Preston (découvertes indépendamment par Guinier et Preston par l'étude de diffraction des rayons x). Les zones de Guinier-Preston (GP) sont des grappes riches en soluté résultant de la séparation de phases ou de précipitations dans l'espace à miscibilité métastable de l'alliage. Elles peuvent se former par la nucléation homogène et se développer par des petites surfusions ou par décomposition spinodale à grandes surfusions ou sursaturations.

Les zones GP sont les premières nucléées en raison de leur petite taille et de leur cohérence avec la matrice. Le terme d'énergie interfaciale est extrêmement faible, offrant une faible barrière à la nucléation bien que la force motrice pour la nucléation ne puisse pas être aussi élevée que celle de la formation de la phase finale. Les zones GP prennent généralement la forme de petites particules sphériques ou des particules sous forme de disque (Figure-II-7), leur épaisseur est de l'ordre de deux couches atomiques et leur diamètre est de plusieurs nanomètres, elles sont alignées perpendiculairement à la direction élastique dans la structure de la matrice du matériau cristallin [48].

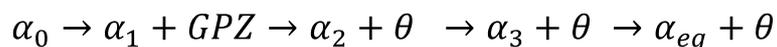
Les précipités des GP se développent (croient) généralement dans les transitions de phase les plus stables qui finalement devient une phase d'équilibre.



**Figure-II-7-** Microscopie électronique à transmission en champ sombre d'un alliage Cu-3.1Co vieilli 24h à 650 °C montrant les précipités de transition cohérente. Le précipité est une phase métastable CFC du Co pur dans une matrice. [49].

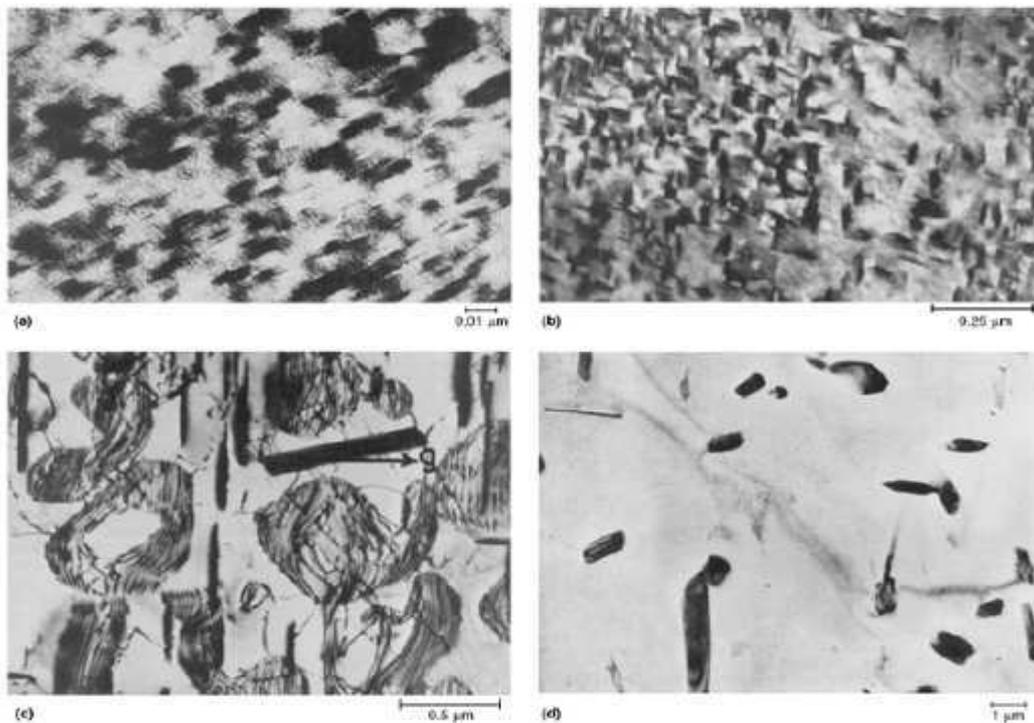
Les phases qui nucléent et croissent à partir des zones GP sont nommées "phases de transition", elles ont une structure cristalline intermédiaire entre la matrice et la phase d'équilibre. Ce qui minimise l'énergie de contribution à la déformation entre le précipité et la matrice la rendant plus favorable dans la séquence de nucléation que les phases d'équilibre.

Une séquence typique de réaction pour les systèmes d'aluminium- cuivre est montré dans la Figure-II-8 peut être écrit comme suit:

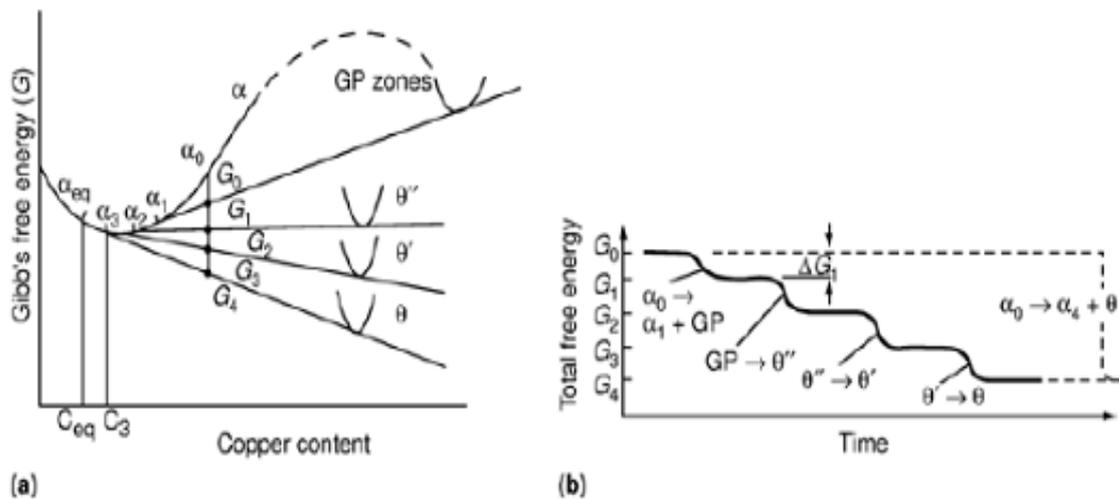


Où  $\theta'$  et  $\theta''$  sont les précipités de transition et  $\theta$  est le précipité d'équilibre. La composition de chaque phase et la matrice peut être déterminée par la méthode de la tangente commune appliquée à la Figure-II-9-(a). Comme chaque nouvelle forme de précipité, la matrice ( $\alpha$ ) devient de plus en plus appauvrie en cuivre. Les zones GP et

les précipités  $\theta$  sont résolus en microscopie électronique à transmission (TEM), en raison de la déformation cohérente du réseau. Chaque étape résulte de la précipitation de la phase précédente et cette dernière sera remplacée par la une nouvelle phase plus stable. La Figure-II-9-(b) décrit les étapes de réduction dans l'énergie libre totale pour les réactions dans la séquence de précipitation. La taille de l'étape réduction est l'énergie d'activation pour une transformation.



**Figure-II-8-** Micrographies de la microscopie électronique à transmission montrant la séquence de précipitation dans les alliages aluminium-cuivre (a) les zones de Guinier-Preston à 720.000  $\times$ . (b)  $\theta''$  à 63.000  $\times$ . (c)  $\theta'$  à 18.000  $\times$ . (d)  $\theta$  à 8000 [48].



**Figure-II-9-** Diagrammes d'énergie libre de la séquence de précipitation dans les alliages Aluminium-Cuivre. (a) la courbe d'énergie libre avec des points de tangence-commune pour les compositions de phase dans la matrice. (b) étape des réductions dans l'énergie libre suivant les précipités de transformation.  $C_{eq}$  et  $C_3$  étant les teneurs en cuivre des phases  $\alpha_{eq}$  et  $\alpha_3$ ;  $\Delta G_1$ , l'énergie d'activation pour  $\alpha_0 \rightarrow \alpha_1 + GP$ . GP étant les zones de Guiner-Preston [50].

### II-6-2- La nucléation et la croissance :

Nucléation, croissance et grossissement sont importants pour déterminer la microstructure résultante des précipités et les propriétés mécaniques. Au cours de la nucléation, les types de précipités qui se forment et leur distribution sont importants. La distribution de précipités influe sur la résistance mécanique par le mouvement des dislocations.

La nucléation peut se produire soit de façon homogène (uniformément et non préférentiellement) ou hétérogène (préférentiellement) sur des sites spécifiques tels que les joints de grain ou les dislocations. La plupart des précipités impliquent ou exigent la présence des sites préférentiels pour la nucléation hétérogène, mais des zones de Guiner-Preston (GP) et d'autres précipités parfaitement cohérents (comme  $Ni_3Al$  dans les superalliages à base de nickel) nucléés homogènement. La

précipitation Cohérente se produit lorsque la continuité est maintenue entre le réseau cristallin du précipité et le réseau de la matrice

Les sites typiques de nucléation hétérogène comprennent des défauts cristallins tels que les joints de grains, les points triples, les lacunes, ou les dislocations. La nucléation hétérogène se produit parce que l'élimination des défauts et des surfaces d'énergie élevées (par la nucléation d'une nouvelle phase) agit pour réduire l'énergie libre globale du système. Le taux de nucléation hétérogène est donc influencé par la densité de ces irrégularités. Les relations d'énergie libre associée à la nucléation homogène et hétérogène peuvent être décrites comme [48] :

$$\Delta G_{hom} = -V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma$$

$$\Delta G_{het} = -V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma - \Delta G_d$$

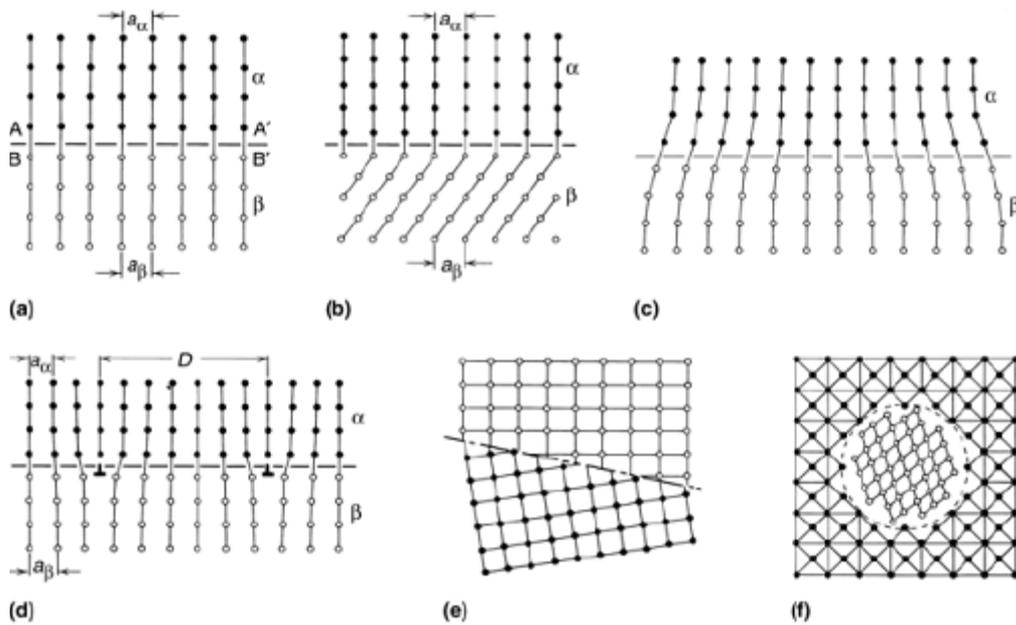
Où:

- $\Delta G_{hom}$  est la variation total d'énergie libre pour la nucléation homogène.
- $\Delta G_{het}$  est la variation totale d'énergie libre pour la nucléation hétérogène.
- $V$  est le volume de la phase transformée.
- $\Delta G_v$  est le volume d'énergie libre de la phase transformée.
- $\Delta G_s$  est le volume inadapté de l'énergie de déformation de la phase transformée.
- $A\gamma$  est la surface et le terme d'énergie de surface de la phase transformée, en supposant isotrope.
- $\Delta G_d$  est l'énergie libre résultant de la destruction de défaut.

Les valeurs typiques de l'énergie de surface sont résumées dans le Tableau-II-5, et des différentes interfaces sont indiquées dans la Figure-II-10. Des interfaces facettées sont souvent cohérentes, tandis que des interfaces non facettées sont semi cohérentes ou incohérentes. Tant qu'il ya une densité suffisante de sites de nucléation hétérogène, la nucléation homogène ne sera pas favorisée.

Type of interface	Surface energy
Coherent	$\gamma_{coherent} = \gamma_{chemical} \leq 200 \text{ mJ/m}^2$
Semicoherent	$\gamma_{semicoherent} = \gamma_{chemical} + \gamma_{structural} \approx 200 \text{ to } 500 \text{ mJ/m}^2$
Incoherent	$\gamma_{coherent} \approx 500 \text{ to } 1000 \text{ mJ/m}^2$

**Tableau-II-5-** Energie de surface de différents types de surface.



**Figure-II-10-** Différents types d'interfaces. (a) et (b) totalement cohérent. (c) et (d) semicoherentes montrant la déformation du réseau et la présence de dislocations. (e) et (f) incohérentes [51].

Une interface cohérente (Figure-II-10-a et Figure-II-10-b) est caractérisée par une correspondance atomique au joint et une continuité des plans réticulaires, même si un petit décalage entre le réseau cristallin peut mener à des déformations cohérentes (Figure-II-10-c).

Les interfaces cohérentes ont une énergie interfaciale relativement faible qui varie généralement de 50 à 200 ergs/cm<sup>2</sup> (0,05 à 0,2 J/m<sup>2</sup>). Une interface incohérente (Figure-II-10-e et f) est un joint d'interphase qui résulte des structures cristallines très différentes de la matrice et du précipité. Le joint est essentiellement un joint de grain à grand angle caractérisé par une énergie de surface interfaciale relativement élevée (~ 500 à 1000 ergs/cm<sup>2</sup>, ou de 0,5 à 1,0 J/m<sup>2</sup>).

