

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SIENTIFIQUE
Université El Hadj Lakhdar – BATNA



Faculté des sciences

Département de physique

Laboratoire PRIMALAB université de Batna

Mémoire de Magistère
Intitulé

*Etudes des phénomènes de relaxation mécanique d'un
alliage monocristallin a phase dispersée Aluminium-
Argent (20%_{at.})*

Présenté par M.Daâmouche Adel

Pour l'obtention du Diplôme de :

Magistère en Physique option :

Microstructure et mécanique des matériaux

Soutenu le :

Devant la Commission d'Examen constituée par le Jury :

Mme Belhas Saida

Pr. Université de Batna

Président

M. Belamri Chérif

M.C. Université de Batna

Rapporteur

M. Bouchair Merzoug

Pr. Université de Constantine

Examineur

M. Belkacem-Bouzida Aissa

Pr. Université de Batna

Examineur

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

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

Je tiens avant tout à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Belamri Chérif Maître de Conférences à l'Université de Batna, qui a assuré la direction de ce mémoire, pour son suivi et ses conseils judicieux. Je lui serai toujours très reconnaissant.

J'adresse mes plus vifs remerciements et aussi ma profonde gratitude à Madame Belhas Saida Professeur à l'Université de Batna pour l'honneur qu'elle me fait en ayant accepté de présider le jury et aussi pour ses encouragements, son suivi et ses conseils.

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

Je tiens également à adresser mes remerciements à Monsieur Bouchaer Merzoug, professeur à l'Université de Constantine pour l'honneur qu'il nous fait en ayant accepté de juger ce travail et de se déplacer pour nous honorer de sa présence en participant au jury.

Un très grand et très spécial merci à mes parents, et à toute ma Famille.

Enfin, je remercie tous mes amis, en particulier Abdelouahed, Salah et Hamid et tous ceux qui ont contribués de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Avec toute mon affection

Table des matières

Table des matières

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

Chapitre 1

Phénoménologie du frottement intérieur

1.1 Introduction	03
1.2 Elasticité - viscoélasticité	03
1.2.1 Déformation élastique	03
1.2.2 Différents comportements élastiques	03
1.3 Phénoménologie de l'élasticité et de l'anélasticité.....	07
1.4 Retard de la déformation par rapport à la contrainte	09
1.5 Les différents modèles viscoélastiques.....	15
1.5.1 Modèle de Maxwell.....	15
1.5.2 Modèle de Voigt-Kelvin.....	17
1.5.3 Solide linéaire standard de Zener	19
1.6 Lefrottement intérieur.....	25
1.6.1 Définition	25
1.6.2 Expression du frottement intérieur.....	30
1.6.3 Pic de frottement intérieur.....	34
1.6.4 Intérêts de la méthode.....	36
1.7 Approche thermodynamique du frottement intérieur.....	37
1.8 Mécanismes thermiquement activés.....	40

1.9	Fond continu de hautes températures ou de très basses fréquences du frottement intérieur	41
1.10	Pics élargies	42
1.11	Causes de la relaxation dans les métaux et alliages métalliques	43
1.11.1	L'effet thermoélastique	43
1.11.2	La relaxation due à la présence de défauts ponctuels	44
1.11.2.1	La relaxation due au réarrangement des atomes.....	44
1.11.2.2	La relaxation due à la réorientation des paires de défauts ponctuels	46
1.11.3	La relaxation due aux joints de grains	49
1.11.4	La relaxation due aux dislocations.....	49

Chapitre 2

Étude bibliographique des alliages d'Aluminium-Argent

2.1	Introduction.....	54
2.2	Précipitation dans les alliages binaires à base d'aluminium	54
2.2.1	Propriétés mécaniques.....	54
2.2.2	Étapes du traitement thermique.....	56
2.2.2.1	Mise en solution ou homogénéisation.....	56
2.2.2.2	La trempe	56
2.2.2.3	Revenu et vieillissement.....	57
2.2.3	Caractéristiques structurales des précipités.....	58
2.2.4	Précipitation par germination et croissance	60
2.2.5	Précipitation par décomposition spinodale	61
2.2.6	Séquences de précipitation	61

2.3. Précipitation dans les alliages Al-Ag	64
2.3.1 Diagramme de Phase.....	64
2.3.2 Séquences de précipitation.....	65
2.3.2.1 Les zones GP.....	66
2.3.2.2 Les précipités γ'	70
2.3.2.3 Les précipités γ	73
2.3.2.4 Structure de l'interface.....	74
2.3.2.5 Conclusion.....	75
2.4. Mécanismes de durcissement.....	75
2.4.1 Contournement des précipités par les dislocations.....	75
2.4.1.1 Contournement par glissement primaire.....	76
2.4.1.2 Contournement par glissement dévié.....	76
2.4.2 Cisaillement des précipités par les dislocations.....	76
2.4.3 Effet à distance.....	78
2.5. Frottement intérieur dans les alliages d'Al-Ag.....	78

Chapitre 3

Les techniques expérimentales

3.1 Echantillon.....	80
3.2 Mesures de la microdureté	80

3.3 Pendule de torsion inversé.....	82
3.3.1 Principe de fonctionnement	84
3.3.2 Système de détection	85
3.3.3 Traitement du signal.....	85
3.4 Dépouillement des résultats expérimentaux	86
3.5 Détermination des paramètres de relaxation	88
3.6 Représentation de Q^{-1} en fonction de la température	88
3.7 Conclusion	88

Chapitre 4

Résultats expérimentaux et Discussion

4.1 Introduction	90
4.2 Résultats expérimentaux et discussion.....	91
4.2.1 Evolution du frottement intérieur et du module en fonction de la fréquence à différentes température de mesure.....	91
4.2.2 Influence du recuit sur l'évolution du frottement intérieur et du module en fonction de la fréquence.....	98
4.2.3 Evolution du frottement intérieur en fonction de la température à différentes fréquences.....	101
4.2.4 Observations en microscopie électronique à transmission (MET)	103
4.2.4.1 Influence du vieillissement	104

4.2.4.2 Influence de la température	104
4.2.4.3 Influence du temps de maintien	104
4.2.4.4 Bilan des observations.....	104
Conclusion.....	108
Références bibliographiques	109
Résumé.....	114

Introduction générale

Introduction générale :

Contrairement aux autres alliages d'aluminium, les alliages d'Al-Ag n'ont pas d'application industrielle.

Parmi les alliages à durcissement structural, le système Al-Ag est l'un des premiers à être étudié. En effet la faible distorsion de réseau, le durcissement s'effectuant en deux étapes, la nucléation hétérogène des précipités ont fait de cet alliage un système de choix pour toutes les études théoriques.

La spectroscopie mécanique ou la mesure du frottement intérieur est une méthode d'analyse indirecte, non destructive et très sensible aux modifications microstructurales des matériaux. Au cours de l'évolution du frottement interne, le module élastique dynamique est aussi mesuré.

Le frottement interne représente ainsi une technique intéressante pour l'étude des alliages à durcissement structural. En effet, la précipitation à partir d'une solution solide sursaturée entraîne d'importantes modifications de la microstructure. Ainsi, le frottement intérieur rend non seulement compte de l'évolution de l'alliage vers un nouvel état microstructural, mais il permet aussi de suivre l'évolution des propriétés mécaniques.

Dans cette étude, nous avons examiné un échantillon polycristallin d'Aluminium – Argent de teneur 20% atomique par spectroscopie mécanique isotherme permettant les mesures de frottement intérieur en fonction de la fréquence, de la température et de l'amplitude maximale de vibration.

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

Le second chapitre résume une étude bibliographique concernant les alliages d'aluminium, principalement les alliages d'Al-Ag et leur précipitation.

Après une description des techniques expérimentales au troisième chapitre, nous présenterons enfin les résultats expérimentaux obtenus au cours de cette étude sur échantillon d'Al-Ag 20 % at. Les essais ont été réalisés au LMPM de l'ENSMA de Poitiers sous la direction du professeur André Rivière.

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

Chapitre 1

La phénoménologie du
frottement intérieur

1.1. Introduction :

La plupart des matériaux élaborés à partir d'alliages métalliques, sont utilisés dans des conditions d'exploitation très difficiles (champs de températures et de contraintes complexes). Par conséquent, leurs propriétés peuvent changer au cours de leur utilisation. L'obtention de matériaux dont les propriétés restent stables n'est possible que si l'on détermine les processus qui se produisent lors de leur traitement et de leur exploitation.

Le frottement intérieur est une méthode expérimentale sensible 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. Les différents mécanismes de transformation de l'énergie élastique en chaleur sont rassemblés sous l'appellation générale de frottement intérieur.

1.2. Elasticité – Viscoélasticité :

1.2.1. Déformation élastique :

Une déformation se décompose en deux domaines différents du point de vue du comportement du matériau considéré.

*Un domaine élastique où le matériau subit une déformation non-permanente.

*Un domaine plastique dans lequel la déformation est définitive celui-ci s'étend jusqu'à la rupture du matériau.

La déformation élastique est donc une fonction linéaire de la contrainte, la suppression de la charge entraîne un retour du matériau dans sa configuration initiale.

1.2.2. Différents comportements élastiques :

Le domaine d'élasticité est représenté par une relation de proportionnalité entre la contrainte et la déformation. En dehors des matériaux métalliques, le comportement élastique d'un matériau n'est jamais strictement linéaire [1].

➤ *Anélasticité :*

***Définition de l'anélasticité** (ou de la viscoélasticité linéaire) :

Le Solide parfaitement élastique est dit Hookéen, il se déforme instantanément, la déformation est réversible et indépendante du temps.

Le Fluide parfaitement visqueux est dit newtonien, il se déforme progressivement et linéairement en fonction du temps, la déformation est irréversible.

Les matériaux qui montrent des propriétés situées entre ces deux cas idéaux sont dits viscoélastiques. Ils possèdent une composante élastique et une composante visqueuse.

L'élasticité du matériau exprime la capacité du matériau à restituer de l'énergie.

La viscosité de matériau exprime sa capacité à dissiper de l'énergie.

Tous les solides sont plus ou moins "anélastiques", c'est-à-dire que leur diagramme (σ, ϵ) n'est pas une droite dans le domaine 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.

L'anélasticité est donc caractérisée par les points suivants :

- *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.

***La relaxation :** En régime de sollicitations périodiques, la relaxation se traduit par un déphasage entre contrainte et déformation. Ce déphasage traduit le temps mis par le matériau à retrouver un nouvel état d'équilibre, il est représenté par une ellipse sur un diagramme contrainte - déformation dont l'aire mesure l'énergie dissipée au cours d'un cycle. Ainsi à contrainte imposée, il y a relaxation de la déformation et inversement à déformation imposée, il y a relaxation de la contrainte.

Sur la figure I-1 est représenté Comportement d'un solide anélastique à contrainte imposée.

La dissipation de l'énergie qui en découle est indépendante de l'amplitude mais dépend de la fréquence.

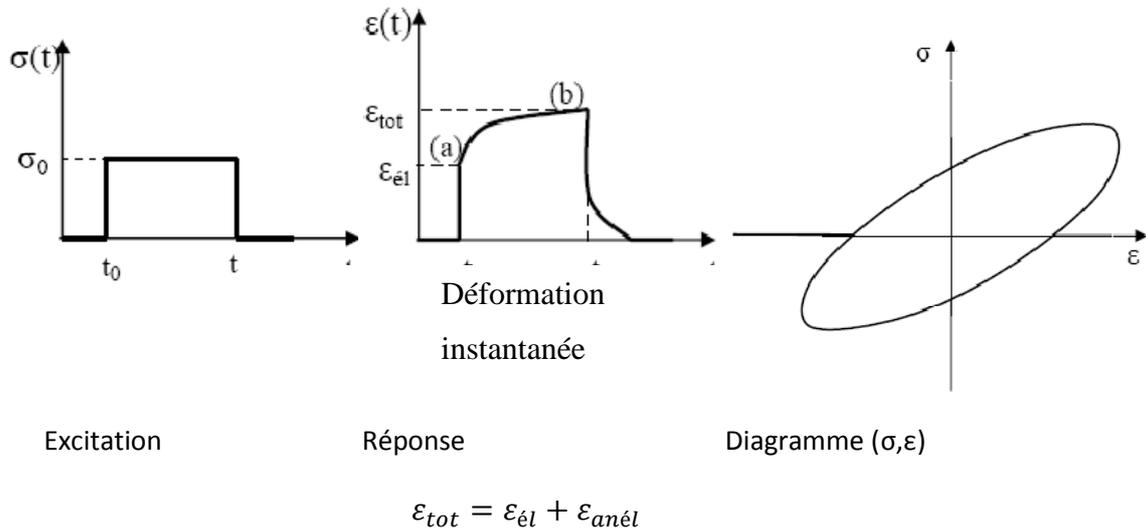


Fig. I.1 – Phénomène de relaxation.

***L'hystérésis :** En régime de sollicitations périodiques, le mouvement est décrit, sur un diagramme contrainte – déformation, par une boucle non elliptique (fig I-2-b), ainsi les phénomènes d'hystérésis ne sont apparents qu'à partir d'une contrainte suffisante qui déclenche le processus irréversible donc l'apparition d'une déformation rémanente (fig I-2-a). Cette dernière peut-être macroscopique ou microscopique, ce qui entraîne respectivement l'apparition des phénomènes d'hystérésis mécanique dans le domaine plastique ou anélastique. Contrairement à la relaxation, le frottement intérieur dû à l'hystérésis dépend fortement de l'amplitude de vibration mais dépend peu de la fréquence de sollicitation.

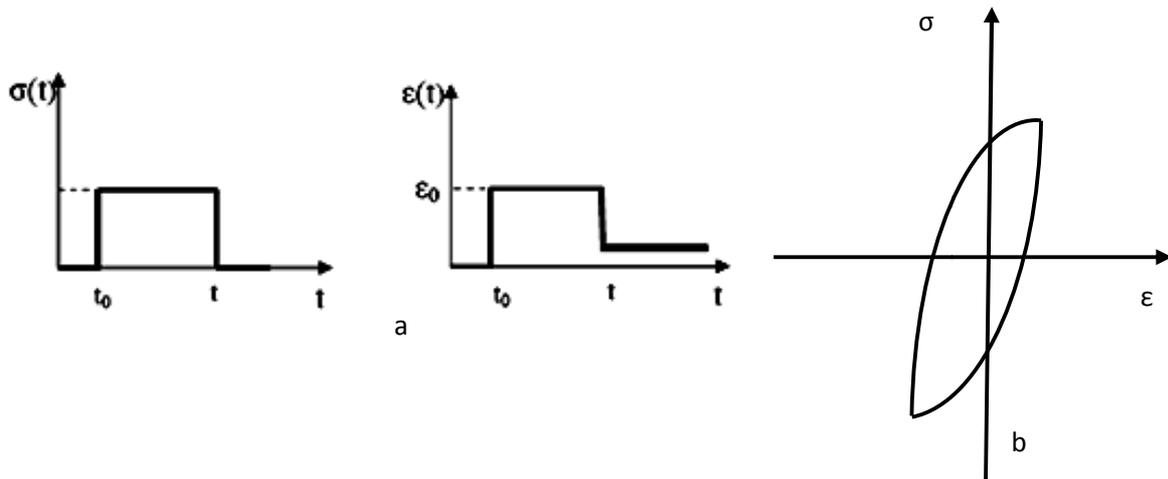


Fig. I.2 – Phénomène d’hystérésis.

***La résonance:** Comme son nom l’indique, ce phénomène est dû à la résonance, cette dernière peut-être soit celle :

*Des dislocations vibrant autour de leur position d’équilibre sous l’action d’une sollicitation périodique.

*Des défauts linéaires entrant en résonance sous l’action d’une sollicitation périodique.

Dans les deux cas, il y a dissipation d’énergie. Ces phénomènes ont lieu à des fréquences très élevées (\approx Mhz), ils dépendent de la fréquence de sollicitation, de l’amplitude et de la température.

➤ **Elasticité non-linéaire :**

On parle à l’élasticité non-linéaire si le solide emmagasine de l’énergie au cours de la déformation, puis la restitue totalement lorsque l’on arrête la contrainte, comme le cas particulier du caoutchouc donné sur la figure I.3. Son comportement est quasi-élastique, mais fortement non-linéaire [1].

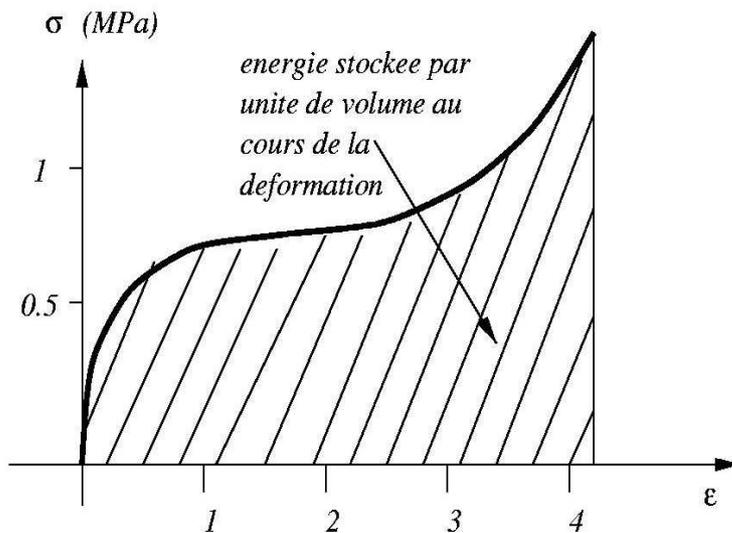


Fig. I.3 – Diagramme (σ, ϵ) d'un caoutchouc. [2]

1.3. Phénoménologie de l'élasticité et de l'anélasticité :

Les propriétés mécaniques d'un solide sont définies comme étant les grandeurs caractérisant la réponse de ce corps à une contrainte : les modules élastiques (module de Young et de Poisson). Ces modules décrivent la réponse linéaire instantanée et réversible du solide à une contrainte, c'est-à-dire la déformation élastique ϵ_{el} .

Dans la plupart des cas, la déformation linéaire réversible possède aussi une partie non-instantanée (figure I.4), causée par une modification de la structure interne du solide: cette déformation est appelée "déformation anélastique", notée ϵ_{an} [13]; elle est généralement décrite par son temps caractéristique (temps de relaxation τ) et son amplitude d'équilibre ϵ_{an}^{∞} .

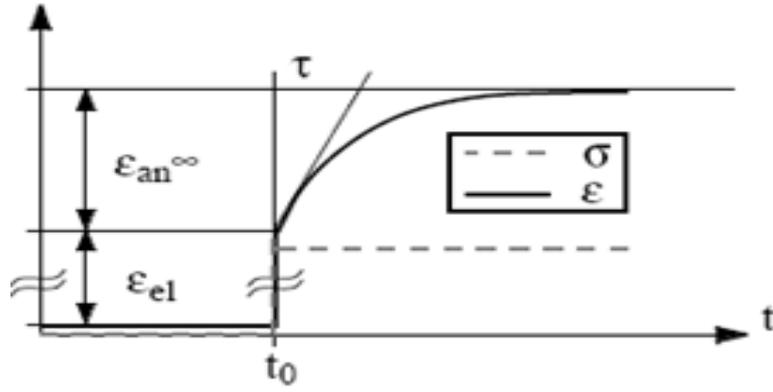


Figure I.4 : déformation élastique ϵ_{el} et anélastique ϵ_{an} d'un échantillon suite à l'application d'une contrainte σ au temps $t = t_0$. La déformation anélastique est décrite par son temps caractéristique τ (temps de relaxation) et son amplitude ϵ_{an}^∞ . L'amplitude de la déformation élastique est en général, beaucoup plus importante que la déformation anélastique

L'évolution de l'amplitude de déformation anélastique $\epsilon_{an}(t)$ en fonction du temps suit la relation:

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

La déformation d'un solide anélastique peut-être caractérisée par les complaisances

(la complaisance étant l'inverse du module) ; non-relaxée J_u et relaxée J_R . Ces complaisances sont reliées à la déformation élastique et totale de l'échantillon par les formules (2) et (3)

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

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

En tenant compte de (1) et avec l'hypothèse des faibles variations de module

($J_R - J_u \ll J_u$), la relation décrivant la dynamique du solide est l'équation (4) du solide linéaire idéal.

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

1.4. Retard de la déformation par rapport à la contrainte :

La loi de Hooke caractérise le rapport de temps entre la contrainte σ et déformation ϵ . La déformation élastique totale du solide ϵ_c est la somme de déformation élastique instantanée ϵ_e et la déformation (quasi-non élastique) additionnelle ϵ_d dont la valeur d'équilibre est obtenue seulement après un certain temps de l'application de contrainte σ (fig. I.5). Le temps requis pour obtenir la valeur ϵ_d d'équilibre est déterminé par les processus liés à la redistribution des atomes, des moments magnétiques et de la température dans le matériau [19].

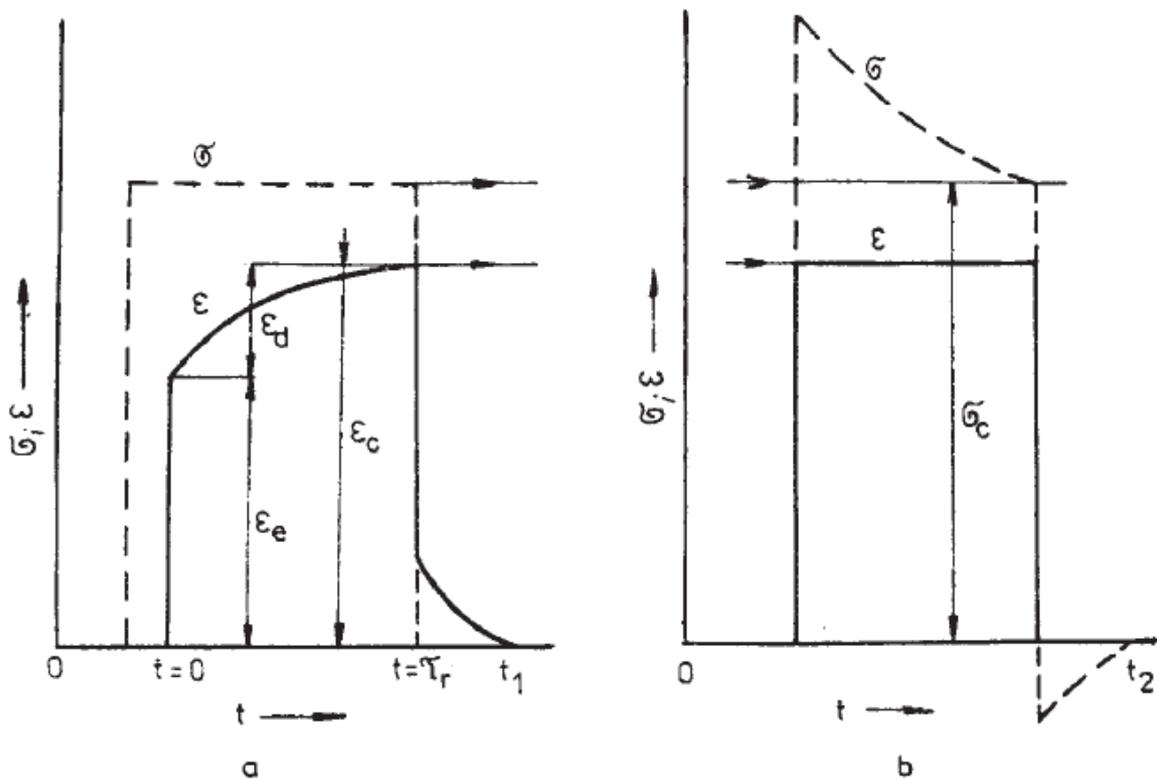


Fig. I.5 Variation de la déformation en fonction du temps à contrainte imposée (a). Variation de la contrainte en fonction du temps à déformation imposée (b). [19].

La déformation additionnelle régissant le processus de déformation peut apparaître immédiatement après l'application de la contrainte ou après un certain temps.

La variation de la déformation additionnelle en fonction du temps est exponentielle et est décrite par l'équation de la relaxation.

La déformation additionnelle peut-être liée à la contrainte soit par une relation de proportionnalité : $\epsilon_d = C \sigma$, ou en général par une fonction : $\epsilon_d = f(\sigma)$.

En ce qui concerne les variations en fonction du temps, elles se résument comme suit :

*Pour l'hystérésis : $f(t) = \text{constante}$

*A la résonance ou en cas d'amortissement :

$$f(t) = e^{-(t/\gamma)} \text{ Ou } f(t) = e^{-\beta t} e^{i\omega t}$$

Avec :

C : la constante de proportionnalité

σ : la contrainte

t : le temps

γ : coefficient de conductivité thermique

τ et β constantes caractéristiques du matériau et ω est la fréquence circulaire.

Ainsi les combinaisons entre les différents facteurs (ϵ_d , σ et t) pour les processus de relaxation et de résonance seront:

* Processus de relaxation :

$$\epsilon_d = c\sigma \text{ et } f(t) = e^{-\beta t} e^{i\omega t}$$

*Processus de résonance :

$$\epsilon_d = c\sigma \text{ et } f(t) = e^{-\beta t} e^{(t/\gamma)}$$

La figure I.5. montre clairement la relaxation de la déformation à contrainte imposée et inversement, la relaxation de la contrainte à déformation imposée.

A contrainte imposée :

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{\tau_\sigma} (\epsilon_c - \epsilon_e) \tag{5}$$

τ_σ étant le temps nécessaire pour obtenir ε_c à contrainte imposée.

La figure I.6 montre un cycle de déformation :

- A contrainte imposée (a), les pentes des droites ON et OR permettent de déterminer respectivement le module d'Young élastique et le module d'Young relaxé.
- A déformation imposée (b), ces pentes représentent aussi les modules d'élasticité non-relaxé et relaxé.

L'évaluation de ε_d par les méthodes statiques est difficile car les déformations sont petites et le temps de relaxation très court. De ce fait, les chargements à répétition laissent apparaître le déphasage φ entre la contrainte et la déformation (Fig. I.7a).

La courbe (σ, ε) est une boucle d'hystérésis (Fig. I.7b), sa surface correspond à l'énergie dissipée dans le matériau pendant un cycle de chargement (ΔW). La tangente de l'angle de la ligne OD caractérise le module de Young dynamique E_D .

