

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET



DE LA RECHERCHE SIENTIFIQUE
Université El Hadj Lakhdar – BATNA
Faculté des sciences
Département de physique



Mémoire de Magistère

Intitulé

**Etude des effets de relaxation dans un alliage
monocristallin de Cu-Al et identification des
mécanismes liés à ce phénomène**

Présenté par Melle DERDOUR Souad

Pour l'obtention du Diplôme de :

Magistère en Physique option Science des Matériaux

Soutenu le : Samedi 12 Mai 2007 à 10H

Devant la Commission d'Examen constituée par le Jury :

M. BELBACHA El Djemai	Pr. ♣Université de Batna♣	Président
Mme BELAMRI-BELHAS Saida	M.C. ♣Université de Batna♣	Rapporteur
M. BELAMRI Chérif	M.C. ♣Université de Batna♣	Examineur
M. RIVIERE André	Pr. ♣E.N.S.M.A de Poitiers(France) ♣	Examineur
Mme CHAKER Abla	Pr. ♣Université de Constantine♣	Examineur

Remerciements

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

* Je tiens avant tout à exprimer ma profonde reconnaissance à **Madame Belamri - Belhas Saida** Maître de Conférence à l'Université de Batna, qui a assuré la direction de ce mémoire, pour son suivi et ses conseils judicieux. Je lui suis très reconnaissante de m'avoir aidé à surmonter les conditions difficiles que j'ai affrontées afin de finaliser ce mémoire.

* J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur le président de jury : **Belbacha El Djemai**, Professeur à l'Université de Batna, pour l'honneur qu'il me fait de présider le jury ainsi que pour ses encouragements.

* Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur **Belamri Chérif** Maître de Conférence à l'Université de Batna, pour sa patience,

pour ses conseils fructueux d'une part, et d'autre part pour l'honneur qu'il nous fait en acceptant de participer au jury.

** Je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à Monsieur : **Rivière André**, professeur à l'ENSMA de Poitiers-France pour nous avoir permis d'utiliser les résultats du laboratoire, d'avoir accepté de se déplacer pour nous honorer de sa présence et de participer au jury.*

** Je tiens également à adresser mes remerciements à Madame **Chaker Abla**, professeur à l'Université de Constantine qui a accepté de juger ce travail et qui nous honore en acceptant de participer au jury.*

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

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

Table des Matières

Table des matières

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I- Etude de la phénoménologie du frottement intérieur

I-1- Introduction.....	3
I-2- Comportement viscoélastique des matériaux.....	3
I-2-1- Introduction.....	3
I-2-2- Définition de l'anélasticité (ou de la viscoélasticité linéaire).....	6
I-2-2-1- L'hystérésis.....	6
I-2-2-2- La relaxation	8
I-2-2-3- Phénomènes de résonance forcée	10
I-2-3- Les différents modèles viscoélastiques.....	10
I-2-3-1- Modèle de Maxwell	10
I-2-3-2- Modèle de Voigt-Kelvin	13
I-2-3-3- Solide linéaire standard de Zener.....	15
I-3- Le frottement intérieur	21
I-3-1- Définition.....	21
I-3-2- Expression du frottement intérieur	24
I-3-2-1- Cas des oscillations forcées	30
I-3-2-2- Cas des oscillations libres	32
I-3-2-3- Pic de frottement interne	33
I-3-2-4- Mécanismes thermiquement activés	36
I-3-2-5- Pics élargis	37
I-3-3- Fond continu de haute température	38
I-3-4- Causes de la relaxation dans les métaux et alliages métalliques	39
I-3-4-1- Effet thermoélastique	40
I-3-4-2- La relaxation des joints de grains	40
I-3-4-3- La relaxation due à la présence de défauts ponctuels.....	41
I-3-4-4- Réorientations des paires de défauts ponctuels.....	42
I-3-4-5- La relaxation des dislocations	44
I-4- Modèles théoriques	45

Chapitre II- Etude bibliographique des alliages de Cuivre-Aluminium

II-1- Introduction.....	49
II-2- Le cuivre pur	49
II-3- Les alliages à base de cuivre	49
II-4- Les alliages cuivre-aluminium (cupro-aluminiums)	50
II-4-1- Propriétés particulières aux alliages Cu-Al monophasés α	51
II-4-2- cupro-aluminiums avec additions.....	51
II-5- Les propriétés physiques du cuivre et de ses alliages d'aluminium	51
II-5-1- Energie de faute d'empilement γ	53
II-5-1-1-Le cuivre pur	53
II-5-1-2- Les alliages à base de cuivre	54
II-5-1-3- Les alliages de Cu-Al (α)	55
II-5-2- Influence de la température sur γ	55
II-5-3- densité de faute d'empilement	58
II-5-4- Ordre à courte distance	60
II-5-5- Microstructure des alliages Cu-Al (α)	61

Chapitre III- Les techniques expérimentales

III-1- Elaboration des échantillons	65
III-1-1-Préparation des monocristaux	65
III-1-2- Usinage	65
III-1-3- traitements thermiques	65
III-1-4-composition des métaux purs et d'alliage élaboré.....	66
III-2- Etude de l'orientation et la microstructure par les rayons X	67
III-2-1- Méthode de Laue en retour	67
III-2-1-1-Généralités	67
III-2-1-2- Dispositif expérimental	67

III-2-1-3- Principe de la méthode	
III-2-1-4- Interprétation des diagrammes de Laue en retour en utilisant l'abaque de Greninger.....	69
III-2-1-5- Orientation	71
III-2-2- Méthode de Lambot-Vassamillet	74
III-3- Pendule de torsion inversé	78
III-3-1-Principe de fonctionnement	81
III-3-2-Système de détection	81
III-3-3- Traitement du signal	82
III-4- Mode d'écroutissage des échantillons	83
III -5- Conclusion.....	86
III -6- Dépouillement des résultats expérimentaux.....	86
III -6-1- Détermination des paramètres de relaxation.....	88
III -6-2- Représentation de Q^{-1} en fonction de la température.....	89

Chapitre IV- Les résultats expérimentaux

IV-1- Introduction.....	91
IV-2- Montée en température.....	91
IV-3- Descente en température.....	94
IV-4- Influence du recuit.....	97
IV-4-1- Etat écroui.....	97
IV-4-2- Etat initial.....	100
IV-5- Influence de l'écroutissage.....	104
IV-6- Conclusion.....	105
Discussion et interprétation.....	108
Conclusion générale.....	112
Références bibliographiques.....	114

Introduction générale

Introduction générale :

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

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

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

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

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

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

Présentation du travail

Dans ce mémoire, nous avons consacré le premier chapitre au développement de la phénoménologie du frottement interne, quelques uns des mécanismes de perte d'énergie et leur origine physique, le chapitre II quant à lui regroupe certains résultats bibliographiques concernant le cuivre et ses alliages d'aluminium.

Après une description de la méthode expérimentale, nous présenterons les résultats expérimentaux obtenus sur un alliage monocristallin de Cu 9% at d'Al au LMPM de l'ENSMA de Poitiers que nous avons dépouillés.

Dans la dernière partie de ce mémoire, nous nous proposons d'interpréter ces résultats en termes de mouvement des dislocations et nous terminerons enfin par une conclusion.

Chapitre I

*Etude de la phénoménologie du
frottement intérieur*

I-1- Introduction:

Le mouvement d'un corps en vibrations libres s'amortit plus ou moins rapidement même en éliminant les sources du " frottement extérieur" (viscosité de l'air, pertes d'énergie aux encastresments ...). Il y a dissipation de l'énergie à l'intérieur même du matériau : d'où l'expression de " frottement intérieur".

On appelle donc frottement intérieur ou capacité d'amortissement, la propriété que possède un corps solide d'absorber de l'énergie quand il est soumis à des contraintes périodiques.

Le frottement intérieur est donc une mesure relative de l'énergie dissipée au sein d'un solide au cours de sollicitations périodiques de faibles amplitudes, il s'exprime ainsi par le rapport :

$\frac{\Delta W}{2\pi W}$ représentant l'énergie perdue au cours d'un cycle sur l'énergie élastique maximale emmagasinée au cours d'un cycle.

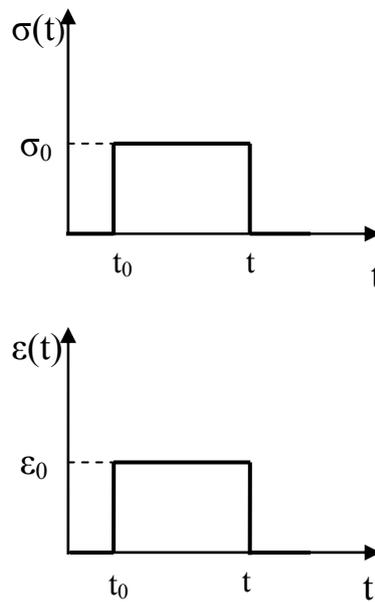
I-2- Comportement viscoélastique des matériaux :

I-2-1- Introduction :

Un matériau élastique linéaire idéal soumis à une contrainte extérieure σ subit une déformation ε . Tant que la contrainte appliquée admet une valeur inférieure à celle correspondant à la limite élastique, elle sera liée à la déformation par la loi de Hooke indépendante du temps (XVII^e siècle) : $\sigma = E\varepsilon$ ou $\varepsilon = J\sigma$, E et J représentent respectivement, le module élastique et la complaisance. Un tel matériau est représenté selon les conventions habituelles par un ressort (solide de Hooke figure I-1-a). Quand on supprime la contrainte σ , la déformation disparaît instantanément (figure I-1-b).

Un matériau visqueux linéaire idéal soumis à une contrainte extérieure σ obéit à la loi de Newton sur la viscosité : $\sigma = \eta \dot{\epsilon}$, η étant le coefficient de viscosité, selon les conventions habituelles, ce matériau est représenté par un amortisseur (Solide de Newton figure I-1-c).

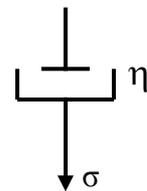
Un matériau élastique possède la capacité de stocker toute l'énergie mécanique de déformation sans dissipation, tandis qu'un fluide visqueux dissipe toute l'énergie mécanique de déformation, sans capacité d'en stocker.



b. Comportement d'un solide parfaitement élastique.



a. composant élastique (ressort)



c. composant visqueux (amortisseur)

Figure I-1- Représentation schématique des composants linéaires idéaux.

Les solides réels présentent néanmoins, mêmes sous des charges très faibles, des écarts à la loi de Hooke ; la relation entre contrainte et déformation n'est plus biunivoque bien qu'il n'y ait pas de déformation permanente après suppression des efforts appliqués. Le solide a un comportement dit " anélastique". Ces écarts peuvent être attribués soit à l'hystérésis, soit à la relaxation. Ces deux phénomènes provoquent l'un et l'autre une dissipation d'énergie à l'intérieur d'un solide mis en vibration.

Un matériau viscoélastique comme son nom l'indique combine les deux propriétés de l'élasticité et de la viscosité. Un tel matériau est représenté par un modèle rhéologique [1] (§ 1-2-3).

Les deux modèles les plus simple peuvent être représentés respectivement par la combinaison en série et en parallèle d'un composant élastique et d'un composant visqueux.

La viscoélasticité se manifeste de façon statique par deux phénomènes caractéristiques [2], [3] :

a. *Le phénomène de relaxation :*

A déformation imposée, la contrainte décroît avec le temps, il y a relaxation de la contrainte (figure I-2-a).

A contrainte imposée, la déformation instantanée $\epsilon_{\text{él}}$ est suivie d'une déformation progressive $\epsilon_{\text{anél}}$: il y a traînage élastique (figure I-4).

b. *Le phénomène de fluage :*

Qui se traduit par un accroissement avec le temps de la déformation à contrainte imposée (figure I-2-b).

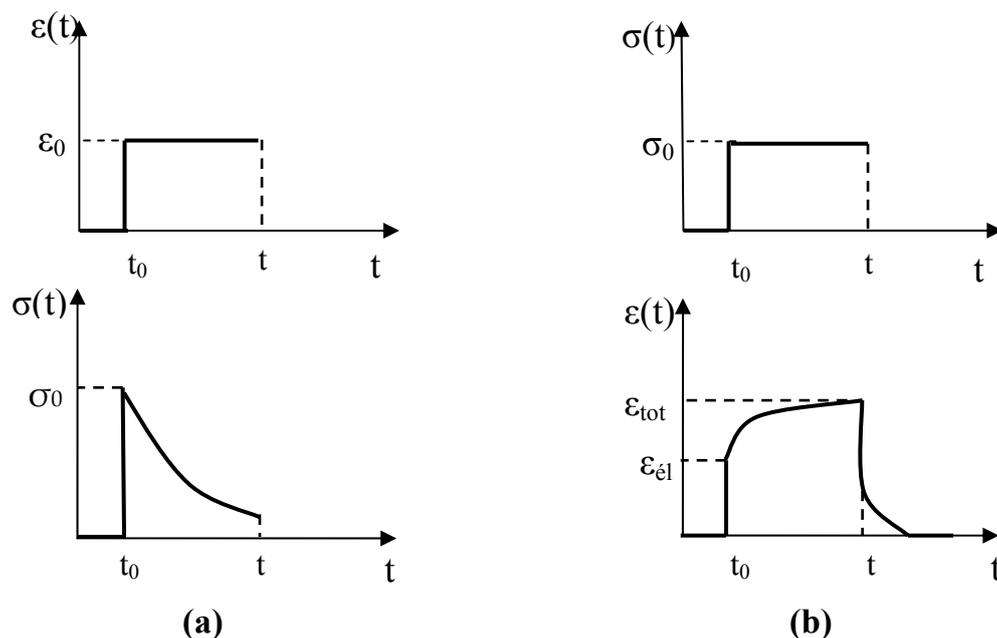


Figure I-2 (a) phénomène de relaxation à déformation imposée.

(b) phénomène de fluage à contrainte imposée.

I-2-2- Définition de l'anélasticité (ou de la viscoélasticité linéaire) :

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

I-2-2-1- L'hystérésis :

Il y a hystérésis lorsque une contrainte appliquée à un solide, puis supprimée, laisse apparaître une déformation rémanente (figure I-3-a), ainsi les phénomènes d'hystérésis ne sont apparents qu'à partir d'une contrainte suffisante pour déclencher le processus irréversible : C'est alors une propriété plastique du matériau.