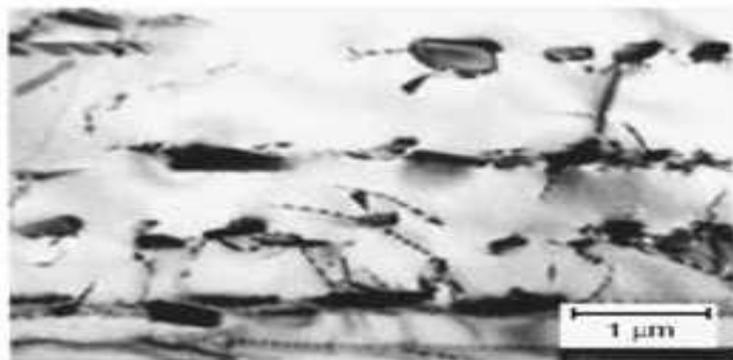
Les interfaces semi cohérentes (Figure-II-10-d) représentent un cas intermédiaire qui devient énergétiquement favorable pour relâcher partiellement les déformations cohérentes, qui se développeraient si l'appariement parfait survient à travers le joint par l'introduction d'une matrice de dislocations inadaptées. Ces interfaces, qui sont caractérisées par les régions d'un bon ajustement ponctué par des dislocations ont des énergies de surface interfaciale de 200 à 500 ergs/cm<sup>2</sup> (0,2 à 0,5 J/m<sup>2</sup>). Les dislocations agissent comme des sites de nucléation seulement pour les précipités semicohérents [48] La déformation du réseau à proximité d'une dislocation peut aider la germination de plusieurs manières. L'effet principal des dislocations est de réduire  $\Delta G_S$  - contribution à  $\Delta G^*$  en réduisant l'énergie élastique totale de l'embryon. Un noyau cohérent avec une cohérence négatif, c.-à-d. un volume plus petit que la matrice, peut réduire son  $\Delta G^*$  par sa formation dans la région de la contrainte compressive au-dessus d'une dislocation coin, tandis que si la cohérence est positive il est énergétiquement favorable pour qu'il se forme au-dessous de la dislocation.

La germination sur des dislocations peut également être aidée par la ségrégation de corps dissous qui peut rapprocher la composition de la matrice à celle du précipité. La dislocation peut également aider à la croissance d'un embryon au delà de la taille critique par une diminution de diffusion avec un  $\Delta G_m$  inférieur.

Les dislocations ne sont pas très efficaces pour réduire la contribution d'énergie interfaciale à  $\Delta G^*$ . Ceci signifie que la germination sur des dislocations exige habituellement un bon assortiment entre le précipité et la matrice sur au moins un plan, de sorte que les interfaces cohérentes ou semi cohérentes à énergie faible puissent se former. Ignorant les effets de l'énergie élastique, le minimum  $\Delta G^*$  est alors réalisé

quand la forme du noyau est la forme d'équilibre donnée par la construction de Wulff. Quand le précipité et la matrice ont différentes structures cristallines le noyau critique devrait donc avoir la forme de disque ou d'aiguille.

Figure-II-11 [52] montre les précipités se formant aux dislocations. La formation de précipités semi-cohérents résulte des dislocations en raison de la disparité de réseau. La génération d'une dislocation maintient la cohérence en relâchant les contraintes qui se développent en raison de la différence dans le paramètre de maille à l'interface. Les lacunes jouent plusieurs rôles dans la nucléation des précipités. Les lacunes tiennent compte de la diffusion appréciable à des températures où la diffusion n'est pas prévue. Ils agissent aussi à décharger la contrainte locale en tenant compte de la nucléation des précipités cohérents. La concentration de lacune dépend de la température, il est donc essentiel pour une vitesse de trempe élevée de maintenir non seulement une solution solide sursaturée, mais aussi un nombre important de lacunes.

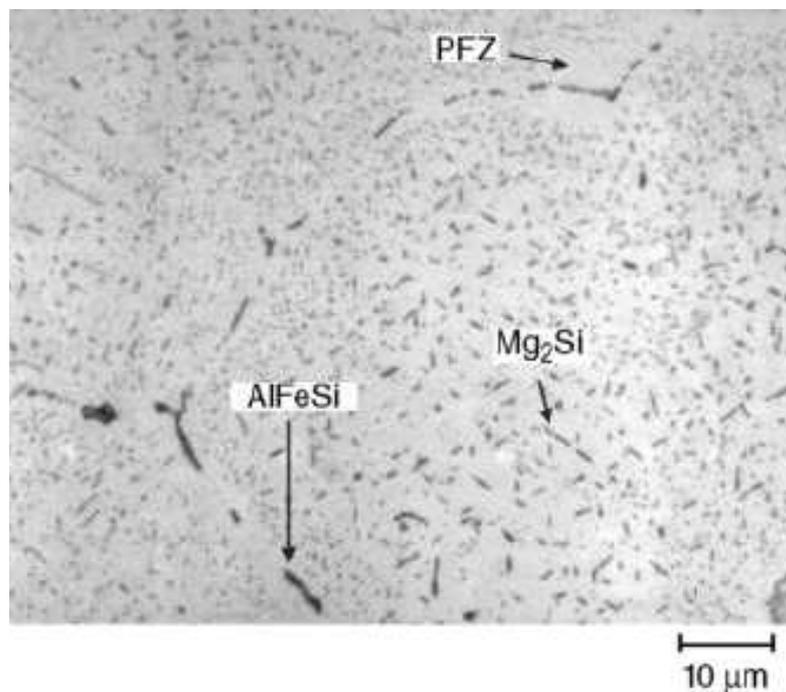


**Figure-II-11-** Micrographie de microscopie électronique à transmission en champ clair montrant les précipités  $Ti_5Si_3$  sur les dislocations dans un alliage  $Ti_{52}Al_{48-3}Si_2Cr$  [53].

La séquence de précipitation est accompagnée du changement dans la chimie de la phase matrice. Plus il y a formation des précipités, plus le soluté est épuisé dans la

matrice. Les zones où il n'y a pas de formation des précipités sont appelés zones franches de précipité (PFZs) ou zones dénudées. Elles se produisent généralement :

- Autour des joints de grains ou de la deuxième phase de particules où le soluté est piégé (Figure-II-12).
- Ou dans des régions où il n'existe pas assez de lacunes pour nucléer les précipités.



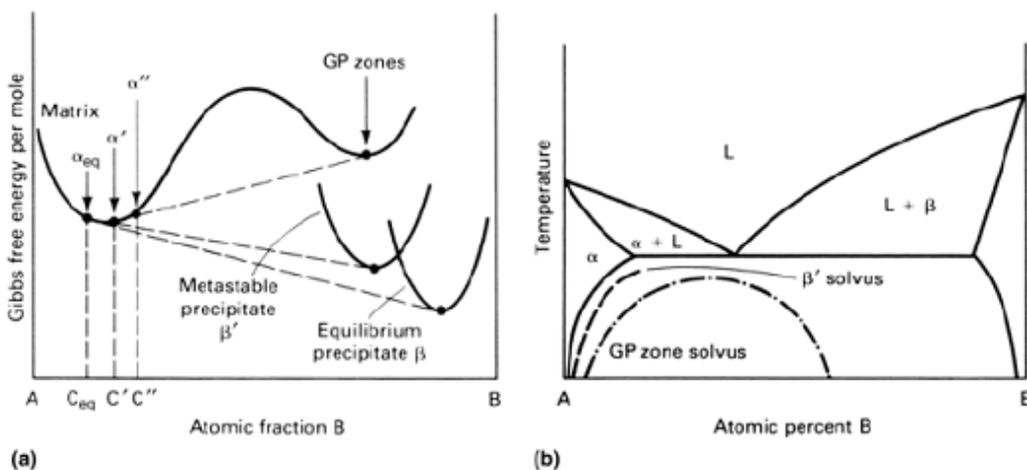
**Figure-II-12-** Micrographie des alliages d'aluminium 6061 moulés et homogénéisés, montrant la zone franche de précipité (PFZ) (absence de précipités  $Mg_2Si$ ) aux joints de grains. La PFZ a été créée par le manque de silicium, piégé dans les précipités AlFeSi au joint de grain [54].

Le grossissement des particules se produit parce que la microstructure des deux phases de l'alliage n'est pas stable et que l'énergie interfaciale est au minimum.

Le grossissement des particules est conduit par la diffusion d'atomes de soluté: ainsi, le taux de grossissement augmente avec la température. Dans certains cas, les taux de grossissement sont déterminés par le contrôle de l'interface.

La maturation d'Ostwald est le mécanisme où les petits précipités se dissolvent et le soluté est redistribué aux précipités stables. La plus grande solubilité des particules plus petites dans la matrice est appelé l'effet capillaire et peut-être vu sur un diagramme d'énergie libre (Figure-II-13-a). Les plus petites particules ont une énergie libre plus élevée due à la pression accrue en raison de la courbure de surface.

Le point de la tangente commune (Figure-II-13-a) se produit donc à une concentration de soluté plus élevée.



**Figure-II-13-** Diagramme de composition de l'énergie libre de Gibbs (a) emplacement des courbes de solvus (b) phases d'équilibre métastable et stable dans une séquence de précipitation. (a) Les points de tangence commune montrent la relation entre les compositions de la phase de la matrice ( $C''$ ,  $C'$ , et la  $C_{eq}$ ) et les différentes formes des phases de précipitation à température donnée. A partir de la représentation de la tangente commune, il peut être remarqué qu'à partir des petites zones de Guinier - Preston, il ya une plus grande solubilité dans la matrice. (b) Diagramme de phase hypothétique montrant l'emplacement des courbes de solvus métastable et stable. [51].

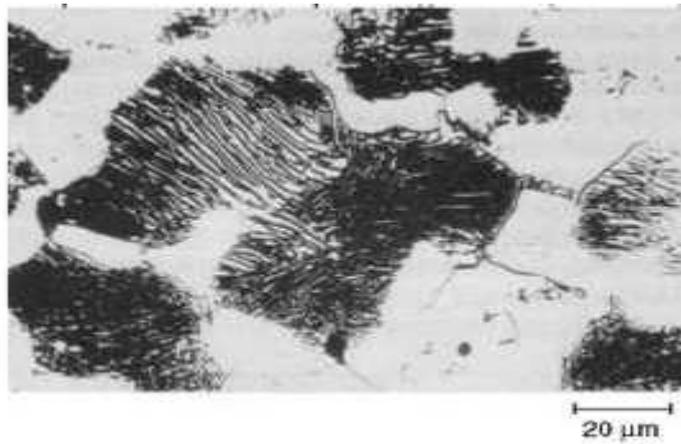
La croissance des précipités se produit par le mouvement des interfaces incohérentes ou un mécanisme de rebord où la cohésion est maintenue tant que l'épaississement est dû à la diffusion [48,51]. Le retour se produit quand un alliage contient des zones GP ou la phase intermédiaire semi-cohérente est chauffée au-dessus de leurs températures respectives de solvus et ils se redissolvent dans la matrice.

### ***II-6-3- La précipitation cellulaire ou discontinue :***

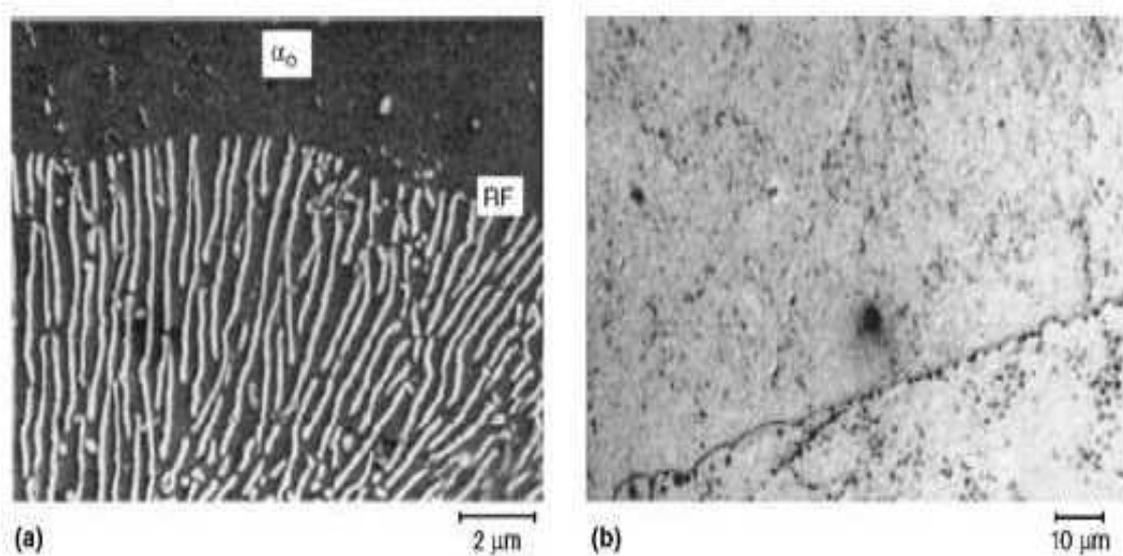
La précipitation de joint de grain peut avoir comme conséquence la précipitation cellulaire ou discontinue (DP).

Les figures-II-14 et -II-15 montrent des exemples de la structure lamellaire alternative qui est commune à de nombreuses transformations de précipitation cellulaire. Pendant la précipitation discontinue, la deuxième phase se germe au joint de grain, se déplace alors avec la réaction de précipitation. Elle commence typiquement à un joint incohérent coudé, qui est le point le plus susceptible pour soutenir le processus de nucléation hétérogène et la migration de joints. Le décalage ou la déformation de la disparité atomique sont des facteurs, bien que ni le misfit ni la déformation de la disparité atomique ne semblent être des conditions nécessaires dans plusieurs exemples (par exemple, Al-Li, Ni-Al, Ni-Ti, Al-AG, et Cu-Co) [55,56]. Les conditions générales et les critères du DP ne sont bien entendu pas du complètement aux les corrélations complexes parmi la structure de joint, l'énergie, la mobilité et la diffusivité du joint de grain.

À la suite de la nucléation, le joint de grain se déplace avec l'avancement de la réaction de précipitation comme illustré sur la figure-II-15-(b).