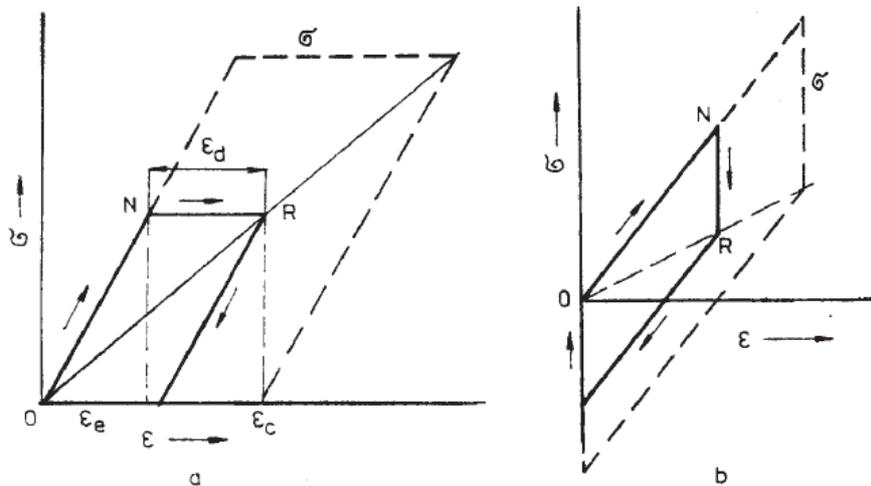


Fig. I.6 Variation de la contrainte en fonction de la déformation, à contrainte imposée (a), à déformation imposée (b).

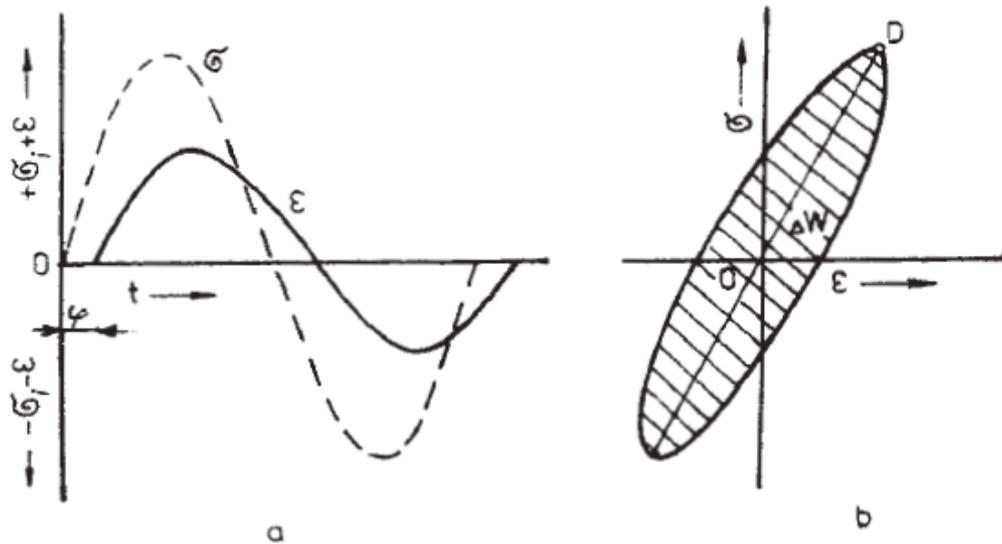


Fig. I.7. Déphasage contrainte-déformation (a) et boucle d'hystérésis (b)

$$E_D = E_N \left(1 - \frac{R}{1 + \omega^2 \tau_r^2} \right) \quad (6)$$

E_D : module d'élasticité dynamique (module d'Young)

E_N : module non-relaxée de l'élasticité

R : le degré de relaxation dynamique.

$$\text{Avec : } R = \frac{E_N - E_R}{E_N} \quad (\text{Ce rapport sera noté plus loin } \Delta) \quad (7)$$

et E_R : module relaxée de l'élasticité

ω étant la fréquence circulaire de chargement et le τ_r est le temps de processus caractéristique.

Le déphasage φ est fonction de la fréquence de chargement. Aux basses fréquences ($\omega \rightarrow 0$) le processus de relaxation peut avoir lieu et ΔW est faible (fig. I.8). En conséquence,

$E_D \rightarrow E_R$. Aux hautes fréquences ($\omega \rightarrow \infty$), le processus de relaxation ne peut pas avoir lieu, il n'y a aucune déformation additionnelle,

$E_D \rightarrow E_A$ et ΔW sont faibles (fig. I.8).

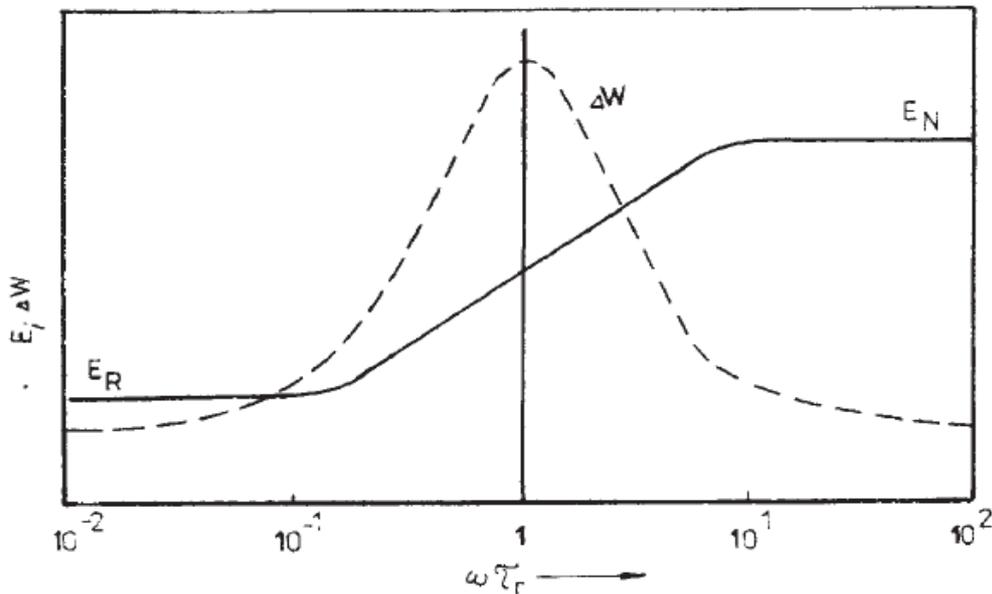


Fig. I.8. Variation du module et de l'énergie dissipée en fonction de la fréquence.

L'effet des facteurs externes (par exemple, le niveau de la contrainte appliquée) ou des facteurs internes (par exemple, la résonance des vibrations des segments de dislocations avec la fréquence d'excitation) se traduit par la variation de la boucle d'hystérésis ; ΔW augmente avec le nombre croissant des cycles de chargement (fig. I.9). En conséquence, le module dynamique d'Young diminue graduellement en raison de la répétition du cyclage.

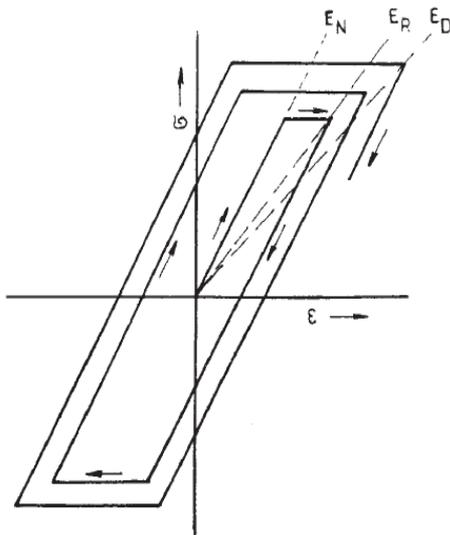


Fig. I.9. La représentation schématique des changements de la boucle d'hystérésis.

On observe l'hystérésis sous diverses formes pour tous les matériaux. La courbe d'hystérésis dans le cas idéal est indépendante du temps et dépend seulement de l'amplitude de la contrainte. En conséquence, le module de Young et le frottement interne sont indépendants de la fréquence mais dépendent de l'amplitude de contrainte. La pente de la boucle d'hystérésis et son aire quelque soit le nombre de cycles. La forme de la boucle d'hystérésis est influencée principalement par le niveau de la contrainte maximum.

La figure I.10 montre la variation du module d'Young du frottement interne en fonction de la fréquence (A), en fonction de l'amplitude de déformation (B) et ce pour les différents cas : la relaxation (i) ; la résonance (ii) et l'hystérésis (iii)

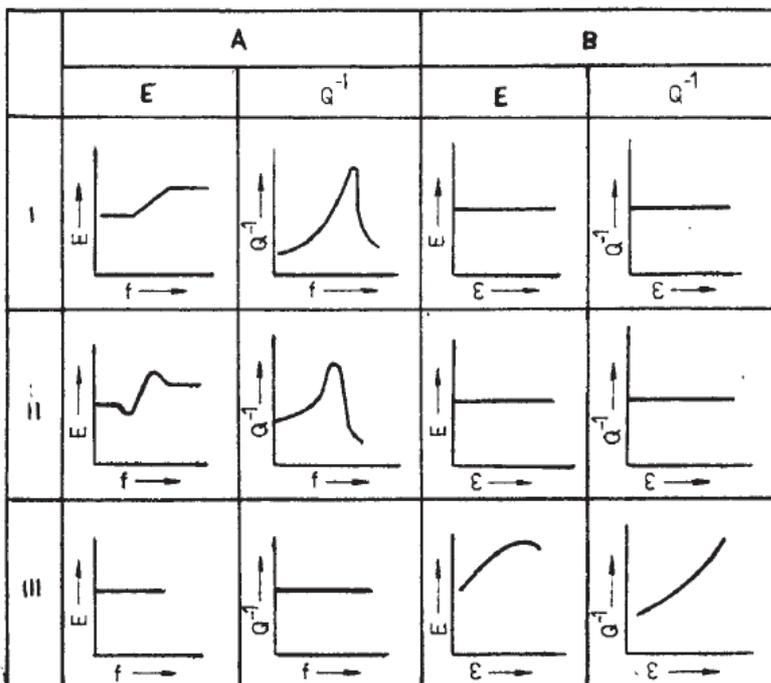


Fig. I.10. Variation du module de Young et du frottement interne en fonction de la fréquence (A) et amplitude de déformation (B) pour la relaxation (i), la résonance (ii) et le processus d'hystérésis (iii).

1.5. Les différents modèles viscoélastiques :

Les modèles de Maxwell, de Voigt – Kelvin et du solide linéaires standard sont employés pour prévoir la réponse d'un matériau sous différentes conditions de sollicitation. Ainsi, le comportement viscoélastique est modélisé par les combinaisons linéaires des composants élastiques et visqueux :

- Les composants élastiques sont représentés par des ressorts de constante élastique E tel que :

$$\sigma = E\varepsilon$$

Où σ est la contrainte, E est le module élastique du matériau, et ε la déformation qui se produit sous la contrainte donnée.

- Les composants visqueux sont représentés par des amortisseurs tel que :

$$\sigma = \eta \frac{d\varepsilon}{dt}$$

Où σ est la contrainte, η la viscosité du matériau et $d\varepsilon/dt$ la vitesse de déformation.

1.5.1. Modèle de Maxwell :

Il est constitué par l'association en série d'un ressort de complaisance élastique J

(Ou de module élastique E) et d'un amortisseur de coefficient de viscosité η (figure I.11) [4].



Fig. I.11 Modèle de Maxwell

Soient ε_1 et ε_2 les déformations, σ_1 et σ_2 les contraintes, respectivement dans le ressort et dans l'amortisseur.

On a :

$$\varepsilon(t) = J\sigma(t) \quad (8)$$

Ou J est un coefficient constant, dépendant de la nature du solide, appelé complaisance élastique

$$\frac{d\varepsilon(t)}{dt} = \frac{d\sigma(t)}{dt} \quad (9)$$

D'après les équations (8), (9), il vient :

$$\sigma_1 = \frac{1}{J} \varepsilon_1 \quad (10)$$

$$\sigma_2 = \eta \frac{d\varepsilon_2}{dt} \quad (11)$$

D'après les lois d'association en série, la déformation et la contrainte totale, ε et σ , s'écrivent :

$$\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2$$

$$\sigma = \sigma_1 = \sigma_2$$

D'où :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{d\varepsilon_1}{dt} + \frac{d\varepsilon_2}{dt} = J \frac{d\sigma_1}{dt} + \frac{1}{\eta} \sigma_2$$

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = J \frac{d\sigma}{dt} + \frac{1}{\eta} \sigma \quad (12)$$

L'équation (12) est l'équation rhéologique du modèle de Maxwell.

En tenant compte des conditions initiales :

$$\text{à } t = 0 : \sigma = 0 \text{ et } \varepsilon = 0$$

Il vient :

$$\int_0^\varepsilon d\varepsilon = J \int_0^\sigma d\sigma + \frac{1}{\eta} \int_0^t \sigma(t) dt$$

D'où :

$$\varepsilon(t) = J\sigma(t) + \frac{1}{\eta} \int_0^t \sigma(t) dt \quad (13)$$

Déformation qui conduit à la fonction de fluage :

$$f(t) = J + \frac{t}{\eta} \quad (14)$$

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 il ne répond donc pas à la définition du solide anélastique [12].

1.5.2. Modèle de Voigt-Kelvin :

Par analogie avec la mécanique, un système comprenant un ressort, de complaisance élastique J et un amortisseur de coefficient de viscosité η disposés en parallèle peut être utilisé pour modéliser le comportement viscoélastique d'un matériau. Ce système élémentaire est le modèle de Kelvin-Voigt Schématisé sur la figure I.12 [4].

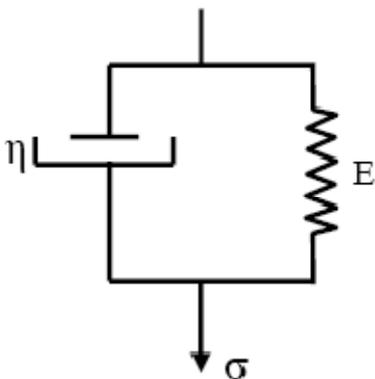


Fig. I.12. Modèle de Voigt-Kelvin

Soient ε_1 et ε_2 les déformations, σ_1 et σ_2 les contraintes, respectivement dans le ressort et dans l'amortisseur.

D'après les équations rhéologiques (10) et (11), il vient :

$$\sigma_1 = \frac{1}{J} \varepsilon_1$$

$$\sigma_2 = \eta \frac{d\varepsilon_2}{dt}$$

D'après les lois d'association en parallèle, la déformation et la contrainte totale ε et σ s'écrivent :

$$\varepsilon = \varepsilon_1 = \varepsilon_2$$

et

$$\sigma = \sigma_1 + \sigma_2$$

d'où :

$$\eta \frac{d\varepsilon}{dt} + \frac{1}{J} \varepsilon = \sigma \tag{15}$$

Telle est l'équation rhéologique du solide de Kelvin-Voigt.

Pour déterminer la fonction fluage $f(t)$ de ce modèle, il suffit de remplacer la contrainte σ figurant dans le second membre de l'équation (15) par l'unité, et de résoudre l'équation différentielle :

$$\eta \frac{df}{dt} + \frac{1}{J} f = 1 \tag{16}$$

La séparation des variables donne:

$$\eta J \frac{df}{J-f} = dt$$

Après intégration, l'équation devient :

$$\eta J \int_0^f \frac{df}{J-f} = \int_0^t dt \quad \text{donc : } -\eta J \text{Ln} \left[\frac{J-f}{J} \right] = t$$

Où Ln désigne le logarithme népérien

$$J - f = J e^{-t/\eta J}$$

D'où :

$$f(t) = J \{1 - e^{-t/\theta}\} \tag{17}$$

Avec : $\theta = \eta J$

Le coefficient $\theta = \eta J$, qui possède les dimensions d'un temps, est appelé temps de retard.

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.

Le modèle de Voigt-Kelvin à contrainte imposée ne représente pas le solide anélastique ; absence de la réponse instantanée et du traînage élastique [5].

1.5.3. 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 [2] a développé la théorie de l'anélasticité :

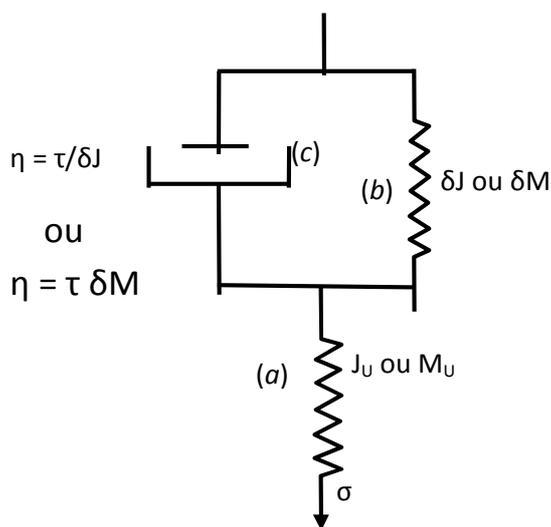
- Par le remplacement dans le solide de Maxwell de l'amortisseur par un solide de

Voigt - Kelvin ↔ utilisation de la complaisance J

- Ou par le remplacement dans le solide de Voigt- Kelvin de l'amortisseur par un solide de Maxwell ↔ 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 solide linéaire standard de Zener dont le formalisme a été détaillé par Nowick et Berry [12].



$$\delta J = J_R - J_U$$

$$\delta M = M_U - M_R$$

Avec:

J_U : complaisance instantanée.

J_R : complaisance relaxée.

M_U : module instantané.

M_R : module relaxé

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

Fig. I.13. Solide linéaire standard de Zener.

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

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

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

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

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

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

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

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

Ainsi

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

$$\text{Finalement l'équation devient : } \sigma J_R + \eta \delta J J_U \dot{\sigma} = \varepsilon + \eta \delta J \dot{\varepsilon}$$

$$\sigma J_R + \tau J_U \dot{\sigma} = \varepsilon + \tau \dot{\varepsilon} \quad (18)$$

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

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

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = M_R (\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon}) \quad (19)$$

Avec :

$\tau_\varepsilon = \tau_\sigma (J_U / J_R)$, appelé temps de relaxation sous déformation imposée .

$\tau_\sigma = \eta \delta J$, appelé temps de relaxation sous contrainte imposée.

M_R : le module relaxé.

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

$$\varepsilon = \varepsilon_0 = \sigma_0 J_U \quad \Leftrightarrow \quad J_U = \frac{\varepsilon_0}{\sigma_0} \text{ à } t = 0 \text{ (figure (I.15) a)}$$

L'équation (19) devient :

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

Après intégration on obtient :

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

$$\text{D'où : } \varepsilon(t) = \sigma_0 \left[J_R + (J_U - J_R) \exp \left(-\frac{t}{\tau_\sigma} \right) \right] \quad (20)$$

Avec :

$$f(t) = J_R + (J_U - J_R) \exp \left(-\frac{t}{\tau_\sigma} \right) : \text{ la fonction de fluage.}$$

Ainsi :

$$f(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} \quad (21)$$

Quand $t \rightarrow \infty$

$$\varepsilon_\infty = \sigma_0 J_R \quad \Leftrightarrow \quad J_R = \frac{\varepsilon_\infty}{\sigma_0}$$

- A déformation imposée : $\varepsilon = \varepsilon_0$ ainsi à $t > 0$

$$\sigma = \sigma_0 = M_U \varepsilon_0 \text{ à } t = 0 \text{ (figure (I.15) b)}$$

l'équation (18) devient : $\sigma]_R + \tau]_U \dot{\sigma} = \varepsilon_0$

$$\Rightarrow \frac{\varepsilon_0}{J_R} - \sigma = \tau \frac{J_U}{J_R} \dot{\sigma}$$

Comme : $\tau_\sigma \frac{J_U}{J_R} = \tau_\varepsilon$ (22)

$$\frac{\varepsilon_0}{J_R} - \sigma = \tau_\varepsilon \dot{\sigma} \Leftrightarrow -\frac{d\sigma}{\frac{\varepsilon_0}{J_R} - \sigma} = \frac{1}{\tau_\varepsilon} dt$$

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

$$\Leftrightarrow \frac{\varepsilon_0}{J_R} - \sigma = \left(\frac{\varepsilon_0}{J_R} - \sigma_0 \right) \exp \left(-\frac{t}{\tau_\varepsilon} \right)$$

D'où : $\sigma(t) = \varepsilon_0 \left[M_R + (M_U - M_R) \exp \left(-\frac{t}{\tau_\varepsilon} \right) \right]$ (23)

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

Ainsi :

$$r(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0} \tag{24}$$

Quand $t \rightarrow \infty$

$$\sigma_\infty = \varepsilon_0 M_R \Leftrightarrow M_R = \frac{\sigma_\infty}{\varepsilon_0}$$

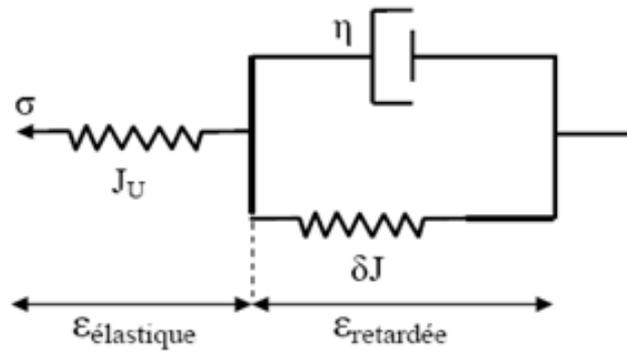
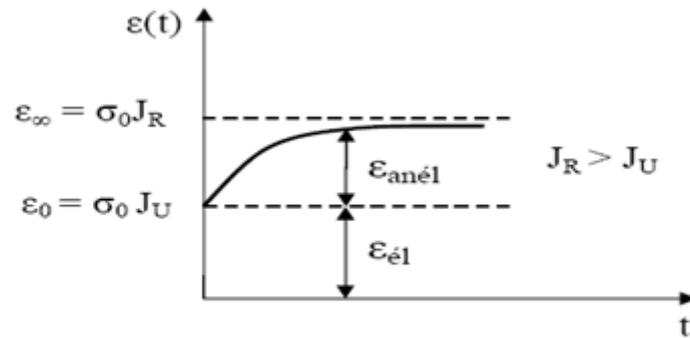
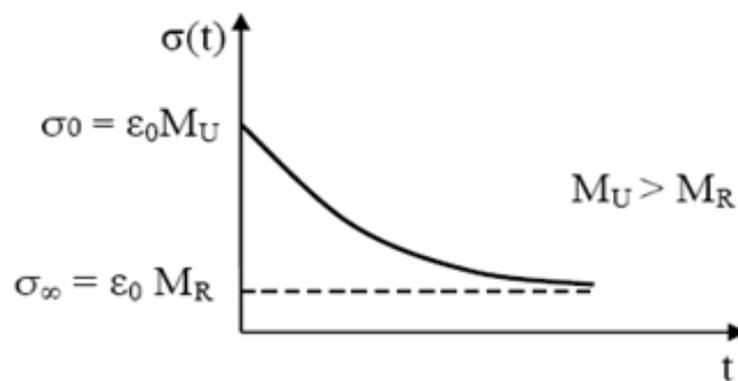


Fig. I.14. Contribution de la cellule de Voigt-Kelvin et de solide de Hooke dans la déformation totale à contrainte imposée.



a-Déformation instantanée et trainage élastique à contrainte imposée.



b-Relaxation de la contrainte à déformation imposée

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

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

$$\Delta = \frac{M_U - M_R}{M_R} = \frac{J_R - J_U}{J_U} = \frac{\tau_\sigma - \tau_\varepsilon}{\tau_\varepsilon} \quad (25)$$

1.6. Le frottement intérieur :

1.6.1 Définition:

Le frottement interne caractérise la capacité d'un solide à dissiper irréversiblement l'énergie des vibrations mécaniques [7, 8].

Le frottement interne est ainsi caractérisé par la quantité relative d'énergie Ψ dispersée au cours d'un cycle contrainte- déformation:

$$\Psi = \frac{\Delta W}{W} \quad (26)$$

Dans des mesures dynamiques

$$Q^{-1} = \frac{\Psi}{2\pi} \quad (27)$$

Cette énergie dissipée peut-être mise en évidence de deux façons :

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

✓ Dans le cas des oscillations libres, le frottement interne est mesuré par le décrément logarithmique δ des vibrations.

δ est défini par le logarithme naturel du rapport de 2 amplitudes successives. Il existe entre la déformation et la contrainte un déphasage φ responsable de l'amortissement mécanique tel que

$$\text{tg } \varphi = \frac{\delta}{\pi}$$

Où $\text{tg } \varphi$ représente le frottement interne.

$$\text{Avec : } \delta = \ln \frac{Z_n}{Z_{n+1}}$$

où Z_n et Z_{n+1} représentent respectivement les amplitudes de la contrainte de la $n^{\text{ième}}$ et $(n+1)$ oscillation à déformation imposée.

Les valeurs numériques de δ sont égales à la dispersion relative de l'énergie (changement irréversible de l'énergie des vibrations en chaleur) pendant un cycle de sollicitation.

Quand $\delta \ll 1$, cas des faibles amortissements :

$$\Psi = 2\delta \tag{28}$$

Pour de petites valeurs de déphasage entre σ et ε

$$\text{tg } \varphi \approx \varphi = (1/2\pi)/(\Delta W/W)$$

Les grandeurs : Q^{-1} , Ψ , δ et φ sont liées par les relations :

$$Q^{-1} = \tan \varphi \approx \varphi = \frac{\Psi}{2\pi} = \frac{\delta}{\pi} = \frac{\Delta W}{2\pi W} \tag{29}$$

Les valeurs de Q^{-1} , φ , δ et Ψ , peuvent être définies pour n'importe quel état de contrainte. Les mesures de φ et δ dépendent non seulement de la fréquence et de l'amplitude de vibrations mais également du type d'excitation.

✓ Dans le régime de vibrations forcées :

➤ L'amplitude de la vibration sous excitation constante est mesurée, cette dernière passe par un maximum lorsque la fréquence d'excitation est égale à la fréquence de résonance ω_0 de l'échantillon puis décroît de part et d'autre de cette fréquence.

Si ΔW est la largeur de bande de la courbe de résonance, c'est-à-dire la variation de fréquence d'excitation nécessaire pour faire passer l'amplitude de vibration de la moitié du maximum d'un côté, à la même valeur de l'autre côté, alors le frottement interne ou la quantité de l'énergie dispersée dans le matériau est donné par la relation :

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W}{\sqrt{3}\omega_0} \quad (30)$$

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

$$\text{tg}\varphi \cong \sin \varphi \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta E}{E} \quad (31)$$

Tenant compte de l'équation (30), nous obtenons :

$$Q^{-1} = \frac{R\omega\tau_r}{1+\omega^2\tau_r^2} \quad (32)$$

A $\omega\tau_r = 1$, le frottement interne est maximum, $Q^{-1}_{\text{max}} = R / 2$. (R défini par la relation (7))

Dans des méthodes de résonance, le frottement interne du matériau est déterminé à partir de la largeur d'un pic. [9].