Toutefois il peut y avoir hystérésis à l'échelle microscopique, par exemple le mouvement des parois de Bloch dans les métaux ferromagnétiques. Il n'y a pas de déformation rémanente macroscopique, c'est alors un phénomène d'anélasticité.

Le phénomène d'hystérésis peut provenir aussi des mouvements de dislocations (modèle de Granato et Lüke [4]).

En régime de sollicitations périodiques, le mouvement est alors décrit, sur un diagramme contrainte – déformation, par une boucle non elliptique (figure I-3-b).

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

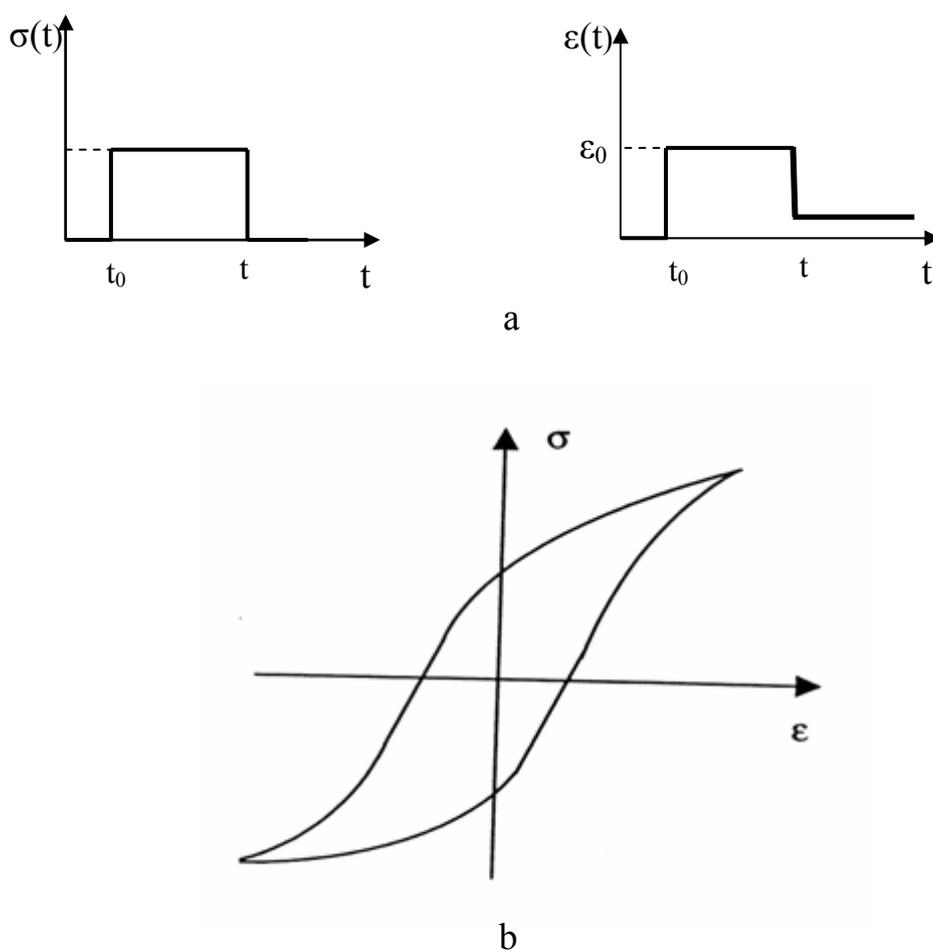


Figure I-3- Phénomène de l'hystérésis.

I-2-2-2- La relaxation :

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

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

Un matériau viscoélastique soumis de manière instantanée à une contrainte constante σ_0 , très inférieure à la limite élastique, présentera une déformation instantanée élastique $\epsilon_{\acute{e}l}$ suivie d'une déformation anélastique $\epsilon_{an\acute{e}l}$ augmentant avec le temps d'application de la contrainte et tendant vers une valeur limite ϵ_{tot} , on parle alors de traînage élastique (figure I-4-a).

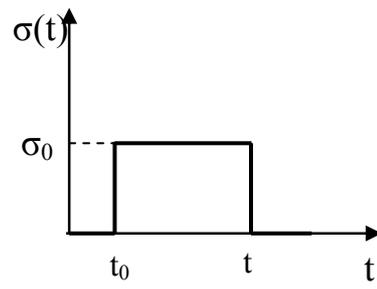
En régime de sollicitations périodiques, la relaxation se traduit par un déphasage entre contrainte et déformation, représenté par une ellipse sur un diagramme déformation - contrainte (figure I-4-b).

L'angle de déphasage est aussi appelé angle de perte, il est désigné par le symbole Q^{-1} par analogie avec la terminologie utilisée en électrotechnique où Q

représente le facteur de qualité d'un circuit résonnant $\frac{\Delta W}{W} = 2\pi \operatorname{tg} \varphi$ et $Q^{-1} = \operatorname{tg} \varphi$

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

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



(a) excitation

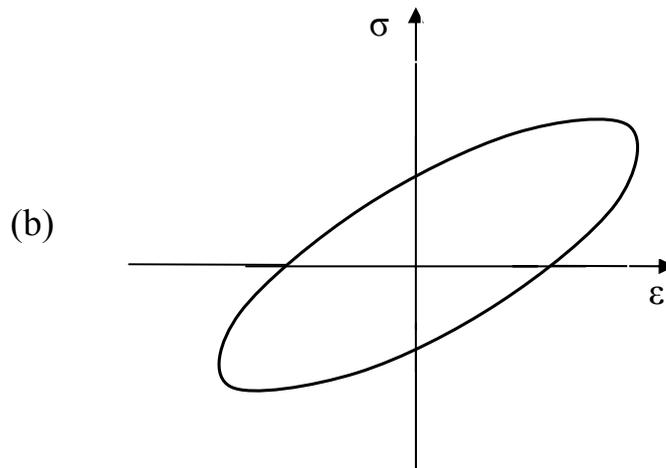
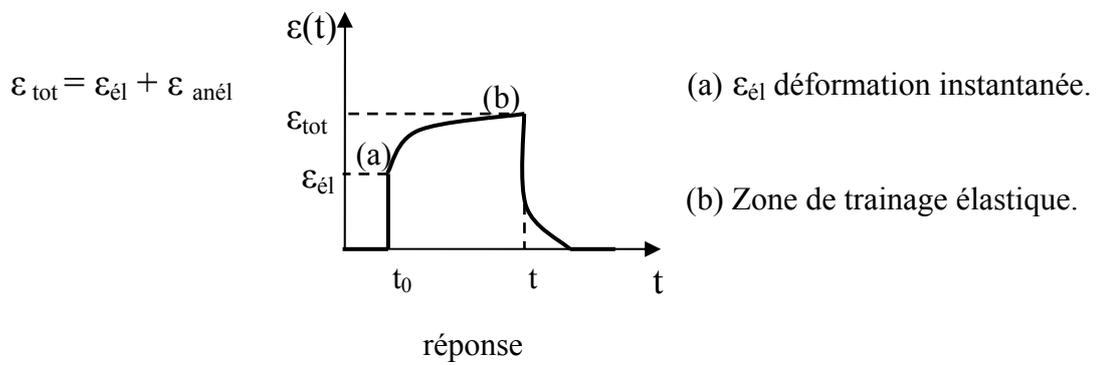


Figure I- 4- Comportement d'un solide anélastique à contrainte imposée.

L'anélasticité se définit donc en trois points :

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

I-2-2-3-Phénomènes de résonance forcée :

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

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

I-2-3- Les différents modèles viscoélastiques :

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

Ainsi pour décrire un comportement viscoélastique linéaire, plusieurs modèles ont été proposés [7].

I-2-3-1-Modèle de Maxwell :

Ce modèle, représenté sur la figure I-5, est constitué d'un ressort de module E en série avec un amortisseur de viscosité η ; il permet de représenter le comportement de relaxation. Dans ce cas la contrainte est la même dans les deux éléments, alors que la déformation totale est la somme des déformations dues à chaque élément.

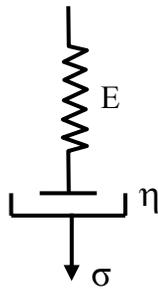


Figure I-5- Modèle de Maxwell.

$$\varepsilon_{\text{tot}} = \varepsilon_{\text{ressort}} + \varepsilon_{\text{amortisseur}} \quad (\text{I-1})$$

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

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

A partir de (I-1) : $\dot{\varepsilon}_{\text{tot}} = \dot{\varepsilon}_{\text{ressort}} + \dot{\varepsilon}_{\text{amortisseur}}$

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

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

Par intégration (depuis une valeur σ_0 au temps zéro), on obtient :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \exp\left(-\frac{E}{\eta} t\right) = \sigma_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau_\varepsilon}\right) \quad (\text{I-2})$$

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

*A déformation imposée, il y a relaxation de la contrainte. (figure I-6-a)

*A contrainte imposée σ_0 , nous remarquerons que : $\epsilon(t) = \epsilon_0 + \frac{\sigma_0}{\eta} t$ (figure I-6-b)

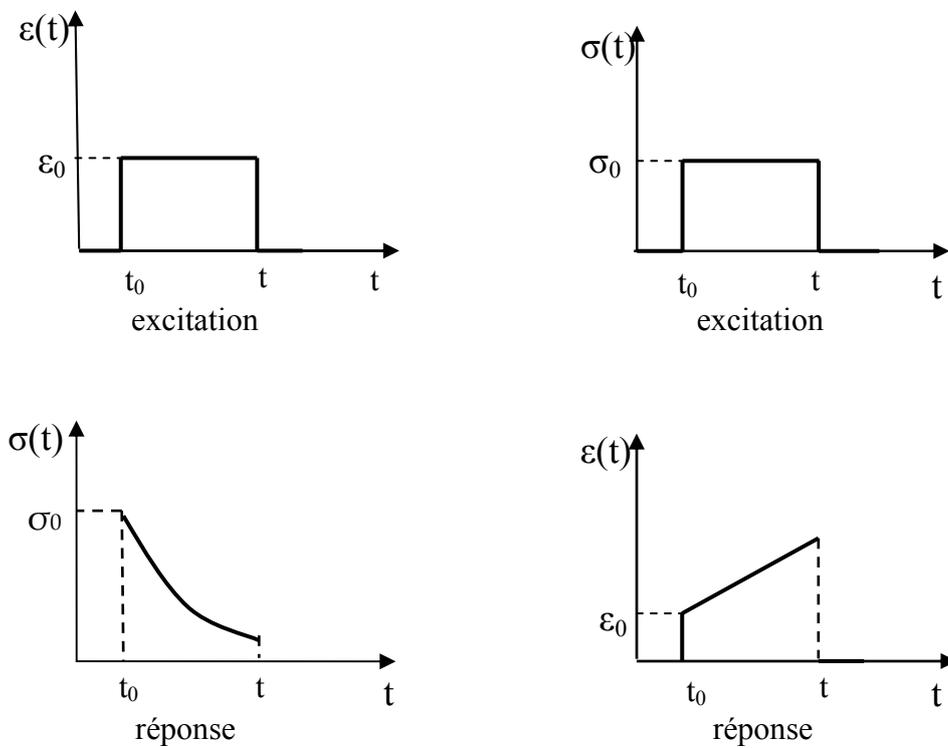


Figure I-6- réponse du solide de Maxwell

a : Déformation imposée

b : Contrainte imposée

Ainsi :

Le modèle de Maxwell est la représentation de base d'un fluide viscoélastique, car sa réponse à long terme à contrainte imposée est celle d'un fluide : il continue à se déformer (figure I-6-b), il ne répond donc pas à la définition du solide anélastique.

I-2-3-2- Modèle de Voigt-Kelvin :

Schématisé sur la figure I-7, ce modèle se compose d'un ressort et d'un amortisseur montés en parallèle ; il permet de représenter le comportement de fluage. Dans ce modèle, les deux composants présentent la même déformation alors que la contrainte totale est la somme des contraintes de l'élément élastique et de l'élément visqueux.

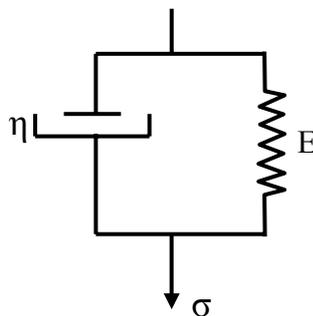


Figure I-7- Modèle de Voigt-Kelvin

$$\sigma = \sigma_{\text{ressort}} + \sigma_{\text{amortisseur}} \quad (\text{I-3})$$

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

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

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

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

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

Soit:

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E} \left[1 - \exp\left(-\frac{E}{\eta} t\right) \right] = \frac{\sigma_0}{E} \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_\sigma}\right) \right] \quad (\text{I-4})$$

τ_σ est habituellement appelé le temps de retard à contrainte imposée, caractéristique du modèle de Voigt-Kelvin.

* A contrainte imposée, la réponse n'est pas instantanée et tend à augmenter vers une limite $\frac{\sigma_0}{E}$ (figure I-8).

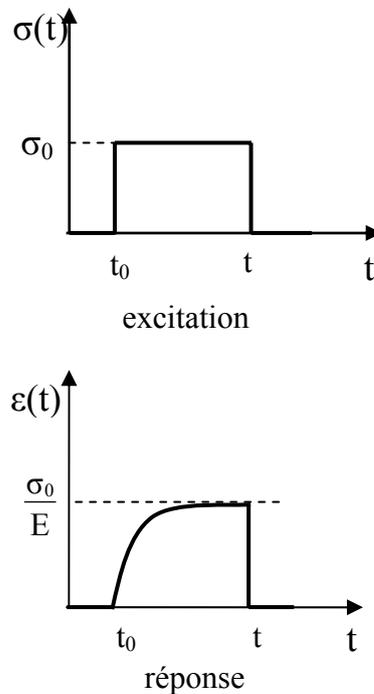


Figure I-8- comportement du solide de Voigt-Kelvin

Ainsi :

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

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

I-2-3-3- Solide linéaire standard de Zener :

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

Ainsi Zener [8] a développé la théorie de l'anélasticité :

- Par le remplacement dans le solide de Maxwell de l'amortisseur par un solide de Voigt \Rightarrow utilisation de la complaisance J .
- Ou par le remplacement dans le solide de Voigt de l'amortisseur par un solide de Maxwell \Rightarrow utilisation du module M .

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

La figure I-9 représente le formalisme a été repris par Nowick et Berry [7].