**Figure-II-14-** Précipitation discontinue de la phase  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{32}$ ) dans la fonte AZ80. [57].



**Figure-II-15-** Précipitation discontinue (DP). (a) Micrographie obtenue au microscopique électronique à balayage de la structure lamellaire dans une cellule de la DP Mg-10Al (% en poids) recuit à 500 °K pendant 40 min. RF, front de réaction;  $\alpha_0$ , solution solide sursaturée. (b) Micrographie optique du premier stade de la DP dans l'alliage Mg-10Al (% en poids) recuit à 500 °K pendant 20 minutes. [58].

## ***II-7- L'alliage Aluminium-Magnésium :***

Les alliages aluminium-magnésium (0.2 – 6.2 % at Mn) ont une résistance à la traction de 125 à 352 N/mm<sup>2</sup>, ils ne sont pas susceptibles de durcissement par traitement thermique et ont la résistance la plus élevée de ce groupe.

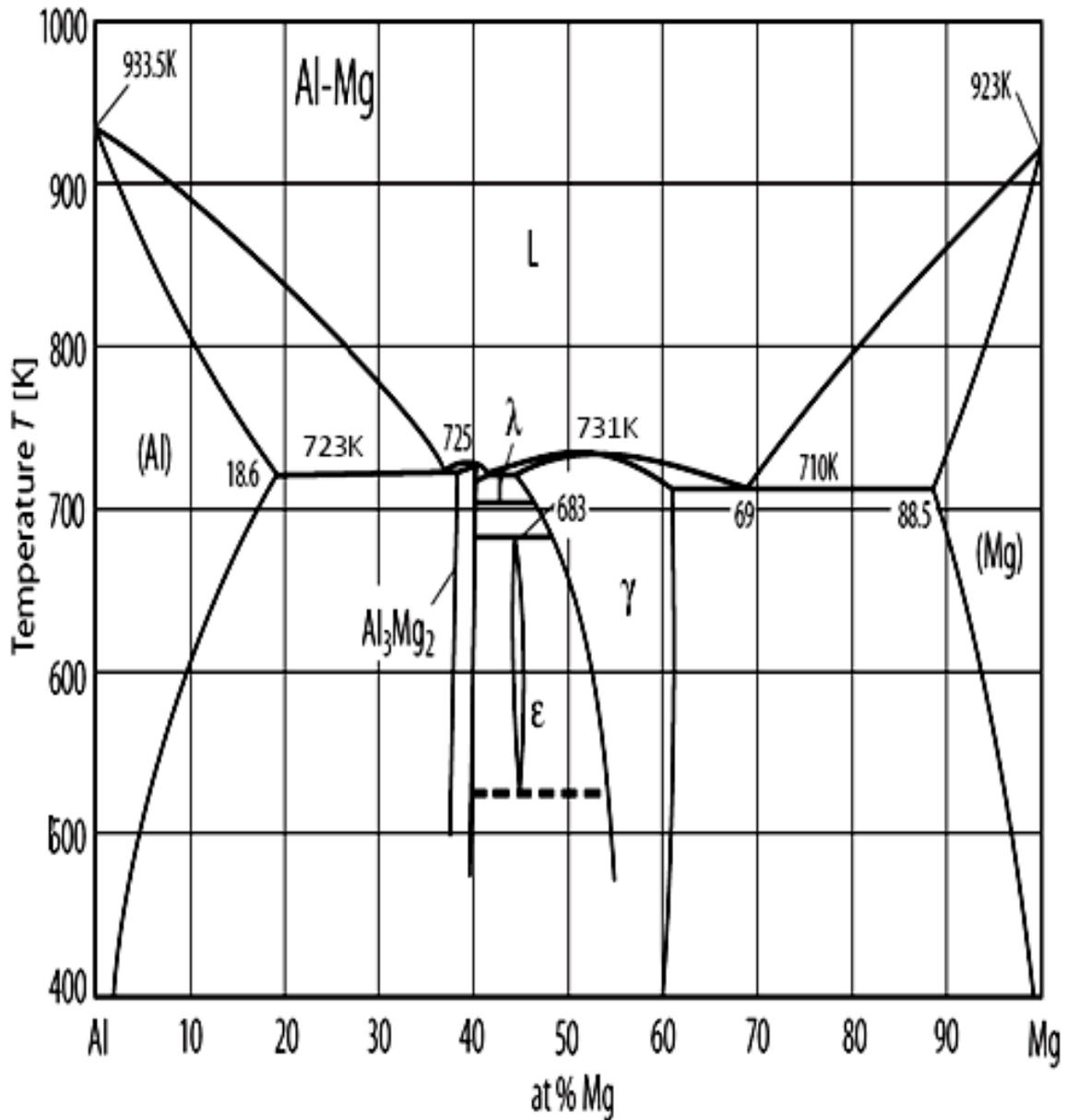
Ce sont des alliages très soudables et peuvent donc être utilisés pour diverses applications.

Les alliages binaires d'aluminium-magnésium sont employés couramment dans les applications exigeant une surface luisante et une résistance à la corrosion.

L'instabilité à la température ambiante des caractéristiques de vieillissement rend le traitement thermique nécessaire.

L'ajout de silicium, de cuivre, ou de zinc permet la formation des précipités Mg<sub>2</sub>Si, Al<sub>2</sub>CuMg ou Al<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub> vu qu'il existe une difficulté dans la nucléation des précipités de la phase FCC Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> dans les alliages d'aluminium-magnésium traité thermiquement.

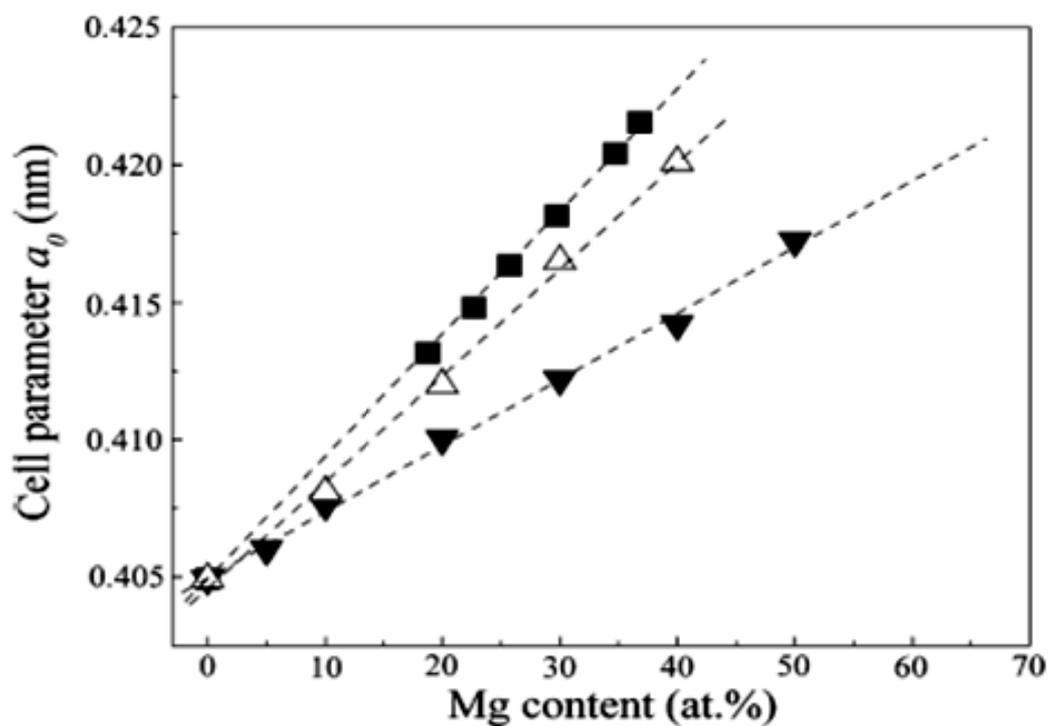
Le diagramme de phase d'aluminium-magnésium (Figure II-16) a un solvus franchement en pente, qui est une condition nécessaire pour un système précipitant-durcissant tel que l'aluminium-cuivre.



**Figure II-16-** diagramme de phase Al-Mg. [59].

La figure II-17 montre la variation du paramètre de la maille  $a_0$  en fonction du pourcentage de magnésium pour l'alliage Al-Mg, pour de la phase CFC de  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  et pour la phase  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  (poudre provenant du broyage mécanique). Ces courbes montrent une augmentation linéaire du paramètre de la maille avec l'augmentation du pourcentage de magnésium dans les trois cas mais que cette variation reste liée aux

traitements successifs utilisés pour la préparation des solutions solides [60]. Les valeurs correspondantes à ce paramètre sont reportées dans le tableau II-6.



**Figure-II-17-** Paramètres de la maille  $a_0$  des solutions solides de CFC-Al (Mg) en fonction de la teneur en Mg pour l'alliage RQ Al-Mg[61] (carrés pleins), pour les poudres d'Al-Mg allié mécaniquement (triangles pleins) [62] et pour préallages MM Al-Mg (triangles vides).

Mg (at.%) [63]	Parameter de la maille (nm)	Mg (at.%) [64]	Parameter de la maille (nm)	Mg (at.%)	Parameter de la maille (nm)
18.8	0.41315	5	0.40601	10	0.4081
22.7	0.41480	10	0.40763	2	0.4120
25.7	0.41635	20	0.41002	30	0.4165
29.8	0.41815	30	0.4122	40	0.4201
34.7	0.42040	40	0.4142		
36.8	0.42155	50	0.41724		

**Tableau -II-6-** Teneurs en Mg et les paramètres de la maille correspondants pour la solution solide sursaturée Al-Mg préparée par une trempe rapide [65], alliage mécanique [62] et le broyage mécanique [66].

### *II-7-1- Etude de la phase $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>:*

La phase  $\beta$  du système Al-Mg appartient à la classe des alliages métalliques complexes (CMAs). Ce sont les systèmes métalliques basés sur les structures cristallines avec des mailles élémentaires géantes comportant jusqu'à mille atomes par maille élémentaire disposée dans une sous-structure grappe [67]. Selon la solution de structure de Samson [68], la phase  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> a le groupe spatial Fd $\bar{3}$ m et est basée sur une maille élémentaire avec le paramètre 2.8 nm contenant approximativement 1168 atomes disposés dans différents polyèdres de coordination.

La phase  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> a été complètement examinée cristallographiquement depuis les années 1960 [68.69]. Cependant, très peu d'études ont été effectuées à l'époque pour déterminer ses propriétés physiques vu que ceci nécessite l'utilisation d'un monocristal de haute pureté.

La structure de la phase  $\beta$  a été prédéterminée à la température ambiante aussi bien qu'in situ à 400°C. Elle est conforme essentiellement au modèle de Samson [68].

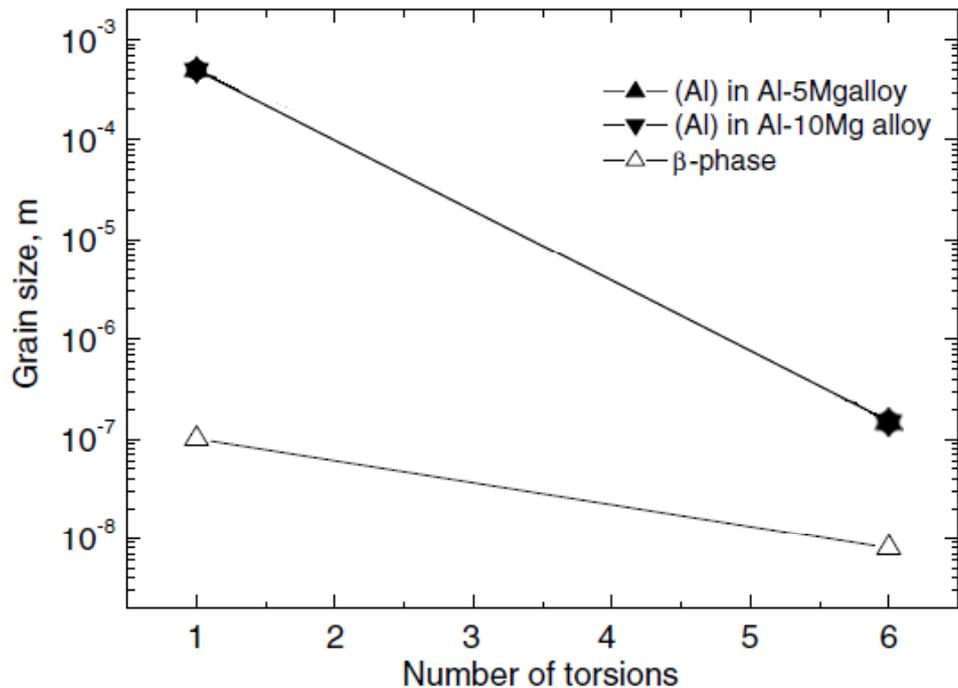
Le tableau suivant résume toutes les données sur la phase Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>.

$a$ [Å]	28.2435(1)
$V$ [Å <sup>3</sup> ]	22529.7(3)
Space group/origin	Fd $\bar{3}m$ (No.227)/choice II, origin at centre ( $m\bar{3}$ )
Radiation/ wavelength[Å]	Synchrotron/0.35077(1)
2 $\theta$ range of data collection (°)	40
Reflections collected	4239
Unique reflections	692
Refinement method	Rietveld
Parameters refined	48
$R_B$	0.032
Number of Al atoms	742(8)
Number of Mg atoms	436(7)
Total number of atoms	1178(14)
Refined composition	Mg <sub>37</sub> Al <sub>63</sub>

**Tableau -II-7-** Données cristallographiques et détails raffinés pour l'alliage

Mg<sub>38.5</sub>Al<sub>61.5</sub> [70].