➤ De même dans le cas des oscillations forcées : si la déformation imposée est une déformation sinusoïdale (figure I.16.a) de pulsation ω et d'amplitude ϵ_0 notée [10] :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin \omega t \quad (33)$$

*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 :

$$\sigma = E\varepsilon_0 \sin \omega t \quad (34)$$

*Pour un matériau ayant un comportement purement visqueux :

$$\sigma = \eta \left(\frac{d\varepsilon}{dt} \right)$$

Avec η 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:

$$\sigma = \eta\omega\varepsilon_0 \sin \left(\omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (35)$$

*Pour un matériau viscoélastique (figure I.16.d) où la contrainte présente un déphasage par rapport à la déformation compris entre 0 et $\frac{\pi}{2}$ noté φ (angle de perte) :

$\sigma = \sigma_0 \sin (\omega t + \varphi)$. Ce cas sera développé dans le paragraphe suivant.

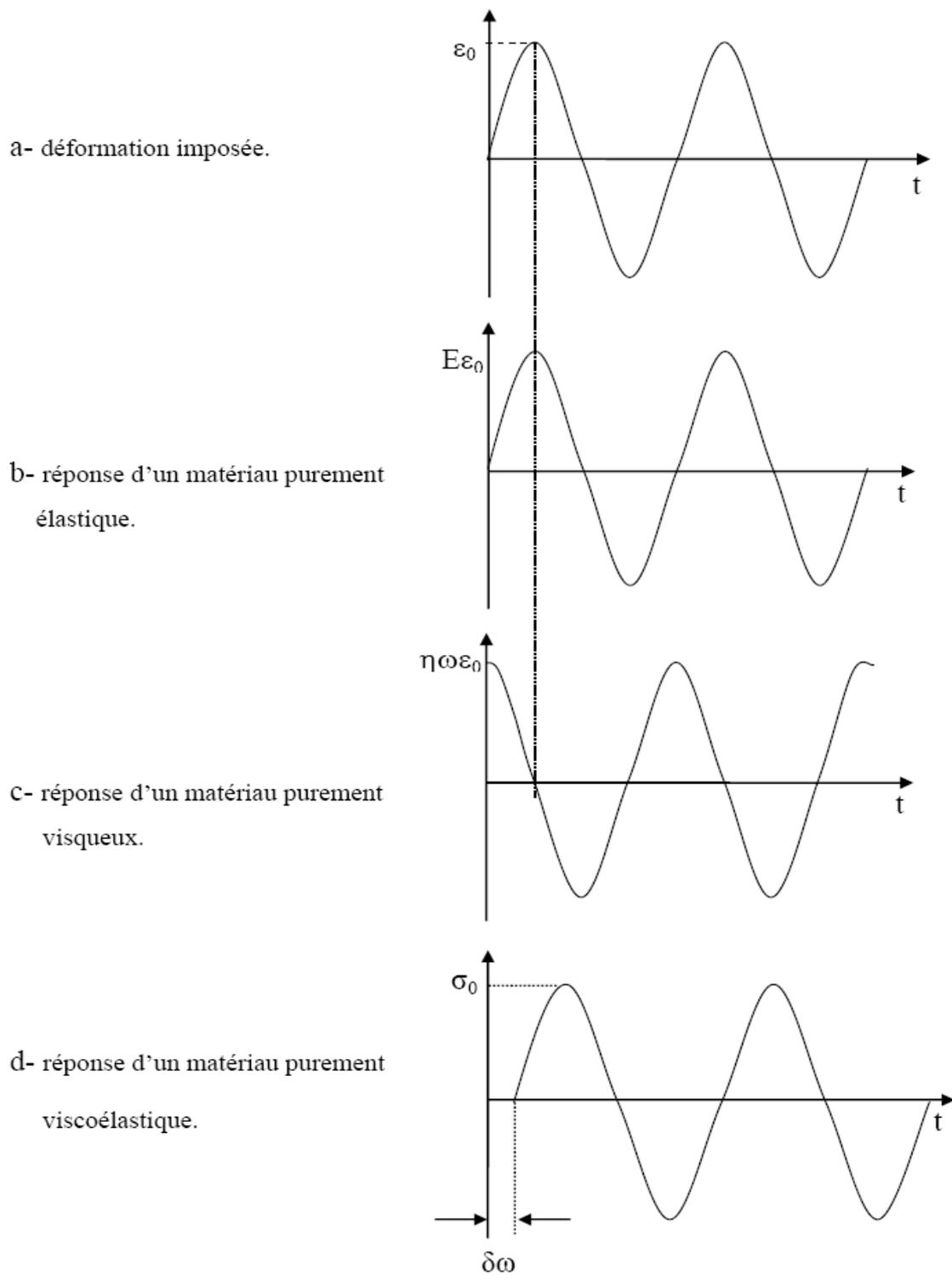


Fig. I.16. Réponse d'un matériau à une déformation imposée suivant sa nature. [10]

1.6.2. Expression du frottement intérieur :

Comme déjà mentionné plutôt, le retard avec lequel l'équilibre interne d'un solide s'adapte aux variations des conditions extérieures se traduit par un déphasage φ entre la contrainte et la déformation. Lors d'une sollicitation sinusoïdale : le frottement intérieur correspondant est $Q^{-1} = \tan \varphi$.

Le modèle rhéologique du solide linéaire de Zener traduit de façon satisfaisante le comportement anélastique des métaux, à partir de l'équation (19), deux cas se présentent :

- Lors de l'application d'une déformation sinusoïdale :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos \omega t$$

La solution est de la forme :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cos(\omega t + \varphi) \quad (36)$$

- Ou lors de l'application d'une contrainte sinusoïdale :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cos \omega t$$

la solution de l'équation est de la forme :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \varphi) \quad (37)$$

✓ Dans le cas de l'application d'une déformation sinusoïdale, la relation (36) devient :

$$\sigma = \sigma_0 \cos \varphi \sin \omega t + \sigma_0 \sin \varphi \cos \omega t \quad (38)$$

La contrainte peut alors être considérée comme formée de deux composantes : l'une

$\sigma_0 \cos \varphi$ en phase avec la déformation, et l'autre $\sigma_0 \sin \varphi$ en quadrature de phase avec la déformation.

A ces deux composantes correspondent deux modules :

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

$$E' = (\sigma_0 / \varepsilon_0) \cos \varphi \quad (39)$$

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

$$E'' = (\sigma_0 / \varepsilon_0) \sin \varphi \quad (40)$$

L'équation (38) devient alors

$$\sigma = \varepsilon_0 E' \sin \omega t + \varepsilon_0 E'' \cos \omega t \quad (41)$$

Ainsi :

$$\operatorname{tg} \varphi = E'' / E' \quad (42)$$

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

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

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i\omega t \quad (43)$$

$$\sigma^* = \sigma_0 \exp i(\omega t + \varphi) \quad (44)$$

$$E^* = \sigma^* / \varepsilon^* = (\sigma_0 / \varepsilon_0) \exp i\varphi = (\sigma_0 / \varepsilon_0) (\cos \varphi + i \sin \varphi) \quad (45)$$

$$E^* = E' + i E'' \quad (46)$$

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

✓ Dans le cas de l'application d'une contrainte sinusoïdale, la relation (37) peut s'écrire sous forme complexe :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i(\omega t - \varphi) \quad (47)$$

A partir de la relation (47) et de l'excitation sous forme complexe : $\sigma^* = \sigma_0 \exp i\omega t$, nous obtenons :

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

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

Avec :

$$\left\{ \begin{array}{l} \cos \varphi = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 M_R} \frac{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon}{1 - \omega^2 \tau_\sigma^2} \\ \sin \varphi = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 M_R} \frac{\omega(\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 - \omega^2 \tau_\sigma^2} \end{array} \right.$$

$$\operatorname{tg} \varphi = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} = \frac{M_U - M_R}{M_R} \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (48)$$

où :

$$\tau^2 = \tau_\sigma \tau_\varepsilon$$

De la même manière, à l'application d'une déformation sinusoïdale l'équation (43) admettra une solution sous la forme (44). L'équation obtenue sera identique à l'équation (48), au lieu des modules, la relation comprendra des complaisances.

Dans ce modèle, l'état du solide est donc représenté dans le système (σ, ε) par un point qui se déplace sur une ellipse à la vitesse angulaire ω (figure I-17).

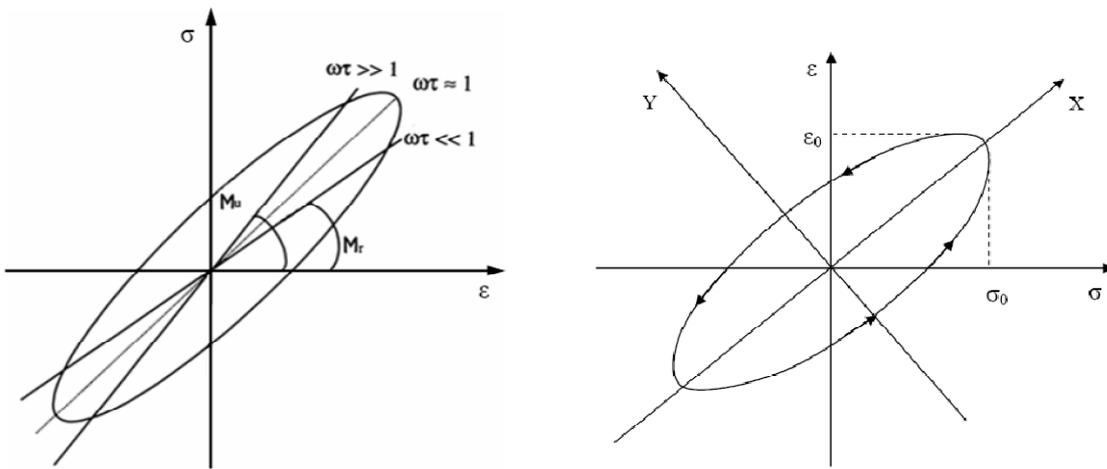


Fig. I.17- cycle contrainte-déformation.

En effet, nous pouvons écrire :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma = \sigma_0 \cos(\omega t + \frac{\varphi}{2}) \\ \varepsilon = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \frac{\varphi}{2}) \end{array} \right. \longrightarrow \left\{ \begin{array}{l} \sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t + \frac{\varphi}{2}) \\ \varepsilon = \varepsilon_0 \exp(i\omega t - \frac{\varphi}{2}) \end{array} \right.$$

φ reste l'angle de déphasage entre σ et ε .

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\sigma}{\sigma_0} = \cos \omega t \cos \frac{\varphi}{2} - \sin \omega t \sin \frac{\varphi}{2} \\ \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \cos \omega t \cos \frac{\varphi}{2} + \sin \omega t \sin \frac{\varphi}{2} \end{array} \right.$$

Ainsi :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\sigma}{\sigma_0} + \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = 2 \cos \omega t \cos \frac{\varphi}{2} \Rightarrow \cos \omega t = \frac{\sigma \varepsilon_0 + \varepsilon \sigma_0}{2 \sigma_0 \varepsilon_0 \cos \frac{\varphi}{2}} \\ \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} - \frac{\sigma}{\sigma_0} = 2 \sin \omega t \sin \frac{\varphi}{2} \Rightarrow \sin \omega t = \frac{\varepsilon \sigma_0 - \sigma \varepsilon_0}{2 \sigma_0 \varepsilon_0 \sin \frac{\varphi}{2}} \end{array} \right.$$

D'où:

$$\frac{(\sigma \varepsilon_0 + \varepsilon \sigma_0)^2}{(2 \sigma_0 \varepsilon_0 \cos \frac{\varphi}{2})^2} + \frac{(\varepsilon \sigma_0 - \sigma \varepsilon_0)^2}{(2 \sigma_0 \varepsilon_0 \sin \frac{\varphi}{2})^2} = 1$$

Si nous posons :

$$X = \frac{\sigma \varepsilon_0 + \varepsilon \sigma_0}{\sqrt{2}} \quad \text{et} \quad Y = \frac{\varepsilon \sigma_0 - \sigma \varepsilon_0}{\sqrt{2}}$$

$$\text{Nous aurons :} \quad \frac{X^2}{(\sigma_0 \varepsilon_0 \sqrt{2} \cos \frac{\varphi}{2})^2} + \frac{Y^2}{(\sigma_0 \varepsilon_0 \sin \frac{\varphi}{2})^2} = 1$$

Equation d'une ellipse rapportée aux axes OX et OY de demi axes :

$$a = \sigma_0 \varepsilon_0 \sqrt{2} \cos \frac{\varphi}{2} \quad \text{et} \quad b = \sigma_0 \varepsilon_0 \sqrt{2} \sin \frac{\varphi}{2}$$

$$\frac{b}{a} = \operatorname{tg} \frac{\varphi}{2} \quad \text{et} \quad \begin{cases} X = a \cos \omega t \\ Y = b \sin \omega t \end{cases}$$

1.6.3. Pic de frottement intérieur :

➤ Dans le cas d'une très faible intensité de relaxation ($\Delta \ll 1$) :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega \tau}{(1 + \omega^2 \tau^2)} \quad \text{relation (48), où } \Delta \text{ est donné par la relation (25)}$$

$$\Delta = \frac{M_U - M_R}{M_R} = \frac{J_R - J_U}{J_U} = \frac{\tau_\sigma - \tau_\varepsilon}{\tau_\varepsilon}$$

A contrainte imposée ou à déformation imposée.

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

D'après les paragraphes précédents, l'existence d'un tel pic est due à la variation de la fréquence de sollicitation : quand la fréquence est très élevée, la contrainte change trop vite par rapport au temps d'obtention de l'équilibre, le comportement du matériau est essentiellement élastique et le frottement interne sera nul.

Si la fréquence est très faible, le mécanisme de relaxation se produit presque complètement à chaque cycle et il n'y a pas de déphasage et lorsque la période de vibration est voisine du temps de relaxation, le déphasage, donc le frottement interne, est maximal.

➤ En notation complexe, les relations qui ont été obtenues en travaillant avec les modules (E' et E'') peuvent être utilisées de la même manière en travaillant avec les complaisances J' et J'' . Ainsi la relation entre ε^* et σ^* sera :

$$\varepsilon^*(t) = J^*(\omega) \sigma^*(t) \quad (49)$$

$$\text{avec : } \varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i(\omega t - \varphi) \text{ et } \sigma^* = \sigma_0 \exp i\omega t$$

En remplaçant ε^* et σ^* dans la relation (49), on obtient une expression de ε^* en fonction de J' et J'' :

$$\varepsilon^*(t) = [J'(\omega) - iJ''(\omega)] \sigma^*(t) \quad (50)$$

avec J' partie réelle et J'' partie imaginaire.

J' et J'' sont obtenus lors du passage de (49) à (50).

$$J' = J_U + \frac{J_R - J_U}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2} \quad \text{et} \quad J'' = (J_R - J_U) \frac{\omega \tau_\sigma}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2}$$

Le frottement interne s'écrit alors :

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

J' et J'' en fonction de $\lg(\omega \tau_\sigma)$ sont représentés sur la figure I.18.

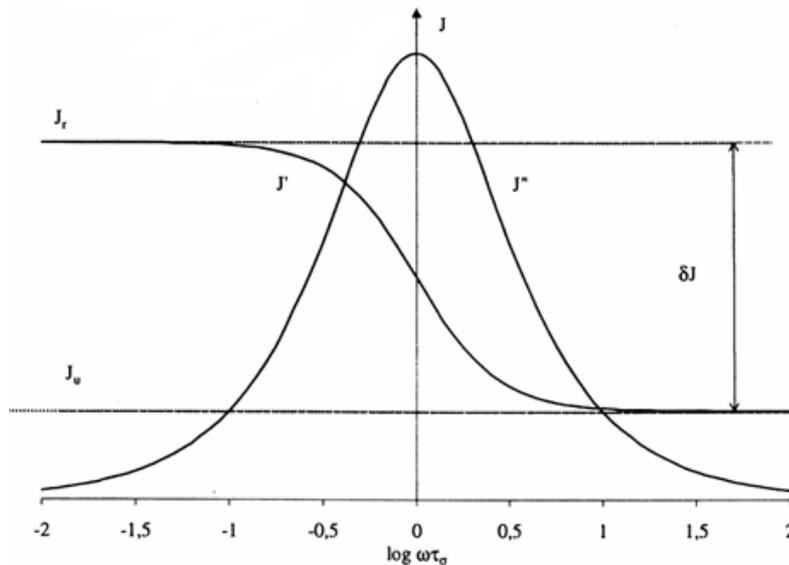


Fig. I.18- Réponse dynamique du solide de Zener.

1.6.4. Intérêts de la méthode :

Les mesures de frottement intérieur, ou spectroscopie mécanique, est une méthode expérimentale sensible 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]. Elles présentent l'avantage d'être une technique non-destructive. Ceci permet de suivre l'évolution d'un même échantillon durant des traitements thermiques (recuit, trempe,...) ou mécaniques (écrouissage,...). On peut ainsi suivre les transformations de la microstructure de

l'échantillon et en tirer, par exemple, les traitements thermiques optimaux pour obtenir tel ou tel comportement de l'échantillon. Comme il s'agit d'une technique de spectroscopie, elle permet l'étude de tous les mécanismes mis en jeu et non seulement du mécanisme principal. En effet, à chaque mécanisme va correspondre un pic de frottement intérieur dont les paramètres lui seront caractéristiques. La spectroscopie mécanique permet par la mesure de grandeurs macroscopiques l'obtention de renseignements sur les propriétés microscopiques des matériaux.

1.7. 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.

Nous avons dit précédemment que l'anélasticité était due à un changement de la structure interne du solide (déplacement de défauts). On peut formaliser ceci par l'introduction d'une variable abstraite décrivant l'état interne du solide ζ . On peut alors écrire l'énergie libre du solide comme une fonction de ζ . [12]

L'énergie libre d'un cristal par unité de volume:

$$g = g(T, \sigma, \xi)$$

La contrainte σ et la déformation ξ sont reliées directement pour la déformation élastique (via le module de Young E) au travers de ζ 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.

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

$$dg = \left(\frac{\partial g}{\partial T} \right)_{\sigma, \xi} dT + \left(\frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} d\sigma + \left(\frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{\sigma, T} d\xi \quad (51)$$

Ou encore :

$$dg = -SdT - \epsilon d\sigma - Ad\xi \quad (52)$$

$$\varepsilon = - \left(\frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} = \text{déformation} = \text{variable conjuguée de } \sigma \quad (53)$$

$$S = - \left(\frac{\partial g}{\partial T} \right)_{\sigma, \xi} = \text{entropie} = \text{variable conjuguée de } T \quad (54)$$

$$A = - \left(\frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{T, \sigma} = \text{affinité} = \text{variable conjuguée de } \xi \quad (55)$$

Prenons comme état d'équilibre $\mathbf{T} = \mathbf{T}_0, \sigma = 0, \xi = 0$.

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

En conditions isothermes, on obtient:

$$g(T, \sigma, \xi) = g(T_0, \sigma, \xi) - \frac{1}{2} J_u \sigma^2 - \kappa \sigma \xi - \frac{1}{2} \beta \xi^2 \quad (56)$$

Où J_u, κ, β sont les secondes dérivées de g par rapport à σ et ξ .

A partir de (51), (53), et (54)

$$\varepsilon = - \left(\frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} = J_u \sigma + \kappa \xi \quad (57)$$

$$A = - \left(\frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{\sigma, T} = \kappa \sigma - \beta \xi \quad (58)$$

En remarque que :

$$\varepsilon = 0 \text{ si } \sigma = 0 \text{ et } \xi = 0$$

$\kappa \xi =$ déformation anélastique

➤ *Nouvel état d'équilibre induit par une modification d'une variable (T, σ, ξ) .*

Appliquons maintenant une contrainte $\sigma = \sigma_0$ (= constante) au matériau.

Le nouvel équilibre sera atteint lorsque $dg = 0$, ce qui implique $A = 0$, vu que $T = T_0$ et

$\sigma = \sigma_0$. Calculons alors la valeur d'équilibre $\langle \xi \rangle$ de la variable interne.

$$\langle \xi \rangle = \frac{\kappa}{\beta} \sigma = \alpha \sigma \quad (59)$$

En introduisant (56) dans (57), on obtient

$$A = -\beta (\xi - \langle \xi \rangle) \quad (60)$$

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

➤ *Evolution vers l'équilibre*

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

($\dot{\xi}' = M A$). En introduisant dans (58), on obtient:

$$\dot{\xi} = -M \beta (\xi - \langle \xi \rangle) \quad (61)$$

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

$$\text{Avec : } M \beta = 1 / \tau \quad (62)$$

Il vient:

$$\tau \dot{\xi} + \xi = \alpha \sigma \quad (63)$$

Où l'on reconnaît l'équation d'un phénomène de relaxation avec un temps caractéristique τ .

De (53), il vient:

$$\xi = \frac{\varepsilon - J_u \sigma}{\kappa} \quad (64)$$

En utilisant (61) :

$$\tau \left(\frac{\dot{\varepsilon} - J_u \dot{\sigma}}{\kappa} \right) + \frac{\varepsilon - J_u \sigma}{\kappa} = \alpha \sigma \quad (65)$$

Ou encore :

$$\varepsilon + \tau \dot{\varepsilon} = \tau J_u \dot{\sigma} + J_R \sigma \quad (66)$$

On retrouve l'équation du solide linéaire idéal (18) avec $J_R = J_u + \kappa \alpha$, c'est-à-dire

$$\delta J = J_R - J_u = \kappa \alpha \quad (67)$$

1.8. Mécanismes thermiquement activés :

Dans le cas où le mécanisme responsable est thermiquement activé, le temps de relaxation varie avec la température [12] suivant la loi :

$$\tau = \tau_0 \exp(E / k_B T) \quad (68)$$

τ_0 (s) temps de relaxation limite,

E (eV) énergie d'activation apparente du mécanisme,

T (K) température absolue,

$k_B = 8,617 \times 10^{-5} \text{ eV} \cdot \text{K}^{-1}$ (constante de Boltzmann).

La mesure du frottement intérieur en fonction de la température peut présenter aussi un pic en T_p où T_p est la température telle que $\omega\tau(T_p) = 1$:

$$\omega\tau_0 \exp(E/k_B T_p) = 1 \quad (69)$$

On peut ainsi déterminer l'énergie d'activation E du mécanisme et son temps de relaxation limite τ_0 en mesurant divers couples de points (ω, T_p) ou (T, ω_p) et en les reportant sur un graphe d'Arrhenius ($\ln(\omega)$ en fonction de $1/T$. figure I.19). La pente de la droite obtenue est $-E/k_B$ et son ordonnée à l'origine est $-\ln(\tau_0)$.

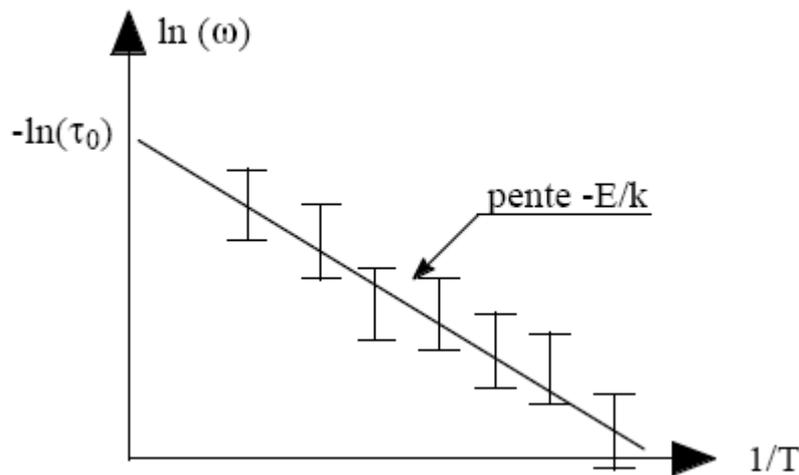


Fig. I.19: Diagramme d'Arrhenius. On reporte $\ln(\omega)$ en fonction de $1/T$ et le graphe obtenu permet de mesurer l'énergie d'activation (par la pente de la droite de régression) et le temps de relaxation (par son ordonnée à l'origine).

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 :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{1}{2 \cosh \left(\frac{E}{K_B} \left(\frac{1}{T_P} - \frac{1}{T} \right) \right)} \quad (70)$$

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

$$Q^{-1} = \Delta/4 \quad (71)$$

Les deux solutions T_1 et T_2 de (71) permettent de mesurer E' , l'énergie d'activation du mécanisme.

$$E = \frac{2.633 K_B}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \quad (72)$$

Ce dernier calcul n'est valable que dans le cas d'un mécanisme de relaxation simple (pic de Debye) à temps de relaxation unique.

Si le pic est de Debye, on a : $E = E'$ et $Q_{max}^{-1} = \frac{1}{2} \frac{\delta J}{J} = \frac{1}{2} \frac{\delta E}{E}$

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

1.9. Fond continu de hautes températures ou de très basses fréquences du frottement intérieur :

Les spectres de frottement intérieur de haute température laissent généralement apparaître un fond continu d'allure exponentielle. La présence de ce fond continu rend la détermination des paramètres de relaxation (énergie d'activation et temps de relaxation limite) très délicate.

Afin de déterminer avec exactitude les paramètres de relaxation relatifs au mécanisme à la base du frottement interne rend sa suppression est nécessaire. Ainsi les études qui ont été consacrées à ce fond continu (Friedel [13], Woïrgard [14]) aboutissent à une loi de variation de la forme:

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

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 le flan gauche d'un pic élargi situé à très haute température ou à très basse fréquence dont l'expression est :

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

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

Ce pic a été mis en évidence par Gerland [16], puis récemment par A. Rivière [17] et ce grâce à des essais isothermes de très basse fréquence.

1.10. 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 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 [12].

Récemment, il a été montré 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. [10].

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 [10].

1.11. Causes de la relaxation dans les métaux et alliages métalliques :

De nombreux mécanismes ont été associés à des pics de frottement interne dans les métaux et alliages. La liste suivante n'est qu'exhaustive car il existe plusieurs mécanismes à la base du frottement intérieur :

- 1) L'effet thermo-élastique
- 2) La relaxation due à la présence de défauts ponctuels.
- 3) La relaxation des joints de grains:
- 4) La relaxation des dislocations

1.11.1. L'effet thermo-élastique:

L'effet thermoélastique est une cause universelle de relaxation dans les métaux aussi bien monocristallins que polycristallins [18]. Il est dû à l'établissement d'un gradient de température entre les zones d'un échantillon soumis à des déformations inhomogènes.