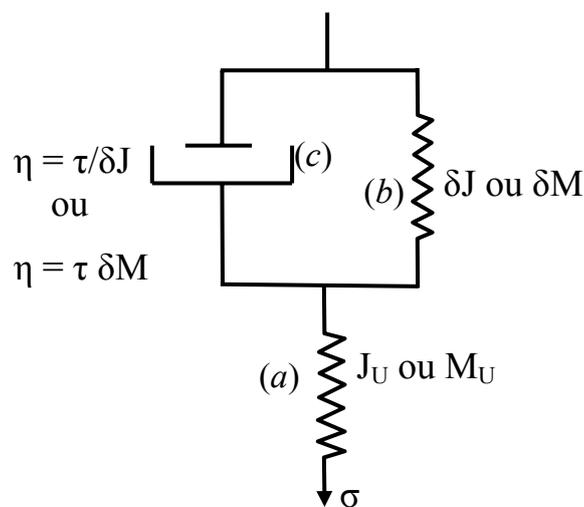


Figure I-9- Solide linéaire standard de Zener.

$$\delta J = J_R - J_U$$

$$\delta M = M_U - M_R$$

avec :

J_U : complaisance instantanée.

J_R : complaisance relaxée.

M_U : module instantané.

M_R : module relaxé.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$$\sigma J_R + \tau J_U \dot{\sigma} = \varepsilon + \tau \dot{\varepsilon} \quad (\text{I-5})$$

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

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

L'état d'un solide viscoélastique de Zener peut alors être défini par trois constantes indépendantes : τ_ε , τ_σ , M_R et son équation dynamique est de la forme :

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = M_R (\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon}) \quad (\text{I-6})$$

Avec :

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

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

M_R , le module relaxé.

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

$$\varepsilon = \varepsilon_0 = \sigma_0 J_U \Leftrightarrow J_U = \frac{\varepsilon_0}{\sigma_0} \text{ à } t = 0 \text{ (figure (I-11) a)}$$

L'équation (I-5) 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 :

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

$$\text{D'où : } \varepsilon(t) = \sigma_0 \left[J_R + (J_U - J_R) \exp \left(- \frac{t}{\tau_\sigma} \right) \right] \quad (\text{I-7})$$

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

Ainsi :

$$f(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} \quad (I-8)$$

Quand $t \rightarrow \infty$.

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

*A déformation imposée : $\varepsilon = \varepsilon_0$ ainsi $\dot{\varepsilon} = 0$ à $t > 0$

$\sigma = \sigma_0 = M_U \varepsilon_0$ à $t = 0$ (figure (I-11) b)

L'équation (I-5) devient : $\sigma J_R + \tau J_U \dot{\sigma} = \varepsilon_0$

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

$$\text{Comme : } \tau_\sigma \frac{J_U}{J_R} = \tau_\varepsilon \quad (I-9)$$

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

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

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

$$\text{D'où : } \sigma(t) = \varepsilon_0 \left[M_R + (M_U - M_R) \exp\left(-\frac{t}{\tau_\varepsilon}\right) \right] \quad (\text{I-10})$$

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

Ainsi :

$$r(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0} \quad (\text{I-11})$$

Quand $t \rightarrow \infty$.

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

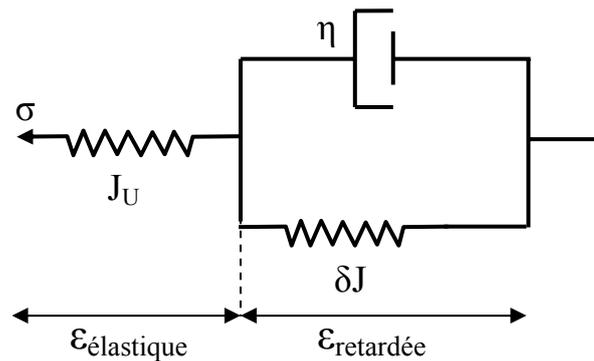
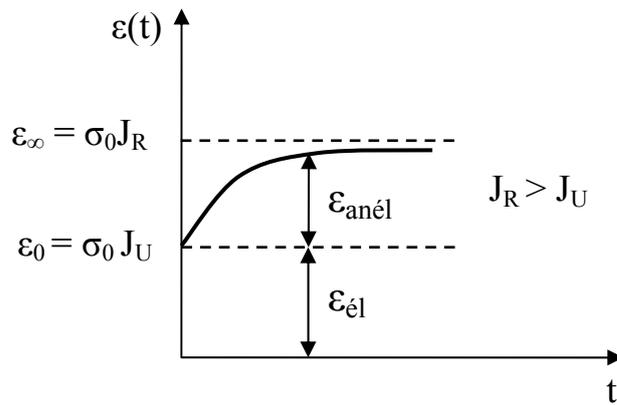
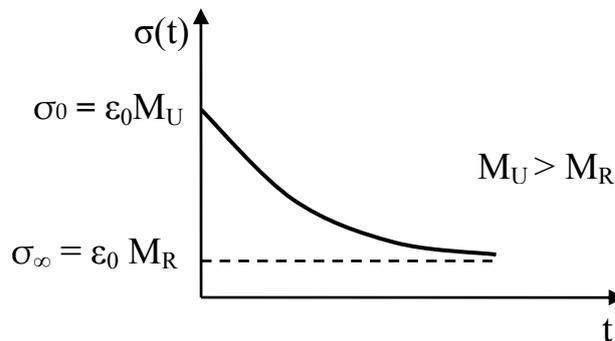


Figure I-10- contribution de la cellule de Voigt-Kelvin et du solide de Hooke dans dans la déformation totale à contrainte imposée.



a- Déformation instantanée et traînage élastique à contrainte imposée.



b- Relaxation de la contrainte à déformation imposée.

Figure I-11- Réponses du solide linéaire standard de Zener.

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

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

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

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

$$\Delta = \frac{M_U - M_R}{M_R} = \frac{J_R - J_U}{J_U} = \frac{\tau_{\sigma} - \tau_{\varepsilon}}{\tau_{\varepsilon}} \quad (\text{I-12})$$

I-3- Le frottement intérieur :

I-3-1- Définition :

Comme nous l'avons introduit au début de ce chapitre, le frottement intérieur est donc une mesure relative de l'énergie mécanique dissipée au sein d'un solide soumis à des sollicitations périodiques de faible amplitude ; cette énergie peut être mise en évidence de deux façons :

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

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

Si la déformation imposée est une déformation sinusoïdale (figure I-12-a) de pulsation ω et d'amplitude ε_0 notée :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin \omega t \quad (\text{I-13})$$

Pour un matériau purement élastique:

$$\sigma = E\varepsilon$$

La contrainte résultante est aussi sinusoïdale (figure I-12-b), de même fréquence et en phase avec la déformation :

$$\sigma = E\varepsilon_0 \sin \omega t \quad (\text{I-14})$$

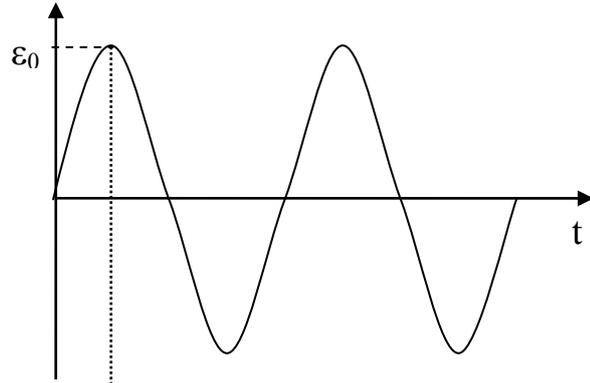
Si le matériau a un comportement purement visqueux :

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

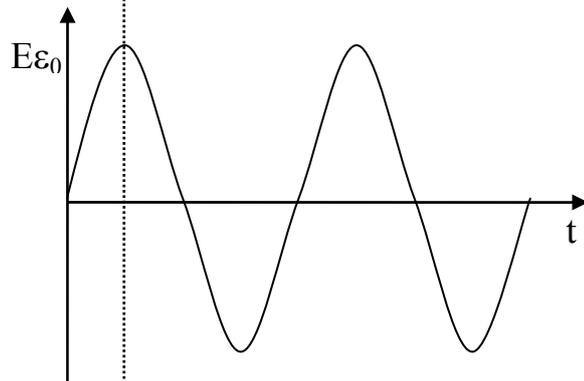
Avec η viscosité dynamique, la contrainte résultante est aussi sinusoïdale et de même fréquence (figure I-12-c), mais elle est en quadrature de phase avec la déformation:

$$\sigma = \eta \omega \varepsilon_0 \sin \left(\omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (\text{I-15})$$

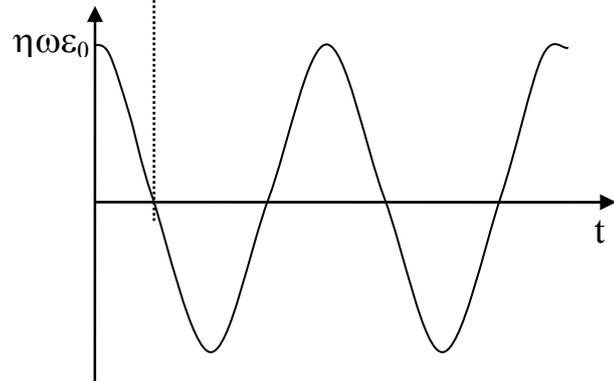
a- déformation imposée.



b- réponse d'un matériau purement élastique.



c- réponse d'un matériau purement visqueux.



d- réponse d'un matériau purement viscoélastique.

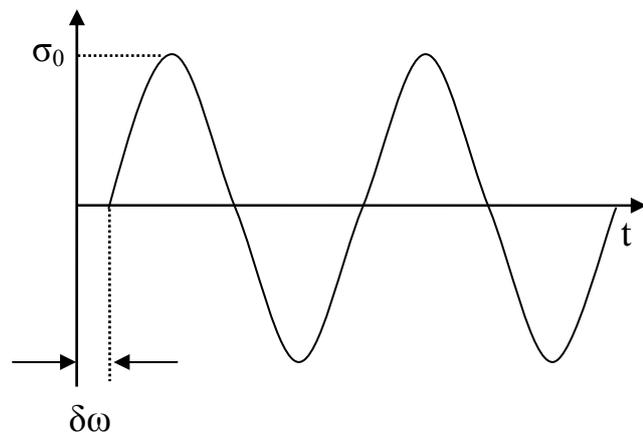


Figure I-12- Réponse d'un matériau à une déformation imposée suivant sa nature.

Dans le cas qui nous intéresse, celui d'un matériau viscoélastique (figure I-12-d) la contrainte présente un déphasage compris entre 0 et $\frac{\pi}{2}$ noté φ (angle de perte) [10].

I-3-2- Expression du frottement intérieur :

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 et donc $Q^{-1} = \text{tg } \varphi$.

Comme le modèle rhéologique du solide linéaire de Zener traduit de façon satisfaisante le comportement anélastique des métaux, donc à partir de l'équation (I-6) il y a deux cas.

Lors de l'application d'une déformation sinusoïdale :

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

La solution est de la forme :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cos(\omega t + \varphi) \quad (\text{I-16})$$

De même à l'application d'une contrainte sinusoïdale : $\sigma(t) = \sigma_0 \cos \omega t$; la solution de l'équation est de la forme :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \varphi) \quad (\text{I-17})$$

a) pour l'équation (I-16), On peut écrire :

$$\sigma = \sigma_0 \cos \varphi \cos \omega t - \sigma_0 \sin \varphi \sin \omega t \quad (\text{I-18})$$

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

Nous pouvons alors définir deux modules :

- L'un, 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 :

$$E' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) \cos \varphi \quad (\text{I-19})$$

- L'autre, 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 :

$$E'' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) \sin \varphi \quad (\text{I-20})$$

L'équation (I-18) devient alors:

$$\sigma = \varepsilon_0 E' \cos \omega t - \varepsilon_0 E'' \sin \omega t \quad (\text{I-21})$$

avec :

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{E''}{E'} \quad (\text{I-22})$$

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

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i \omega t \quad (\text{I-23})$$

$$\sigma^* = \sigma_0 \exp i(\omega t + \varphi) \quad (\text{I-24})$$

$$E^* = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*} = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) \exp i \varphi = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) (\cos \varphi + i \sin \varphi)$$

$$E^* = E' + iE''$$

Cela justifie que E' et E'' soient aussi appelés partie réelle et partie imaginaire du module dynamique.

b) Dans le cas du solide viscoélastique de Zener et lors de l'application d'une contrainte sinusoïdale :

$$\sigma^* = \sigma_0 \exp i \omega t \quad (\text{I-25})$$

L'équation (I-6) admet une solution de la forme :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i(\omega t - \varphi) \quad (\text{I-26})$$

A partir les équations (I-25) et (I-26), l'équation (I-6) devient :

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

$$\sigma_0 (1 + i\omega\tau_\varepsilon) = M_R \varepsilon_0 \exp(-i\varphi) (1 + i\omega\tau_\sigma) \quad \text{où :}$$

$$\cos \varphi = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 M_R} \frac{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2}$$

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

$$\text{tg} \varphi = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} = \frac{M_U - M_R}{M_R} \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (\text{I-27})$$

Avec: $\tau^2 = \tau_\sigma \tau_\varepsilon$.

De la même manière, à l'application d'une déformation sinusoïdale l'équation (I-23) admettra une solution sous la forme (I-24). L'équation obtenue sera identique à l'équation (I-27).

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-13).