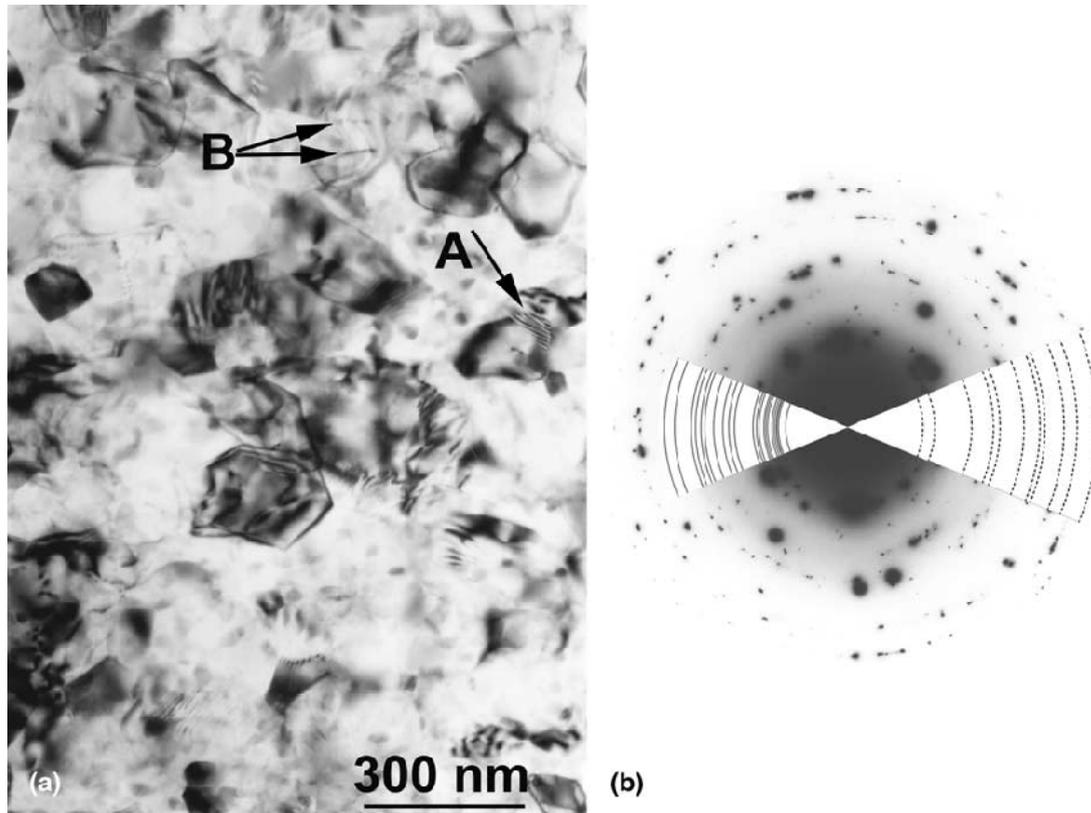
La figure-II-18- montre la variation de la taille des grains de la solution solide d'Al et de la phase Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> avant déformation et après une déformation en torsion (HPT).



**Figure-II-18-** Taille des grains de la solution solide d'Al et de la phase  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  avant et après une déformation à haute pression en torsion (HPT). [71].

La figure II-19 quant à elle représente la structure de l'alliage Al-5 wt% Mg après la déformation HPT. B.b. Straumal et al [71] ont déterminé la taille des grains, elle est d'environ 150 nm au lieu de 500  $\mu\text{m}$  avant déformation. De même, ils ont détectés dans la structure une densité de dislocation est très élevée ( $> 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ). Les dislocations observées sont principalement disposées dans les sous-joints de grain (figure II-20-a, A et B). Les schémas de la zone de diffraction sélectionnée (SAED) ont révélés la présence des particules de la phase  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) (figure II-20-b-), elles sont réparties dans le matériau et sont extrêmement dispersées. L'analyse par les rayons X n'a pas détecté la phase  $\beta$  dans l'alliage. Elle implique que sa fraction volumique n'est pas supérieure à 1%. La taille des grains de phase  $\beta$  peut être estimée comme  $< 10$  nm. L'alliage avec 10% de Mg a une structure similaire avec une plus

petite taille de grain d'Al : environ 90 nm. Il était impossible de mesurer la concentration de Mg dans l'Al par EDX (l'énergie dispersive des rayons X) puisque les particules  $\beta$  sont très fines, distribuées au hasard et ne peuvent être exclus d'après le champ d'analyse.



**Figure-II-19-** Microstructure de l'alliage Al-5%Mg après une déformation à haute pression en torsion. (a) micrographie en champ clair. A - Les dislocations. B - les sous-joints de grains. (b) SAED avec des réflexes de Al (traits pleins) et la phase  $\beta$  (lignes en pointillés). Les positions des anneaux sont également présentés pour la phase  $\beta$  (à gauche) et Al (à droite). Les réflexions de la phase  $\beta$  : (771), (17 5 3); (11 1 1), (14 12 4); (880), (14 14 0); (882), (21 3 1); (11 3 3), (16 16 0); (11 5 1), (23 3 1); (12 4 2), (17 17 1); (10 6 6), (20 14 4); (13 3 1), (26 6 6); (10 10 0), (23 15 1); (11 9 3), (24 16 2); (15 1 1), (29 1 1); les réflexions d'Al : (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (3 3 1), (4 2 0), (4 2 2), (5 1 1), (5 3 1).

### ***II-7-2- Phénoménologie de précipitation dans l'alliage Al-Mg :***

La précipitation dans les alliages d'aluminium et le phénomène de durcissement structural sont des exemples types d'une problématique scientifique où l'innovation industrielle. Les mécanismes de durcissement structural impliquent un ralentissement du mouvement des dislocations par des objets extrêmement petits. La précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium.

Bien que découvert au début du siècle dernier par Wilm dans les alliages Al-Cu-Mg, ce phénomène est resté longtemps mal compris car impossible à observer. La formation d'une nouvelle phase précipitée de manière extrêmement fine a d'abord été proposée pour expliquer le phénomène.

Ces premières observations ont donné lieu à l'appellation de zones de Guinier-Preston (zones GP) pour ces objets. Il s'agit d'amas isostructuraux de dimensions parfois sub-nanométriques.

Toujours sursaturée, la solution solide peut continuer à se décomposer. Elle se forme souvent de précipités nanométriques métastables avant l'apparition de la phase stable prévue par les diagrammes d'équilibre.

Cette séquence de précipitation ne donne cependant pas lieu à des propriétés mécaniques constantes. Selon la taille, la forme, la cohérence et la densité numérique des particules de phases en présence, les propriétés de l'alliage vont changer. Cette modification a été interprétée par des interactions différentes avec les dislocations qui vont conduire à un ralentissement plus ou moins important de leur mouvement. Les concepts de freinage et de glissement de dislocations ont alors été modélisés. Concernant la formation des phases à partir de la solution solide sursaturée, les théories des transformations de phases, notamment par germination - croissance - coalescence ont vu le jour. La présence de lacunes en nombre important dues à la trempe après mise en solution de l'alliage a permis d'expliquer la rapidité avec

laquelle les nouvelles phases se formaient, bien que la diffusion des atomes de solutés soit habituellement lente à température ambiante ou modérée.

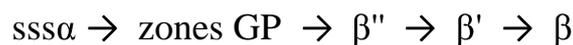
Les premiers stades de la précipitation à des températures en dessous de 100 °C dans les alliages Al-Mg ont été étudiés par microscopie électronique en transmission (TEM) Par différents auteurs, [72.73.74.75.76.77] Les observations en TEM ont montré l'apparition des précipités sphériques dans les alliages Al-Mg après vieillissement pendant quelques jours autour de la température ambiante alors que la zone sélectionnée de diffraction (SAD) révèle que ces précipités sont une phase ordonnée  $L1_2$  (Sato et al. 1982 [74]). La formation de cette phase est liée à une diminution de la résistivité. Ces particules dont la structure à trois dimensions est bien définie ont été appelé  $\beta$ ".

Ainsi, la formation des précipités ordonnés  $L1_2$  a été mise évidence, alors que la formation d'un pré-précipité, nommé zone GP, était moins claire. L'augmentation mentionnée de la résistivité pendant la première journée du vieillissement à température ambiante (Osamura et Ogura 1984 [80]) combiné avec l'observation d'une structure légèrement taché en TEM (Sato et al.1982 [74]) indique que les structures modulées ou les grappes de soluté se forment pendant cette tout première étape de vieillissement.

Le vieillissement à des températures au-dessus de 100°C des solutions solides contenant jusqu'à 18% de Mg ne révèle ni la formation des structures ordonnées  $L1_2$  ni celles des zones. Dans un solide trempé et liquide trempé des alliages Al-Mg vieillis entre 110°C et 250°C apparaissent deux phases, une phase intermédiaire hexagonale semi-cohérente appelée  $\beta'$ (composition approximative  $Al_3Mg_2$ , avec des paramètres de maille  $a = 1,002$  nm et  $c = 1,636$  nm (Bernole, Raynal et Graf 1969[81]) puis une phase d'équilibre  $\beta$  (structure complexe FCC, avec  $a = 2,824$  nm et composition approximative  $Al_3Mg_2$ ), cette dernière n'apparaît que dans les derniers stades de vieillissement lorsque l'épuisement de Mg de la matrice est presque accompli (Bernole 1974[82], Starink et Zahra 1996[83], Van Mourik, Maaswinkel, De Keijser et Mittemeijer 1989[84]).

La DSC et les expériences de résistivité montrent généralement des caractéristiques qui ressemblent à celles qui ont conduit à l'explication de la formation des zones de Guinier-Preston (GP) dans ces systèmes d'alliage ; la résistivité augmente au cours du vieillissement à température ambiante, en effet les alliages vieillis présentent un événement à basse température pendant un cycle de dissolution DSC. Pour cette raison, de nombreux chercheurs ont interprété les processus de basse température comme étant due à la formation de zones dites GP. [85.86.87.88.78]. les petites Angle de diffusion neutronique [89.90.91.92]

En résumé, la plupart des travaux sur la précipitation dans Al-Mg ( Osamura et Ogura 1984 [80], Nozato et Ishihara 1980[85], Boucheur et al. 1996 [87]) indiquent la séquence de précipitation suivante :(les symboles utilisés par Osamura et Ogura 1984 [80]):



où  $ss\alpha$  est la solution solide sursaturée, la zone GP (aussi indiqué comme  $\delta''$ ) est la structure modulée,  $\beta''$ (d'autres indications:  $\delta'$ , zone GP ordonnée ( Dauger et al. 1979 [92]) ou zone GP ) est une phase ordonnée  $L1_2$  (Sato et al. 1982 [74]),  $\beta'$  est la phase hexagonale intermédiaire semi-cohérente (Bernole 1974 [82]), qui représente le principal durcissement du précipité (Nebti et al. 1995 [86]) enfin  $\beta$  est la phase d'équilibre (composition approximative  $Al_3Mg_2$  ) qui possède une structure complexe FCC.

Bien que la séquence des précipitations dans les alliages binaires Al-Mg a été étudié par de nombreux chercheurs, plusieurs questions relatives à l'effet des sites vacants sur la nucléation des zones GP et les limites de stabilité de  $\beta''$  et ses précurseurs sont demeurées sans réponse. Pour cette raison, une série d'expériences de vieillissement isothermes et non isothermes ont été réalisées sur trois alliages Al-Mg par calorimétrie isotherme et DSC [93], tandis que la TEM a été utilisée pour l'identification de phase.

Le vieillissement à basse température isotherme a été utilisé pour obtenir les températures maximales de la formation de  $\beta''$  et des zones GP et les essais de DSC ont été réalisés à température ambiante sur des alliages vieillis avec différentes compositions.

➤ La trempe dans l'eau de fusion de la glace et le refroidissement lent de l'alliage Al-Mg avec un teneur de 11,14 et 16 at%Mg ont été étudiés par l'utilisation de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la calorimétrie isotherme et la microscopie électronique à transmission (TEM). Les résultats peuvent être résumés comme suit :

- Les expériences de TEM sur les échantillons de Al-16at%Mg vieilli pendant 2 ans à la température ambiante confirme la présence des précipités sphérique de la phase  $L1_2$  ordonnée  $\beta''$ .

- Deux événements de chevauchement endothermique de DSC dans la gamme de 50-150°C ont été identifiés dus à la dissolution des zones GP et les précipités de la phase  $\beta''$ .

- les expériences de la DSC et de la calorimétrie isotherme ont montré que la limite de stabilité de la phase  $\beta''$  dans Al-16at%Mg est 90°C. Les points au-dessous de la solubilité des zones GP aussi bien que des points entre la solubilité des zones GP et la phase  $\beta''$  ont été obtenues pour les alliages Al-Mg avec un teneur de 11,14 et 16 at%Mg [94].

➤ La formation des zones GP est associée à un grand changement d'enthalpie [60]. Ainsi ; la formation des zones GP dans le liquide de trempe des alliages AL-Mg peut être tracé par l'application de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) [94], il a été constaté que la formation des zones GP dans un liquide de trempe de l'alliage Al-12,8at%Mg commence après un stockage de 11,5 jours à la température ambiante. Tandis que leur formation (GP) dans un liquide trempe de l'alliage Al-17,2at%Mg commence après un stockage de 3 jours à la température ambiante.

➤ Un recuit avec une vitesse constante entre 5 et 40 °k /min, entraîne la dissolution des zones GP en-dessous de 400°K selon [94], Nazato et Ishihara [95]. Les températures des dissolution des zones GP et  $\beta''$  s'étendent de 330 à 360°k [95] et ne dépendent pas de la teneur en magnésium des alliages (teneur de magnésium entre 7.5 et 12.5at%). Pour les même alliages, le solvus  $\beta'$  se trouve probablement entre 500 et 550°K. Ainsi, deux conditions initiales fondamentalement différentes peuvent être discernées :

- i. L'alliage contient des zones GP formé pendant le vieillissement à température ambiante.
- ii. L'alliage ne contient pas des zones GP, parce que le vieillissement débute juste après le trempe.

Dans le cas (ii) une précipitation directe de la phase  $\beta'$  se produirait.

Comme la dissolution des atomes de magnésium dans la matrice de l'aluminium diminue le paramètre du réseau de la matrice d'aluminium. Alors la précipitation de la phase  $\beta'$  est comme une conséquence directe de la diminution du paramètre du réseau de la matrice d'aluminium.