Durant la déformation, le matériau se dilate ou se comprime selon son échauffement ou son refroidissement dus au type de contrainte appliquée. Au cours d'un cycle de sollicitation le diagramme (σ, ϵ) est une boucle d'hystérésis élastique dont l'aire mesure l'énergie dissipée par le matériau.

En fait, l'aire de la boucle d'hystérésis dépend, de la fréquence de sollicitation. Si la fréquence est faible, le cycle est isotherme et l'aire est nulle. Si la fréquence est très grande, le

cycle est adiabatique et l'aire est nulle ou faible. Pour des fréquences intermédiaires, l'aire de la boucle augmente et passe par une valeur maximale (figure I.20)). L'effet thermoélastique est plus important dans la gamme de la fréquence allant de 1 Hz à 1 kHz.

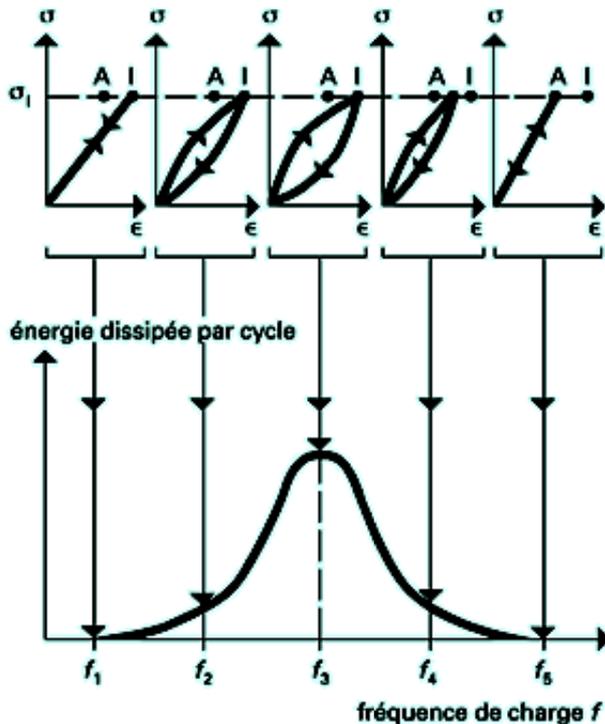


Fig. I.20. Variation de l'énergie dissipée par cycle de sollicitation en fonction de la fréquence d'excitation.

1.11.2. La relaxation dûe à la présence de défauts ponctuels :

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

La relaxation des défauts ponctuels est anélastique, elle est liée soit à une redistribution par diffusion des défauts ponctuels sous l'action d'une contrainte appliquée, soit à la réorientation due à l'anisotropie des contraintes appliqués et les distorsions induites par les défauts.

1.11.2.1. La relaxation dûe au réarrangement des atomes :

Le réarrangement des atomes interstitiels sous l'effet d'une contrainte appliquée peut-être provoqué aussi bien dans les métaux et alliages cubiques centrés ou cubiques à faces centrées.

➤ Réarrangement des atomes interstitiels dans les structures CC :

Ce phénomène a été mis en évidence pour la première fois par Snoek (1941) [19] dans le fer contenant une faible teneur de carbone et d'azote.

Cette diffusion des atomes interstitiels conduira à un pic de relaxation (figure.I.21) dont la hauteur est proportionnelle à la concentration en atomes interstitiels. La détermination de τ par la relation $\omega\tau = 1$ au maximum du pic permet de déterminer le coefficient de diffusion D des atomes, dans le réseau à la température de mesure :

$D = a^2/36\tau$ où a est le paramètre de la maille cristalline. La diffusion est à très courte distance, de l'ordre d'une distance interatomique.

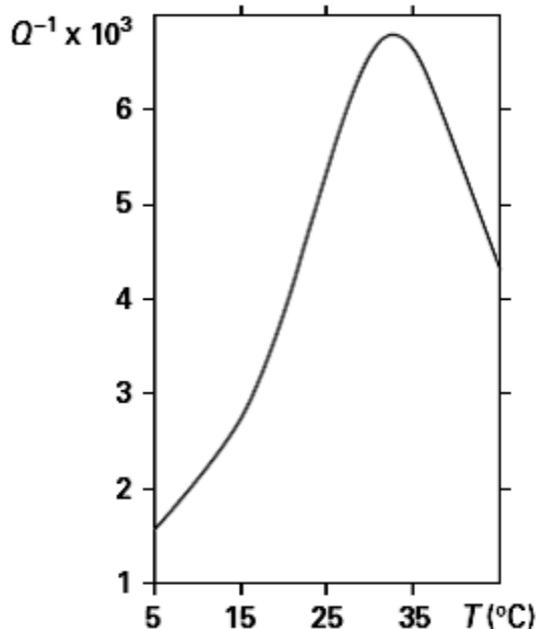


Fig. I.21. Pic de relaxation de Snoek dans un alliage d'insertion Fe-C (teneur en C : 40 ppm).
Fréquence de mesure : 0,5 Hz [19]

➤ Réarrangement des atomes interstitiels dans les structures 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 α [20].

➤ *relaxation dûe aux atomes interstitiels dans les métaux CFC :*

Les calculs effectués par Huntington [21], 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 une paire, une telle configuration présente une symétrie de type tétragonal $\langle 100 \rangle$. Ce réarrangement est à la base du phénomène de relaxation par sous l'action d'une contrainte appliquée.

1.11.2.2. La relaxation dûe à la réorientation des paires de défauts ponctuels :

Les paires de défauts ponctuels peuvent être constituées soit de deux atomes substitutionnels occupant des sites voisins, soit de deux atomes interstitiels, soit de deux lacunes, soit d'un atome substitutionnel avec une lacune, soit d'un atome interstitiel avec un atome substitutionnel. La réorientation de chacune de ces paires peut-être à l'origine du frottement intérieur. Les distorsions localisées qui se produisent seront des sources possibles, d'une part, de mise en ordre induite par la contrainte et, d'autre part, de frottement interne.

➤ *Relaxation dûe à aux paires d'atomes substitutionnels :*

Dans le cas d'une solution solide de substitution, la dissymétrie sera apportée par une paire d'atomes de substitution. Ces paires, dont la direction est distribuée de manière aléatoire en l'absence de contrainte, tendront à s'orienter sous l'action d'une contrainte. Ce type de relaxation, appelé effet Zener, ce phénomène a été observé pour la première fois par Zener sur un échantillon monocristallin de laiton à 30 % de zinc [22]. L'intensité de relaxation est proportionnelle au carré de la concentration. De même, Nowick et al [5] ont étudiés des monocristaux d'Ag-Zn de différentes teneurs pondérales. L'amplitude des pics dépend fortement de la concentration en atomes de solutés. (figure I.22)

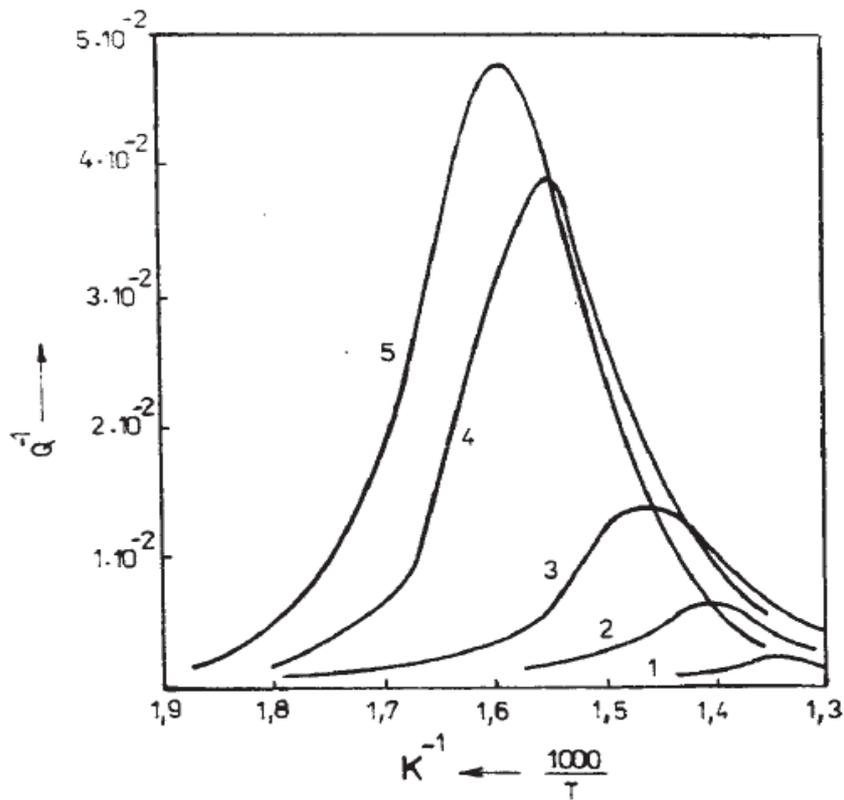


Fig. I.22. Frottement interne en fonction de la température observé sur des monocristaux d'Ag-Zn orientés suivant la direction (110) et contenant :**1)** 3.7 % poids de Zn ;**2)** 10.6 % poids de Zn ;**3)** 16.5 % poids Zn ;**4)** 26.2 % poids de Zn ;**5)** 30.25 % poids de Zn.

Des études récentes [10,23,24,25] 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 plus la teneur en atomes de solutés est élevée. (Figures 1.23 et I.24).

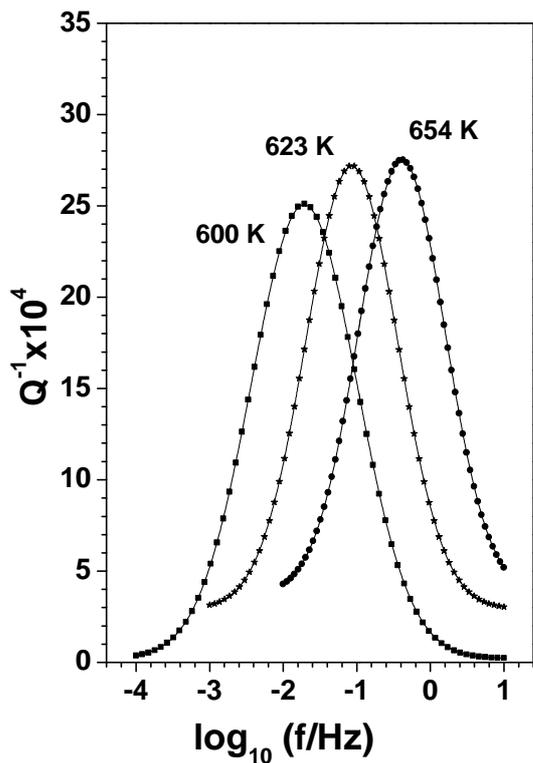


Fig. I.23. Pic de Zener mesuré à différentes températures en fonction de la fréquence dans une solution solide de substitution Cu-11 % Al (échantillon monocristallin) [25].

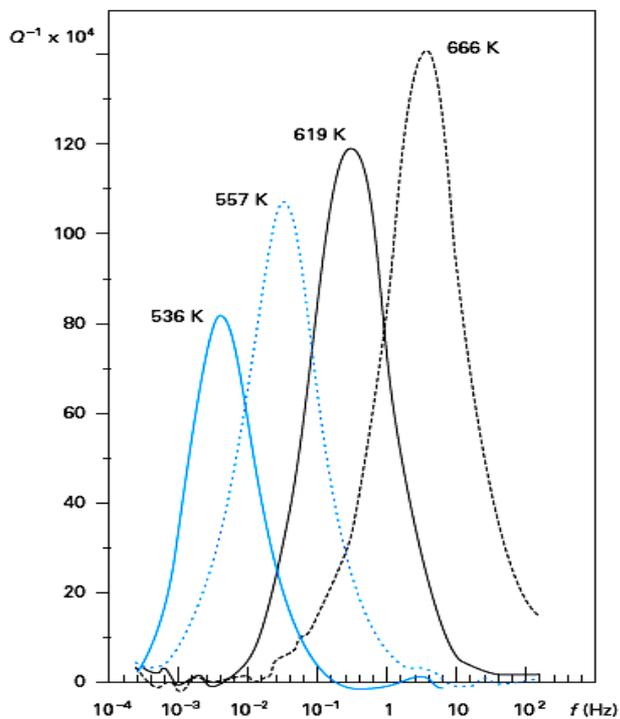


Fig. I.24. Pic de Zener mesuré à différentes températures en fonction de la fréquence dans une solution solide de substitution Cu-19 % Al (échantillon monocristallin) [10].

➤ ***Frottement interne dû aux paires d'atomes interstitiels et substitutionnels :***

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.

➤ ***Relaxation due à aux paires d'atomes 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 moins d'énergie de déformation pour placer le deuxième interstitiel dans un site allongé que dans un autre.

1.11.3. La relaxation due aux 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. Cette théorie a été mise à mal depuis la mise en évidence des pics de frottement intérieur par J.Woïrgard [14]. sur des monocristaux de métaux purs. Ces pics admettent des caractéristiques identiques à ceux observés sur les polycristaux, ont été attribués par l'auteur à des mouvements de dislocations.

1.11.4. La relaxation due aux dislocations :

Les mesures de frottement interne sur les métaux et alliages et particulièrement les métaux purs sont très sensibles aux traitements thermomécaniques (écrouissage, recuit, trempe...). Les configurations des dislocations introduites par écrouissage ou modifiées par recuit

contribuent de manière significative au frottement interne. L'origine de tels pics de frottement interne est aussi diverse que variée, elle dépend en fait de beaucoup de facteurs :

➤ *Dès 1955, Fridel et al [13] ont commencé à s'intéresser aux mouvements des dislocations soit intragranulaires, soit extragranulaires. L'apparition d'un pic de frottement intérieur de haute température et d'un fond continu de très haute température sur l'aluminium polygonisé a été associée au glissement thermiquement activé des dislocations drainant leurs images d'impuretés ainsi qu'à la courbure des segments de dislocation formant des parois de dislocation par diffusion de nœuds triples.

*Mouvement des dislocations parallèlement aux plans denses par déplacement des décrochements, ce mécanisme est à la base du pic de basse température observé pour la première fois par Bordoni en 1959 [26]. 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. Suite à de telles investigations, un calcul approché [27] suppose que la fréquence de formation des paires de décrochements suit la formule d'Arrhenius :

$$v = v_0 \exp\left(\frac{-H}{kT}\right)$$

Où v_0 représente le nombre de fois par seconde où 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 demeure en fait applicable qu'aux mouvements d'atomes isolés alors que la formation de décrochements fait intervenir de très nombreux atomes. Ainsi les mêmes auteurs établissent une théorie plus élaborée en accord avec l'expérience, ils trouvent une énergie d'activation pratiquement indépendante de l'amplitude des vibrations.

*Plusieurs auteurs ont depuis créé des modèles théoriques basés sur les mouvements de dislocations et ce à partir des résultats expérimentaux obtenus en frottement intérieur sur différents métaux polycristallins. Ce n'est qu'à partir de 1974 [14] que le mouvement des dislocations a été dissocié des joints de grains puisque des pics de frottement intérieur ont été observés sur des monocristaux de métaux de haute pureté [28]. Ces pics de relaxation ont été attribués à la migration de crans géométriques le long des dislocations par diffusion lacunaire. C. Belamri et al, A. Rivière et al ont effectué récemment des travaux sur de l'aluminium monocristallin de haute pureté étudié par spectroscopie mécanique isotherme [29,30]. Ces

auteurs ont mis en évidence deux pics de relaxation observés à moyenne et à haute température. Les observations au MET menées parallèlement aux essais mécaniques ont permis aux auteurs d'attribuer ces pics à différentes configurations de dislocations.

(Figure 1.25).

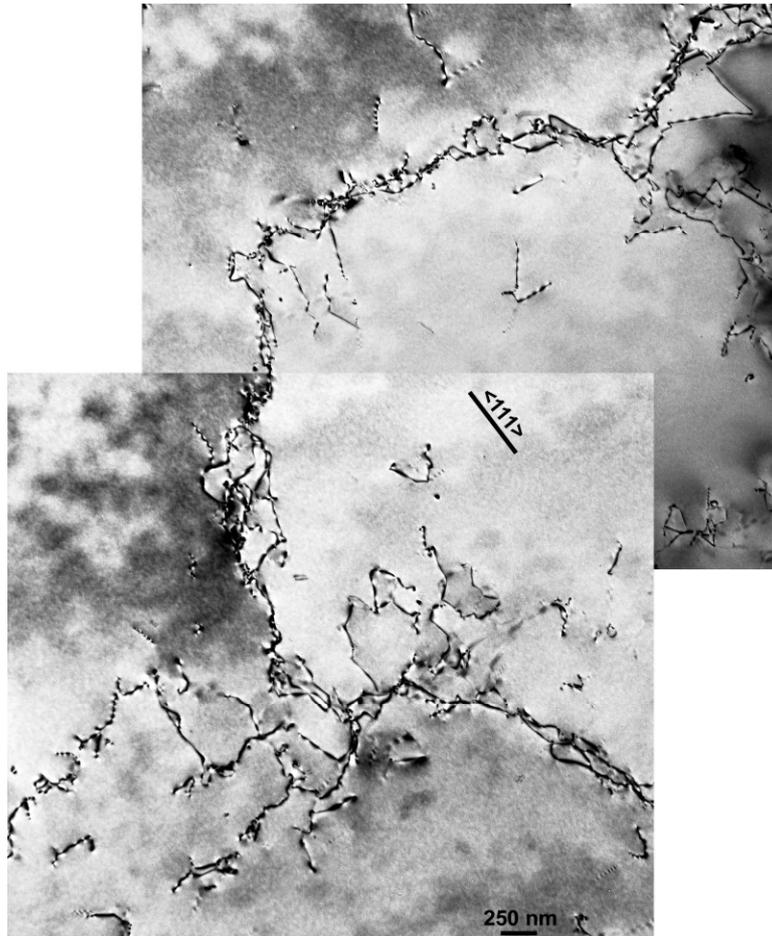


Fig. I.25. Dislocation walls observed in a high purity aluminum single crystal at 294 K after 1% cold-work.

- Interaction dislocations atomes de solutés, ce mécanisme est à la base de plusieurs pics observés par plusieurs auteurs sur divers alliages.

Dans les alliages, les défauts ponctuels (atomes de solutés) 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

$\frac{E_{dd}}{b}$, E_{dd} étant l'énergie d'interaction défaut- dislocation et b le vecteur de Burgers de la dislocation.

*Dès 1956, Granato-Lücke [31] expliquent la relation entre le frottement et les phénomènes internes de dislocation et sépare les valeurs mesurées du frottement interne (Q^{-1}) en deux composantes, dépendante et indépendante de l'amplitude :

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

- Le frottement interne dépendant de l'amplitude est dû aux parties de dislocations libérées des points d'ancrages mous donnant naissance à des nouvelles dislocations plus longues épinglées par des points d'ancrages durs. L'augmentation de la contrainte entraîne la formation de boucles de dislocations qui engendrent les sources de Frank-Read.

* Plusieurs auteurs ont depuis créé des modèles théoriques basés sur les mouvements de dislocations et ce à partir des résultats expérimentaux obtenus en frottement intérieur. Suite aux travaux précédents, le frottement intérieur dû à une dislocation ancrée a été développé par [32]. En effet, l'énergie associée aux dislocations leur permet de minimiser leur longueur, il apparaît ainsi une force généralisée, appelée tension de ligne et notés γ ; la dislocation est alors assimilée 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-glissée,...) 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 (travail des forces agissant sur la dislocation) et générer un déphasage entre la contrainte et la déformation. La mesure de ce déphasage permet de déterminer le frottement intérieur.

*Pour de températures supérieures à $0,3 T_F$ (T_F = température de fusion du matériau considéré), des pics de frottement intérieur ont été observés par plusieurs auteurs et sur différents alliages, les plus récentes études ont été obtenues sur des alliages monocristallins de Cu-Al de différents teneurs [33, 34]. Dans cette étude, les auteurs ont tenu compte de

plusieurs facteurs, de la dissociation des dislocations en partielles séparées par une faute d'empilement, de la croissance rapide de la vitesse de diffusion des atomes d'impureté à haute température et de la modification sous l'action de la contrainte externe, de la concentration en atomes d'impureté autour des lignes de dislocation. Ainsi sur la base du modèle de Darinskiy [35]; les deux pics de moyenne et de haute température mis en évidence ont été attribués à l'interaction dislocations atomes de solutés et au changement de configuration des dislocations avec la température.

➤ Dans le cas des alliages à durcissement structural, les pics de frottement interne observés peuvent-être soit non activés soit activés thermiquement. Dans le premier cas, ils sont attribués aux précipités ou aux transformations de phase et dans le second à l'interaction des dislocations avec les défauts présents dans le matériau.

➤ Conclusion :

Gremaud [36] a résumé dans un spectre schématique l'amortissement (frottement interne FI) dû aux dislocations dans une large gamme de fréquences (figure 1.26).

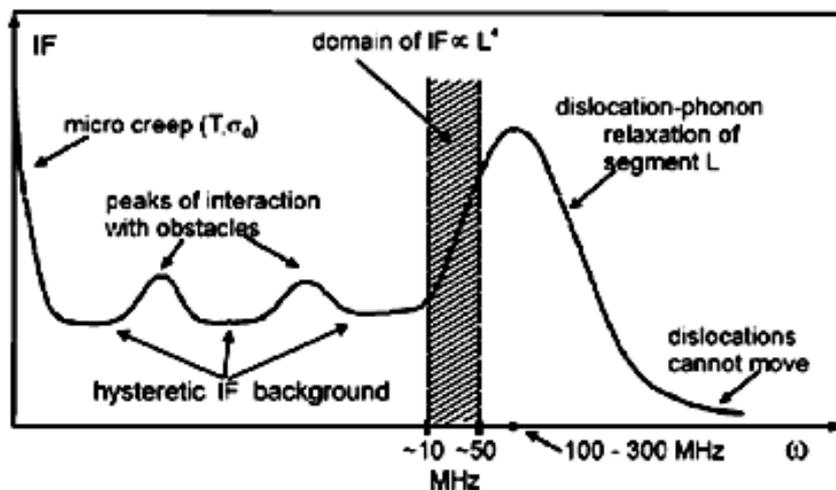


Fig. I.26. Spectre schématique de l'amortissement (frottement interne FI)

dû aux dislocations.

Chapitre 2

Étude bibliographique des
alliages d'Aluminium Argent

2.1. Introduction :

Afin de pouvoir expliquer le comportement en frottement intérieur de notre échantillon Al-Ag 20% at., nous allons en premier résumer les résultats obtenus sur les propriétés mécaniques de cet alliage à travers cette étude bibliographique.

Parmi les différents facteurs qui ont fait de cet alliage un système de choix pour toutes les études théoriques, différents auteurs [41,42,43] ont mis en exergue les trois points suivants :

- La faible différence entre les rayons atomiques des deux constituants de cet alliage ($\sim 0,5\%$, $a_{\text{Ag}} \approx 0,40863\text{nm}$ et $a_{\text{Al}} \approx 0,40497\text{nm}$) entraîne en effet une faible distorsion du réseau et par conséquent une faible énergie de déformation lors de l'interaction des atomes de soluté (atomes d'argent) avec les dislocations et les lacunes.
- Le durcissement s'effectuant en deux étapes, à chaud et à froid.
- Nucléation hétérogène des précipités.

2.2. Précipitation dans les alliages binaires à base d'Aluminium :

Le durcissement structural du à la précipitation dans les alliages à base d'aluminium a fait l'objet de plusieurs études et ce depuis 1906 [37, 38]

2.2.1. Propriétés mécaniques :

Les alliages binaires d'aluminium présentent généralement à l'équilibre à l'ambiante une structure biphasée composée d'un domaine monophasé restreint α (de structure CFC provenant de l'état solide de l'aluminium), très peu étendu à l'ambiante et s'étendant jusqu'à une teneur C^* pour une température T^* inférieure à 600°C et d'une seconde phase (figure II.1). Les grandeurs C^* et T^* dépendent de l'élément d'addition. Généralement ces alliages sont durcis par l'élément en solution dans la phase α , la présence de la seconde phase et par l'écrouissage. La mise en solution (α) de ces alliages se fait par un maintien à un état d'équilibre (dit de haute température) à une température T convenablement choisie supérieure à l'ambiante. La vitesse de refroidissement (de T à l'ambiante) est déterminante dans la structure à obtenir :

- Une structure d'équilibre biphasée initiale, par un refroidissement lent.
- Une structure monophasée α sursaturée en élément d'addition et hors d'équilibre, si le refroidissement est rapide (de 1° à 100° C par seconde selon l'alliage).

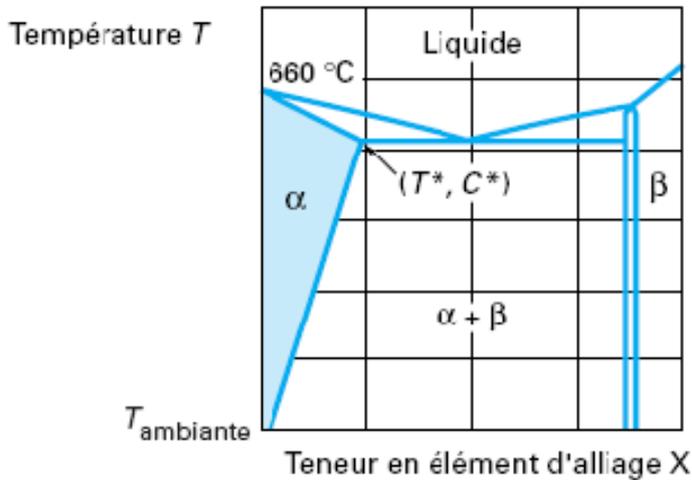
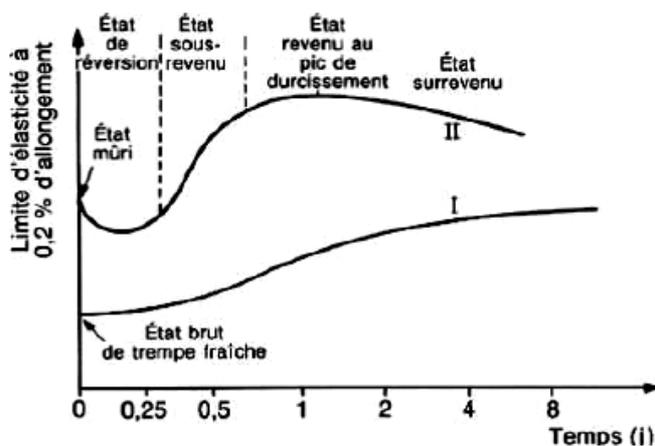


Fig. II.1 : Diagramme de base d'un alliage binaire. Extension de la phase α suivant l'élément d'addition. [39]

Les caractéristiques mécaniques de l'état trempé sont généralement proches de celles de l'état d'équilibre pour les alliages d'aluminium, le maintien à des températures inférieures à 250° C après un état de trempé fraîche serait à l'origine d'une augmentation de la résistance mécanique de certains de ces alliages (figure II.2)



T_a température ambiante
 T_r température de revenu

I maintien à T_a (maturation) après trempé
 II maintien à T_r après trempé et maturation à T_a .