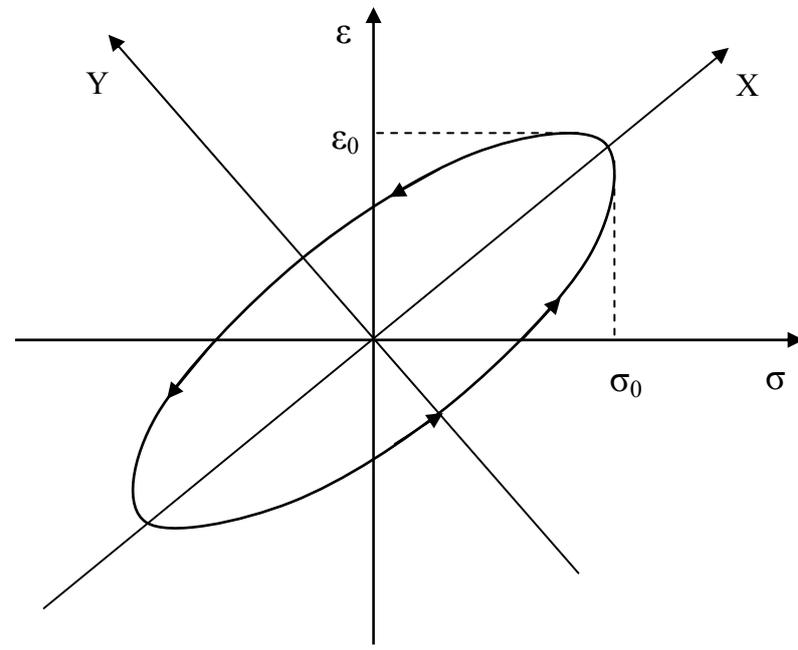
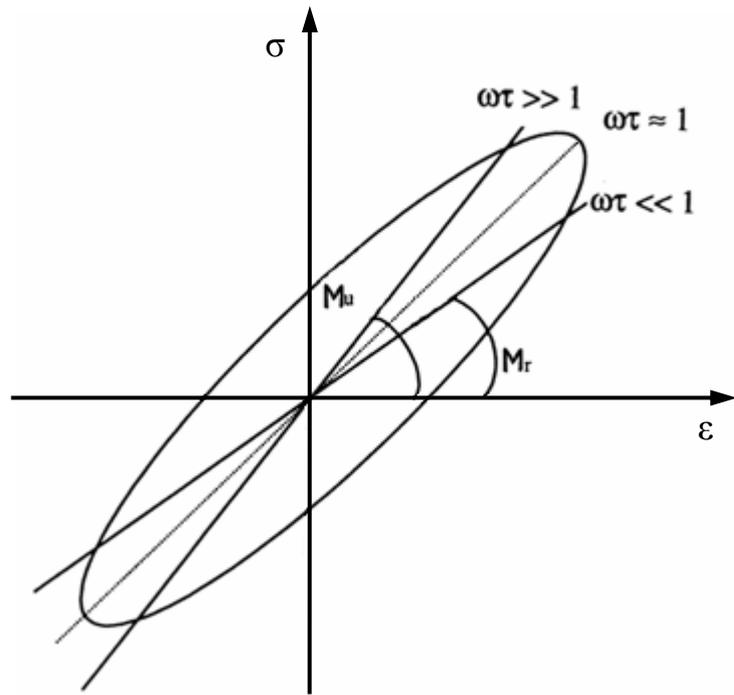


Figure I-13- cycle contrainte-déformation.

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 :

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

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

Si nous posons :

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

Nous aurons :

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

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

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

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

I-3-2-1- Cas des oscillations forcées :

Sachant que : $dW = \sigma \, d\varepsilon$

Donc la variation de l'énergie au cours d'un cycle $\Delta W = \int_0^T \sigma \, d\varepsilon$

Avec :

$$\begin{cases} \varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \phi) \\ \sigma(t) = \sigma_0 \cos \omega t \end{cases}$$

$$d\varepsilon = -\varepsilon_0 \omega \sin(\omega t - \varphi)$$

$$\begin{aligned} \Delta w &= -\int_0^T \sigma \varepsilon_0 \omega \sin(\omega t - \varphi) dt \\ &= -\sigma_0 \varepsilon_0 \omega \int_0^T \cos \omega t \sin(\omega t - \varphi) dt \\ &= -\sigma_0 \varepsilon_0 \omega \left[\cos \varphi \int_0^T \cos \omega t \sin \omega t dt - \sin \varphi \int_0^T \cos^2 \omega t dt \right] \end{aligned}$$

$$\text{avec: } \cos^2 \omega t = \frac{1 + \cos 2\omega t}{2} \text{ et } \omega = \frac{2\pi}{T}$$

Alors :

$$\Delta w = \sigma_0 \varepsilon_0 \pi \sin \varphi \quad (\text{I-28})$$

Δw : est la perte d'énergie par le solide au cours d'un cycle déformation-contrainte.

W représente l'énergie élastique maximale emmagasinée au cours d'un cycle :

$$W = \oint \sigma d\varepsilon = \oint E \varepsilon d\varepsilon = \frac{E \varepsilon_0^2}{2} = E \varepsilon_0 \frac{\varepsilon_0}{2} = \frac{\sigma_0 \varepsilon_0}{2} \quad (\text{I-29})$$

L'angle de phase est appelé aussi angle de pertes et lorsqu'il est petit, il mesure l'énergie dissipée durant une période de vibration :

$$\text{Sachant que : } Q^{-1} = \frac{\Delta w}{2\pi w} \text{ où } W = \frac{1}{2} \sigma_0 \varepsilon_0$$

On a donc :

$$Q^{-1} = \sin \varphi \approx \operatorname{tg} \varphi \quad (\text{I-30})$$

Si φ est très petit il est possible d'assimiler φ , $\sin \varphi$ et $\operatorname{tg} \varphi$.

I-3-2-2- Cas des oscillations libres :

Le frottement intérieur Q^{-1} se mesure par décrement logarithmique δ de l'amplitude :

$$\text{Le décrement logarithmique est défini par le rapport : } \delta = \frac{\ln \sigma_{MAX}^N}{\ln \sigma_{MAX}^{N+1}}$$

Sachant que $\ln \sigma_{MAX}^{N+1}$ et $\ln \sigma_{MAX}^N$ représentent respectivement les amplitudes de la contrainte de la (N+1)^{ème} et de la (N)^{ème} oscillation à déformation imposée.

$$\sigma_{MAX}^N = \sigma_0 \exp(-\alpha N \omega_0 T) \quad \text{et} \quad \sigma_{MAX}^{N+1} = \sigma_0 \exp(-\alpha (N+1) \omega_0 T)$$

Où α représente le rapport d'amortissement.

Ainsi : $\delta = \alpha \omega_0 T$. Pour les faibles amortissements : $\alpha \ll 1$ alors $\delta \approx 2 \pi \alpha$

Si on introduit le coefficient de qualité Q (par analogie avec les circuits électriques

$$\text{résonnants) : } Q = \frac{\text{Amplitude}_{MAX}}{\text{Amplitude}(\Omega = 0)} \quad \text{avec : } Q \approx (2 \alpha)^{-1} \Rightarrow Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi}.$$

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} \quad (\text{I-31})$$

Sachant que le frottement interne $Q^{-1} = \operatorname{tg} \varphi$ et que : $\frac{\Delta W}{W} = 2\pi \sin \varphi$

$$\Leftrightarrow \operatorname{tg} \varphi = Q^{-1} = \frac{1}{2\pi \cos \varphi} \frac{\Delta W}{W}$$

Pour les faibles amortissements : $\cos \varphi \approx 1 \Leftrightarrow$

$$\delta = \frac{1}{2} \frac{\Delta W}{W} \quad (\text{I-32})$$

Les relations précédentes montrent que le frottement intérieur dû au comportement anélastique du matériau ne dépend pas de l'amplitude maximale ε_0 des oscillations.

I-3-2-3- Pic de frottement interne :

La relation entre la contrainte σ^* et la déformation ε^* s'écrit :

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

$$\text{Soit : } \varepsilon^*(t) = [J'(\omega) - iJ''(\omega)] \sigma^*(t)$$

Où J' est la complaisance dynamique réelle et J'' la complaisance dynamique imaginaire (voir relation : (I-21)).

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

$$J' = J_U + \frac{J_R - J_U}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2}$$

et :

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

$J''(\omega)$ passe par un maximum pour $\omega \tau_\sigma = 1$, valeur pour laquelle $J'(\omega)$ passe par un point d'inflexion (figure I-8).

Le frottement interne s'écrit :

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

soit avec :

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

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

Où $\Delta = \frac{J_R - J_U}{J_U}$ est l'intensité de la relaxation.

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

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

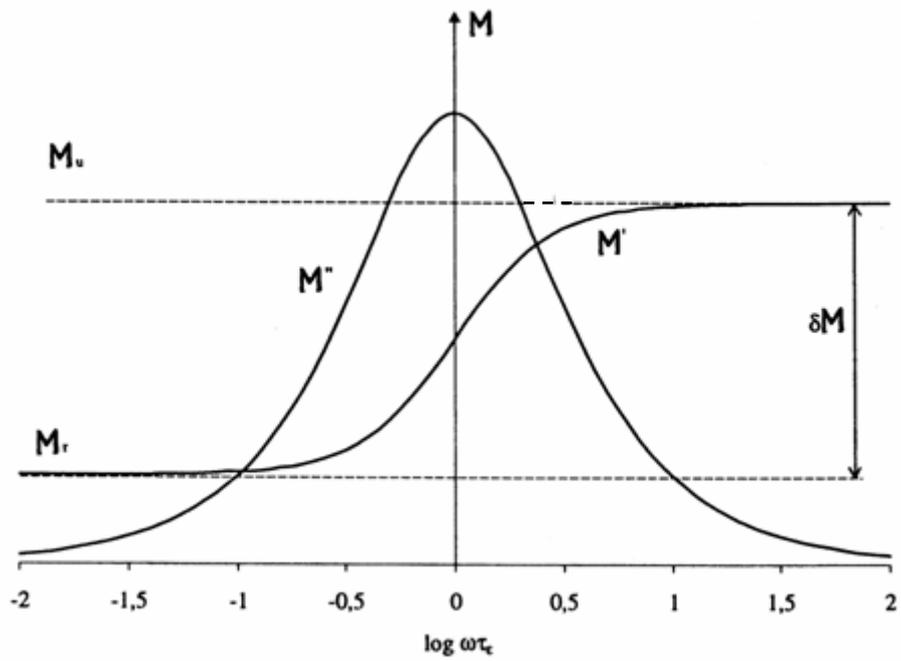
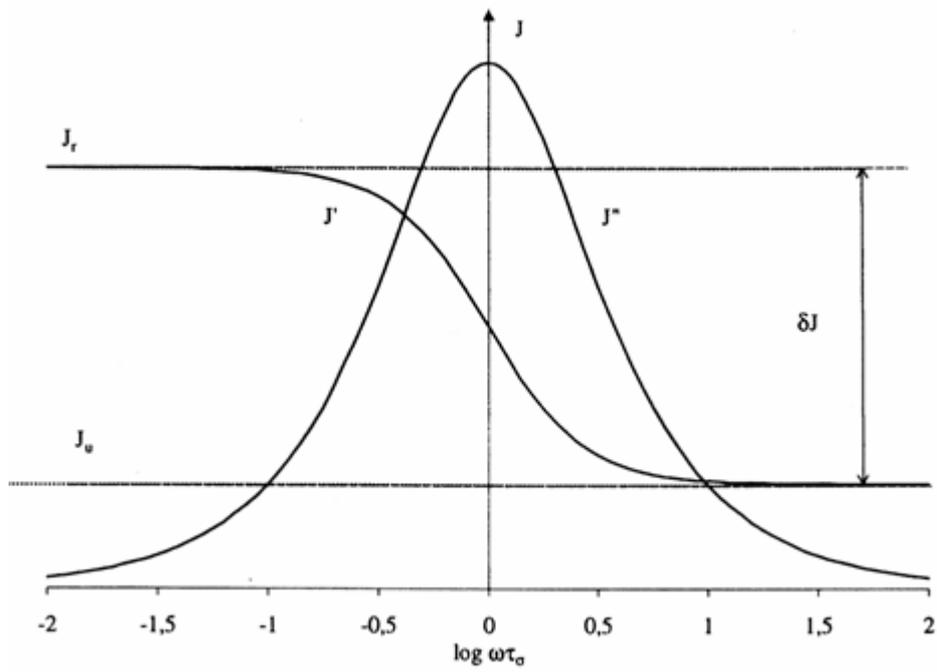


Figure I-14- Réponse dynamique du solide de Zener.

Sa représentation en fonction de $\log(\omega\tau)$ 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 $\frac{\Delta}{2}$.

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

- Quand la fréquence est très élevée, la contrainte change trop vite par rapport au temps d'obtention de l'équilibre, le comportement du matériau est essentiellement élastique et le frottement interne sera nul.
- Si la fréquence est très faible, le mécanisme de relaxation se produit presque complètement à chaque cycle et il n'y a pas de déphasage.

Lorsque la période de vibration est voisine du temps de relaxation, le déphasage, donc le frottement interne, est maximal.

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

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

I-3-2- 4-Mécanismes thermiquement activés :

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

$$\tau = \tau_0 \exp \frac{H}{KT}$$

avec :

τ_0 (s) : temps de relaxation limite.

H (eV) : énergie d'activation du mécanisme.

T (K) : température absolue.

$K = 1.380658 \times 10^{-23} \text{ Jk}^{-1}$ (constante de Boltzmann).

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

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

I-3-2-5- Pics élargis :

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

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 [7] ont introduit une distribution Gaussienne basée sur la distribution statistique des temps de relaxation autour d'une valeur moyenne la plus probable. D'autres auteurs ont utilisé une distribution de Fuoss-Kirkwood qui présente l'avantage de posséder une solution analytique.

Récemment, il a été montré (J-J.Martinez-Vega et A.Rivière [10]) que des processus de corrélation entre mécanismes de relaxation conduisaient à un pic dont la forme (hauteur et largeur) était très dépendante de la température de mesure.

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

I-3-3- Fond continu de haute température :

Les spectres de frottement intérieur de haute température laissent généralement apparaître un fond continu d'allure exponentielle.

La présence de ce fond continu rend la détermination des paramètres de relaxation (énergie d'activation et temps de relaxation limite) très délicate.

Les études qui ont été consacrées à ce fond continu (Friedel [11], Woïrgard [12]) 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. [13] qui considère que le fond continu représente le pied d'un pic élargi situé à très haute température ou à très basse fréquence dont l'expression est :

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

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 [14], puis récemment par A. Rivière [9] et ce grâce à des essais isothermes de très basse fréquence.

I-3-4- Causes de la relaxation dans les métaux et alliages métalliques :

Les phénomènes de relaxation ne se limitant pas uniquement aux matériaux polycristallins (Kê [15]), Woïrgard [12] montra la présence sur des monocristaux de pics ayant des caractéristiques identiques à ceux observés sur des polycristaux et attribua donc les pics de haute température à des mouvements de dislocations.

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

- L'effet thermoélastique ;
- La relaxation des joints de grains
- La relaxation due à la présence de défauts ponctuels simples :
 - a) Réarrangement des atomes interstitiels dans les métaux cubiques centrés (Pic de Snoek) [16].
 - b) Réarrangement des atomes interstitiels dans les alliages cubiques à faces centrées.
 - c) Frottement interne dû aux interstitiels dans les métaux cubiques à faces centrées.