La comparaison des résultats de l'analyse dilatométrique et de DSC, confirme que les phases  $\beta'$  et  $\beta$  était formés respectivement après vieillissement à 150°C pour 10 h et 0,5 h à 250°C. Un second essai (dilatométrique et calorimétrique), mené juste après le premier a confirmé l'absence des zones GP et la présence des particules des phases  $\beta'$  et  $\beta$ .

Ainsi on peut conclure qu'un excès de sites vacants a accéléré la précipitation et la nouvelle concentration d'équilibre à été établie.

Les essais de dilatométrie et de DSC confirmés par des observations au MET [96] mettent en évidence la formation des zones GP à basses températures dans l'alliage Al-12wt%Mg sans trempe dans les sites vacants après une précipitation partielle des phases semi cohérentes  $\beta'$  et  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ).

# Chapitre III

## Les techniques expérimentales

### ***III-1- Elaboration des échantillons :***

L'échantillon que nous avons utilisé pour cette étude est un alliage de Magnésium - Aluminium de teneur 5% at. Mg fourni par Good-Fellow sous forme de plaque au LMPM de l'ENSMA de Poitiers.

Les éprouvettes de frottement interne ont été prélevées dans cette plaque sous forme de lames (50 x 5 x 1) mm<sup>3</sup>.

L'éprouvette utilisée pour les essais a été trempée à l'eau après un maintien de 15 mm à 460° C. Les essais isothermes ont été menés en montée en température augmentée par palier de l'ambiante jusqu'à 540 °C.

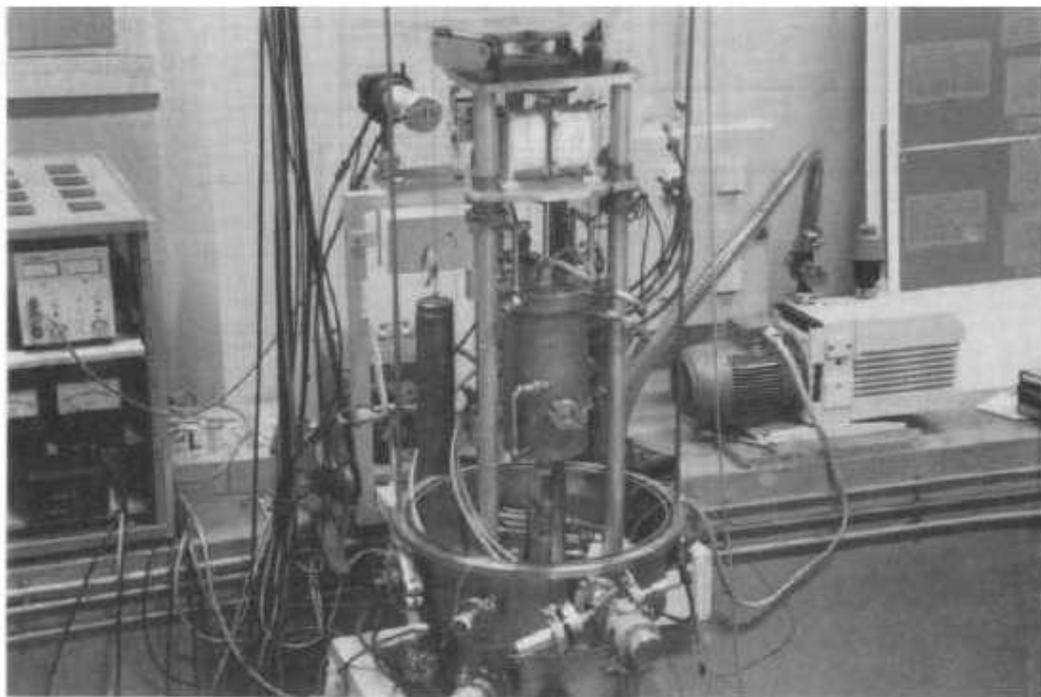
Les expériences ont été effectuées à différentes amplitudes lors de la montée en température avec les déformations maximales :  $d_{05} = 5 \times 10^{-7}$  -  $d_1 = 10^{-6}$  -  $d_2 = 2 \times 10^{-6}$  et  $d_5 = 5 \times 10^{-6}$

### ***III-2- Pendule de torsion inversé :***

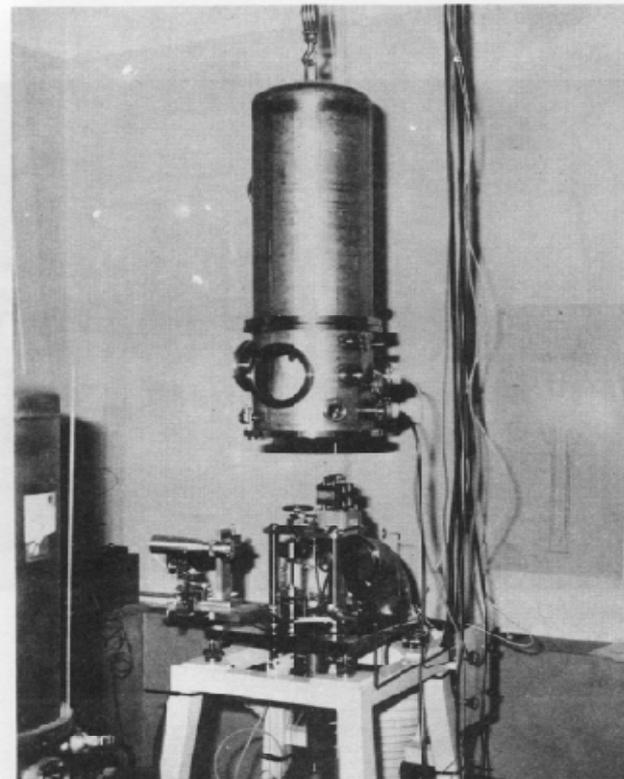
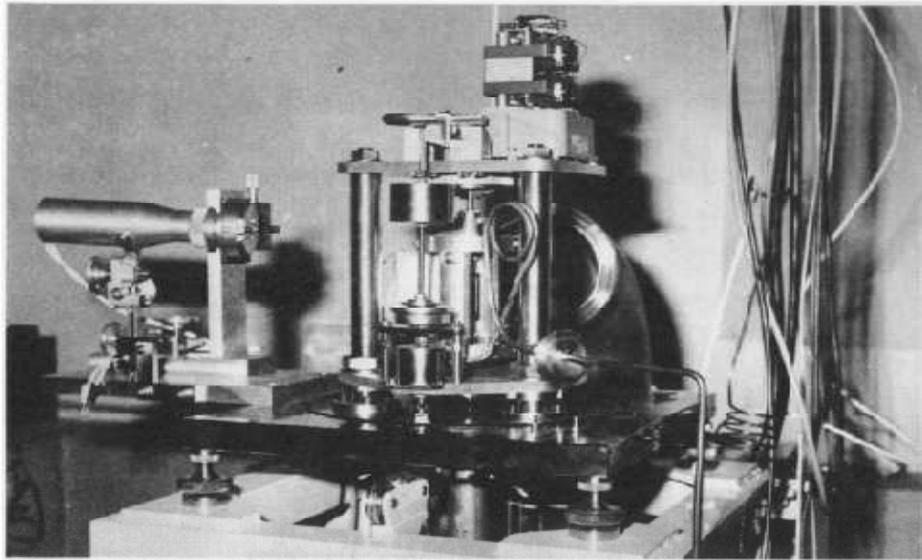
L'appareil utilisé au cours de cette étude est un pendule de torsion inversé travaillant à fréquence variable dans un intervalle s'étendant de Hz 60 Hz à  $10^5$  Hz ; le chauffage se fait par un four extérieur. Ce principe de mesure du frottement intérieur a été mis au point au laboratoire par Woïrgard et al. [97]. 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. Rivière et al. [98] 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.

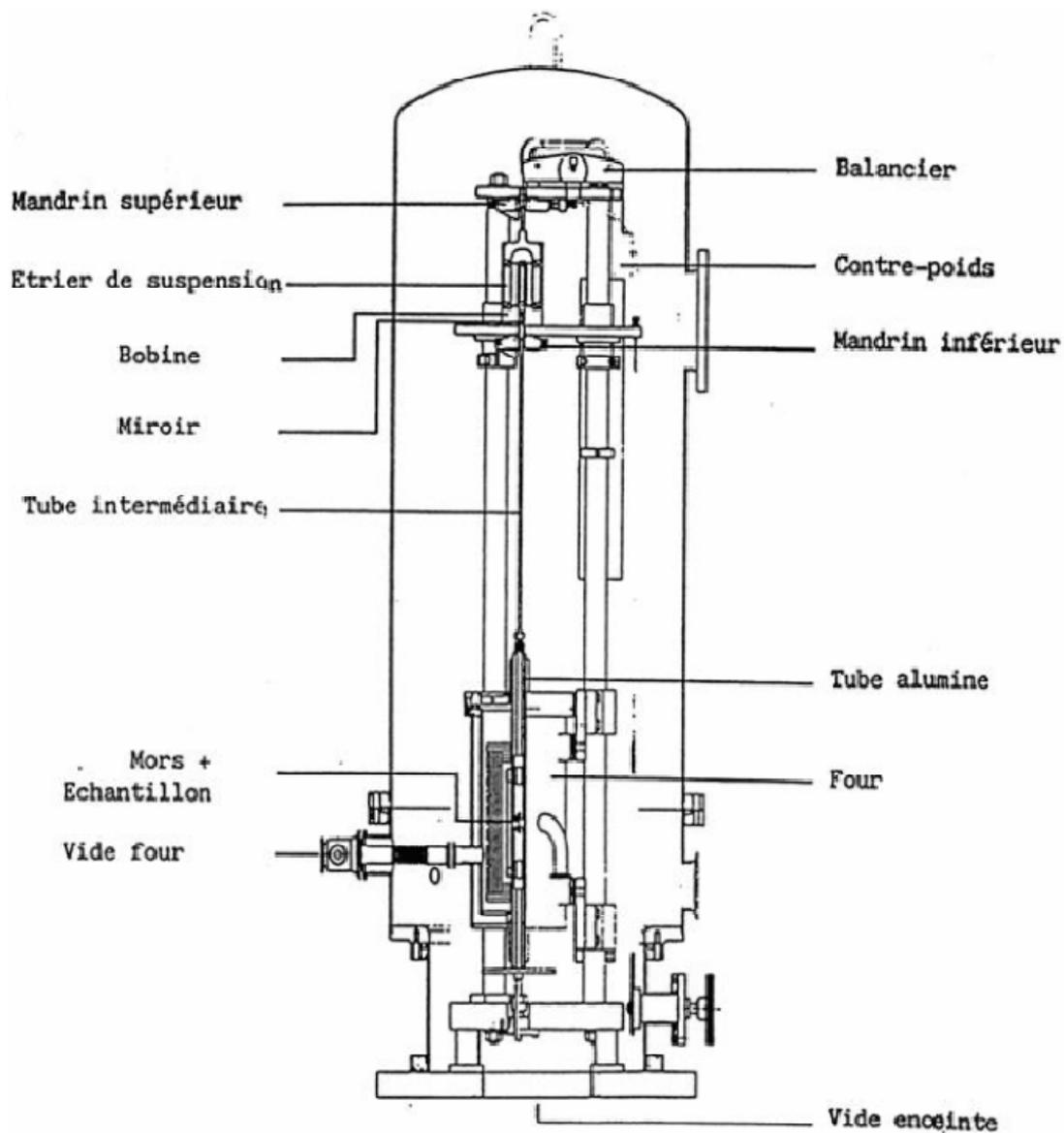
Les figures III-1 à III-5 représentent respectivement une vue d'ensemble de l'appareil, son plan général et le détail du système de détection.



**Figure III-1**



**Figures III-2 et III-3**



**Figure III-4-** Plan général du pendule de torsion inversé.

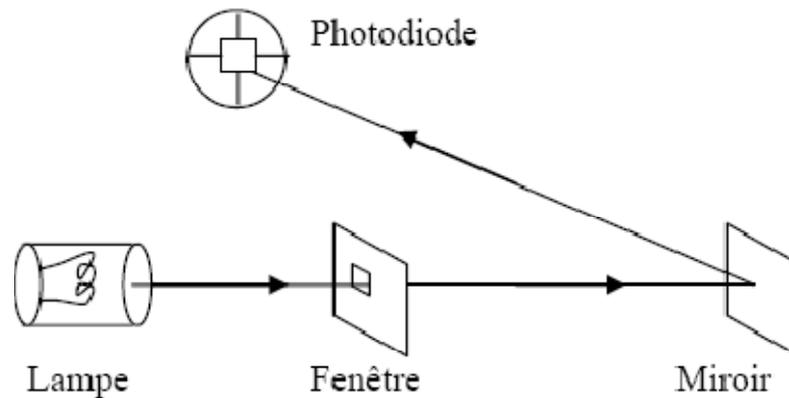
### ***III-2-1- Principe de fonctionnement :***

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

### **III-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 III-5 est représenté le schéma de principe de la détection.



**Figure III-5-** Schéma de principe de la détection.

### **III-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 et sont serrées par des mors de fixation en alliage réfractaire permettant d'opérer sous vide jusqu'à 1570 K. 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 (dûs à la présence des défauts de structure) en fonction de la fréquence de vibration à température stabilisée ce qui représente un progrès considérable par rapport aux mesures effectuées avec les pendules classiques opérant à fréquence fixée (généralement à 1 Hz) en fonction de la température.

### ***III-3- 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. De même pour chaque essai, nous pouvons suivre directement l'évolution du module en fonction de la fréquence.