Fig. II.2. Evolution Schématique de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium à durcissement structural [40]

2.2.2. Etapes du traitement thermique:

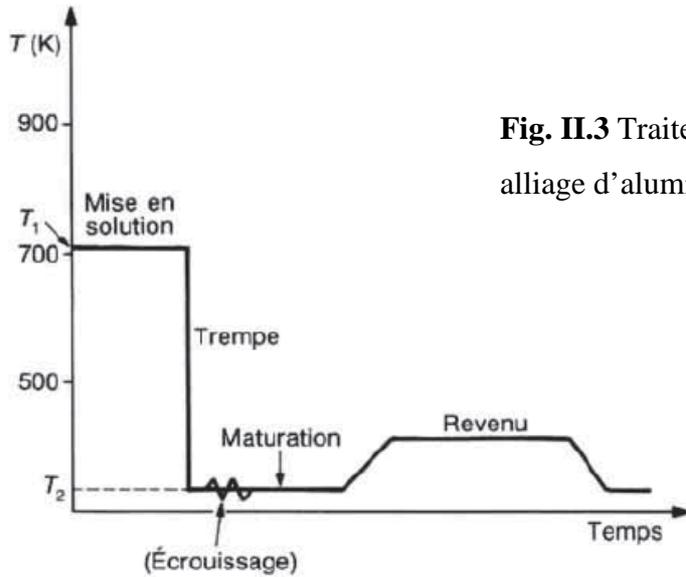


Fig. II.3 Traitement thermique typique d'un alliage d'aluminium [40]

Sur la figure 2.3 sont représentées les différentes étapes du traitement thermique typique de durcissement d'un alliage d'aluminium par précipitation.

2.2.2.1 Mise en solution ou homogénéisation:

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

La durée de maintien de la température est de l'ordre de 30 min. Le durcissement final dépend fortement de la température et de la durée de mise en solution.

2.2.2.2 La trempe :

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

- Pour un refroidissement lent, l'enthalpie libre de précipitation est faible et par conséquent le taux de germination l'est aussi. Pour assurer la proportion d'équilibre en Ag_2Al , les rares germes doivent croître en de gros précipités très distants les uns des autres. Les

dislocations n'auront pas de mal à contourner les précipités et l'alliage ainsi obtenu à de faibles caractéristiques mécaniques.

- Après un refroidissement rapide, la structure obtenue est beaucoup plus fine. Les précipités, quoique petits, sont très rapprochés. Les dislocations mobiles auront du mal à les franchir et l'alliage est ainsi plus dur. La solution solide sursaturée obtenue est dite de substitution. La vitesse de refroidissement nécessaire dépend très fortement de l'alliage.
- Un refroidissement très rapide n'engendre pas de précipitation. La dureté de l'alliage peut augmenter considérablement en faisant suivre la trempe d'un vieillissement.

2.2.2.3 Revenu et Vieillissement:

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

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

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

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

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

2.2.3 Caractéristiques structurales des précipités :

Les précipités présents dans une matrice sont caractérisés par les trois caractéristiques suivantes (figure II.4):

- L'ordre : La phase formée peut-être soit ordonnée soit désordonnée. Si le motif de la structure cristallographique du composé est respecté par les atomes constitutifs alors l'ordre est à longue distance. La moindre fluctuation brisera cet ordre et par conséquent le composé ne sera ordonné qu'à courte distance. Si par contre les atomes constitutifs sont disposés de manière aléatoire sur le réseau cristallographique alors la phase est dite désordonnée.
- L'orientation cristallographique: cette caractéristique est régie par les relations d'épitaxie de la matrice et des précipités.
- La cohérence : Les précipités sont dits cohérents, s'il existe une continuité géométrique de son réseau cristallographique et de celui de la matrice et ce dans toutes les directions. L'écart à la cohérence peut-être partiel ou total. Dans le premier cas, la continuité des deux réseaux (matrice et précipité) n'existe que pour quelques systèmes de plans ou de directions cristallographiques ; les précipités sont alors semi-cohérents. Pour le dernier cas, les précipités sont incohérents car il n'existe aucune cohérence entre les deux réseaux ; c'est le stade ultime de la précipitation.

La figure II.5 illustre les différents types d'interface existants entre la matrice et le précipité:

Une interface cohérente (Figure. II.5.a et II.5.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.5.c). Les interfaces cohérentes ont une énergie interfaciale relativement faible (0,05 à 0,2 J/m²).

Une interface incohérente (Figure. II.5.e et II.5.f) est un joint d'interphase qui résulte de deux 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 (0,5 à 1,0 J/m²).

Les interfaces semi cohérentes (Figure. II.4.d) représentent un cas intermédiaire qui devient énergétiquement favorable pour relâcher partiellement les déformations cohérentes. Ces interfaces caractérisées par les régions d'un bon ajustement ponctué par des dislocations

ont des énergies de surface interfaciale (0,2 à 0,5 J/m²) comprises entre celle d'une interface cohérente et incohérente.

Les dislocations agissent comme des sites de nucléation seulement pour les précipités semi - cohérents [52]

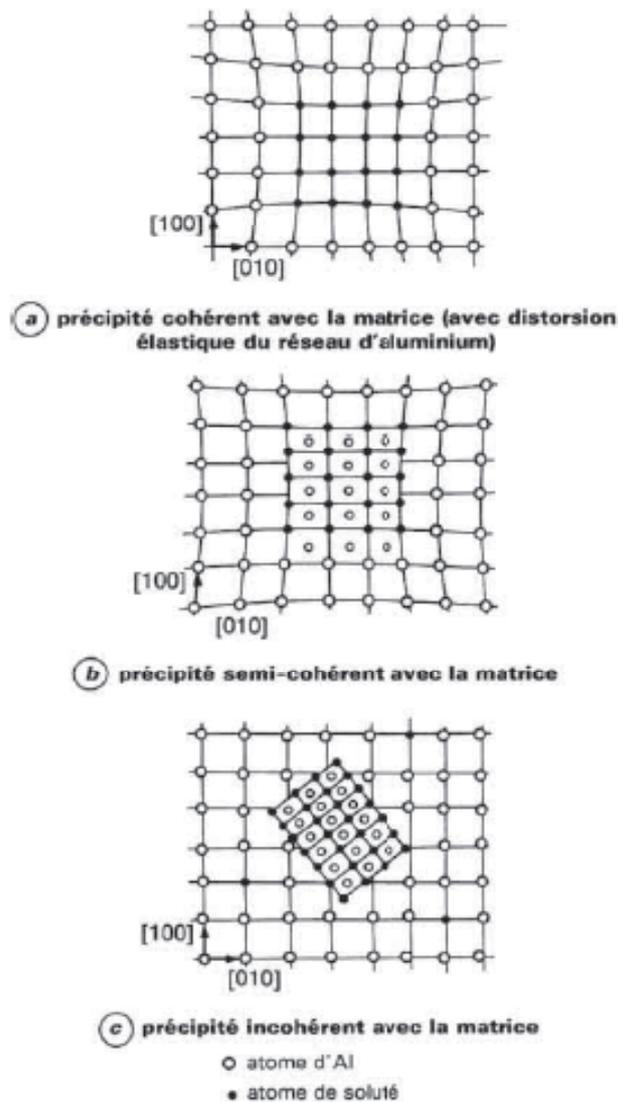


Fig.II.4.Schéma de cohérence entre les précipités et la matrice [40].

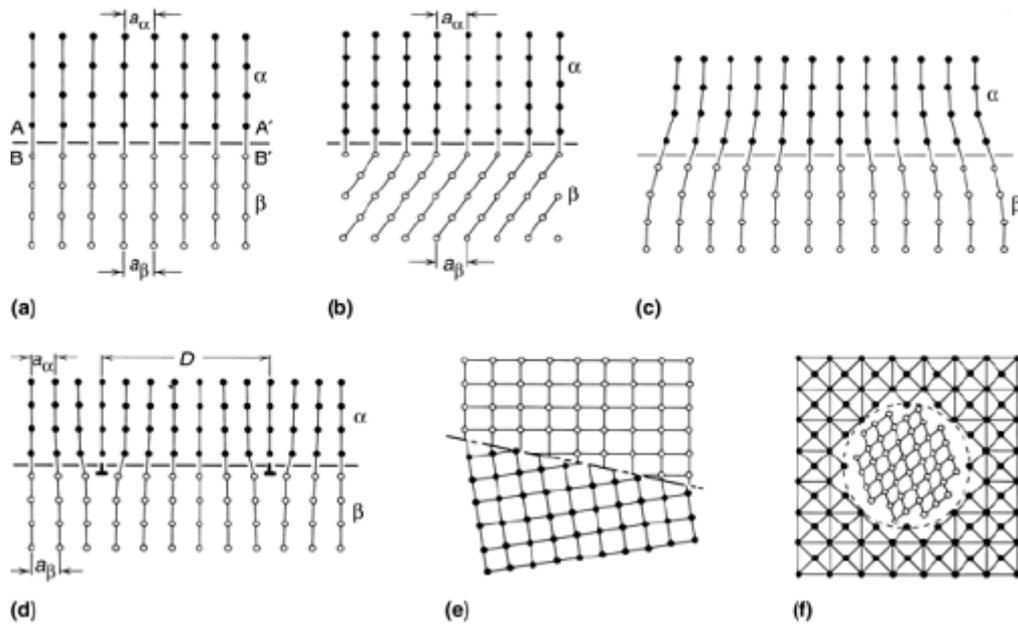


Fig.II.5. Different types of interfaces. (a) and (b) fully coherent. (c) and (d) semicoherent showing lattice strain and the presence of dislocations. (e) and (f) incoherent [53] .

2.2.4 Précipitation par germination et croissance :

➤ **La germination** : représente l'étape initiale de la précipitation. Les germes stables riches en atomes de soluté se forment à partir de la matrice, ils admettent une interface définie avec cette dernière. La précipitation est homogène si les germes se forment au sein de la solution solide en présence de lacunes en sursaturation, elle est hétérogène s'ils se forment sur les défauts existants dans le réseau. Les sites typiques de la nucléation hétérogène comprennent des défauts cristallins tels que les joints de grains, les points triples, les lacunes, ou les dislocations.

➤ **La croissance** : des germes et des précipités dépend de la diffusion des atomes de solutés vers les germes.

- **La croissance des zones GP** : est régie d'une part par la sursaturation de la matrice en lacunes après la mise en solution à haute température et trempe rapide et d'autre part par la diffusion des atomes de solutés dans la matrice.
- **La croissance des précipités** : Après le traitement de revenu, la croissance des précipités est provoquée soit par le drainage des atomes de solutés entre la matrice et le précipité soit par la diffusion des atomes de solutés dans la matrice,

soit par les deux mécanismes. Ceci se traduit par l'existence d'un gradient de concentration en soluté entre la matrice et le précipité à partir de l'interface et ce quelque soit le mécanisme à l'origine de la croissance.

- ***La coalescence des précipités*** : consiste en un grossissement d'une certaine fraction des précipités de grosse taille au détriment des plus petits qui se dissolvent. Cette augmentation de taille (globulisation) conduit à la perte progressive de cohérence des précipités. Ce mécanisme ne peut avoir lieu que si le revenu à une température donnée est prolongé au point où la fraction volumique précipitée atteint un maximum annulant ainsi le gradient de concentration en soluté entre la matrice et le précipité.

2.2.5 Précipitation par décomposition spinodale :

Ce mode de précipitation existe généralement dans les alliages à forte fraction volumique de précipités [49]. D'après certains auteurs [50, 51], il peut rendre compte du durcissement structural de certains alliages d'aluminium.

2.2.6. Séquences de précipitation :

Dans 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.

La séquence de précipitation débute généralement par la nucléation de petites phases entièrement cohérentes appelées zones de Guinier et Preston (découvertes indépendamment par Guinier et Preston par l'étude de diffraction des rayons x en 1938) [54,55]. Les zones de Guinier-Preston (GPz) sont riches en atomes de soluté résultant de la séparation de phases où 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. Depuis leur découverte, les GPz ont fait l'objet de plusieurs travaux, un résumé détaillé de plus de 40 ans de recherche a été établi par Cohen [56].

La forme des zones GP dépend des alliages. Elles prennent généralement la forme de petites particules sphériques ou des particules sous forme de disque (figures.II.6.a et II.6.b)

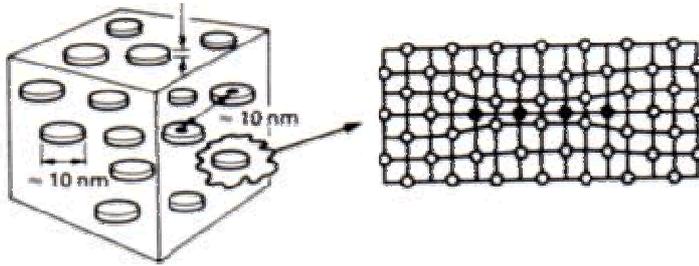
Les phases qui nucléent et croissent à partir des zones GP sont appelées "phases de transition", elles ont une structure cristalline intermédiaire entre la matrice et la phase d'équilibre. Ce qui minimise l'énergie de contribution à la déformation entre le précipité et la matrice la rendant plus favorable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

La solution solide sursaturée obtenu après la mise en solution suivie d'une trempe ne donne pas directement naissance à la phase intermétallique stable, cette dernière n'est atteinte qu'après une décomposition séquentielle de la solution solide α . Chaque étape résulte de la précipitation de la phase précédente et cette dernière sera remplacée par la une nouvelle phase plus stable suivant les étapes schématiques regroupées dans le tableau II.1

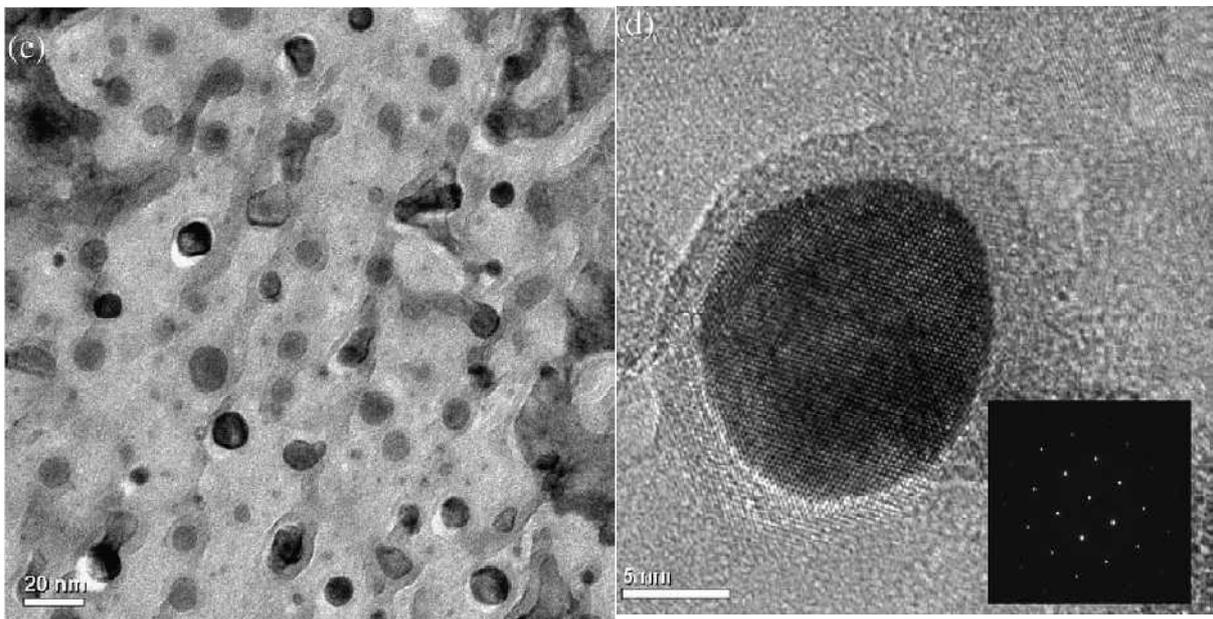
État brut de trempe fraîche	→ maturation	→ sous-revenu	→ revenu	→ surrevenu	→ recuit.
α_0	→ $\alpha_1 + GP$	→ $\alpha_2 + \beta'$		→ $\alpha_3 + \beta$	
Solution solide	→ zones GP	→ précipités métastables β'		→ précipités d'équilibre β	
Structure cubique à faces centrées(CFC)	amas cohérents	précipités cohérents ou semi-cohérents		précipités incohérents	

Tableau II.1 Séquences de précipitation dans les alliages d'aluminium.

(a) Zones de Guinier-Preston sous forme de disque.



FigII.6. (a) : Les zones GP sous forme de disques germent à partir de la solution solide. Les faces des disques sont parfaitement cohérentes avec la matrice. Les côtés des disques sont aussi cohérents mais avec une forte déformation [47].



FigII.6. (b) :High resolution TEM images obtained from region showing the presence of precipitate free zones nearly of spherical GP zones in Al. 10,8 mass% Ag. Alloy. [43].

2.3. Précipitation dans les alliages Al-Ag :

2.3.1. Diagramme de phase:

La figure II.7, représente le diagramme de phase de l'alliage considéré obtenu en 1958 sur lequel a été rajoutée la lacune de miscibilité. La lacune de miscibilité se trouve à l'intérieur du domaine $\alpha_{Al} + \xi$, c'est un diagramme de phase métastable qui donne les concentrations possibles des zones.

Depuis cette date, plusieurs auteurs ont confirmé le même diagramme par calculs. Le plus récent a été obtenu par Changeront Li et al [48], ces derniers ont aussi superposé la lacune de miscibilité ainsi que la ligne de la décomposition spinodale de la phase CFC métastable de la matrice d'aluminium (figure II.8).

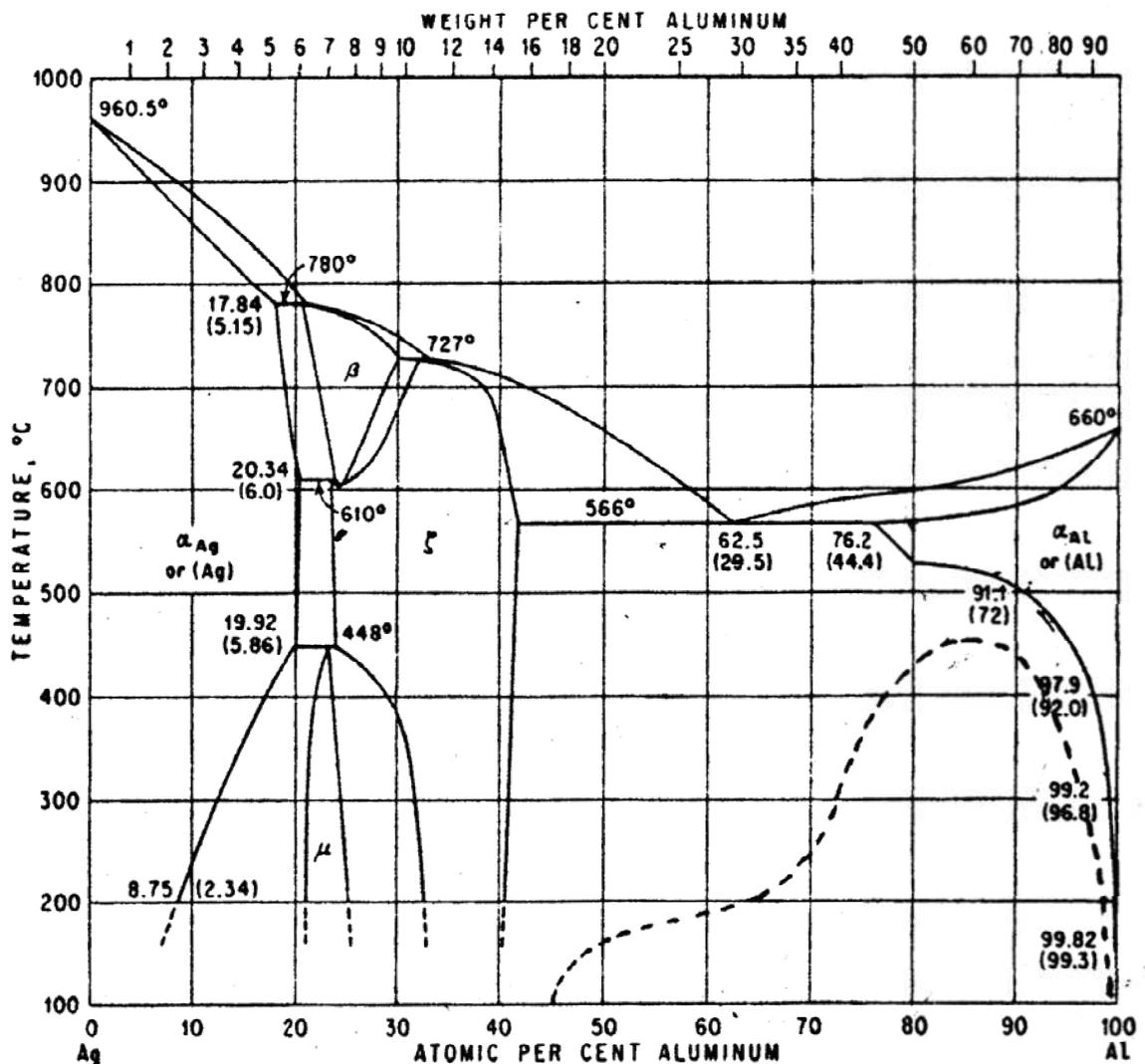


Fig. II. 7. Diagramme de phase d'Al-Ag [45]. Lacune de miscibilité en pointillé. [46]

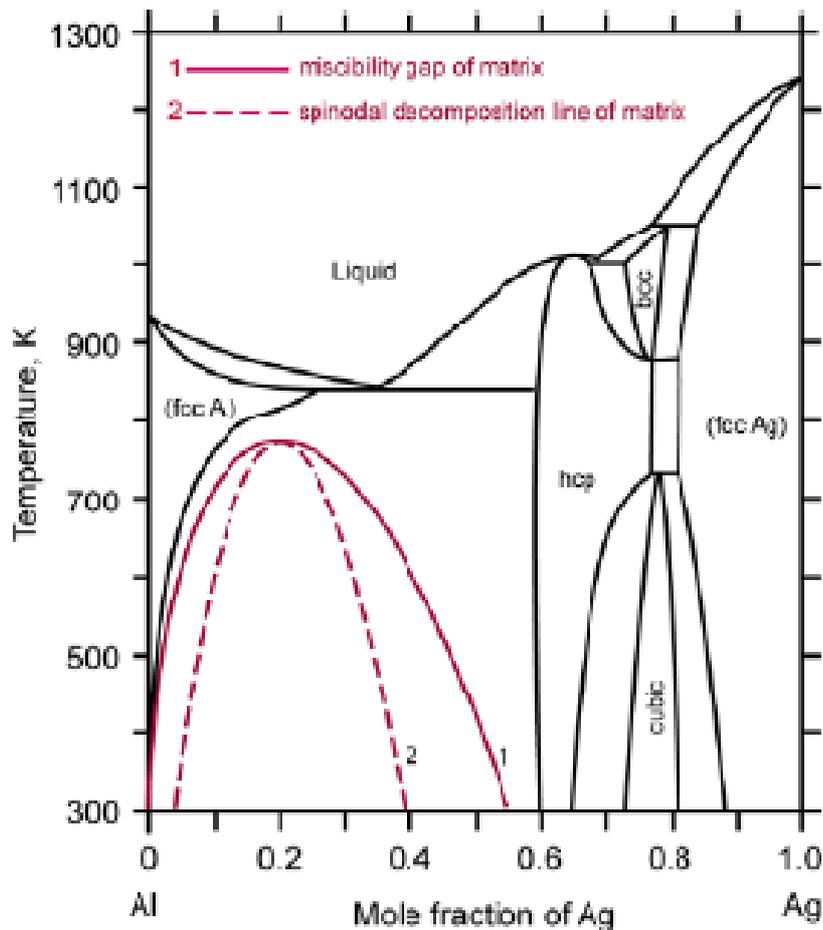


Fig.II.8. Phase diagram the Al-Ag binary system. The miscibility gap and the spinodal decomposition line of the metastable fcc Al phase are superimposed on the Al-Ag phase diagram. [48]

2.3.2. Séquences de précipitation:

Les séquences de précipitation des alliages d'Al-Ag ont fait l'objet de nombreuses investigations. La décomposition d'une solution solide sursaturée obtenue après trempe de l'alliage Al-Ag obéit au schéma classique : Solution solide initiale \rightarrow zones GP \rightarrow γ' \rightarrow γ - Ag_2Al

Où les γ' représentent les précipités métastables et les γ , les précipités stables de la phase intermétallique ξ Ag_2Al [45]. Selon [58], deux stades de durcissement apparaissent lors des mesures de dureté ou de la limite élastique au cours de cette séquence de précipitation. Ces deux stades ont été respectivement associés aux zones GP, « cold hardening » et aux

précipités γ' , « warm hardening », ce qui confirme les mesures de diffraction aux petits angles [59, 60]. En effet, les zones GP donnent naissance à un anneau de diffraction autour de la tache centrale et la présence des précipités γ' est repérée par l'existence des trainées de diffractions symétriques par rapport au centre. Les caractéristiques morphologiques, cristallographiques et structurales de la précipitation du système Al-Ag sont données dans le tableau II.2.

Système	Précipitation (1)	Paramètres cristallographiques des précipités	Épitaxie	Réseau du précipité
Al-Ag	Zones GP sphériques γ' -Ag ₂ Al γ -Ag ₂ Al	$a = 0,288 \text{ nm} ; c = 0,457 \text{ nm}$	$(00.1)_{\gamma'} // (111)_{\text{Al}} ; [11.0]_{\gamma'} // [1\bar{1}0]_{\text{Al}}$ $(00.1)_{\gamma'} // (111)_{\text{Al}} ; [11.0]_{\gamma'} // [110]_{\text{Al}}$	hexagonal hexagonal

Tableau II.2. Caractéristiques de la précipitation du système Al-Ag

2.3.2.1. Les zones GP :

➤ *Composition et Structure des GPz :*

Les GPz du système Al-Ag se présentent sous forme d'amas sphériques (figure II.6.b. [43].) riche en atomes d'Ag et cohérents, elles contiennent environ 100 atomes d'Ag après trempe à l'ambiante et sont entourées d'une coquille sphérique dénudée d'Ag [60].