- Réorientations des paires de défauts ponctuels :
 - a) Pic de Zener (substitutionnels) .
 - b) Relaxation des lacunes et des bilacunes.
 - c) Relaxation des bi-interstitiels.
 - d) Relaxation des paires d'atomes substitutionnels et interstitiels.
- La relaxation des dislocations.

I-3-4-1- Effet thermoélastique :

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

I-3-4-2- La relaxation des joints de grains :

Dans les métaux polycristallins, les faibles tensions de cisaillement entraînent une dissipation d'énergie de type visqueux aux joints de grains par suite de la relative mobilité des joints de grains, ce phénomène de relaxation a été mis en évidence par Kê pour la première fois en 1947 [15].

I-3-4-3- La relaxation dû à la présence de défauts ponctuels :

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

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

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

Ce phénomène apparaît en général dans les métaux CC contenant des atomes interstitiels en solution. Snoek [16] l'étudia pour la première fois dans le fer contenant une faible teneur de carbone et d'azote.

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

b) Réarrangement des atomes interstitiels dans les alliages CFC.

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

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

Les calculs effectués par Huntington [17], 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 atome du réseau forment un doublet, une telle configuration présente une symétrie de type tétragonal $\langle 100 \rangle$ d'où le phénomène de relaxation par réorientation sous l'action d'une contrainte.

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

I-3-4-4- Réorientations des paires de défauts ponctuels :

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

a) Le pic de Zener :

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

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

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

Ce type de relaxation, appelé effet de Zener, a été observé pour la première fois par celui-ci sur un échantillon monocristallin de laiton α à 30% de Zinc (1943). L'amortissement est proportionnel au nombre de paires susceptibles de se réorienter. Cette proportionnalité a été vérifiée par Nowick [18] sur les alliages Al-Zn de diverses compositions.

L'intensité de relaxation est alors proportionnelle au carré de la concentration. Des études récentes (S.Belhas et al [19] et A.Rivière et al. [20]) ont montré que cette dépendance était bien vérifiée lors de mesures à basses températures, mais qu'à plus haute température l'influence d'un nombre de plus en plus important d'atomes substitutionnels voisins conduisait à un élargissement des pics et à une intensité de relaxation plus importante.

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

Autre que la théorie de Zener [21], il existe celle de LeClaire et Lomer [22] et de Nowick et Seraphin [23]. Dans tout les cas, il semble que la réorientation s'effectue par saut de lacunes.

b) Relaxation des lacunes et des bilacunes :

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

Selon Eikum et Thomas [24] les lacunes en sursaturation après trempe sont d'abord piégées par les atomes de soluté isolés ou en amas puis s'échappent par activation thermique.

c) Relaxation des bi-interstitiels :

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

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

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

I-3-4-5-La relaxation des dislocations :

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

Parmi les mécanismes de relaxation mis en évidence et liés aux dislocations, on peut citer un pic de basse température, observé pour la première fois par Bordoni [25] (dans des métaux CFC) est associé au mouvement des dislocations parallèlement aux plans denses par déplacement des décrochements. Sous l'action de très faibles contraintes, les dislocations se déplacent par mouvement des décrochements déjà présents et par la formation de nouvelles paires de décrochements. Le frottement interne est maximum lorsque la fréquence de la contrainte appliquée est égale à la fréquence de formation des décrochements.

Seeger et al. [26] ont proposé une analyse qui s'appuie sur l'hypothèse que la relaxation repose sur des propriétés intrinsèques des dislocations, ils partent d'une dislocation parallèle à l'une des directions cristallines les plus denses. Un calcul approché suppose que la fréquence de formation des paires de décrochements suit la formule d'Arrhenius :

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

ν_0 : représente le nombre de fois par seconde ou la dislocation est dans une position favorable à la formation d'un décrochement (fréquence d'oscillation de la dislocation dans le puit de Peierls). Cette équation ne demeure en fait applicable qu'aux mouvements d'atomes isolés alors que la formation de décrochements fait intervenir de très nombreux atomes. Ainsi, Seeger et al. [26] établissent une théorie plus élaborée en accord avec l'expérience. Ils trouvent une énergie d'activation pratiquement indépendante de l'amplitude des vibrations

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

A haute température [$T > 0.3 T_F$ (T_F température de fusion)], plusieurs pics liés à des mécanismes de relaxation au sien d'empilement de dislocations ont été mis en évidence (J. Woïrgard [27], S. Belhas [28] A. Rivière et P. Gadaud [29], A. Rivière [9], C. Belamri [30]), sur des monocristaux et des polycristaux de différents métaux. Certains de ces pics avaient été originellement attribués à des mécanismes de relaxation aux joints de grains.

I-4- Modèles théoriques :

Depuis le modèle de Kê (1947), attribuant le frottement intérieur de haute température au relâchement des contraintes de cisaillement dans les joints de grains, plusieurs modèles ont été proposés. Les plus anciens font intervenir les joints de grains et les plus récents, les mouvements des dislocations soit intergranulaires ou intragranulaires. Une description complète de ces modèles a été exposée par Rivière [31].

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

Le modèle de Darinskiy :

Darinskiy et al. [32] ont décrit un modèle de frottement intérieur associé au mouvement visqueux des dislocations dans le cas d'alliages de structure CFC.

Dans ce type d'alliage, la plupart des dislocations sont dissociées en partielles séparées par une faute d'empilement.

Afin d'étudier la mobilité des dislocations à des contraintes inférieures à celles provoquant la dissociation, il faut tenir compte de :

- La croissance rapide de la vitesse de diffusion des atomes d'impureté à haute température.
- De la modification sous l'action de la contrainte externe, de la concentration en atomes d'impureté autour des lignes de dislocation.

Le système atteint un nouvel état d'équilibre par échange d'atomes d'impureté entre la faute d'empilement et la matrice et inversement. Cet échange contrôle la mobilité des dislocations dissociées. Ce mécanisme devient alors un glissement visqueux accompagné d'absorption d'énergie mécanique.

Darinskiy et al. ont donc étudié le frottement intérieur de haute température associé à ce mécanisme dans les alliages CFC.

Les spectres de frottement intérieur présenteraient alors deux pics de relaxation dans le domaine de température considéré :

- Le pic de haute température correspondrait au mouvement des dislocations dissociées, l'une jouant le rôle de source et l'autre de puit pour les atomes d'impureté. L'expression correspondante à l'intensité de ce pic serait donné par :

$$Q_{HTP}^{-1} = \frac{8\pi}{9} \frac{1-\nu}{4-5\nu} \frac{\rho l^2}{\ln\left(\frac{L}{r_0}\right)}$$

Avec :

ν : Coefficient de Poisson.

L : Longueur de la bande de dislocation.

r_0 : Rayon de la boucle de dislocation.

ρ : Densité des dislocations.

l : Longueur de la dislocation entre les points d'ancrage.

- L'autre pic de moyenne température correspondrait au changement de la largeur de la faute d'empilement avec conservation du centre de gravité.

- L'expression de l'amplitude de frottement intérieur correspondante à ce pic serait :

$$Q_{LTP}^{-1} = \frac{2\pi}{3} \frac{1-\nu}{2+\nu} \rho d_0^2$$

où d_0 est la largeur d'équilibre de la faute d'empilement.

Les auteurs de ce modèle ont étudié une solution solide de Cu-Ni 30%, les résultats obtenus révèlent deux pics :

- Le pic de plus basse température fortement dépendant de la densité des dislocations serait situé vers $0.5 T_F$ et qui n'apparaît que sur les échantillons contenant de fortes densités de dislocations, sa hauteur croît linéairement avec ce paramètre.

- Le pic de haute température situé vers $0.66 T_F$ ne dépend que faiblement de la densité des dislocations, il se déplace vers des températures plus basses après déformation.

Chapitre II

*Etude bibliographique des
alliages de Cuivre-Aluminium*

II-1- Introduction :

L'histoire du cuivre et ses alliages est intimement liée à l'histoire des premiers âges de l'humanité et il serait presque possible de dresser les listes d'alliages de cuivre aux différentes périodes des civilisations anciennes.

II-2- Le cuivre pur :

Le cuivre est un métal rouge peut être obtenu presque pur ($\text{Cu} > 99.98\%$). Sa température de fusion a voisine 1083°C [43]. Grâce à une gamme de propriétés intéressantes, il demeure indispensable dans de nombreux domaines d'applications. L'excellente conductibilité électrique du cuivre constitue sa qualité principale; ainsi, on utilise près de la moitié de la production mondiale de cuivre dans des applications pour lesquelles cette caractéristique prime (conducteurs, transformateurs, moteurs et générateurs, électronique, etc.). Sa conductibilité thermique est également excellente. A la température ambiante, il cristallise dans le système cubique à faces centrées. Le cuivre est très ductile et facile à mettre en forme par déformation plastique. A l'état recuit, ses propriétés mécanique sont médiocres, mais on peut les améliorer par écrouissage, il admet une bonne résistance à la corrosion; cette propriété permet de nombreuses applications, que ce soit avec le cuivre pur ou avec ces alliages (tuyaux à eau, plomberie, pompes et vannes, etc.) [44].

II-3- Les alliages à base de cuivre : [43]

Les additions faites au cuivre ont toutes pour effet d'en accroître la dureté. Pour les faibles teneurs, ce durcissement résulte en général directement de la substitution au métal de base d'une solution solide : l'alliage reste monphasé.

Pour des teneurs plus élevées, les additions donnent pour la plupart naissance à une autre phase (voire à plusieurs). Si aucune de ces phases n'est trop fragile, on pourra employer industriellement des alliages à structure franchement déphasée. Dans le cas contraire, on utilisera que des alliages à matrice monphasée.

Dans le groupe des alliages diphasés ne figurent guère que :

- Les alliages cuivre-étain.
- Les alliages cuivre-zinc.
- Les alliages cuivre-aluminium.

Ces alliages sont les plus anciennement utilisés, car ils exigent un dosage et des traitements moins précis que les autres.

II-4- Les alliages cuivre-aluminium (cupro-aluminiums): [43]

Ce sont des alliages les plus intéressants dans notre travail surtout la phase monophasé α .

Le diagramme des alliages cuivre-aluminium à forte teneur en cuivre est donné par la figure (II-1).

Immédiatement après solidification, l'alliage est suivant la teneur en aluminium, formé d'une phase α (solution solide riche en cuivre), d'une phase β (à base de Cu_3Al), ou d'un mélange de ces deux phases qui donnent entre elles un eutectique. Toute fois, cet eutectique se formant à haute température (1037°C), près du point de fusion du cuivre, la coalescence en est aisée, si bien qu'après retour à l'ambiante, on ne trouve pratiquement plus trace de texture eutectique dans les alliages Cu-Al diphasés.

Lorsque la température baisse, le domaine β se rétrécit pour disparaître à 565°C , en donnant naissance à un eutectoïde à 11,8% d'aluminium, formé par la phase α et une troisième phase γ_2 .

Les cupro-aluminiums, couleur or, ont un bel aspect, une inaltérabilité supérieure à celle du cuivre et une résistance mécanique élevée. Un des avantages décisifs des cupro-aluminiums sur les laitons réside dans leur bonne soudabilité [45].

II-4-1-Propriétés particulières aux alliages Cu-Al monophasés α :

Les alliages Cu-Al qui contiennent moins de 9.4% pds (environ 20at%) d'aluminium forment une solution solide α , de structure cubique à faces centrées, qui sont malléables à froid, dont les applications sont relativement récentes et encore très limitées. Ces alliages ont de bonnes propriétés mécaniques, ils sont ductiles et tenaces, et ils ont une bonne résistance à l'usure et à la fatigue. Grâce à la formation en surface, d'une couche d'alumine, ils résistent bien à la corrosion en atmosphères industrielles et marines. Parmi les utilisations de ces alliages (qui contiennent de 5 à 8% d'aluminium) citons : les condenseurs, les échangeurs de chaleur, les organes de pompes, les pièces de quincaillerie de marine, etc.

La résistance de ces alliages croissant régulièrement avec la teneur en aluminium, celle-ci est généralement choisie aussi élevée qu'on le peut sans risquer de voir apparaître par trempe une structure diphasée.

II-4-2- Cupro-aluminiums avec additions: [44]

Alliages monophasés: on améliore la résistance de la phase α par des additions de fer ou de nickel; mais pour éviter la corrosion, le rapport Ni/Fe doit être obligatoirement supérieur à un.

Alliages polyphasés: on ajoute du fer, du manganèse et du nickel. Les additions de Mn et de Fe renforcent les propriétés mécaniques tandis que Ni améliore la résistance à la corrosion. Ils sont utilisés pour les hélices marines, les aubes de turbines, etc.

II-5-Les propriétés physiques du cuivre et de ses alliages d'aluminium:

Le diagramme d'équilibre Cuivre-Aluminium (figure II-1) montre que les alliages titrant moins de 16% sont monophasés et comporte une phase solide de structure C.F.C. comme pour le cuivre pur. Entre ambiante et 838K, il y coexistence des

deux phases α et β de structure cubiques centrée. L'alliage de Cu 20% at. Al est le plus utilisé : après trempe à l'eau à 1073K, et revenu à 873K, il présente de très bonnes caractéristiques mécaniques, comparables à celles d'un acier mi-dure ; la trempe empêche la transformation de la phase β en eutectoïde ; il est utilisé à l'état moulé en constructions mécaniques à cause de ses propriétés et de sa bonne résistance aux agents chimiques. L'élaboration de ces alliages est très délicate à cause de l'oxygénation facile de l'aluminium.