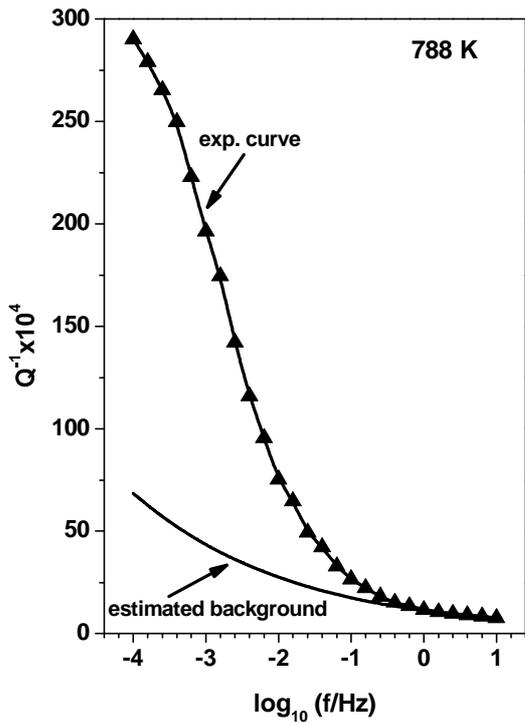
### ***III-4- Dépouillement des résultats expérimentaux:***

Les mesures du frottement intérieur obtenues à l'aide du pendule décrit correspondent généralement à des pics de relaxation superposés à un fond continu de basse fréquence ( $\approx$  haute température) figure III-6.

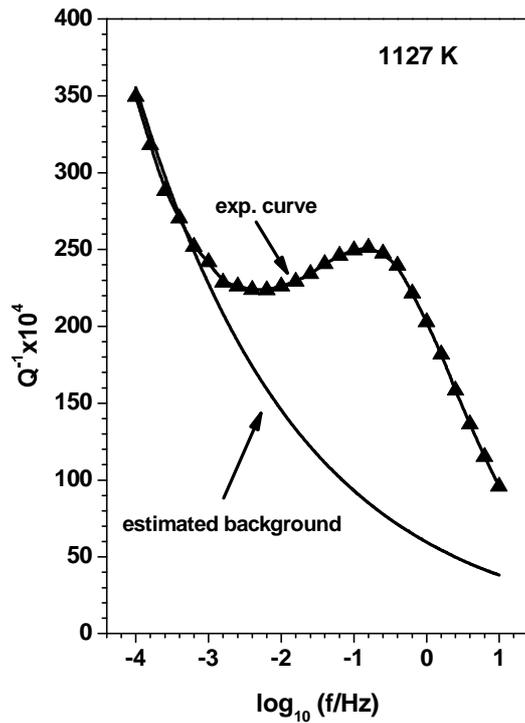
La détermination des paramètres de relaxation nécessite la soustraction de ce fond continu. Pour ce faire, nous avons supposé que le fond continu évolue avec la fréquence suivant une loi en  $\frac{1}{\omega^n}$  [99], [14]. En l'absence de pic, la courbe exprimant  $\ln Q^{-1}$  en fonction de  $\log N$  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 [100]. La méthode de dépouillement pour la mise en évidence des pics de relaxation est représentée sur la figure III-6 qui illustre les deux cas pour un monocristal de Cu 7% at Al.

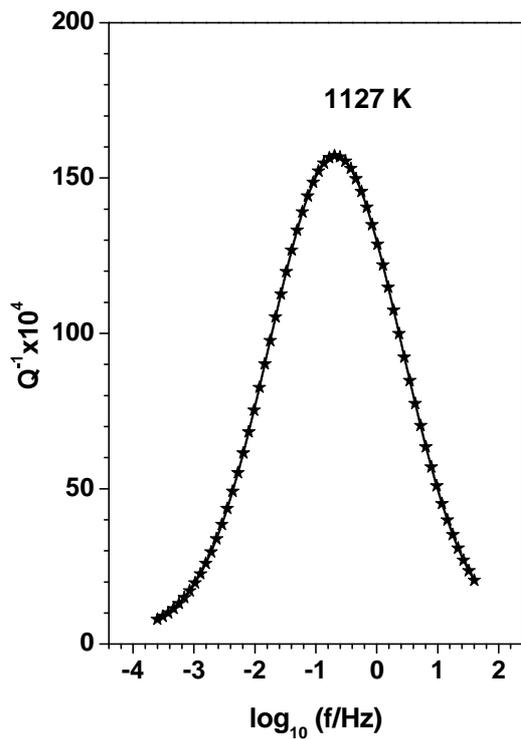
La soustraction ne peut se faire que si l'on s'assure que le supposé fond continu ne représente pas le flanc gauche d'un pic de très basses fréquences.



(a)



(b)



(c)

**Figure III-6-** (a) Determination of the low frequency background from high frequency measurements at low temperature. (b) Determination of low frequency background from low frequency measurements at high temperature. (c) After subtraction of the background [100].

### ***III-4-1- Détermination des paramètres de relaxation :***

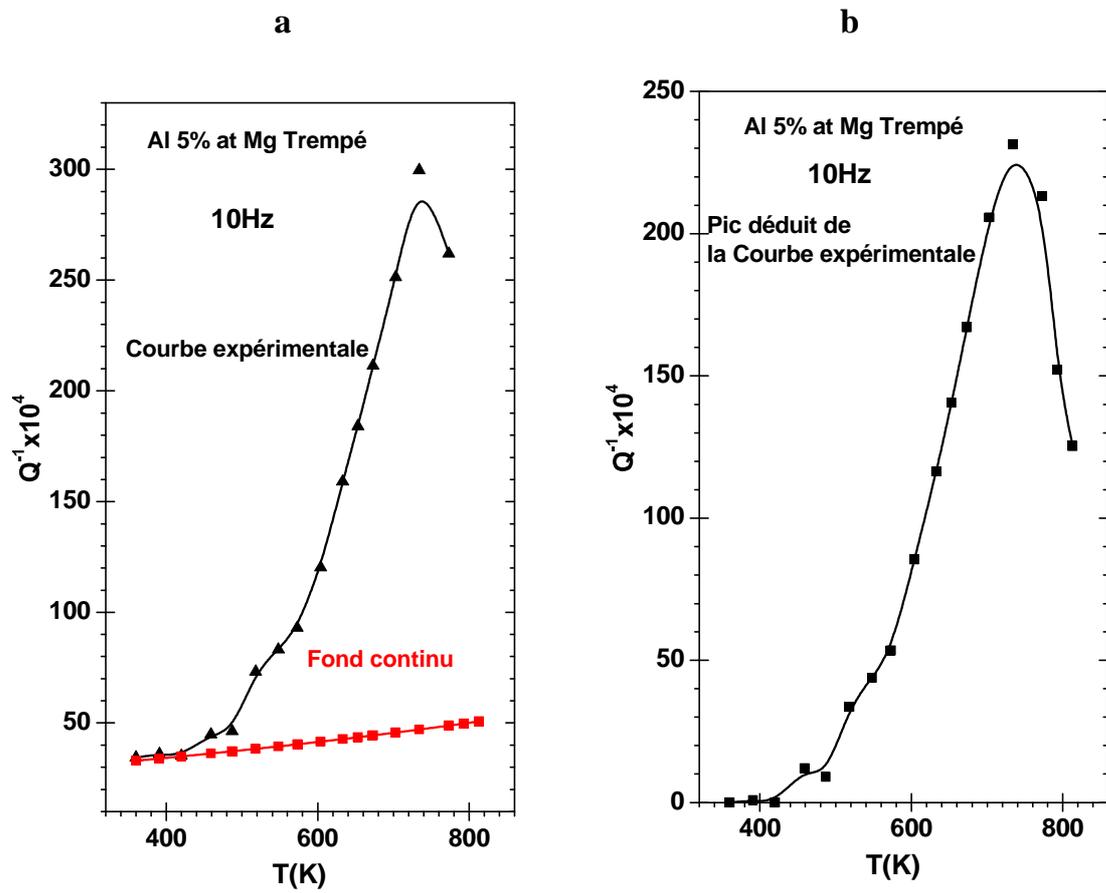
Pour la détermination des paramètres de relaxation, nous devons tenir compte de la loi d'Arrhenius  $\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{H}{RT}\right)$  et de  $\omega\tau = 1$  pour le maximum du pic avec  $\omega = 2\pi N$ , L'équation de la droite (appelée courbe d'Arrhenius) qui nous permet de déterminer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

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

La pente de cette droite représentée pour les couples  $(N_p, T_p)$ , nous permet de calculer l'énergie d'activation  $H$  associée au pic et son ordonnée à l'origine le temps de relaxation limite  $\tau_0$ .

### ***III-4-2- 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 qui varie entre 50 Hz et  $10^{-5}$ Hz. La figure III-7 illustre le frottement interne en fonction de la température à 1 Hz pour l'alliage de notre étude.



**Figure III-7** - Evolution de  $Q^{-1} = f(T)$  à 10 Hz. (a) Courbe expérimentale et fond continu. (b) Pic obtenu après soustraction du fond continu.

# Chapitre IV

## Les résultats expérimentaux

#### ***IV-1- Introduction :***

Ce travail a pour but l'étude du comportement mécanique, en frottement intérieur, d'un alliage polycristallin d'Al –Mg de teneur 5% en atomes de magnésium, à l'état trempé.

L'exploration d'une large gamme de fréquence ( $10^{-5}$  Hz - 40 Hz) à température fixe, rendue possible par notre dispositif expérimental décrit au chapitre précédent, nous a permis de mettre en évidence un frottement intérieur dont l'origine est aussi diverse que variée.

En effet ; l'analyse de nos résultats expérimentaux montre que les mécanismes, qui régissent le comportement de ce type d'alliage, est le résultat d'une part : de la précipitation et d'autre part de l'interaction entre les dislocations et les atomes de soluté.

Nos essais ont été conduits, en utilisant la technique de la spectroscopie mécanique isotherme, sur un échantillon, en stock au laboratoire, qui a été trempé à l'eau après un maintien de 15 minutes à 460°C.

Pour chaque palier de température choisi entre l'ambiante et 540°C, notre souci majeur était la recherche de l'état microstructural stabilisé. La sensibilité de cet alliage à la durée de vieillissement montre qu'il est le siège d'une évolution microstructurale très rapide au début, ce qui nous a obligé de conduire plusieurs expériences dans les mêmes conditions jusqu'à l'obtention de la reproductibilité de deux essais consécutifs.

On notera que toutes nos manipulations ont été obtenues en montant en température, ce qui implique que la température d'expérimentation sera elle-même celle du recuit.

La présentation de nos résultats expérimentaux a été agencée de manière à mettre en évidence les différents facteurs qui contribuent aux phénomènes de relaxation observés sur notre alliage.

***IV-2- Résultats expérimentaux :***

***IV-2-1- Influence du vieillissement sur les courbes :  $Q^{-1} = f(f/Hz)$***

**La planche I** : regroupe l'ensemble de nos résultats effectués à cet effet.





## Planche : I

Influence du vieillissement sur les courbes :  $Q^{-1} = f(f/Hz)$  et rôle du temps de maintien sur la stabilité de la microstructure.

·  
·





















*IV-2-2- Influence de la température sur l'évolution des courbes :*

*$Q^{-1} = f(f/Hz)$  stabilisées.*

**La planche II** : illustre l'influence de la température.



## Planche :II

Influence de la température sur l'évolution des courbes :  $Q^{-1} = f(f/Hz)$   
stabilisées.

### *IV-2-3- Influence de la fréquence sur l'évolution des courbes : $Q^{-1} = f(T)$*

Il est à noter que les courbes  $Q^{-1} = f(T)$  sont déduites des courbes stabilisées  $Q^{-1} = f(f/Hz)$ . Ainsi, chaque point correspondra à un état microstructural stable indépendant du temps de revenu.

Les figures (IV-6-a et b) résument de manière explicite, le rôle joué par ce paramètre dans la mise en évidence des différents phénomènes physiques dont notre alliage est le siège.

A ce titre ; la figure-IV-6 (a) montre clairement l'existence d'un phénomène non activé thermiquement. Il traduit un processus de précipitation (invisible sur les courbes  $Q^{-1} = f(f/Hz)$ ) qui a lieu, respectivement, vers 240°C et 380°C. Ainsi la première précipitation a lieu vers 240°C et elle correspondrait, selon toute vraisemblance, à la l'apparition de la phase  $\beta'$ . En effet ; d'après certains auteurs [87-101-102 -103], ayant travaillé sur l'Al-Mg (12%at.), cette phase apparait vers 210°C puis disparaît ensuite vers 280°C - 290°C.

Concernant, par contre, la deuxième précipitation qui a lieu vers 380°C, il semble difficile de concilier nos résultats avec ceux de ces mêmes auteurs qui, d'après eux, la dissolution de la phase stable  $\beta$  s'effectue autour de 360°C - 380°C.

Pour notre part ; il nous paraît difficile d'exclure une probable précipitation celle – ci (phase  $\beta$ ) vers 380°C. La chute brutale du module accompagnée par une évolution de la microstructure, observée à 461°C, pourrait très bien provenir de sa dissolution.

On notera enfin qu'il n'a été possible de mettre en évidence cette précipitation à 380°C que grâce au dispositif expérimental utilisé. En effet ; ce phénomène ne se manifeste qu'aux très basses fréquences ( $f \leq 5 \times 10^{-2}$  Hz), ce qui est hors de portée des pendules classiques.

Par ailleurs ; en plus de la précipitation, la figure- IV-6 (a) révèle également tous les phénomènes activés thermiquement. Ainsi les quatre pics ( $P_1$ ,  $P_2$ ,  $P_3$  et le pic de haute température), que nous avons trouvés précédemment sont présents sur cette courbe :

Le pic  $P_1$ , se situe autour de 180°C. Son apparition vient, donc, après la dissolution des zones GP et probablement de la phase cohérente  $\beta''$  qui se produit entre 60°C et 110°C [107].

Sa disparition est suivie de l'apparition de la phase semi-cohérente  $\beta'$ . Après la dissolution de cette dernière, le pic  $P_2$  se développe et ne disparaîtra qu'à  $400^\circ\text{C}$ , température à laquelle on assiste à la précipitation de la phase incohérente  $\beta$ .

Pour le pic  $P_3$ , il existe entre  $10\text{Hz}$  et  $6.3 \times 10^{-2}\text{ Hz}$  sur une plage de température allant de  $480^\circ\text{C}$  à  $500^\circ\text{C}$ . Sa naissance vient après la dissolution de la phase  $\beta$  qui se produit vers  $460^\circ\text{C}$

Aux très basses fréquences ( $\leq 6.3 \times 10^{-2}\text{ Hz}$ ), il disparaît pour laisser place à l'apparition d'un pic de haute température qui se déplace lentement vers les basses fréquences (figure-IV-6 (b))

### **IV-3- Observations au microscope électronique à transmission (MET) :**

Nous précisons d'emblée que les photos que nous allons présenter (Planche : 3) ne constituent que le début d'un travail beaucoup plus approfondi qui fera l'objet de la thèse de doctorat de Mme Benyahia Nawel.