La forme sphérique vient du fait que les atomes de soluté et de la matrice admettent des rayons du même ordre de grandeur [65].

Nicholson et al [61] ont obtenu une densité de zones de $2 \times 10^{17} / \text{Cm}^3$ après trempe à l'ambiante. Le diamètre et la concentration en Ag obtenus après cinq jours de vieillissement à 160° C des zones valent respectivement 90 Å et 90% at, valeur confirmée par les observations au MET et la diffraction X aux petits angles [62]. Cependant, ces valeurs sont en contradiction avec celles obtenues par Dauger et al [46] qui confirment l'existence de la lacune de miscibilité du système Al-Ag [63, 64] et obtiennent après trempe une concentration en Ag de 60%, un rayon de 11 Å et un rayon d'influence de 24 Å. Dans le tableau II.3 sont

regroupées les valeurs des rayons des zones obtenues par Blanc et al [42]. La variation de la taille des zones dépend aussi de la durée du vieillissement.

L'existence de la lacune de miscibilité [63, 64] rend compte de la stabilité et de la réversion des GP [65], la concentration limite en atomes d'Ag ne serait que de 60% et avoisinerait ~ 55% en dessous de 165°C. Cependant, Bonfiglio et al [66] avaient précisé qu'une telle situation ne pouvait s'établir immédiatement après trempe, mais seulement dans un état final où les deux phases ont alors des concentrations bien définies.

Temps de vieillissement à 140 °C	2 mm	6 mm	20 mm	1 h	9 h	1 j
$\overline{d_M}$ (Å)	15 Å	20 Å	22 Å	30 Å	50 Å	60 Å
$\overline{d_D}$ (Å)	22 Å	26 Å	29 Å	35 Å	55 Å	64 Å
distance moyenne	81 Å	74 Å	81 Å	106 Å	159 Å	189 Å

Tableau II.3. Diamètres des zones mesurés par Microscopie électronique ($\overline{d_M}$), par Diffusion aux petits angles ($\overline{d_D}$) et la distance moyenne entre zones.

➤ *Croissance et Stabilité des GPz :*

Les contradictions révélées au paragraphe précédent pourraient en fait trouver une explication par la croissance des GP. En effet, les mesures de dureté [58, 44] (figure III.9) sur différentes teneurs en Ag révèlent au cours de la croissance des GP cohérentes « cold hardening » une brusque chute de la dureté autour de 180°C. Les mesures de calorimétrie [67] quant à elles rendent compte d'une dissolution des GP. Ces résultats ont été attribués à la réversion des GP or la croissance de ces dernières se poursuit de manière continue [59, 60]. C'est ainsi, la réversion des GP a été attribuée non pas à leur décroissance mais à une diminution de la concentration en atome de soluté [67]. Tout ceci a amené Baur et al [63, 64] à prendre en considération la forme de la lacune de miscibilité et de suggérer l'existence de deux types de zones GP dans le système Al-Ag :

- Les GP_η correspondent à un état ordonné à basse température.

- Les GP_{ϵ} sont associées à un état désordonné à haute température. A l'état ϵ , ces GP contiennent moins d'atomes de soluté qu'à l'état η .

La concentration en atomes de soluté d'Ag diminue des zones de 55 à 37 % lorsque la température passe respectivement de 140°C à 190°C.

Les zones augmentent alors de taille en absorbant des atomes d'Al de la maille, ces atomes seront expulsés lors du retour à 140°C, ainsi les zones retrouvent progressivement l'état GP_{η} . Toutes ces investigations ont été confirmées par Schmitz et al [72]. Selon la diffraction X aux petits angles [73,74], il apparaît que la composition de l'état GP_{η} est homogène alors que les zones GP_{ϵ} sont intérieurement inhomogènes. L'état réverti dans les alliages Al-Ag serait alors ségrégré. Selon Gragg et al [69], à 170°C, la réversion des zones ne serait pas due seulement à une variation de leur teneur en atomes d'Ag mais aussi au changement de leur forme. Les GP_{η} auraient une concentration avoisinant les 68 % en atomes d'Ag et seraient octaédriques et non sphériques comme les GP_{ϵ} . Contrairement aux GP_{ϵ} , les GP_{η} créent des distorsions élastiques du réseau. Les mesures de la dureté sur un alliage Al-Ag 20% en poids après trempe suivi de courts revenus ont montré que les GP subissent réellement une réversion et non seulement un changement de forme avec expulsion des atomes d'Ag puisque l'état réverti à 418K crée un durcissement plus faible qu'un état ségrégré.

Toutes ces investigations ont été infirmées par Malik et al [75]. Ces auteurs ont étudié la microstructure des zones GP de l'alliage monocristallin Al-Ag 3% at. Vieilli 4H à 413 K. La concentration en atomes de soluté obtenue dans les deux types de zones GP (η et ϵ) serait comprise entre 70 et 75% at. et de plus aucun ordre à longue distance n'a été détecté ce qui laisse les auteurs douter de l'existence de ces deux types de zones. Plus récemment, Changrong et al [43] ont confirmé par calcul la forme des états η et ϵ des GP (figure II.10).

Suite à cette étude bibliographique des zones GP dans le système Al-Ag, nous pouvons conclure que rien n'est encore tranché concernant leur évolution lors de la réversion.

La figure II.11 montre les zones GP d'un alliage Al-Ag 16% en poids revenu 1 heure à 100°C.

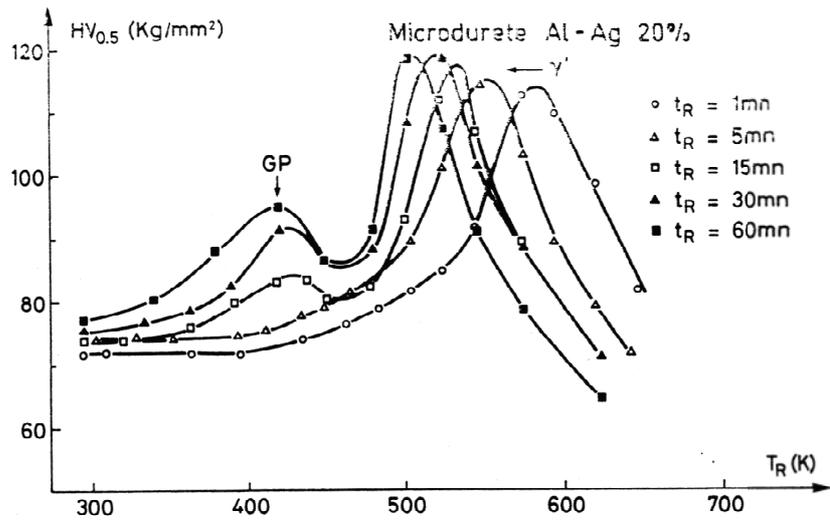


Fig.II.9. Evolution de la microdureté Vickers au cours de la précipitation dans Al-Ag 20% en poids en fonction de revenu isochrones.

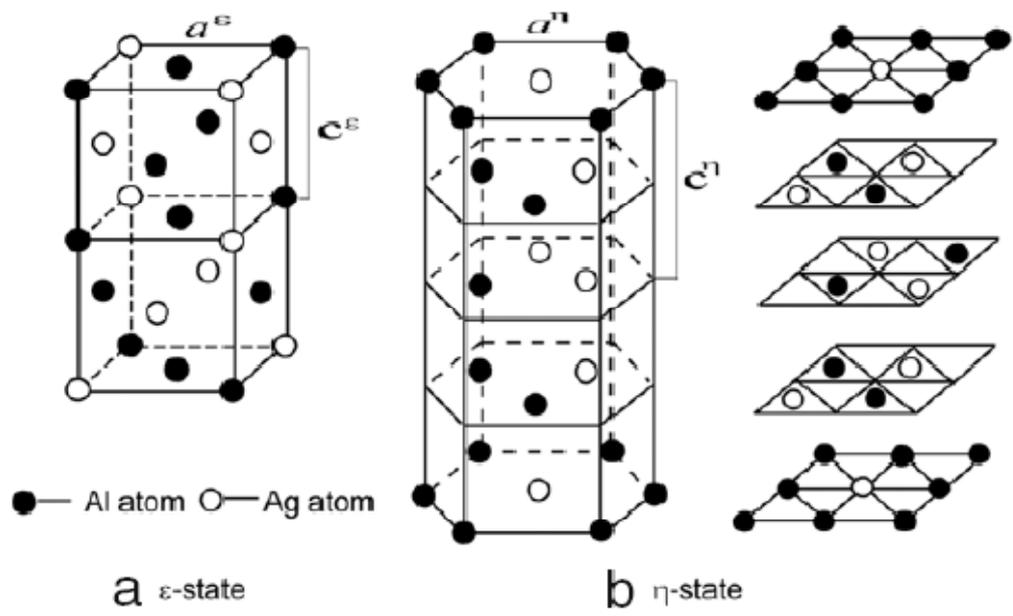


Fig.II.10 The structures of the ϵ – state and the η – state of GP zones.

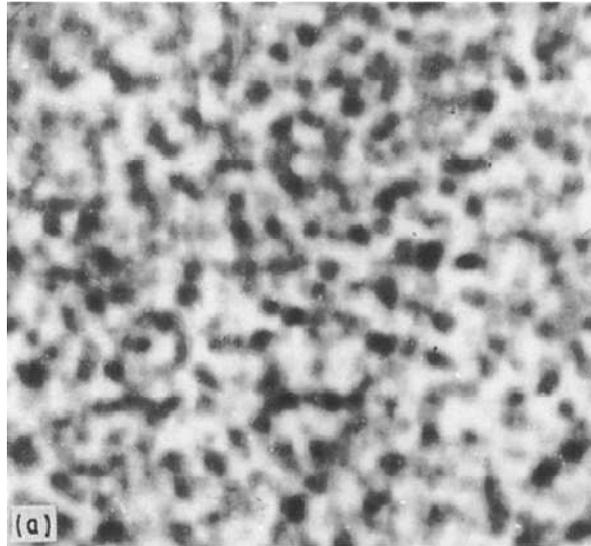


Fig.II.11 Electron micrograph of Al-Ag 16 wt% specimen heated for 1H at 100°C, showing large GP zones. [78].

2.3.2.2. Les précipités γ' :

Leur structure est hexagonale et leur composition est voisine d'Ag₂Al [45].

Les précipités γ' se présentent en microscopie sous forme de plaquettes en épitaxie sur les plans $\{111\}$ de la matrice [61].

➤ Nucléation des γ' :

La phase γ' précipite de manière hétérogène sur les dislocations par ségrégation du soluté dans les défauts d'empilement des lignes de dislocations. Leur germination présente donc un caractère hétérogène. La concentration en Ag nécessaire pour la formation de précipité γ' est facilement atteinte du fait que les dislocations sont enrichies d'Ag par la formation des nuages de Cottrell pendant l'homogénéisation à haute température. Hren et al [77] ont montré que les précipités γ' nucléent sur toute portion de dislocation susceptible de se dissocier, la diminution de l'énergie de faute d'empilement de l'aluminium par la présence de l'argent en solution facilite la dissociation des dislocations sur les familles des plans $\{111\}$. Ainsi les quatre familles des plans $\{111\}$ donneront quatre orientations possibles des précipités γ' .

➤ Croissance des γ' :

La diminution de l'énergie de faute d'empilement de l'aluminium entraîne l'éloignement des partielles qui favorise la croissance des γ' parallèlement à leur plan de base (111).

Ainsi, l'énergie d'activation des γ' ne peut-être que l'énergie de diffusion des atomes d'argent dans l'aluminium ($\sim 1,6$ eV) puisque l'élargissement de la faute dépend de la diffusion des atomes de soluté présents dans la matrice vers la faute (la matrice joue le rôle de source et la faute de puit). La valeur de l'énergie d'activation pour la diffusion de l'Ag Lors de la dissolution des γ' déterminée par Hern et al [77] ainsi que Abbott et al [79] est de 1,63 eV/ at.

Les zones GP se dissolvent lors de la croissance des précipités γ' , ce qui laisse apparaître des zones dénudées autour de γ' .

Après un revenu de 15 mn à 520 K [44] (figure II.12), les précipités γ' apparaissent sur les plans (111), cette température correspond au maximum du durcissement observé sur la figure II.9. Le diamètre des zones GP présentes encore dans la matrice a augmenté, il est de l'ordre de 120 Å. Ces résultats ont été confirmés récemment sur l'alliage Al-Ag 10% en poids après un revenu d'une heure à 523 K [80] (figure II.13)

Après un revenu d'1h à 200°C, la figure II.14 montre la réversion des GP le long de la formation des précipités γ' .

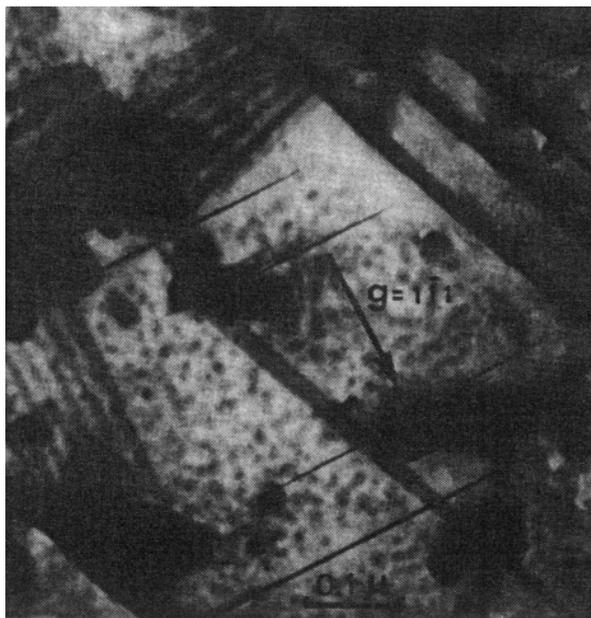


Fig.II.12 Précipités γ' de l'alliage Al-Ag 20 % en poids après un revenu de 15 mn à 520 K [44].

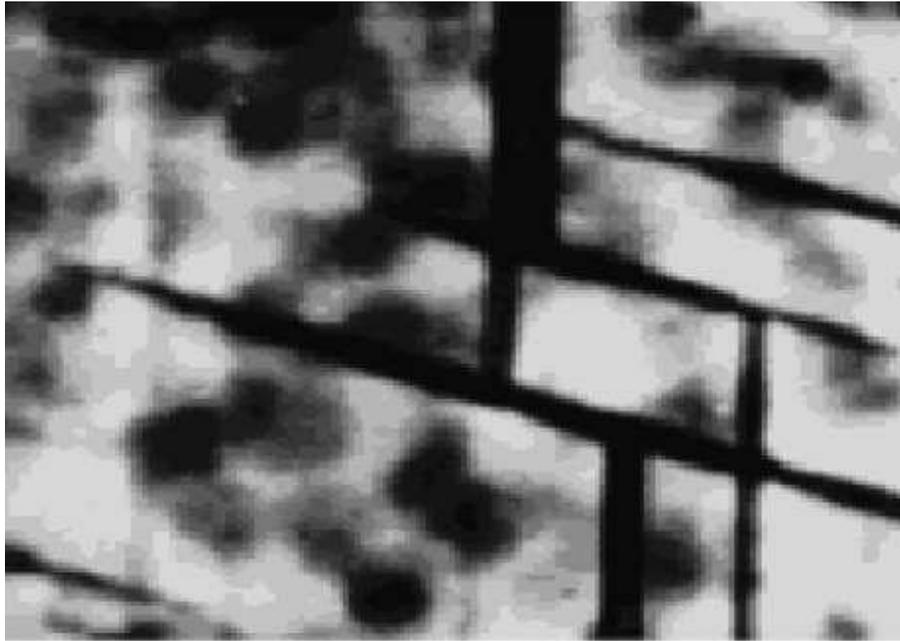


Fig.II.13 Thin foil micrograph from Al-10 wt% aged for 1 h at 543 K, showing coarse GP zones and γ' - precipitates (25000 x). [80].

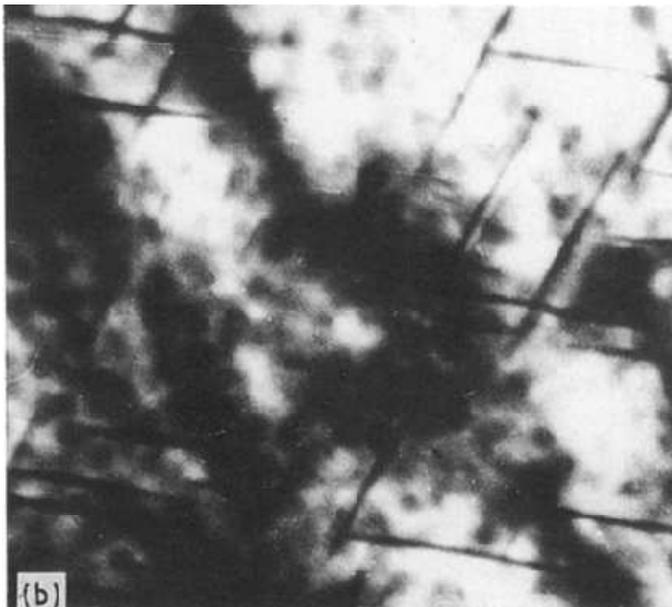


Fig.II.14 Electron micrograph of Al-Ag 16 wt% specimen heated for 1H at 200°C, showing reversion of zones along with the formation of γ' plates. [78].

2.3.2.3. Les précipités γ :

Les précipités γ (figure II.15) représentent la forme stable de la phase intermétallique ξ de composition $Ag_2 Al$ de structure « hc ». Ils sont incohérents et peuvent apparaître sous différentes formes. Ils nucléent sur les joints de grains à forte désorientation [44,61] en même temps que les γ' apparaissent à l'intérieur des grains. Ils peuvent aussi croître à partir des γ' lorsque ces derniers perdent leur cohérence et diminuent de taille. La perte de cohérence entraîne une diminution des propriétés mécaniques de l'alliage. Les zones dénudées de GP entourent les γ .

Les figure II.16 et II.17 montrent respectivement :

*Les précipités γ aux joints de grains et γ' dans la matrice de l'alliage Al-Ag 20 % en poids après un revenu de 15 mn à 520 K.

*Les précipités γ dans l'alliage Al-Ag 10% en poids après un revenu d'une heure à 523 K

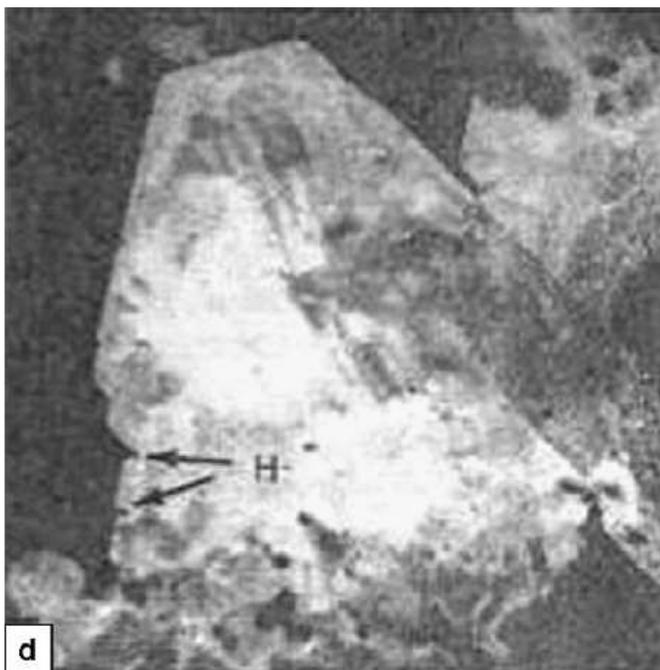


Fig.II.15 TEM image of irregular-shaped, nonequilibrium γ - precipitate. [81].

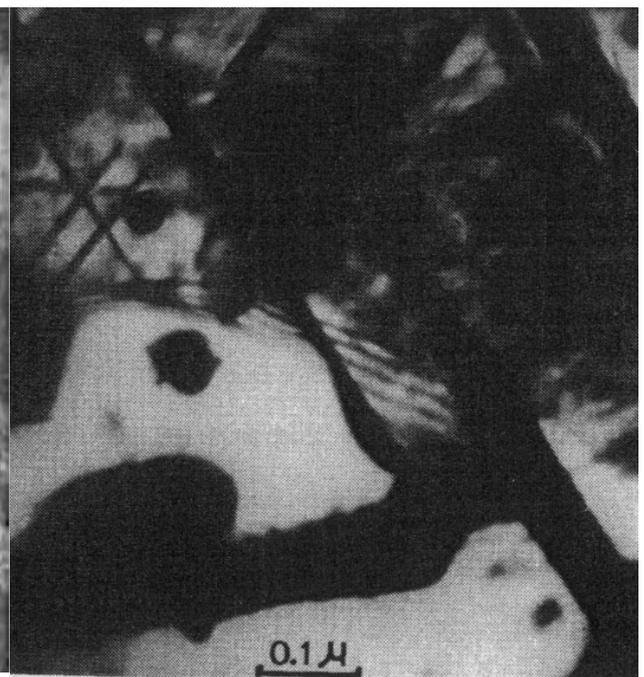


Fig.II.16 Précipités γ de l'alliage Al-Ag 20 % en poids après un revenu de 15 mn à 520 K [44].



Fig.II.17 Thin foil micrograph from Al-10 wt% aged for 1 h at 543 K, showing coarse γ -precipitates (25000 x). [80].

2.3.2.4. Structure de l'interface :

Laird et al [82, 83] ont montré que l'interface des précipités γ et γ' avec matrice est principalement composée de dislocations partielles à caractère coin de vecteur de Burgers de type $\frac{a}{2} \langle 112 \rangle$.

Vu la structure hexagonale des γ' , si la cohérence est parfaite dans leur plan de base (111), ce n'est pas le cas sur les faces latérales où le racollement est assuré par les dislocations partielles. Ces dislocations accommodent donc le « misfit » des γ' suivant l'axe C.

Les précipités γ' sont donc semi-cohérents. Les énergies de surface pour les trois types d'interface sont regroupées dans le tableau II.3.

Type de l'interface	Energie de surface
Cohérente	$\gamma_{\text{cohérente}} = \gamma_{\text{chimique}} \leq 200 \text{ mJ/m}^2$
Semicohérent	$\gamma_{\text{semicohérente}} = \gamma_{\text{chimique}} + \gamma_{\text{structural}} \approx 200 \text{ a } 500 \text{ mJ/m}^2$
Incohérent	$\gamma_{\text{incohérente}} \approx 500 \text{ a } 1000 \text{ mJ/m}^2$

Tableau II.3 : énergies de surfaces pour les différents types d'interfaces :

3.2.5. Conclusion :

La figure suivante [44] résume l'évolution des différentes séquences de précipitation en fonction de la température pour l'alliage Al-Ag 20 % en poids lors de recuits isochrones de 15mn.

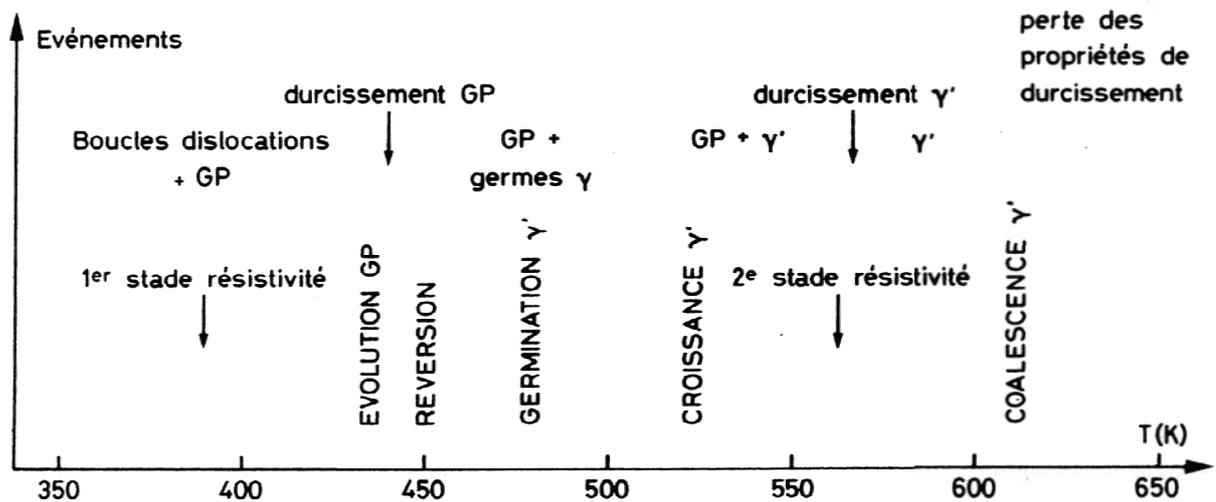


Fig.II.18 Evolution d'un alliage Al-Ag 20% en poids lors des recuits isochrones [44].

2.4. Mécanismes de durcissement :

Les deux paramètres physique et mécanique sensibles à l'état de précipitation étant la limite d'élasticité et la dureté.

Les mécanismes physiques du durcissement permettent de rendre compte qualitativement de l'évolution des limites d'élasticité des alliages en fonction de leur traitement de revenu (figure II.2).

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

2.4.1 Contournement des précipités par les dislocations :

Lorsque les particules deviennent plus dures que la matrice, les dislocations présentes dans cette dernière ne peuvent pas pénétrer les précipités, alors elles sont obligées de les

contourner. Deux types de contournement sont possibles, soit par glissement primaire soit par glissement dévié.

2.4.1.1. Contournement par glissement primaire :

La dislocation évite le précipité (incohérent donc non cisailable) par contournement tout en restant dans son propre plan de glissement. Une fois l'obstacle contourné, les deux brins de la dislocation se recombinaient laissant autour du précipité une boucle de dislocation. Le mécanisme de contournement d'Orowan est schématisé sur la figure II.18.

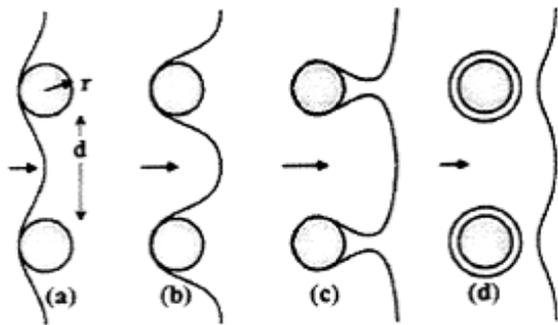


Fig.II.18 Interaction d'une dislocation avec des particules dures (contournement) [83]

2.4.1.2. Contournement par glissement dévié :

La forte énergie de faute d'empilement de l'aluminium facilite le glissement dévié des dislocations par changement de leur plan de glissement. Le glissement dévié s'accompagne de l'émission de boucles de dislocations et de la formation de crans sur la ligne de dislocation. Ce mécanisme génère de nombreux débris de dislocations jouant eux-mêmes le rôle d'obstacles [40].