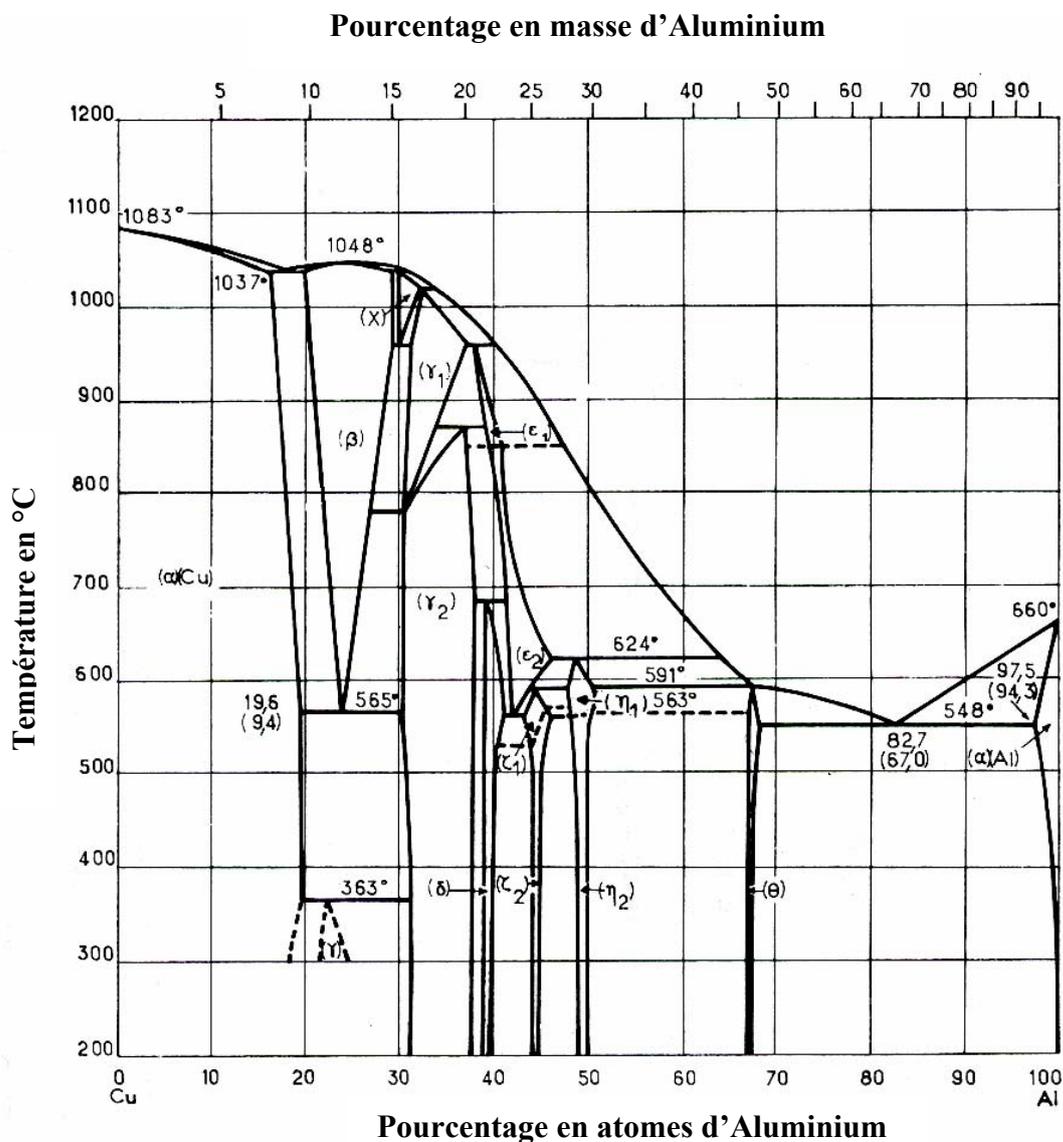


Figure II-1- Diagramme de solubilité de l'aluminium dans le cuivre [102].

Un paramètre important du point de vue de la plasticité des métaux purs et alliés de structure cubique à faces centrées est l'énergie de faute d'empilement γ , qui conditionne la largeur de dissociation des dislocations.

II-5-1- Energie de faute d'empilement γ :

Différentes techniques de mesure, particulièrement la microscopie électronique ont été utilisées afin d'étudier et de discuter l'évolution de γ dans les métaux CFC. Et autres en fonction des conditions imposées (éléments d'addition, température, déformation...).

Cependant les valeurs présentes dans la littérature ne sont pas toujours cohérentes : elles dépendent surtout de la méthode de mesure utilisée : pour l'argent, l'or et le cuivre, COCKAYNE et al. [81], STOBBS et al. [82] et JENKINS [83] trouvent : 16, 32 et 41 mJ/m². SCHRAMM et al. [84] obtiennent respectivement pour les mêmes métaux : 22, 50 et 62 mJ/m² en utilisant la méthode des rayons-X. COULOMB [85] révèle une augmentation de γ avec la température dans les métaux purs. Les principaux résultats sur le cuivre et les alliages à base de cuivre ont été regroupés et discutés par GALLAGHER [86].

II-5-1-1- Le cuivre pur :

Les valeurs de γ obtenues pour le cuivre pur sont controversées ; comme nous pouvons le constater les valeurs numériques se situent dans une large fourchette allant de 30 ± 6 à 150 ± 30 mJ/m² ; la valeur la plus communément admise pour ce métal est une énergie de faute d'empilement de l'ordre de 50 mJ/m² :

$$\gamma_{\text{Cu}} = (50 \pm 5) \text{ mJ/m}^2.$$

II-5-1-2- Les alliages à base de cuivre :

Plusieurs techniques ont été utilisées afin de déterminer la variation de γ en fonction des éléments d'addition dans le cuivre. Les résultats obtenus indiquent une

décroissance de γ avec une augmentation de la concentration en soluté (soluté du groupe B : Al, Si,...).

D'autres études ont suggéré que le comportement de γ est différent lorsque la miscibilité des corps composant l'alliage est totale ; de tels alliages auront une énergie de faute des métaux le constituant ; par exemple pour Cu-Ni, γ croît de γ_{Cu} à γ_{Ni} . Les courbes représentées sur la figure II-2 regroupent les variations de certains alliages à base de cuivre en fonction de la concentration en électrons de valence e/a qui s'est avérée le paramètre le plus significatif.

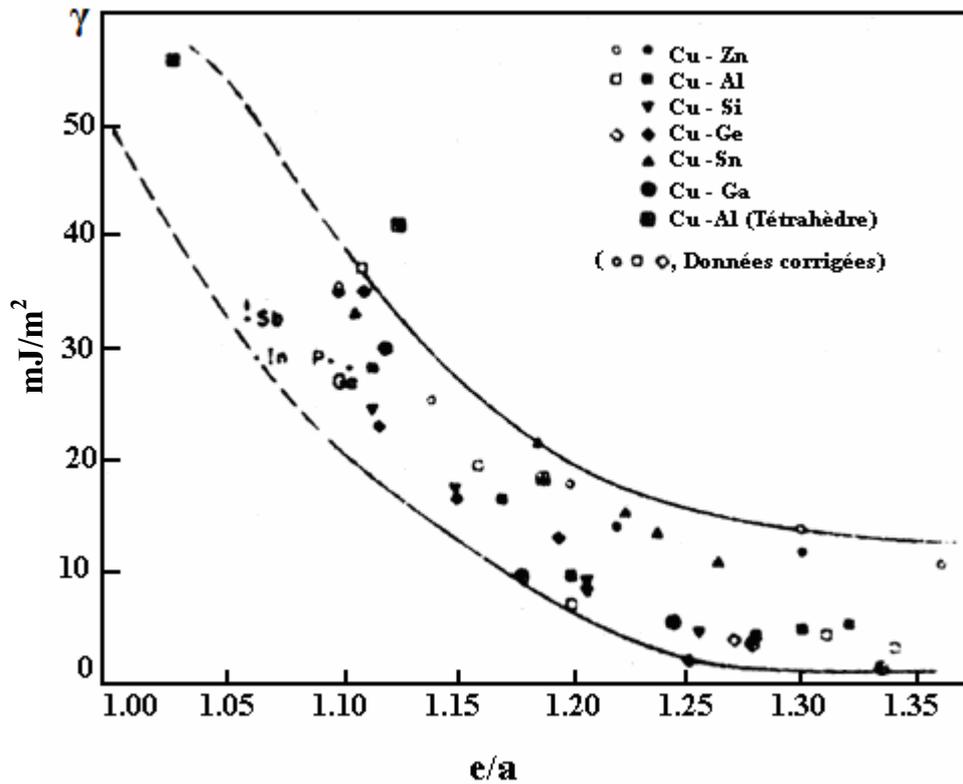


Figure II-2- Variation de l'énergie de faute d'empilement en fonction des paramètres e/a dans les alliages à base de cuivre (P.C.J. GALLAGHER, [86]).

II-5-1-3- Les alliages de Cu-Al (α) :

Du paragraphe précédent nous pouvons retenir que pour ce type d'alliage, γ diminue avec l'augmentation de la concentration en soluté. Compte tenu des valeurs les plus récemment publiées :

- ✓ F.I.GRACE et al [71] ont déterminé γ et son influence sur la configuration des dislocations sur différents métaux et alliages binaires par microscopie électronique à transmission : pour Cu 4.5 % en masse d'Al, ils obtiennent : $\gamma \approx 7 \text{ mJ/m}^2$.
- ✓ WINTNER et al. [87] et COULOMB [85] ont étudié les alliages de Cu-Al, nous pouvons remarquer de leur étude que lorsque e/a varie de 1 (cuivre pur) à 1.40 (Cu 20%at.Al) γ varie de 50 mJ/m^2 . nous pouvons constater sur la figure II-4 représentant le diagramme de solubilité et la variation de γ en fonction de e/a , l'existence de deux domaines de variation linéaire :

$$0 < C < 10\% \text{at. Al}$$

$$d\gamma/dC \approx 370 \text{ mJ/m}^2$$

$$1 < e/a < 1.20$$

$$10\% < C < 20\% \text{at. Al}$$

$$d\gamma/dC \approx 80 \text{ mJ/m}^2$$

$$1.20 < e/a < 1.40$$

II-5-2- Influence de la température sur γ :

La principale méthode utilisée pour déterminer cette influence est la microscopie électronique, qui permet de suivre la variation de largeur des fautes d'empilement avec la température ; aucun résultat n'a été publié sur le Cuivre pur.

Une véritable détermination de la dépendance en température de γ dans les solutions solides concentrées ne peut cependant pas s'établir directement compte tenu des nombreux facteurs susceptibles d'influer sur les résultats expérimentaux. En ce concerne les alliages de Cuivre - Aluminium une série de mesures a été effectuée par TADASHI et al. [88] entre l'ambiante et 973 K sur deux teneurs : Cu 11.5%at.Al et Cu 16%at.Al par la méthode des nœuds. Les résultats révèlent une augmentation réversible

de γ avec la température au delà de 473 K, de 1 mJ/m² par 100 K. La figure II-3 représente les variations de γ obtenues par l'auteur pour ces deux alliages, ces valeurs ont été calculées à partir de l'équation de BROWN.

- Pour Cu 11.5% at.Al ; γ varie de 13.6 mJ/m² (à l'ambiante) à 16.2 mJ/m² (à 773 K).

- Pour Cu 16 % at.Al ; γ varie de 11.7 mJ/m² (à l'ambiante) à 16.9 mJ/m² (à 773 K).

SAKA et al. [56] confirmèrent ces résultats pour deux autres teneurs : Cu 6.44%at.Al et Cu 13.43% at.Al par cyclage in situ et mirent en évidence un maximum situé vers 800 K pour 13.43%at.Al (figure II-5).

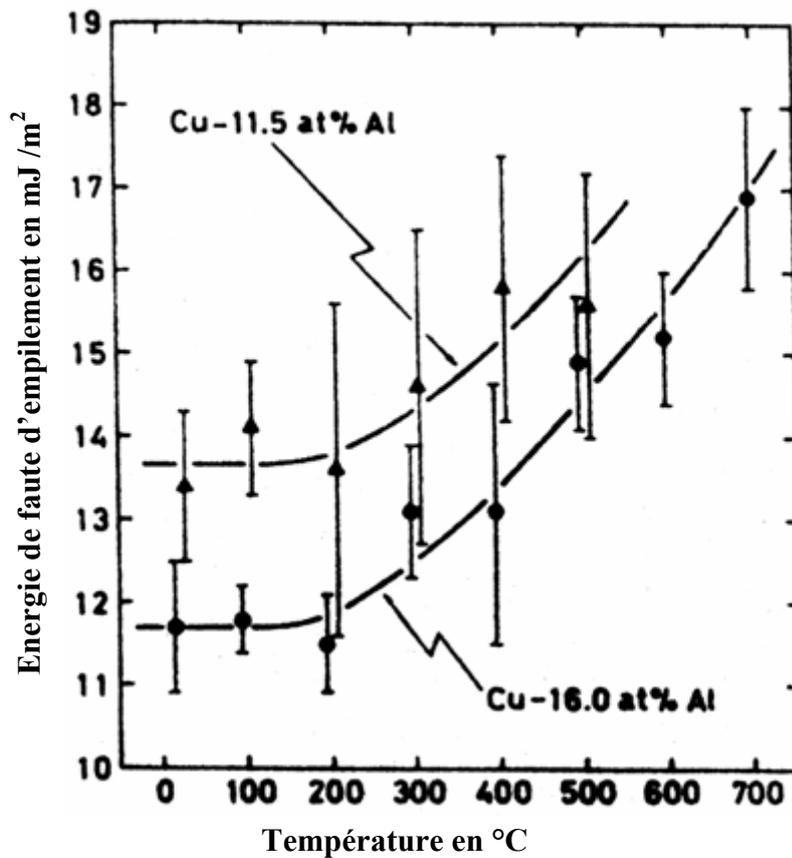


Figure II-3- variation de γ avec la température pour les alliages de Cu 11.5 et 16%at.Al.