Nous noterons, à ce titre, que l'exploitation des observations ne se fera donc qu'à titre indicatif, car les temps de revenu effectués in – situ (5 mn au plus pour chaque température) ne correspondent pas à ceux que l'on a appliqués lors des essais mécaniques.

Par ailleurs ; aucune phase n'a été identifiée au cours de ce travail, compte tenu du fait qu'il ne s'agit que d'observations préliminaires.

Entre 20°C et 245°C on observe quelques gros précipités ( dispersoïdes) dont la présence à 20°C pourrait s'expliquer soit par une mauvaise mise en solution, soit tout simplement par le temps qui s'est écoulé pendant la trempe.( four horizontal).

Quoiqu'il en soit, on remarque que la structure n'évolue pratiquement pas dans cette plage d'observation, hormis l'aspect granuleux observé à 245°C.

Par ailleurs ; ce qui est remarquable c'est la quasi – immobilité des dislocations qui disparaissent complètement à partir de 275°C.

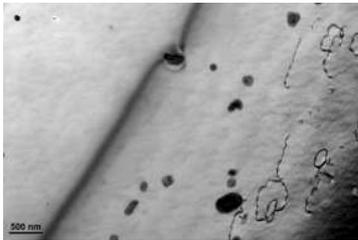
Par ailleurs ; cette dernière température marque l'apparition de fines tâches qui persistent jusqu'à 300°C, elles ne disparaissent complètement qu'à 350°C pour laisser place à l'apparition de nouveaux précipités.

Cette dernière précipitation est assez intéressante dans la mesure où elle intervient à un niveau de température élevée. Elle confirme, de ce fait, les résultats obtenus par nos essais mécaniques.

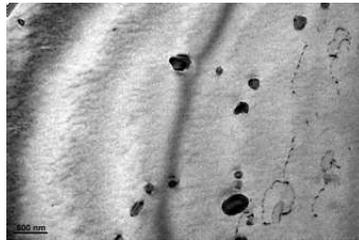
# Planche :III

## Observations au MET

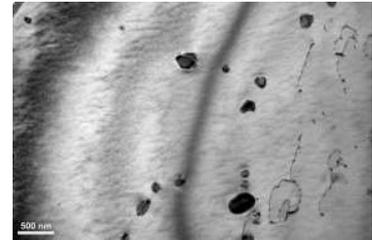
Aspect de la microstructure lors des différents revenus



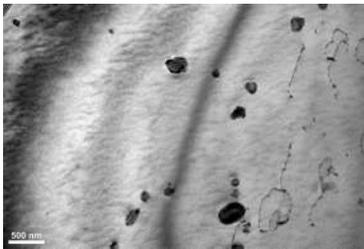
**20°C**



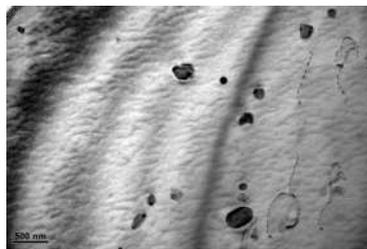
**60°C**



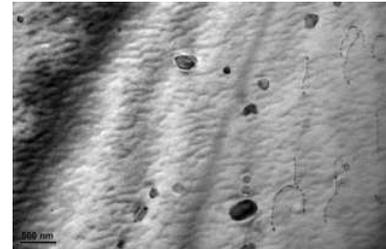
**80°C**



**92°C**



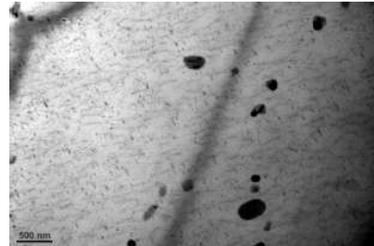
**150°C**



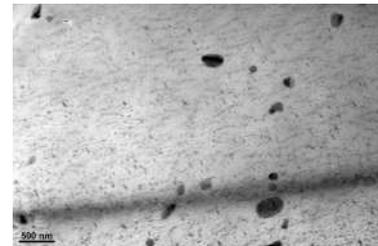
**195°C**



**245°C**



**275°C**



**300°C**



**350°C**

# Discussion et interprétation

## *Discussion et interprétation*

Les courbes expérimentales :  $Q^{-1} = f(f/Hz)$ , représentant l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence, révèlent la présence de 3 pics et un épaulement. Ils se déplacent tous vers les hautes fréquences en fonction de la température de l'essai.

Ce comportement est caractéristique d'un phénomène de relaxation thermiquement activé dont l'origine est régie par des mécanismes liés, comme nous allons le voir, à l'interaction des dislocations avec les atomes du soluté Mg.

\* Pour le pic  $P_1$  (présent entre 118°C et 186°C), la valeur des paramètres de relaxation indique qu'il s'agit de petits segments de dislocations ( $\tau_0 \approx 1.7 \times 10^{-14}$  s) qui interagissent avec les atomes de magnésium diffusant à travers la matrice d'aluminium ( $H \approx 1.1$  eV  $\approx$  énergie de diffusion de Mg dans Al [104]).

Ce mécanisme peut être aisément interprété par le modèle de « trainage » [105].

En effet ; les atomes de Mg, libérés dans la matrice d'Al, suite à la dissolution des zones GP et de la phase  $\beta''$ , vont se condenser sur de longs segments de dislocations. Ces dernières vont se trouver, ainsi, piégées par un nuage d'atomes de soluté (nuage de Cottrell). Elles ne pourront se déplacer, sous l'effet d'une contrainte extérieure, que si les atomes de Mg diffusent. Nos observations au MET, réalisées entre 92°C et 245°C, confirment en effet que celles – ci ne peuvent pas se déplacer sous la seule influence de l'activation thermique.

Ainsi ; le mécanisme à la base de la formation de ce pic peut donc s'expliquer de la manière suivante :

La subdivision des longues dislocations en petits segments, épinglés à leurs extrémités par les atomes de Mg, a pour conséquence d'augmenter la force de rappel qui est à l'origine physique du phénomène de relaxation observé. Cette force est d'autant plus importante que le nombre d'atomes de soluté fixant la dislocation est grand. Autrement dit ; quand la matrice est riche en atomes de soluté (dissolution des

précipités), le phénomène est important et quand, par contre, celle – ci s'appauvrit en atomes de soluté (précipitation) il disparaît.

\* Entre 245°C et 400°C, l'épaulement observé, que nous avons appelé P<sub>2</sub>, se déplace vers les hautes fréquences. Il ne peut, donc, être que l'expression d'un phénomène activé thermiquement.

Nous avons vu que son amplitude augmente jusqu'à 330°C et diminue ensuite progressivement jusqu'à sa disparition totale à 430°C.

Pour expliquer ce comportement, nous pouvons envisager le mécanisme suivant : puisque l'amplitude de ce pic augmente entre 245°C et 330°C, cela veut dire que les dislocations interagissent avec les atomes de Mg libérés au fur et à mesure que la phase β' se dissout. Par contre entre 330°C et 400°C, la diminution de son amplitude jusqu'à sa disparition complète à 430°C, peut s'interpréter par un appauvrissement progressif de la matrice en atomes de Mg. En effet ; les atomes libérés par la mise en solution de β' vont participer certainement à la précipitation de la phase β.

\* Le pic P<sub>3</sub>, apparaît brièvement entre 500°C et 520°C. Son origine nous semble être de même nature que celle de P<sub>1</sub> et P<sub>3</sub>, en ce sens qu'il s'agit toujours d'une interaction : dislocations – atomes de Mg.

Ces atomes proviennent évidemment de la dissolution de la phase β puisque nous sommes largement au dessus de la température d'homogénéisation.

\* Enfin concernant le pic de haute température, on notera que c'est un pic caractéristique des solutions solides monophasées. Nous confirmerons, comme cité ultérieurement, son existence par l'étude du même alliage à l'état recuit (mémoire de Magister de M. Kabbab Abdelhamid).

Son origine peut être attribuée à la mise en place progressive d'une configuration de dislocations stable. L'existence de ce même type de pic sur les monocristaux de métaux purs et d'alliages compromet totalement son attribution à un mouvement éventuel des joints de grains.

Conclusion

## Conclusion

Nous avons utilisé la technique de la spectroscopie mécanique isotherme pour réaliser nos essais de frottement intérieur sur un alliage polycristallin d'Al-Mg (5% at. Mg) à l'état trempé.

Grâce au dispositif expérimental utilisé (LMPM- ENSMA de Poitiers), capable de balayer un large spectre de fréquences, nous avons pu mettre en évidence l'existence de phénomènes de relaxation aux très basses fréquences qu'il est difficile de voir à des fréquences supérieures ou égales à 1 Hz, comme c'est le cas des pendules classiques.

Nous avons, en effet, montré au cours de ce travail que les phénomènes d'anélasticité observés peuvent être activés ou non thermiquement. Ainsi :

- Pour les phénomènes non activés thermiquement, les courbes :  $Q^{-1} = f(T)$  nous ont permis de mettre en évidence deux températures de précipitation : vers 240°C pour la précipitation de la phase métastable  $\beta'$  et vers 380°C pour celle de la phase stable  $\beta$ .
- Pour les phénomènes activés thermiquement, les courbes :  $Q^{-1} = f(f/Hz)$  nous ont permis de mettre en évidence quatre (4) pics :  $P_1$ ,  $P_2$ ,  $P_3$ , et le pic de haute température.

Pour les pics :  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$ , le même mécanisme semble être à la base de leur origine. Ils doivent leur présence à l'interaction des atomes de Mg avec les dislocations.

\* Pour  $P_1$  ; ces atomes proviennent, essentiellement, de la dissolution des zones GP et, probablement, de la phase cohérente  $\beta''$ .

\* Pour  $P_2$  ; ces atomes proviennent, essentiellement, de la dissolution de la phase  $\beta'$ .

\* Pour  $P_3$  ; ces atomes proviennent de la dissolution de la phase  $\beta$ .

\* Enfin le pic de haute température correspond à interaction : dislocations-dislocations, qui évolue vers un réarrangement de ces dernières en une configuration stable.

A la fin nous pouvons conclure que cette technique de la spectroscopie mécanique isotherme est parfaitement adaptée à l'étude des phénomènes de relaxation. Les mesures fines, rendues possibles par le dispositif expérimental, permettent d'identifier de manière précise les différents mécanismes.

# References bibliographiques

## *Références bibliographiques :*

- [1] A.Granato et K.Lucke, *J. Appl. Phys*, 27, 583 et 789 (1956).
- [2] M.F. Ashby and D.R.H. Jones. *Matériaux : 1. propriétés et applications*. Dunod, 1991. Traduit de l'anglais par Y. Bréchet, J. Courbon et M. Dupeux.
- [3] J. Bénard, A. Michel, J. Philibert, and J. Talbot. *Métallurgie générale*. Masson, 1984. 2e édition.
- [4] B.Persoz, « la rhéologie », Masson et Cie, Paris, 1969.
- [5] M.Fontanille, Y.Gnanou, « chimie et physico-chimie des polymères », Dunod, Paris, 1987. Editions de physique, 1986. travaux du GRECO grandes déformations
- [6] A.S.Nowick and B.S.Berry, « Anelastic Relaxation in crystalline Solids », Academic Press, New York and London, 1972.
- [7] C.Zener, « Elasticity and anelasticity of metals », Chicago university Press, Chicago, Illinois, 1948.
- [8] Postnikov V.S., "Frottement intérieur des métaux", *Métallurguia*, Moscou, (1969) (Russe).
- [9] A.S. Nowick, B.S. Berry, *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids* (Academic Press, New York, 1972).
- [10] R.M. Fuoss, J.G. Kirkwood, *J. Am. Chem. Soc.* **63**, pp. 385-394 (1941).
- [11] 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'ssell éditeurs, Les éditions de physique, France (1982).
- [12] J-J.Martinez-Vega, A. Rivière, « Mesure de frottement interne », Doc. P1310 (03-2000).
- [13] J.Friedel, C.Boulangier, et C.Crussard, *ACTA METALLURGICA*, 3, 380 (1955).
- [14] J.Woïrgard, Thèse de doctorat, Poitiers, 1974.

- [15] G.Schoek, E.Bisogni and J.Shyne, ACTA METALLURGICA 12, 1466 (1964).
- [16] M.Gerland, thèse de docteur de troisième cycle, Poitiers, 1979.
- [17] T.S.Kê, Phys. Rev, 71, 533 (1947).
- [18] J.L.Snoek, Physica, 8, 711 (1941).
- [19] H.B.Huntington, Phys. Rev, 91, 1092 (1953).
- [20] A.S.Nowick, Progress Met. Phys, 4, 1 (1953).
- [21] S.Belhas, A.Rivière and J.Woirdard, Materials Science Forum, 83, 119 (1993).
- [22] A.Rivière, V.Pelosin, P.Gadaud, Journal de physique IV, 6, n°8 (1996).
- [23] C. Zener, Phys. Rev, 71, 34 (1947).
- [24] A.D.LeClaire and W.M.Lomer, ACTA METALLURGICA, 2, 731 (1954).
- [25] A.S.Nowick, and D.P.Seraphin, ACTA METALLURGICA, 9, 40 (1961).
- [26] A.Eikum, and G.Thomas, Phil. Mag, 15, 261 (1967).
- [27] P.G.Bordoni, M.Nuovo, and L.Verdini, Il nuovoCimento 14, 2, 273 (1959).
- [28] A.Seeger, and P.Schiller, Physical Acoustics, III A, 361 (1966).
- [29] J. Woirdard, Phil. Mag, 33, 623 (1976).
- [30] A.Rivière, S.Belhas, J. Woirdard, J. De Fouquet, and J.Vergniol, Journal de Physique, Tome 46, Colloque C10, 367 (1985).
- [31] A.Rivière, P.Gadaud, Metall. Mater, 28A, 1661 (1997).
- [32] C. Belamri, S. Belhas , A. Rivière, Materials Science and Engineering, A 442, 142 (2006).
- [33] A.Rivière, Materials Science and Engineering, A 370, 204 (2004).
- [34] A. Granato and K. Lücke, J. Appl. Phys., **27**, 583 & 789 (1958).
- [35] W.P. Mason, Using physical acoustics in quantum physics and solid state physics,
- [36] J. Weertmann and J.S. Koehler, J. Appl. Phys., **24**, No.6, 624 (1953).
- [37] J.S. Koehler, In: Imperfections in Nearly Perfect Crystals, J. Willey, New York, (1952), p.197.
- [38] D.H. Regers, J. Appl. Phys., **33**, No.3, 781 (1960).