2.4.2. Cisaillement des précipités par les dislocations :

Les précipités ne peuvent être cisailés que s'ils sont cohérents ou semi-cohérents de sorte que la dislocation puisse glisser de manière continue de la matrice dans les précipités. Ce mécanisme engendre la création de nouvelles interfaces précipité-matrice. Lorsque les plans de glissement de la matrice et des précipités sont en épitaxie, le cisaillement s'effectue dans un seul plan (figure II.19). Si ce n'est pas le cas, le cisaillement peut conduire à la

formation soit de boucles de dislocations à l'interface précipité-matrice soit d'un cran le long de la ligne de dislocation.

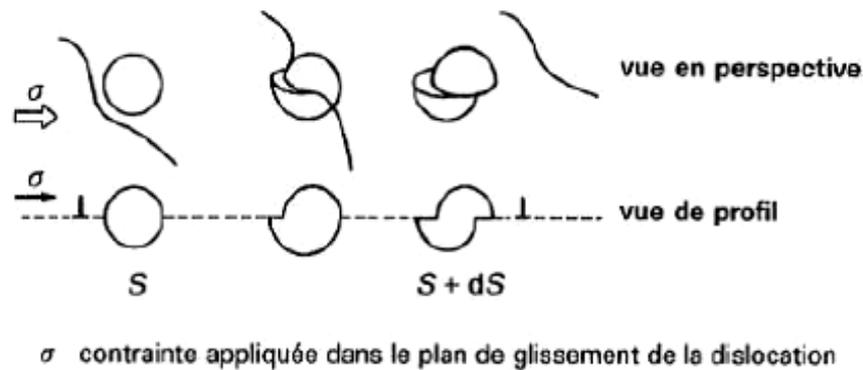


Fig.II.19. Cisaillement d'un précipité sphérique cohérent dans le plan de glissement d'une dislocation [40].

Le franchissement du précipité par une dislocation engendre la création d'une paroi d'antiphase dans le plan de cisaillement (figure II.20), par conséquent l'ordre entre les atomes voisins n'est plus respecté.

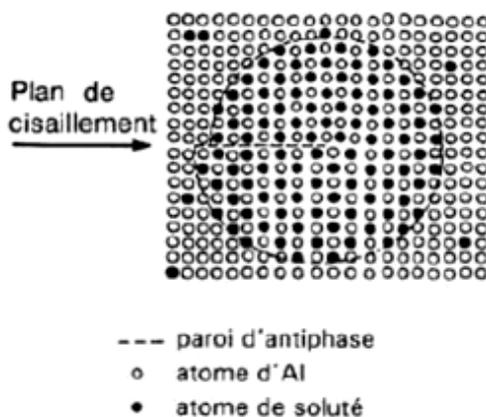


Fig.II.20. Création d'une paroi d'antiphase par une dislocation coin dans un précipité [40].

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

- La création de nouvelles interfaces entre les précipités et la matrice contribue à freiner le mouvement des dislocations.
- La création des défauts de structure dans les précipités : paroi d'antiphase, défauts d'ordre et défauts d'empilement. L'écart entre les énergies de faute d'empilement de la matrice et des précipités

(différence entre la largeur de la faute) est à l'origine de la modification de l'énergie des dislocations.

2.4.3. Effets à distance :

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

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

2.5. Frottement intérieur dans les alliages d'Aluminium-Argent :

- Un pic stable associé aux précipités γ' a été observé sur les alliages d'Al-Ag contenant plus de 10% en poids d'Ag. [84 à 88]. Pour des concentrations plus faibles, le pic observé a été attribué à la transformation des zones GP.
- Schaller [44] a étudié le frottement intérieur de plusieurs échantillons de différents teneurs en poids de l'alliage Al-Ag. Les résultats obtenus révèlent l'existence de trois pics :

$P_{\alpha 1}$ et $P_{\alpha 2}$ dus à la solution solide α_{Al} respectivement à l'état trempé et à l'état recuit et P_{γ} dont l'origine a été associée à la phase intermétallique ξ . Le pic $P_{\alpha 2}$ est lié à l'apparition de nouveaux précipités métastables que l'auteur a appelés γ''

Un épaulement a aussi été observé noyé dans un fond continu sous forme exponentiel, il a été attribué à l'évolution des zones GP, le fond continu quant à lui a été associé aux mouvements des dislocations. Suite à ses résultats et aux observations au MET, l'auteur proposa la séquence de précipitation suivante :



Les précipité γ'' ne seraient pas de structure CFC, leur composition est voisine de celle des γ' et leur croissance se fait au détriment des zones GP avoisinantes à forte concentration en atomes d'argent. En effet, les zones GP à forte concentration ne sont plus stables au dessus de 430K. Ce phénomène explique l'allure de la lacune de miscibilité, la réversion partielle des GP et par conséquent la chute de la dureté. A un certain stade, les γ'' fusionne pour former les γ' . Il résulte que la nucléation des γ' serait donc possible même sans l'existence de dislocations. Partout où il manque des dislocations susceptibles de se dissocier, les précipités γ'' seraient les précurseurs des précipités γ' ce qui contribue à une nucléation plus homogène des γ' .

- Le pic de frottement interne a été observé sur l'alliage Al-Ag 16% en poids [76,78]. Son origine a été attribuée à l'interaction des dislocations avec les zones GP. Le modèle de Granato et Luck a été à la base de l'interprétation des résultats.

Chapitre 3

Techniques Expérimentales

3.1. Echantillon :

- L'échantillon que nous avons utilisé lors de cette étude est un monocristal d'Aluminium- Argent de teneur 20% at. d'Argent, fournit sous forme de plaque de dimensions $100 \times 100 \times 1 \text{ mm}^3$ par Goodfellow au LMPM de l'ENSMA de Poitiers. Il est issu d'une coulée spéciale réalisée à la demande du laboratoire car il n'existe pas d'application industrielle pour ce type d'alliages. Les éprouvettes ont été découpées à l'ENSMA par électroérosion sous la forme de $50 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$.
- La température de mise en solution solide de ces alliages se situe aux environ de 555°C (figure II.7). Pour éviter de dépasser 555°C , la montée en température s'est faite en deux paliers, une vitesse de chauffe de $250^\circ\text{C}/\text{h}$ jusqu'à 540°C puis une approche lente jusqu'à 555°C à une vitesse de $10^\circ\text{C}/\text{h}$. L'échantillon à cette température pendant 2 h afin de laisser le temps à tout l'alliage de passer en solution solide.
- Les mesures de frottement interne ont été effectuées sur le pendule de torsion décrit ci-dessous à une amplitude maximale de vibration de 5×10^{-6} .

3.2. Mesures de la microdureté :

Les alliages d'Aluminium – Argent présente le phénomène de durcissement structural. Les échantillons trempés et maturés à l'ambiante sont susceptibles d'évoluer par précipitation des phases γ'' , γ' ou γ , au cours de maintien à des températures au-dessus de l'ambiante.

Les mesures de frottement intérieur par spectroscopie mécanique isotherme s'opèrent par palier de température fixe et nécessitent des temps de maintien très long au cours du balayage en fréquence de 40 Hz à 10^{-5} Hz . Ces temps sont souvent supérieurs à 24 Heures à chaque température de mesure afin d'atteindre les basses fréquences. Au cours de chaque essai, la microstructure doit-être stable et donc ne doit pas présenter d'évolution au cours de la mesure.

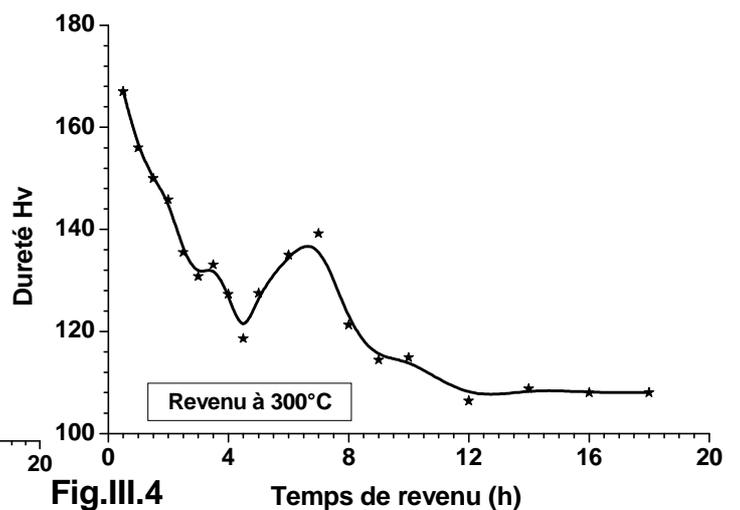
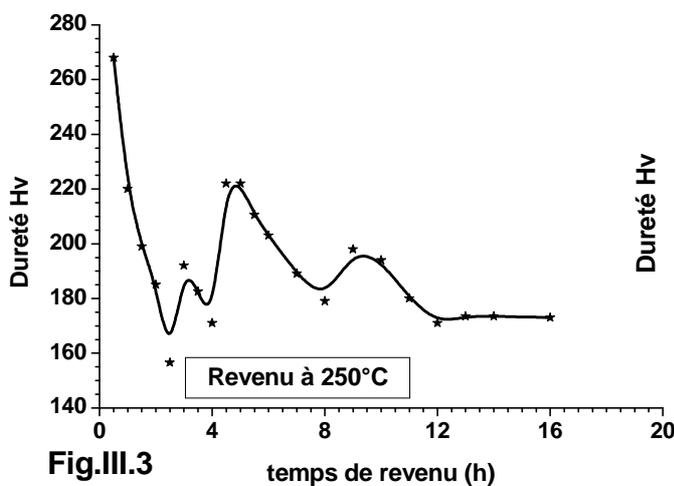
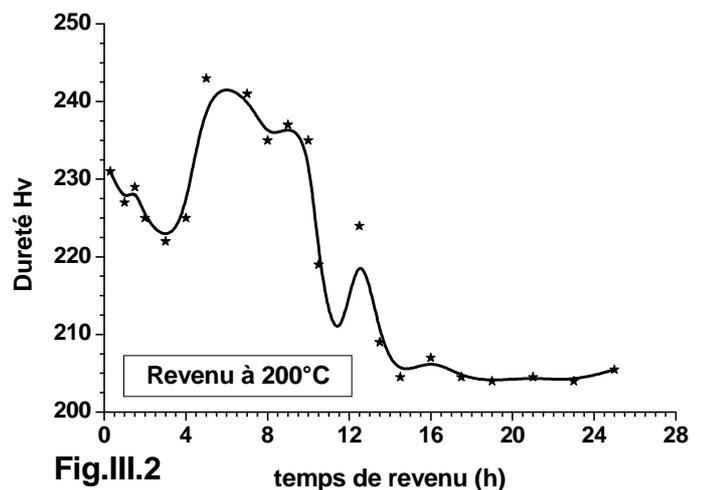
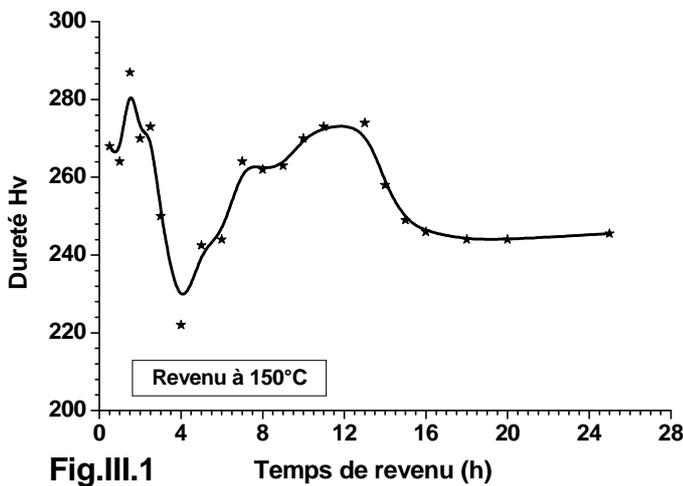
Sachant que les mesures de frottement intérieur, permettent de mettre en évidence les phénomènes de relaxation dus à la présence des défauts de structure en volume et que l'éprouvette de mesure n'admet qu'un mm d'épaisseur, alors, nous avons effectué des mesures de la dureté Vickers sur un échantillon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

et ce pour déterminer le temps nécessaire pour que l'échantillon soit stable au cours de l'essai.

La valeur moyenne obtenue pour la dureté d'un échantillon en état de trempe fraîche est de 121,3.

Quatre échantillons ont ensuite subi des recuits à respectivement 150, 200, 250 et 300°C pendant une heure, deux heures, ect.. suivi tous d'une mesure de dureté et ce jusqu'à ce que la dureté n'évolue plus.

Sur les figures III.1 à III.4 ont été reportées les courbes de la dureté pour les quatre températures considérées.



La valeur moyenne du temps de stabilisation est d'environ 18 heures.

3.3. 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 10 Hz à 10^{-5} Hz (les performances de cet appareil sont actuellement améliorées : de 60 Hz à 10^{-5} Hz) ; le chauffage se fait par un four extérieur. Ce principe de mesure du frottement intérieur a été mis au point au laboratoire par Woïrgard et al. [89]. En dehors des mesures de frottement intérieur, il permet aussi d'effectuer des essais de micro-fluage longitudinal dans les mêmes conditions de température entre l'ambiante et 1320 K avec une contrainte allant jusqu'à 1.5 MPa. A. Rivière et al. [90] 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-5 à III-7 représentent respectivement une vue d'ensemble de l'appareil, son plan général et le détail du système de détection.

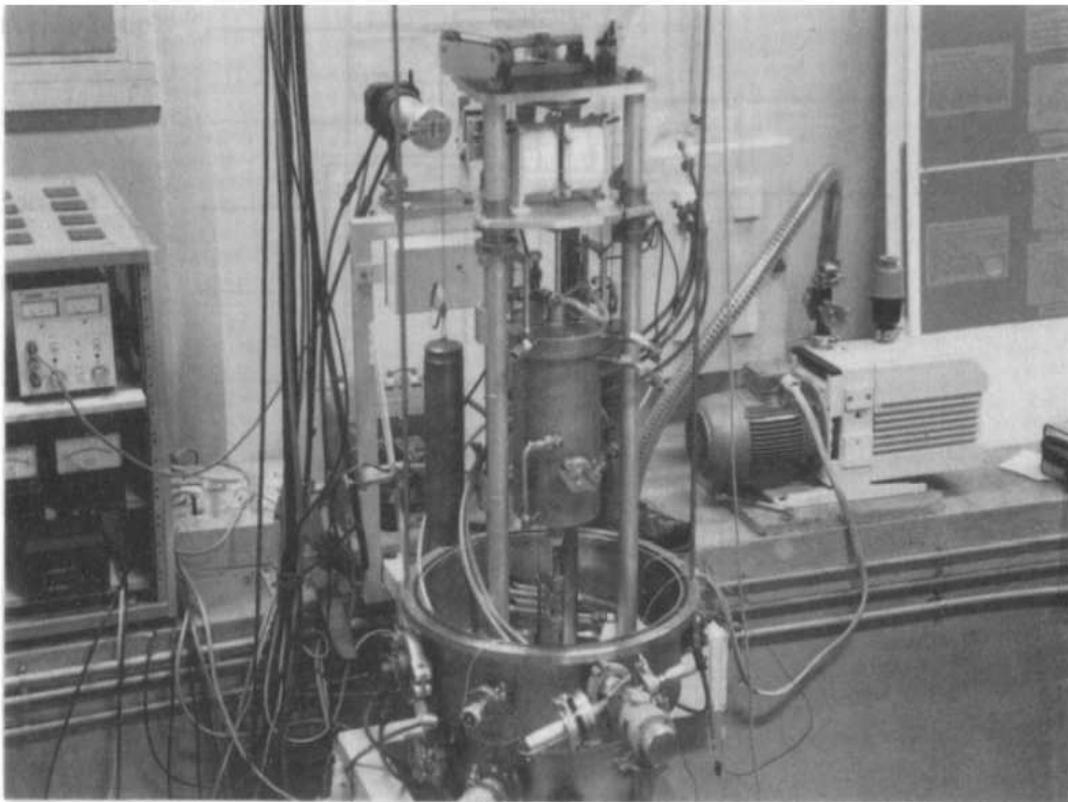


Figure III-5

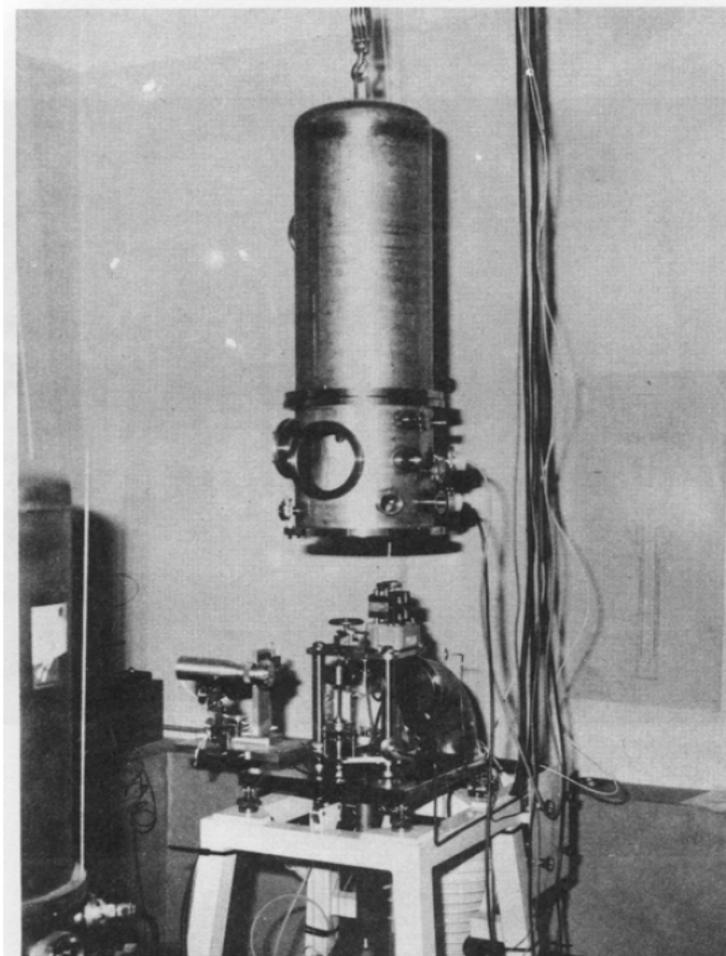
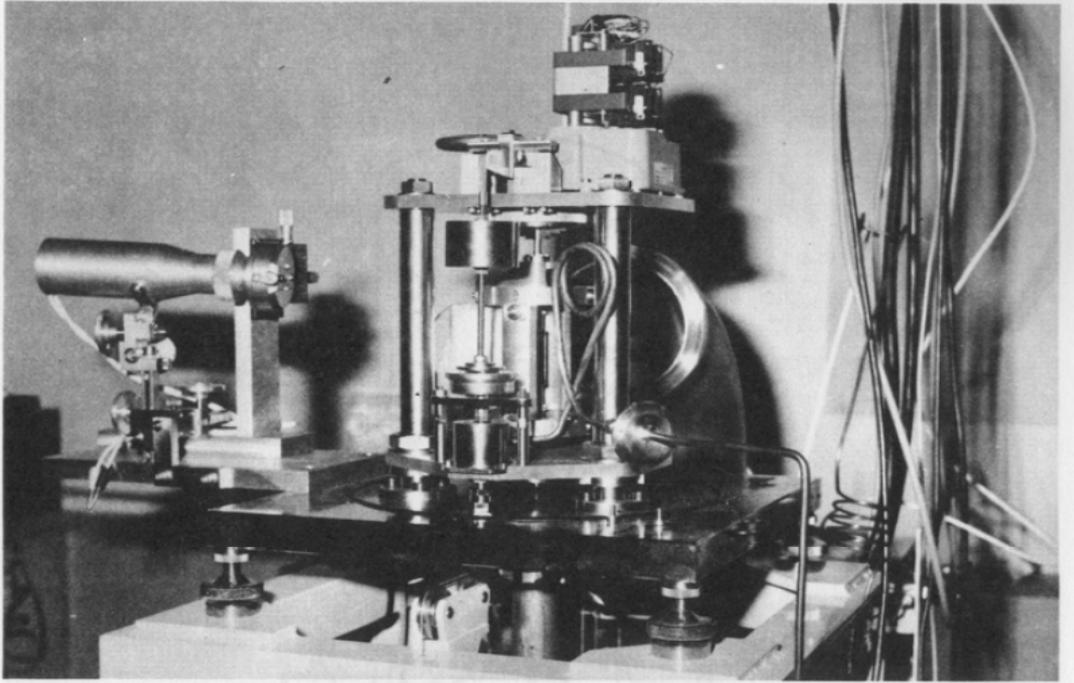


Figure III.6

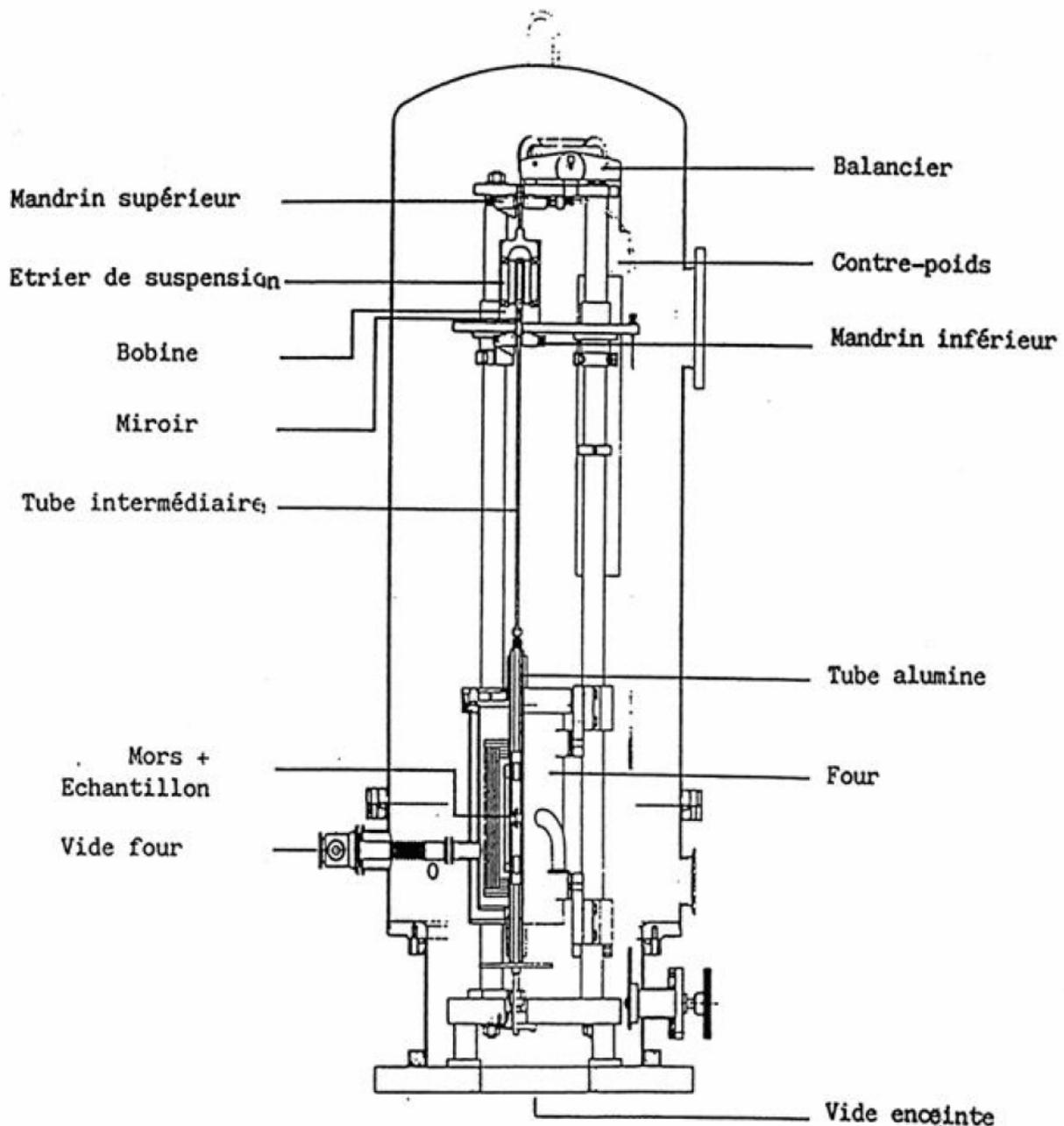


Figure III-7- Plan général du pendule de torsion inversé.

3.3.1. Principe de fonctionnement :

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

3.3.2. 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-8 est représenté le schéma de principe de la détection.

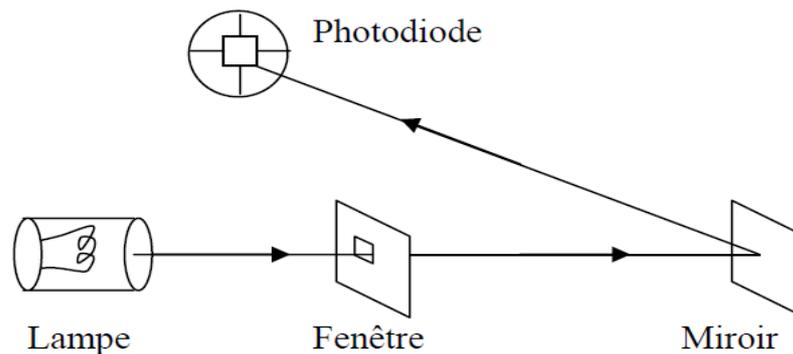


Figure III-8- Schéma de principe de la détection.

3.3.3. 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 Helmotz 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.

3.4. 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)

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 $\frac{1}{\omega^n}$ [28], [16]. 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 est détaillée par S.Belhas et al [91]. La soustraction ne peut se faire que si l'on s'assure que le supposé fond continu ne représente pas le flanc gauche d'un pic de très basses fréquences.

Sur la figure III.9 ont été reportées les différentes étapes de la soustraction du fond continu de basses fréquences.