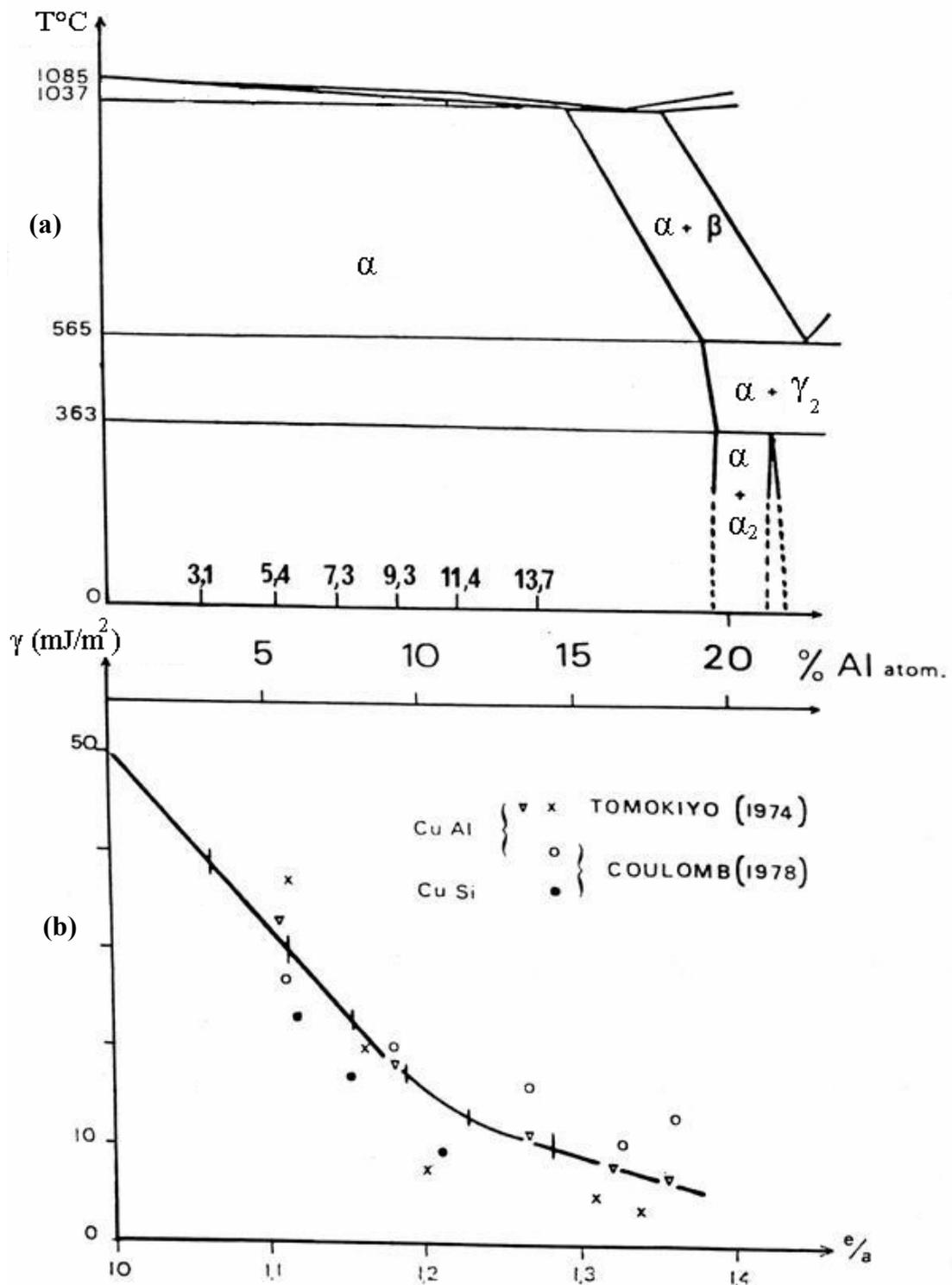


Figure II-4- (a) Diagramme de solubilité de l'Al. dans le Cu.

(b) Energie de faute d'empilement des alliages de Cu-Al et de Cu-Si.

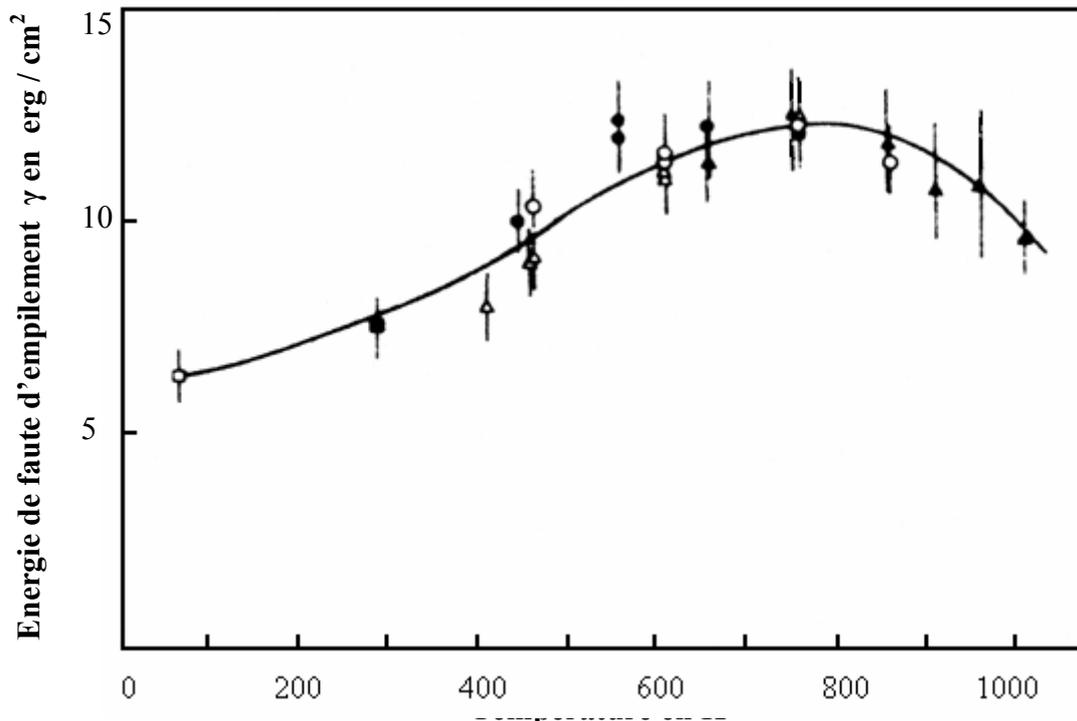


Figure II-5- Variation de γ avec la température dans Cu 13.43%at.Al.

Ainsi l'énergie de faute d'empilement est fonction des éléments d'addition et de la température ; elle ne paraît par contre pas influencée par la nature de la faute ;

LORETTO et al. [89] ont montré que γ_i et γ_e sont pratiquement égale dans le cas de Cuivre et ses alliages.

II-5-3- densité de faute d'empilement :

La densité de faute d'empilement notée α , est définie comme le rapport du nombre de plans denses contenant une faute au nombre totale de plans. DELEHOUEE et al. [90] ont montré que deux facteurs principaux pouvaient affecter la valeur de α :

la concentration atomique et la différence absolue des valences entre le solvant et le soluté.

Ils montrent aussi que pour la plupart des alliages à base de Cuivre, en particulier Cu-Al et Cu-Si, α varie exponentiellement avec la concentration C à partir d'une valeur caractéristique α_0 qui représente la densité de faute d'empilement du métal pur :

$$\alpha = \alpha_0 e^{np}$$

avec : p : concentration en soluté et n une constante.

$\alpha_0 (\text{Cu}) = 3 \cdot 10^{-3}$. Nous pouvons constater que les variations de γ et de α en fonction du pourcentage en atome de soluté, sont inverses : γ décroît lorsque e/a augmente alors que α croît.

La figure II-6 représente les variations de α obtenues par quelques auteurs en fonction de e/a dans les alliages à base de Cuivre.

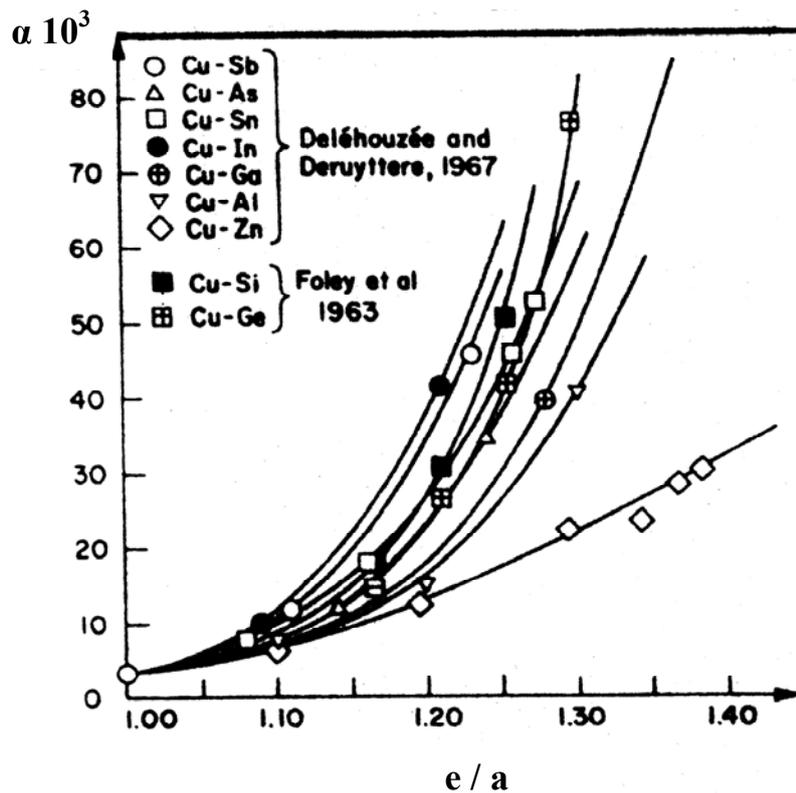


Figure II-6- Variation de la densité de faute d'empilement mesurée à l'ambiante en fonction de e/a dans les alliages à base de Cuivre.

II-5-4- Ordre à courte distance :

Comme la plupart des alliages à base de Cuivre ; les Cuivre-aluminium en phase α présentent de l'ordre à courte distance (O.C.D) [91]. Ce phénomène est favorisé par des traitements thermiques appropriés, son étude est cependant compliquée par plusieurs facteurs :

- Comment est maintenu l'O.C.D dans un échantillon après un refroidissement de haute température à l'ambiante ?
- Quelle forme prend-t-il ?
- Comment l'O.C.D se manifeste-t-il dans un échantillon après déformation, particulièrement sur les plans du glissement actifs où les défauts ponctuels sont susceptibles de se trouver en plus grand nombre ?

❖ Pour tenter de répondre à ces questions :

- ✓ CLARBROUGH et al. [92] ont combiné des mesures d'énergie et de résistivité ; les résultats obtenus indiquent que le degré de O.C.D dans les alliages Cu-Zn et Ag-Zn est très sensible au traitement thermique et à la composition.
- ✓ MIKKOLA et al. [93] ont mesuré (densité de faute) sur des échantillons de Cu 14.3%at.Al présentant des degrés d'ordre différents, les valeurs obtenues se sont révélées croissantes avec le degré d'ordre ; cette constatation semble indiquer que la largeur de dissociation des dislocations partielles augmente avec le degré d'ordre.
- ✓ Par contre COHEN et al. [94] pensent que les fautes pourraient être moins étendues dans les alliages présentant l'O.C.D étant donné que des contraintes plus élevées sont nécessaires pour causer leur propagation.
- ✓ THOMAS [95] a étudié deux alliages de Cu-Zn trempés ($T_{\text{trempé}} = 1073 \text{ K}$) ; les résultats suggèrent que la présence de l'O.C.D conduit à une croissance de γ ; la validité de cette interprétation a été soutenue par l'observation de dislocations appariées dans les échantillons contenant les plus petits nœuds.
- ✓ MATSUO et al. [70] ont étudié des alliages de Cu-Al (α) et ont relié l'O.C.D à l'absorption d'énergie par le matériau au cours de son chauffage. Les résultats obtenus

sont similaires à ceux de CLARBROUGH [92] pour les Cu-Zn et Ag-Zn ; le degré d'O.C.D est devenu alors une fonction sensible aux traitements thermiques et à la composition.

- ✓ GAUDING et al. [78] ont présenté un modèle qui décrit la structure des alliages de Cu-Al ordonnés à courte distance comme un arrangement de micro - domaines contigus (de taille $10-20 \text{ \AA}$), séparés par des limites diffuses enrichies par un seul constituant.

- ✓ EPPERSON et al. [96] ont utilisé la diffusion uniforme des rayons X pour l'étude de la structure de l'O.C.D dans les alliages monocristallins de différentes teneurs : de 4 à 15% at.Al. Leurs résultats rejoignent ceux des autres auteurs concernant sa variation avec la composition de l'alliage, la température de trempe et de recuit. Ils ont montré qu'il n'était pas possible de conserver l'ordre de haute température après trempe à l'eau depuis la température de recuit (573 – 623 K), dans la majorité des monocristaux. Avec cette méthode, ils observent des petits domaines ordonnés pour les concentration allant de 13.56% à 14.76% at.Al. pour les alliages contenant beaucoup moins que 9% at.Al, l'O.C.D est très faible pour une concentration inférieure à 5-6%at.Al.

- ✓ Une étude bibliographique détaillée concernant l'O.C.D dans les alliages binaires a été effectuée par SAISSI [97].

II-5-5- Microstructure des alliages Cu-Al (α) :

L'arrangement et la mobilité des dislocations dans les métaux sont contrôlés par plusieurs facteurs dans la déformation, la contrainte et la température.

- ✓ Il est connu [98] que l'arrangement des dislocations dans les alliages de Cu-Al n'est pas le même que celui dans Cu.

- ✓ F.I. GRACE et al [71] observent pour le cuivre pur ainsi que pour l'alliage Cu-Al 2% en masse une structure cellulaire des dislocations contre une structure coplanaire pour les alliages de Cu-Al contenant respectivement 4.5% et 8 % massique. (faible énergie de faute d'empilement, respectivement 7 et 4 erg / cm².)
- ✓ PANDE et al. [99] ont observé en microscope électronique à transmission l'arrangement des dislocations dans deux monocristaux de Cu-Al (2.2%at.Al et 10.2%at.Al) contenant des densités de dislocation de l'ordre de 10⁸ mm⁻² après déformation de 1% par cisaillement à l'ambiante (dans le stade I). ils obtiennent ainsi des arrangements de multipôles des dislocations presque coins similaires dans les deux alliages.

Dans Cu 2% at.Al la densité des dislocations vis est faible contrairement à celle observée dans Cu10% at.Al proche de celle des dislocations coins.

Les dipôles observés sont plus longs dans Cu10% at.Al et les paires de dislocations sont mieux alignées. On observe également de nombreux groupes de dislocations désappariées contrairement au cas de l'alliage à 2% at.Al. les dipôles imparfaits n'ont été observés que dans Cu2% at.Al.