- [39] A.V. Kharitonov, *Akust. Zh.*, **9**, No.1, 80 (1963).
- [40] M.A. Krishtal', Ju.V. Piguzov, and S.A. Golovin, *Internal friction in metals and alloys*, Metallurgiya, Moscow (1964).
- [41] V.S. Postnikov, *Internal friction in metals*, Metallurgiya, Moscow, (1974).
- [42] G.S. Pisarenko, A.P. Jakolev and V.V. Matveev, *Vibration-absorbing properties of structural materials*, Naukova dumka, Kiev (1971).
- [43] J. Friedel, *Dislocations*, Mir, Moscow (1967).
- [44] M. Koiva and R. Hasiguti, *Acta. Metal.*, 11, No.11, 1215.
- [45] *Internal friction of materials* Anton Puškár Transport and Communications Technical University Zilina, Slovak Republic
- [46] [www.alu.menzeken.com](http://www.alu.menzeken.com) « Alliages d'aluminium » 2004.
- [47] D. Steele, D. Evans, P. Nolan, D.J. Lloyd, *Materials Characterization* 58 (2007) 40–45 .
- [48] D.A. Porter and K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2nd ed., Chapman and Hall, 1996, p 514
- [49] D.A. Porter and K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2nd ed., Chapman and Hall, 1996, p 514
- [50] W.H. Van Geertruyden, W.Z. Misiolak, G.G. Lea, and R.M. Kelly, *Thermal Cycle Simulation of 6xxx Aluminum Alloy Extrusion*, Proc. Seventh International Extrusion Technology Seminar (Chicago, IL) Aluminum Extruders Council, 2000
- [51] W.A. Soffa, *Structures Resulting from Precipitation from Solid Solution*, *Metallography and Microstructures*, Vol 9, ASM Handbook, ASM International, 1985, p 646–650
- [52] F.-S. Sun and F.H. Sam Froes, *Precipitation of Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> Phase in TiAl Alloys*, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol 328 (No. 1–2), 2002, p 113–121
- [53] S. Celotto and T.J. Bastow, *Study of Precipitation in Aged Binary Mg-Al and Ternary Mg-Al-Zn Alloys Using <sup>72</sup>AlNMR Spectroscopy*, *Acta Mater.*, Vol 49, 2001, p 41–51.
- [54] Thèse de doctorat : Jonathan IDRAC « institut National polytechnique de Toulouse ».

- [55] I. Manna, S.K. Pabi, and W Gust, *Discontinuous Reactions in Solids*, Int. Mater. Rev., Vol 46 (No. 2), 2001, p 53–91
- [56] M. Shaarbafe and R.A. Fournelle, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol 102, 1988, p 271–279
- [57] I.J. Polmear, *Light Alloys—Metallurgy of the Light Metals*, 3rd ed., Arnold, 1995.
- [58] D. Bradai, P. Zieba, E. Bischoff, and W. Gust, *Correlation between Grain Boundary Misorientation and the Discontinuous Precipitation Reaction in Mg-10 wt.% Al Alloy*, *Mater. Chem. Phys.*, Vol 78 (No. 1), 2003, p 222–226.
- [59] (98 Oka) Okamoto, H.: *J. Phase Equilibria* 19 (1998) 598
- [60] Perepezko JH. *Prog Mater Sci* 2004;49:263.
- [61] Luo HL, Chao CC, Duwez P. *Trans Metall Soc AIME* 1964;230:1488.
- [62] Schoenitz M, Dreizin EL. *J Mater Res* 2003;18:1827.
- [63] Roisnel T, Rodríguez-Carvajal J. *Mater Sci Forum* 2001;378 – 381:118.
- [64] Schoenitz M, Dreizin EL. *J Mater Res* 2003;18:1827
- [65] Luo HL, Chao CC, Duwez P. *TransMetall Soc AIME* 1964;230:1488.
- [66] S. Scudino, S. Sperling, M. Sakaliyska, C. Thomas, M. Feuerbacher, K.B. Kim, H. Ehrenberg, J. Eckert *Acta Materialia* 56 (2008) 1136–1143
- [67] Urban K, Feuerbacher M. *Structurally complex alloy phases. J Non-Cryst Solids* 2004;334-335:143-50.
- [68] Samson S. *The crystal structure of the phase b Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>*. *Acta Crystallogr* 1965;19:401-413.
- [69] Samson S. *Structural principles of giant unit cells*. In: Giessen BC, editor *Developments in the structural chemistry of alloy phases*. New York, London: Plenum Press; 1969. p. 65-106.
- [70] Institut für Mikrostrukturforschung, Forschungszentrum Jülich GmbH, 52425 Jülich, Germany (FZJ).
- [71] B.B. Straumal, B. Baretzky, A.A. Mazilkin, F. Phillipp, O.A. Kogtenkova, M.N. Volkov, R.Z. Valiev *Acta Materialia* 52 (2004) 4469–4478

- [72] Eikum, A., and Thomas, G., 1964, *Acta Metall.*, 12, 537
- [73] Boudili, E.K., Denanot, M.F., and Dauger, A., 1977, *Scr. Metall.*, 11, 543
- [74] Sato, T., Kojima, Y., and Takahashi, T., 1982, *Metall. Trans. A*, 13, 1373
- [75] Gault, C., Dauger, A., and Boch, P., 1980, *Acta Metall.*, 28, 51
- [76] Bernole, M., and Graf, R., 1972, *C.R. Acad. Sci.*, 274, 1233
- [77] Bernole, M., Graf, R., and Guyot, P., 1973, *Phil. Mag.*, 28, 771
- [78] Sato, T., and Kamio, A., 1991, *Mater. Sci. Eng. A*, 146, 161
- [79] Osamura, K., Ogura, T., and Murakami, Y., 1982, *Aluminium*, 58, 296
- [80] Osamura, K., and Ogura, T., 1984, *Metall. Trans. A*, 15, 835
- [81] Bernole, M., Raynal, J. and Graf, R., 1969, *J. de Microscopie*, 8, 831
- [82] Bernole, M., 1974, Thesis at the University of Rouen
- [83] Starink, M.J., and Zahra, A.-M., 1996, *Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties*, ICAA-5 Conference Proceedings, Grenoble, France, *Mater. Sci. Forum*, Vols. 217-222, p. 795
- [84] Mourik, P. van, Maaswinkel, N.M., de Keijser, Th.H, and Mittemeijer, E.J., 1989, *J. Mater. Sci.*, 24, 3779
- [85] Nozato, R., and Ishihara, S., 1980, *Trans. Japan. Inst. Met.*, 21, 580.
- [86] Nebti, S., Hamana, D., and Cizeron, G., 1995, *Acta Metall. Mater.*, 43, 3583
- [87] Boucheur, M., Hamana, D., and Laoui, T., 1996, *Phil. Mag. A*, 73, 1733
- [88] Rooyen, M. van, Sinte Maartensdijk, J.A., and Mittemeijer, E.J., 1988, *Metall. Trans. A*, 19, 2433
- [89] Roth, M., and Raynal, J.M., 1974, *J. Appl. Cryst.*, 7, 219.
- [90] Raynal, J.M., and Roth, M., 1975, *J. Appl. Cryst.*, 8, 535
- [91] Dauger, A., Boudili, E.K., and Roth, M., 1976, *Scr. Metall.*, 10, 1119
- [92] Dauger, A., Fumeron, M., Guillot, J.P., and Roth, M., 1979, *J. Appl. Cryst.*, 12, 429.
- [93] M.J. Starink and A.-M. Zahra. *Phil. Mag. A*, 1997, vol. 76, pp. 701-714.
- [94] M. Van rooijen, J.A. Sinte maartensdijk and E. J. Mittemeijer, *Met. Trans. Alga* (1988) 2433.
- [95] R. Nozato and S. Ishihara, *Trans. Jpn Inst. Metals* 21 (1980) 580.

- [96] D. Hamana, A. Azizi *Materials Science and Engineering A* 476 (2008) 357–365.
- [97] J-J.Rousseau, « cristallographie géométrique et radiocristallographie », Dunod (Paris), 2000.
- [98] 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).
- [99] A. Rivière, J. Woïrgard, *Scripta Met.*, 17 (1983) 269
- [100] 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.
- [101] D.Hamana, M.Boucheur, M. Betrouche, A. Derafa, N.Ya. Rokhmanov, J. *Alloys Comp.* 320 (2001) 93.
- [102] M.J. Starink, A.M. Zahra, *Acta Mater.* 46 (10) (1998) 701.
- [103] D.Hamana, S. Nebti, M.Boucheur, A. Boutefnouchet, S. Chekroud, Z. *Metallkd.* 84 (1993) 33.
- [104] E.A. Brandes, G.B; Brook (Eds.), *Smithells Metals Reference book*, seventh ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, 1992.
- [105] H.M. Simpson, A. Sosin, *Phys. Rev.* 5 (1972) 1382 – 1392.
- [106] A. Riviere, M. Gerland and V. Pelosin. *Materials Science and Engineering A. Volumes 521-522*, 15 September 2009, Pages 94-97.
- [107] D.Hamana, A. Azizi, G. Tellouche, M. Boucheur, *Phil. Mag. Lett.* 84 (11) (2004) 697.

Résumé

## **Résumé :**

Cette étude aborde le problème lié aux effets de relaxation observés, en frottement intérieur, dans un alliage trempé d'Aluminium – Magnésium contenant 5% d'atomes de magnésium.

Les résultats expérimentaux montrent que ces effets dépendent fortement des traitements thermomécaniques subits par l'échantillon.

En effet ; un séjour prolongé à la température ambiante ou plus élevée provoque une précipitation :  $Mg_2Al_3$ , ce qui prouve que ce matériau peut être le siège d'une importante évolution de son état microstructural durant les essais.

La technique de la spectroscopie mécanique isotherme est un outil qui est très bien adaptée à ce genre d'étude et les résultats expérimentaux révèlent la présence de deux mécanismes indépendants responsables de la relaxation :

Le premier se manifeste par l'observation de deux pics dont la position du maximum ne dépend pas de la fréquence apparaissant relativement à basse température dont l'origine pourrait-être attribuée aux différentes séquences de précipitation, phénomène non activé thermiquement.

Pour le second, on observe, deux pics l'un à moyenne température et l'autre à plus haute température dont la position varie en fonction de la fréquence de mesure. Ces pics pourraient-être attribués respectivement à la réorientation des paires d'atomes de soluté et au mouvement de dislocations.

## **Mots clés :**

Frottement interne, Spectroscopie mécanique, Alliage, Précipité, dislocations, Atomes de soluté, Relaxation.

## **Abstract:**

This study approaches the problem of the relaxation effects observed in internal friction, in an Aluminum - Magnesium tempered alloy containing 5% of magnesium atoms.

Experimental results show that these effects depend strongly on the thermomechanical treatment suffered by the sample.

Indeed, a prolonged stay at room temperature or higher causes precipitation:  $Mg_2Al_3$ , which proves that this material may be the site of an important evolution of the microstructural state during testing.

The isothermal mechanical spectroscopy technique is a well suited tool to this study and experimental results reveal the presence of two independent mechanisms responsible for relaxation:

The first is manifested by the observation of two peaks; the position of the maximums appears at relatively low temperature and does not depend on the frequency. Their origin could be attributed to different sequences of precipitation; it is a not thermally activated phenomenon.

For the latter, we observe two peaks, one at medium temperature and the other at higher temperatures whose position varies with the measurement frequency. These peaks could be attributed respectively to the reorientation of pairs of solute atoms and moving dislocations.

## **Keywords:**

Internal Friction, Mechanical Spectroscopy, Alloy, Precipitate, dislocations, solute atoms, Relaxation.

## ملخص:

هذه الدراسة تهتم بمشكل مرتبط بآثار الاسترخاء الملاحظة بالاحتكاك الداخلي في خليط ألومنيوم -مغنيزيوم حيث يمثل المغنيزيوم 5% من مجمل ذرات العينة- مغموس.

النتائج التجريبية تبين بان هذه الآثار مرتبطة بشدة بالمعالجات الحرارية الميكانيكية التي تخضع لها العينة.

في مجال ممدد لدرجة الحرارة الاعتيادية أو المرتفعة تحدث ترسبات  $Mg_2Al_3$  وهذا ما يثبت أن لهذه المادة تطورا مهما لبنيتها المجهرية أثناء الاختبارات.

تقنية المطيافية الميكانيكية ثابتة درجة الحرارة وسيلة جيدة للحصول على هذا النوع من الدراسات. والنتائج التجريبية تظهر وجود ألبيتين مستقلتين مسؤولة على الاسترخاء.

الأولى تتجلى من خلال ملاحظة ذروتين في القمة غير مرتبطتين بالتردد وتظهران في درجات الحرارة المنخفضة بسبب توزيع الترسبات و هي ظاهرة غير نشطة حراريا.

بالنسبة للألية الثانية نلاحظ ذروتين إحداهما في درجات الحرارة المتوسطة والثانية في درجات الحرارة المرتفعة بحيث يتغير موضعها بدلالة تردد القياس. هذه الذروات ناتجة عن إعادة التوجه لثنائيات ذرات المحلول وحركية الانخلاعات .

## الكلمات المفتاحية:

احتكاك داخلية, المطيافية الميكانيكية, خليط, ترسب, الانخلاعات, ذرات المحلول, الاسترخاء.