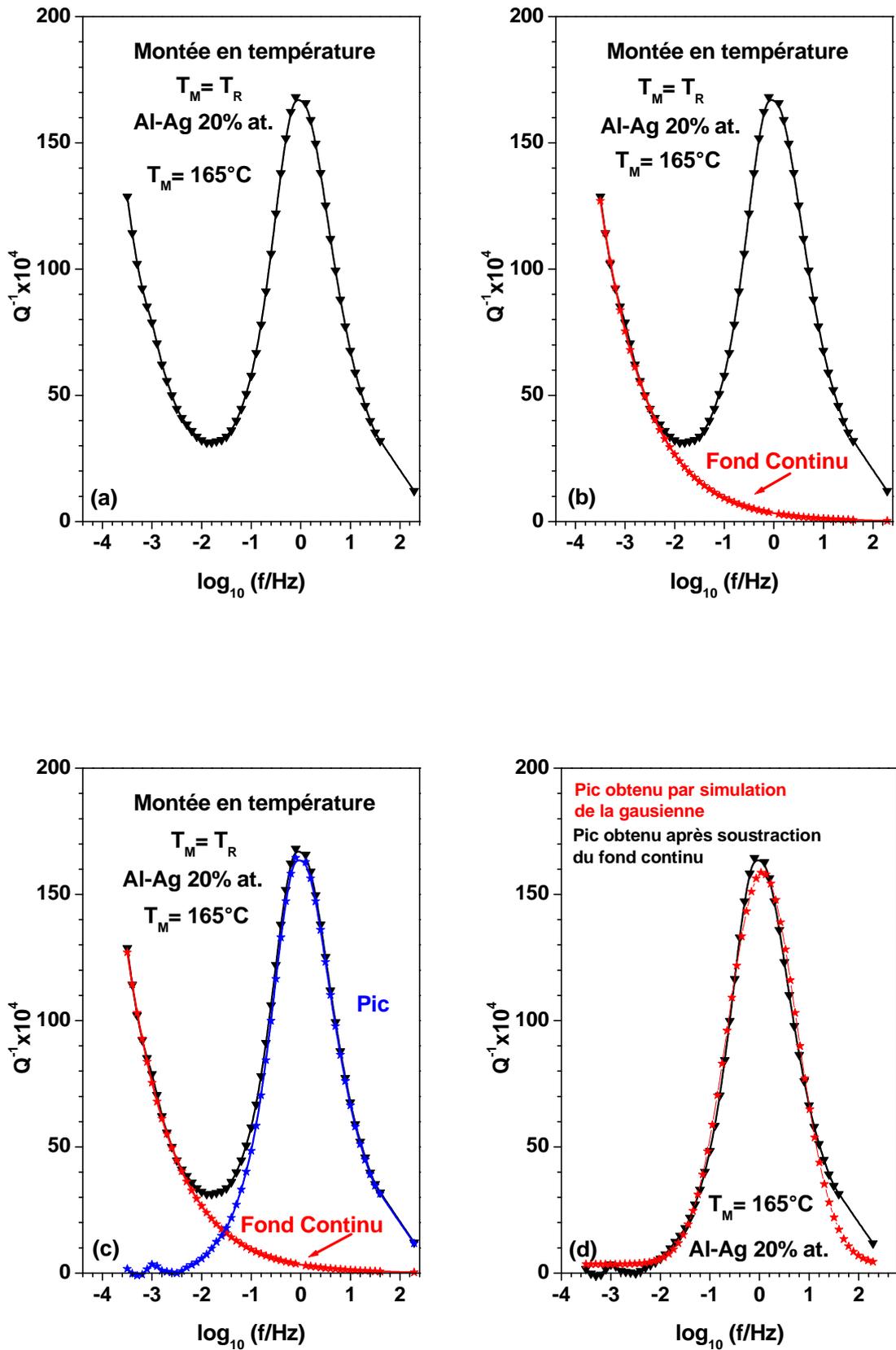


Fig.III.8. (a), (b), (c) et (d) Méthode de dépouillement pour la mise en évidence des pics de relaxation.

3.5. Détermination des paramètres de relaxation :

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

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

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

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

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

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

3.7 Conclusion:

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

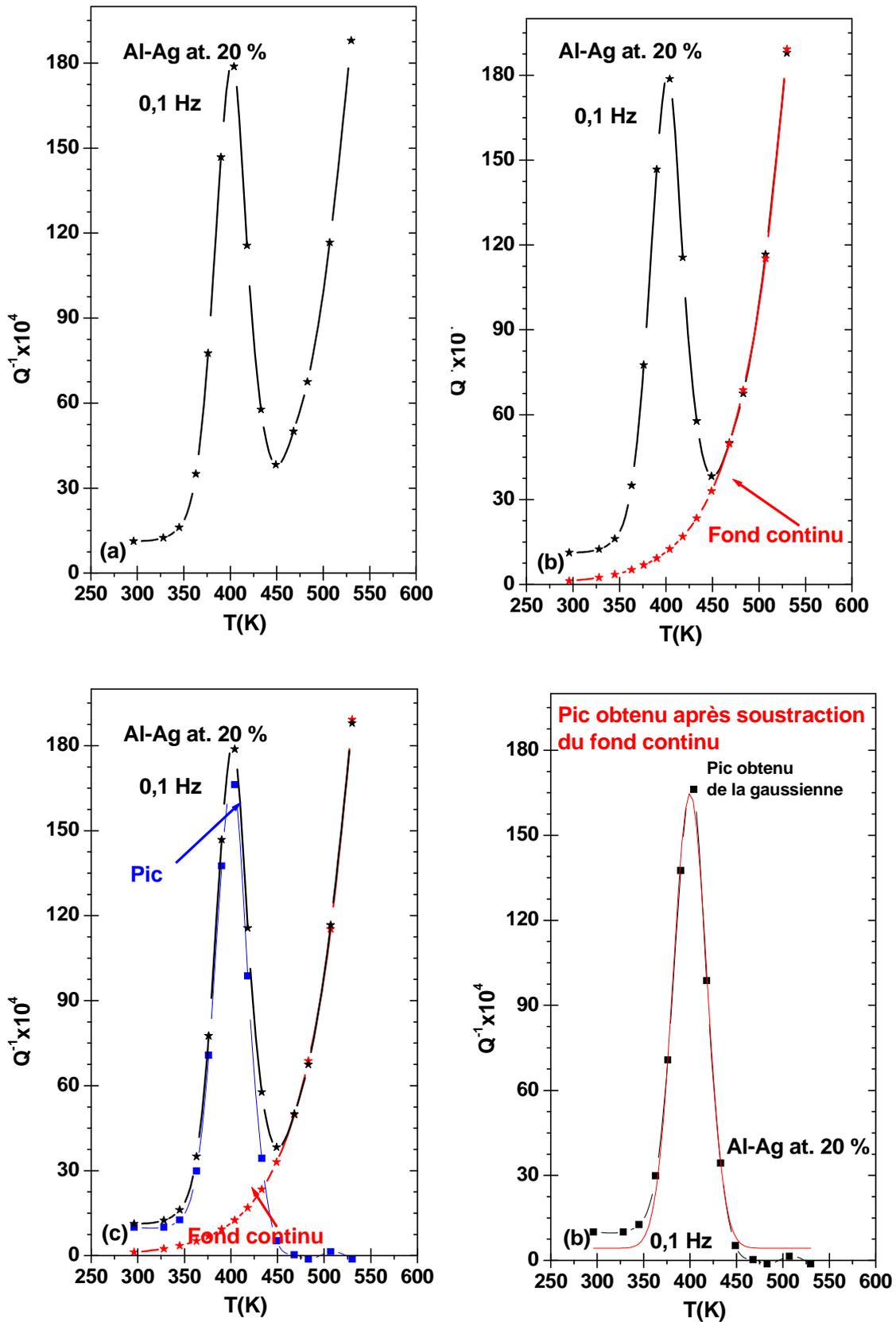


Fig.III.9. Evolution du frottement intérieur en fonction de la température de mesure

à 0.1 Hz

Chapitre 4

Les résultats expérimentaux
et discussion

4.1 Introduction :

L'anélasticité des alliages à durcissement structural est, généralement, due au processus de transformations de phases dont sont sujets ces matériaux.

Ce comportement est, souvent, régi par des mécanismes non activés thermiquement qui sont associés à la présence des précipités dans la matrice. Ces derniers constituent des points d'ancrage, plus ou moins durs, qui gênent les dislocations dans leur mouvement. L'origine de l'amortissement observé dans ces alliages est ainsi attribuée à la vibration des segments de dislocations épinglés à leurs extrémités.

Le but recherché à travers cette étude est, donc, la caractérisation des mécanismes qui contribuent aux phénomènes de frottement intérieur observés dans un alliage monocristallin d'Aluminium - Argent (20% at. d'Ag).

Pour ce faire ; et grâce au concours du LMPM- ENSMA de Poitiers, qui a mis à notre disposition son dispositif expérimental, nous avons utilisé la technique de la spectroscopie mécanique isotherme en balayant une large plage de fréquences (10^{-5} Hz - 40 Hz) à températures fixes.

Les expériences ont été conduites après un temps de stabilisation de la température d'environ 18 heures, ce qui nous permet d'éviter en principe toute évolution microstructurale de l'échantillon durant l'essai. Cette méthode présente, ainsi, un double avantage : celui d'être, d'une part, non destructif et d'autre part, celui de pouvoir travailler sur des solutions solides stables.

Pour chaque palier de température, choisi et stabilisé entre l'ambiante et 257°C, nous avons suivi l'évolution de l'amortissement sur une éprouvette ayant subi une trempe à partir de 555°C. On notera, également, que toutes les mesures de frottement intérieur ont été effectuées à une amplitude maximale de vibration de 5×10^{-6} .

Par ailleurs ; nous avons, parallèlement aux essais mécaniques et aux tests de microdureté, réalisé des observations en microscopie électronique à transmission (MET) afin de compléter notre étude.

Les résultats expérimentaux obtenus montrent, comme nous le verrons par la suite, que l'amortissement de l'alliage : Al – Ag (20% at. d'Ag) a pour origine deux mécanismes différents, l'un activé thermiquement et l'autre pas.

Ces résultats seront, donc, présentés sous forme de planches de telle sorte à faire apparaître les différents paramètres susceptibles de contribuer au frottement intérieur du matériau.

Nous précisons, finalement, que les températures de mesure et de recuit seront notées respectivement : T_M et T_R .

Ainsi ; pour le type d'essais mécaniques que nous avons menés :

$T_M = T_R$ lors de la montée en température et $T_M < T_R$ lors de la descente en température.

4.2 Résultats expérimentaux et discussion :

4.2.1. Evolution du frottement intérieur et du module en fonction de la fréquence à différentes température de mesure.

(Montée en température : $T_M = T_R$)

La planche : I. Regroupe l'ensemble des résultats obtenus à cet effet.

Planche : I

Evolution du frottement intérieur et du module en fonction de la fréquence à différentes température de mesure – (Montée en température : $T_M = T_R$) –

4.2.2 Influence du recuit sur l'évolution du frottement intérieur et du module en fonction de la fréquence.

La planche : II. Regroupe l'ensemble des résultats relatifs à ce paramètre.

Planche : II.

Influence du recuit sur l'évolution du frottement intérieur et du module en fonction de la fréquence.

4.2.3 Evolution du frottement intérieur en fonction de la température à différentes fréquences.

4.2.4 Observations en microscopie électronique à transmission (MET)

La planche : III. Regroupe les photos prises en fonction de différents paramètres.

4.2.4.1 Influence du vieillissement.

4.2.4.2 Influence de la température.

4.2.4.3 Influence du temps de maintien en température.

4.2.4.4 Bilan des observations.

Planche : III.

Observations en Microscopie Electronique à Transmission (MET)

Bilan des observations.

Conclusion

Conclusion.

Dans ce travail ; nous avons réalisé nos essais de frottement intérieur sur un alliage monocristallin d'Al – Ag (20% at. d'Ag), à l'état initial trempé.

Pour se faire ; nous avons utilisé la technique de la spectroscopie mécanique isotherme en balayant un large spectre de fréquences (10^{-5} Hz - 40 Hz), en conduisant nos expériences par paliers de températures fixes allant de l'ambiante à 257°C.

Grâce au dispositif expérimental utilisé (LMPM- ENSMA de Poitiers), nous avons pu mettre en évidence l'existence de deux phénomènes : l'un activé thermiquement et l'autre pas.

Ainsi au cours de cette étude ; deux pics relatifs à ces phénomènes ont été trouvés :

- Un pic (P_Z) de relaxation correspondant au phénomène thermiquement activé. Il a été identifié au pic de Zener dont le mécanisme est basé sur la réorientation des paires d'atomes de soluté : Ag – Ag sous l'effet de la contrainte appliquée.
- Un pic (P) correspondant au phénomène thermiquement non activé. L'origine de ce pic a été attribuée à la vibration des arcs de dislocations épinglés à leurs extrémités, essentiellement, par les précipités γ' .

En conclusion ; nous pouvons affirmer que la technique de la spectroscopie mécanique isotherme est parfaitement adaptée à l'étude de ce type de phénomènes (relaxation, précipitation).

L'exploration des très basses fréquences et les mesures fines, rendues possibles par le dispositif expérimental, permettent d'identifier de manière précise les différents mécanismes.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [01] Comportement mécanique des matériaux, Roland Fortunier ¹Ecole Nationale Supérieure des Mines
- [02] C.Zener, « Elasticity and anelasticity of metals », Chicago university Press, Chicago, Illinois, 1948.
- [03] Postnikov V.S., "Frottement intérieur des métaux", Métallurguia, Moscou, (1969)
- [04] G.Couarraze, J.L. Grossiord, livre « initiation à rhéologie »H.B.Huntington, Phys. Rev, 91, 1092 (1953).
- [05] A.S.Nowick, Progress Met. Phys, 4, 1 (1953).
- [06] C. Zener, Phys. Rev, 71, 34 (1947).
- [07] M.A. Krishtal', Ju.V. Piguzov, and S.A. Golovin, Internal friction in metals and alloys, Metallurgiya, Moscow (1964).
- [08] V.S. Postnikov, Internal friction in metals, Metallurgiya, Moscow, (1974).
- [09] G.S. Pisarenko, A.P. Jakolev and V.V. Matveev, Vibration-absorbing properties
- [10] Juan-Jorge Martinez-Vega, André Rivière, Techniques de l'Ingénieur, P 1 310.
- [11] A.Eikum, and G.Thomas, Phil. Mag, 15, 261 (1967).
- [12] A.S.Nowick and B.S.Berry, « Anelastic Relaxation in crystalline Solids », Academic Press, New York and London, 1972
- [13] J. Fridel, C. Boulanger, et C. Crussard, Act. Met., 3, 380 (1955)
- [14] J. Woïrgard, Thèse de Doctorat, Poitiers, 1974.
- [15] Schoeck (G.), Phys. Stat. Sol, 1969, 32, 651.
- [16] M.Gerland, thèse de docteur de troisième cycle, Poitiers, 1979.
- [17] A. Rivière. Materials Science and Engineering A 370 (2004) 204–208
- [18] Book of internal friction of materials Anton Puskar, Cambridge International Science Publishing 2001 page 44-50
- [19] Snoek (J.-L.), « Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron », Physica VIII, 7, p. 711-733 (1941).

- [20] Mémoire de Magistère de Derdour Souad Faculté des Sciences, Département de Physique, Université de Batna (2007).
- [21] H.B. Huntington, Phys. Rev, 91, 1092 (1953).
- [22] Zener (C.), « Internal friction of an alphabrass crystal », Trans. Amer. Inst. Min. and Metall. Engrs. 153, p. 122-126 (1943)
- [23] S.Belhas, A.Rivière and J.Woirdard, Materials Science Forum, 83, 119 (1993).
- [24] A.Rivière, V.Pelosin, P.Gadaud, Journal de physique IV, 6, n°8 (1996).
- [25] Rivière (A.), « Materials characterization by isothermal mechanical spectroscopy, Proceedings of international conference on microstructures and functions of materials », N. Igata, Y. Hiki, I. Yoshida, S. Sato eds., Tokyo p. 63-71, (1996).
- [26] P.G. Bordoni, M. Nuovo, and L. Verdini, II nuovo Cimento 14, 2, 273 (1959)
- [27] A. Seeger, and P. Schiller, Physical Acoustics, III A, 361 (1966))
- [28] Woirdard, J. (1976) , Phil. Mag, 33, 623)
- [29] C. Belamri, S. Belhas , A. Rivière, Materials Science and Engineering, A 442, 142 (2006).
- [30] A. Riviere, M. Gerland and V. Pelosin. Materials Science and Engineering A. Volumes 521-522, 15 September 2009, Pages 94-97.
- [31] A. Granato and K. Lücke, J. Appl. Phys. 27 (1956) 583.)
- [32] W. Benoit, G. Gremaud et R. Schaller, “ Anelasticity and Dislocation Damping in Plastic Deformation of Amorphous and semi-Crystalline Materials” B.Escaig and Ch. G’sell editors. Les editions de Physique, France 198.
- [33] 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,
- [34] C.Belamri, S.Belhas and A.Rivière.Contribution of a solute atoms in the relaxation phenomenon at high temperature in Cu-Al single crystal alloys Physics procedia 2 Décembre 2009, 1097-1101).
- [35] Darinskiy, B.M., and Fedorov, Y.A. Fiz. Metl. Metaloved,25, p. 785.

- [36] G.Gremaud (Eds.), *Mechanical Spectroscopy Q-1 2001 with Applications to Materials Science*, Trans tech Publication Ltd., Switzerland, (2001)
- [37] A. Wilm. – *Recherches sur la métallurgie physique des alliages Al-Mg. Métallurgie* 8, p. 255-7 (1911)
- [38] P.D. Merica, R.G ; Wattenburg et R. Scott.- *Heat treatment of Duralumin.Sci.paper US Bureau of Standards*, 15, p. 271 (1919).
- [39] P. Chaumel T.I. BM 5071.
- [40] P. Dubost et Sainford. T.I. M240, 1991.
- [41] H. Yousfi, N. Mesrati, M. Kadi-Hanifi et D. Treheux. *J. Phys.IV France* 11(2001). EDP Sciences, Les Ulis.
- [42] J. Blanc, J.C. Solecki and A. Nemoz. *Revue de Physique appliquée*. Article published online by EDP Sciences.
- [43] Koji Inoke, Kenji Kaneto, Matthew Weyland, Paul A. Midgley, Kenji Higashida and Zenji Horita. *Acta Materialia* 54 (2006) 2957-2963.
- [44] R. Schaller Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne. 1980
- [45] M. Hansen : “*Constitution of Binary Alloys*” Mc Graw-Hill (1958)
- [46] A. Dager, J.P. Guillot, J. Caisso, *Acta.Met.* 22 (1974) 733.
- [47] MF. ASHBY DRH. JONES, *Matériaux*, 2.microstructure et mise en œuvre, DUNOD 1991
- [48] Changrong Li, Chunju Niu, Zeting Du, Cuiping Guo, Yongjuan jing, *CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry* 34 (2010) 120-128.
- [49] J. Cahn. *Trans. Met. Soc., AIME*, 242, p. 166-180 (1968).
- [50] K.B. Rundman and J.E. Hilliard. *Acta. Metall.*, 15, p. 1025-1033 (1967).
- [51] A. Naudon and A.M. Flank., *Phys. Stat. Sol.*, 41, P. 207-211 (1977).
- [52] D.A. Porter and K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2nd ed., Chapman and Hall, 1996, p 514
- [53] W.A. Soffa, *Structures Resulting from Precipitation from Solid Solution*, *Metallography and Microstructures*, Vol 9, ASM Handbook, ASM International, 1985, p 646–650

- [54] A. Guinier, Nature 142, 569 (1938).
- [55] G.D. Preston, Proc. R. Soc. A 167, 526 (1938).
- [56] J.B. Cohen, Solid St. Phys. 39, 131 (1986).
- [57] MF. ASHBY DRH. JONES, Matériaux, 2.microstructure et mise en œuvre,
DUNOD 1991
- [58] W. Koster, F. Braumann: Z. Metallkunde 43 (1956) 193.
- [59] A. Guinier: Z. Metallkunde 43 (1952) 217.
- [60] C.B. Walker, A. Guinier: Acta.Met. 1(1953) 568.
- [61] R.B. Niicholson, J. Nutting: Acta. Met 9 (1961) 332.
- [62] E. Freise, A. Kelly, R.B. Nicholson: Acta. Met. 9 (1961) 250.
- [63] B. Baur, V. Gerold: Z. Metallkunde 52 (1961) 671
- [64] B. Baur, V. Gerold : Acta.Met. 10 (1962) 637.
- [65] A. Kelly, R.B. Nicholson: Progr. Met. Phys. 5 (1954) 143.
- [66] A.T. Bonfiglio and A. Guinier. Acta. Met. 14 (1966) 1213.
- [67] R.H. Beton, E.C. Rollason: J. Inst. Of Metals 86 (1957 – 58) 85.
- [68] W. Koster, H.A.Shell: Z. Metallkunde 43 (1952) 454.
- [69] J.E. Gragg, J.B. Cohen: Acta. Met. 19 (1971) 507.
- [70] M. Asta, D.D. Johnson, Comput. Mater. Sci. 8 (1997) 64-70.
- [71] G. Borelius, L.E. larson, Ark. Fys. 11 (1956) 137-163.
- [72] G. Schmitz, F. Hair: Script. Metall. 37 (1997) 1951-1956.
- [73] A. Naudon, J. Caisso, J. Appl. Crystllogr. 7 (1974) 25.
- [74] Ph.A. Dubey, B. Schonfeld, G. Kostors: Acta. Metall. Mater. 39 (1991) 1161-1170.
- [75] A.Malik, B. Schonfeld, G. Kostorz and J.S. pedersen,Acta. Mater. Vol 44, N°12 (1996) pp. 4845-4852.
- [76] G. Graiss and M.A. Mahmoud:Fizika A (Zagreb) 9 (2000), p. 137-146
- [77] J.A. Hren, G. Thomas: Trans.AIME 227 (1963) 308.
- [78] G. Graiss, R. Shinoda, N. Habib: Journal of Material Science 26 (1991) 3675-3679.
- [79] K. Abott, C.W. Haworth: Acta. Met. 21 (1973) 951.

- [80] A.M. Abd El-Khaled. *Journal of Alloys and Compounds* 459 (2008) 281-285.
- [81] C. Laird and H.I. Aaronson: *Acta. Metall.* 17 (1969) 505.
- [82] C. Laird and H.I. Aaronson: *Acta. Metall.* 15 (1967) 73.
- [83] D.A. Portis, K.E. Easterling, « Phase Transformation in metals and alloys », Van Nostrand Reinhold 1980.
- [84] A.C. Damask, A.S. Nowick: *J. Appl. Phys.* 26 (1955) 1165.
- [85] R.E. Miner, T.L. Wilson, J.M. Jackson: *Trans.AIME* 245.
- [86] G. Schoeck, E. Bisogni: *Phys. Stat. Sol.* 32 (1969) 31
- [87] V.S. Postnikov, I.M. SharShakov, V.A.Yevsukov: *Fiz. Metalloved* 32 (1971) 195.
- [88] J. Merlin: *Scripta. Met.* 12 (1978) 227.
- [89] Woirgard, J., Sarrazin, Y., and Chaumet, H. *Rev. Sci. Instrument* 48 ; p. 1322.(1977)
- [90] A. Rivière, in: R. Schaller, G. Fantozzi, G. Gremaud (Eds.), *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} with Applications to Materials Science*, Trans tech Publication Ltd., Switzerland, (2001); pp. 635-651.
- [91] 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.
- [92] D. Turnbull, H.S. Rosenbaum, H.N. Treftis, *Acta. Met.* 8 (1960) 277.
- [93] C. Panseri, L. Passari, *Acta. Met.* 7 (1959) 422.
- [94] A. Naudon, A. M . Flank, *Phys. Stat. Sol.* 41 (1977) 207.

Résumé

Résumé :

Ce travail consiste donc à analyser, par spectroscopie mécanique isotherme, les phénomènes de relaxation non activés thermiquement, observés sur un monocristal d'Al-Ag (20% at.)

Cette technique, non destructive, nous a permis de déterminer les origines de cette relaxation et de trouver une corrélation entre ce phénomène et l'évolution microstructurale de cet alliage.

Les résultats expérimentaux montrent la présence de deux mécanismes se manifestant par deux pics apparaissant à très basse fréquence.

Le premier pic est caractéristique d'un mécanisme activé thermiquement, alors que le second pic est révélateur d'un mécanisme non activé thermiquement.

Par ailleurs la variation du module, en fonction de la fréquence, prouve que le matériau est le siège d'une évolution de la microstructure, ce que les observations au MET confirment, d'ailleurs, sans équivoque.

Mots clés :

Frottement interne, Spectroscopie mécanique, Alliage, Précipité, Recuit, Relaxation, MET, module.

Abstract:

In this work we have analysed a not thermally activated relaxation phenomena observed on a single crystal of Al-Ag (20% at.) by isothermal mechanical spectroscopy.

This non destructive technique, allowed us to determine the origins of this relaxation and to find a correlation between this phenomenon and the microstructural evolution of this alloy.

Experimental results show the presence of two mechanisms manifested by two peaks occurring at very low frequency.

The first peak is characteristic of a thermally activated mechanism, while the second peak is indicative of a no thermally activated mechanism.

Furthermore the variation of the modulus with the frequency, proves that the material is the seat of an evolution of the microstructure. This is confirmed without unequivocal by the TEM observationsl.

Keywords:

Internal Friction, Mechanical Spectroscopy, Alloy, Precipitate, Annealing, Relaxation, MET, Modulus.

ملخص

هذا العمل تطلب تحليل عن طريق المطيافية الميكانيكية ثابتة درجة الحرارة ظواهر الاسترخاء الغير نشطة حراريا. الملاحظة على احادي بلورة المنيوم – فضة حيث تمثل الفضة 20% من مجمل ذرات العينة.

هذه العينة الغير مدمرة تسمح لنا بتحديد أصل هذا الاسترخاء وايجاد ترابط بين هذه الظاهرة وتطور البنية المجهرية لهذا الخليط.

النتائج التجريبية تبين وجود آليتين موضحتين في ذروتين تظهران في الترددات الدنيا.

الذروة الاولى خاصة بآلية نشطة حراريا بينما الثانية تكشف عن آلية غير نشطة حراريا.

من جهة أخرى معامل بدلالة التردد يثبت أنه في هذه المادة تتغير البنية المجهرية وهي الملاحظة التي تؤكدتها. مطياف الإصدار الإلكتروني MET .

كلمات مفتاحية:

الاحتكاك الداخلي ، الخلائط، الترسبات، إعادة الإحماء ، معامل ،استرخاء، مطياف الإصدار الإلكتروني MET .