Les structures des multipôles de dislocations du système de glissement primaire dans un monocristal de Cu10%at.Al faiblement déformé ont été observées par microscopie électronique, (FUJITA et al. [100]). L'énergie de faute d'empilement de l'échantillon est faible ; par conséquent le glissement dévié des dislocations est difficile. Cependant des dipôles de dislocations vis ou coins sont constamment formés et se développent en multipôles ; ces dernières sont divisés en plusieurs blocs se déplaçant le long des plans de glissement dévié actifs et la structure des dislocations dans chacun des blocs formés est différente, les auteurs notent la formation de boucles de dislocations allongées le long des plans de glissement dévié, ainsi que des lignes de dislocations en zigzag contenant des dislocations coins contiguës et de signes opposés dans les deux plans de glissement dévié.

- ✓ GUAN [101] a fait une étude en microscopie électronique à transmission sur des Cu-Al polycristallins de teneurs 3%, 7%, 9% et 14% at.Al après une déformation microplastique. Une structure cellulaire, où la plupart des dislocations occupent les

parois de cellules a été observée sur l'alliage à 3% at.Al, remplacée par empilements de dislocations sur l'alliage de 7% at. Al. L'échantillon de Cu 9% at. Al représente davantage d'empilements plus importants ; ceux observés à 14% at.Al sont développés d'une manière plus dense et sont plus petits que pour les autres teneurs : pour cette concentration, des observations faites sur un échantillon non déformé montrent une quantité d'empilements plus faible que celle de l'échantillon déformé.

*En conclusion nous pouvons retenir que la structure des dislocations dans les alliages de Cu-Al dépend fortement de la nature et du taux d'écroutissage subis par l'échantillon. Les microstructures obtenues sont stables mais hétérogènes.

*Le comportement des dislocations dans ces alliages dépend de l'énergie de faute d'empilement ; sa décroissance rend le glissement dévié difficile.

Chapitre III

Les techniques expérimentales

III-1- Elaboration des échantillons :

L'échantillon que nous avons utilisé pour cette étude est un monocristal de Cuivre - Aluminium de teneur 9.3% at. d'Aluminium élaboré au laboratoire de Métallurgie physique de l'université de Poitiers.

III-1-1- Préparation des monocristaux :

La méthode de Bridgman a été utilisée. La monocristallisation a été effectuée dans des fours PCF à lame d'eau avec un gradient thermique de 45°C/cm et une vitesse de descente de 8 mm/h ; le cristal obtenu a été soumis à un refroidissement lent de 75°C/h ; les monocristaux résultant de cette opération présente un diamètre de 19 mm et une longueur variant de 8 à 12 cm. L'aluminium a été dosé directement par spectrométrie d'absorption atomique.

III-1-2- Usinage :

L'éprouvette utilisée a été taillée dans un monocristal « brut » d'élaboration avec une vérification constante de la direction à l'aide des clichés de Laue en retour ; une fois l'orientation définie suivant un axe de symétrie, l'éprouvette a été découpée par abrasion à l'aide d'une machine à fils (figure III-1). Afin d'éliminer les traces d'usinage, l'échantillon a été poli chimiquement ; sa taille moyenne définitive est de (40×4×1) mm³.

III-1-3- Traitements thermiques :

Ce monocristal a ensuite subi un recuit d'homogénéisation de 48h à 1250 K sous un vide de 10⁻⁶ Torr, suivi d'un refroidissement lent à 50°C par heure environ. Ce recuit élimine les contraintes internes résiduelles et achève l'homogénéisation de la solution solide.

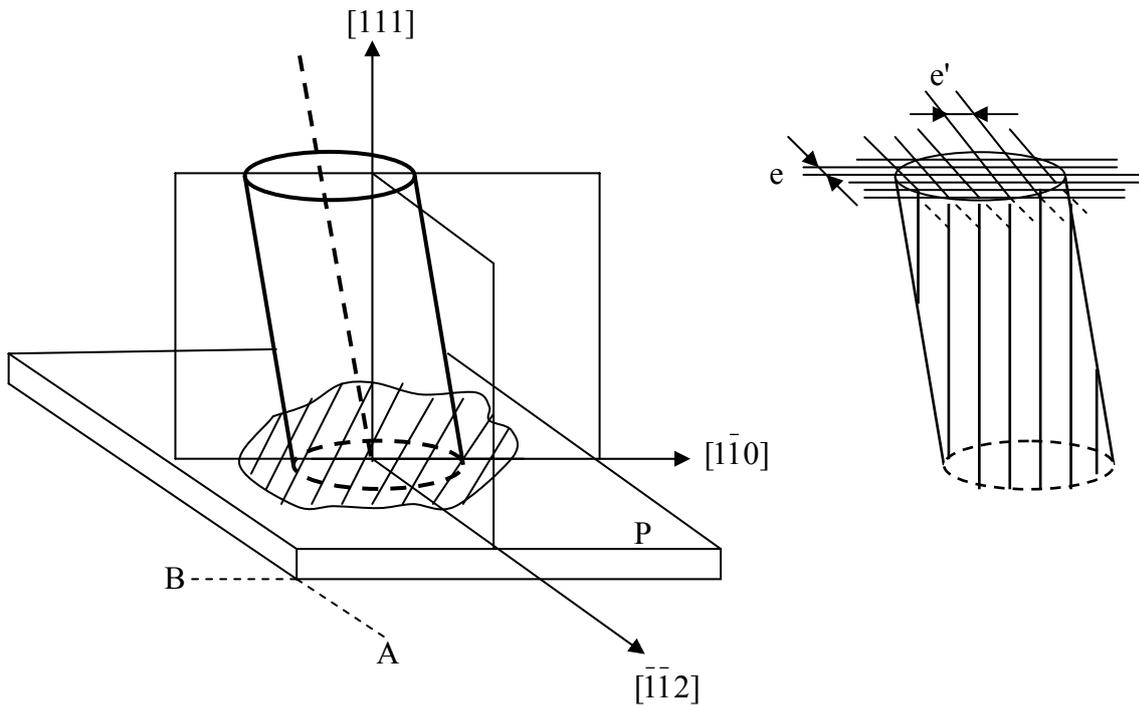


Figure III-1- Découpage d'un monocristal d'axe $[111]$ sur une machine multifils.

III-1-4- composition des métaux purs et de l'alliage élaboré : Obtenue par J. Vergniol au LMP de l'université de Poitiers.

Cuivre : titre nominal 99.9998 %.

Impuretés : Ag, Fe, Ni, Sb, Pb.

Chaque élément < 0.5 ppm.

Aluminium : titre nominal 99.999 %.

Impuretés : Si = 4 ppm.

Fe = 2 ppm.

Cu = 1 ppm.

Alliage : impuretés : Fe, Mn, Si, Zn, chacun < 10ppm.

Sn, Ni < 5 ppm.

Pb < 1 ppm.

Cd, Ag, Cr, Co, Be, Bi, As, Sb : non détectés.

III-2- Etude de l'orientation et la microstructure par les rayons X :

III-2-1- Méthode de Laue en retour : [48]

III-2-1-1- Généralités :

Un monocristal placé aléatoirement dans un faisceau de rayons X n'émet en général pas de rayons diffractés. La relation de Bragg : $2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$ doit être satisfaite pour que la diffraction soit observée.

Historiquement, cette technique est la première à avoir été mise en œuvre. L'expérience initiale a été réalisée en 1912 par W. Friedrich et P. Knipping selon les suggestions de M. Yvon Laue.

III-2-1-2- Dispositif expérimental :

L'échantillon est en général collé sur une tête goniométrique qui autorise une orientation précise du cristal par rapport au faisceau incident. Ce faisceau est obtenu en plaçant un collimateur contre la fenêtre de sortie du tube à rayons X. Ce collimateur limite la divergence du faisceau. Avec une anticathode classique, la gamme des longueurs d'onde utilisable est comprise entre $\lambda_{\min} \approx 12400/V$ et λ_{\max} de l'ordre de 3 Å. Le rayonnement non filtré d'une anticathode de Cu fonctionnant sous une tension de 35 KV est également souvent utilisé pour les diagrammes de Laue.

Les taches de diffraction sont le plus souvent enregistrées sur un film photographique plan, placé à quelques centimètres du cristal, perpendiculaire au faisceau incident.

Les clichés sont enregistrés soit en **transmission** (échantillons minces ou peu absorbants) avec la configuration de la figure (III-2-a), soit en **réflexion** appelé aussi montage en **retour** (échantillons massifs) avec la configuration de la figure (III-2-b) : méthode utilisée dans ce travail.

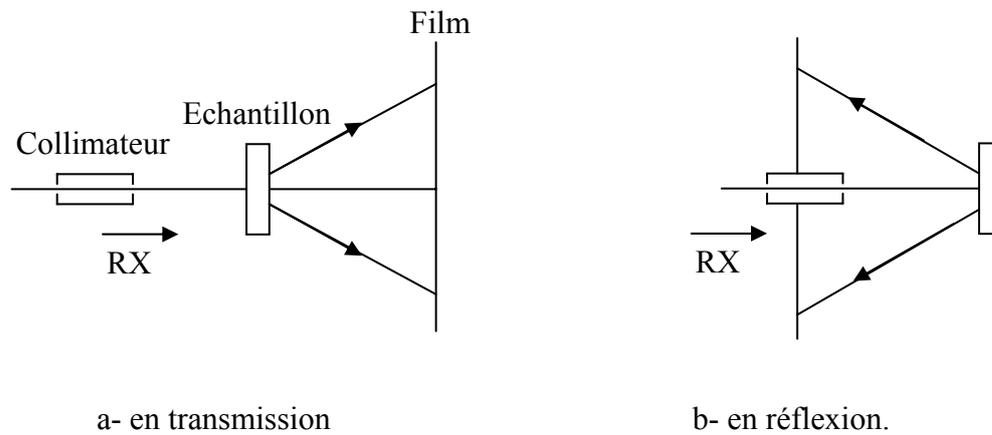


Figure III-2- méthode de Laue.

III-2-1-3- Principe de la méthode :

Les deux caractères essentiels des diagrammes de Laue :

1. Chaque tache du diagramme correspond à une famille de plans réticulaires ($nhnknl$) (avec $n = 1, 2, 3 \dots$) dont la direction est donnée par la direction du rayon diffracté. En effet, la normale au plan réflecteur, ON , est la bissectrice extérieure des rayons incident et réfléchi s_0 et s (figure III-3).

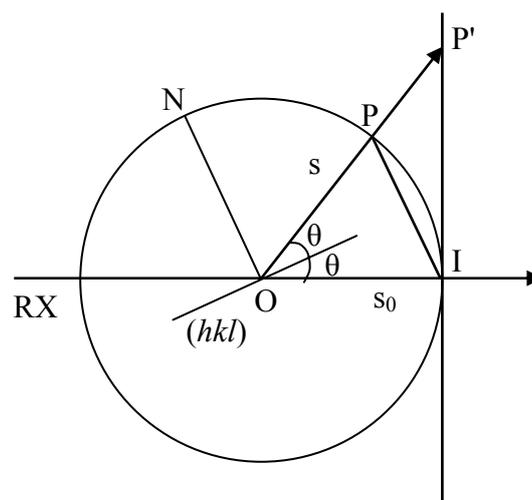


Figure III-3- Principe de la formation d'une tache de Laue.

2. Il est impossible de savoir quelle longueur d'onde a contribué à la formation d'une réflexion. En conséquence, un diagramme de Laue ne peut pas renseigner sur les distances réticulaires, donc sur les paramètres de la maille cristalline.

L'observation des diagrammes de Laue montre que les taches de diffraction sont distribuées sur des ellipses, sur des hyperboles ou encore sur des droites, ces courbes sont le lieu des taches qui correspondent à des familles de plans réticulaires ayant le même axe de zone. Soit α l'angle entre l'axe de zone et le faisceau incident ; si le diagramme est réalisé en transmission, α est inférieur à 45° ; les courbes zonales sont des ellipses. Pour les clichés en réflexion ($\alpha > 45^\circ$) ce sont des hyperboles.

III-2-1-4- Interprétation des diagrammes de Laue en retour en utilisant l'abaque de Greninger :

Dans les diagrammes de Laue en retour, les taches sont toujours sur des hyperboles ne contenant pas le centre du diagramme ($\alpha > 45^\circ$).

Dans le plan du film (figure III-4) la position d'une hyperbole quelconque peut se définir par l'asimuth γ angle de son axe avec une direction repère IZ et par la distance IH de son sommet au centre du diagramme et donc l'angle φ , car : $|IH| = D \operatorname{tg} 2\varphi$

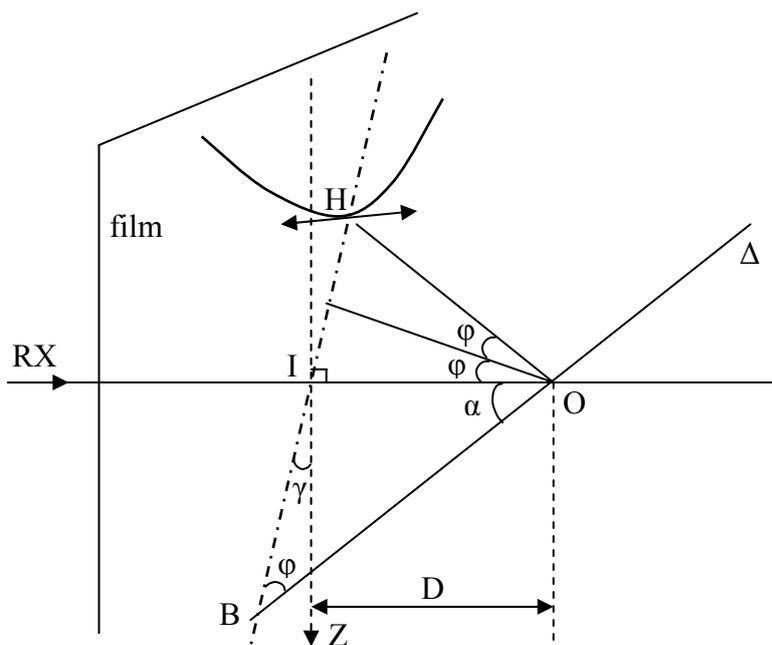


Figure III-4- La position d'une hyperbole sur un film.

Ces deux grandeurs permettant de déterminer la position de l'axe de zone Δ dans l'espace.

Les mesures de φ et γ sont facilitées par l'emploi de l'abaque de Greninger (figure III-5) contenant deux faisceaux d'hyperboles perpendiculaires. Dans chaque faisceau les hyperboles correspondant à des angles variant de 2° en 2° . L'abaque est établie pour une distance film-échantillon déterminée (dans notre cas $D = 3\text{cm}$).

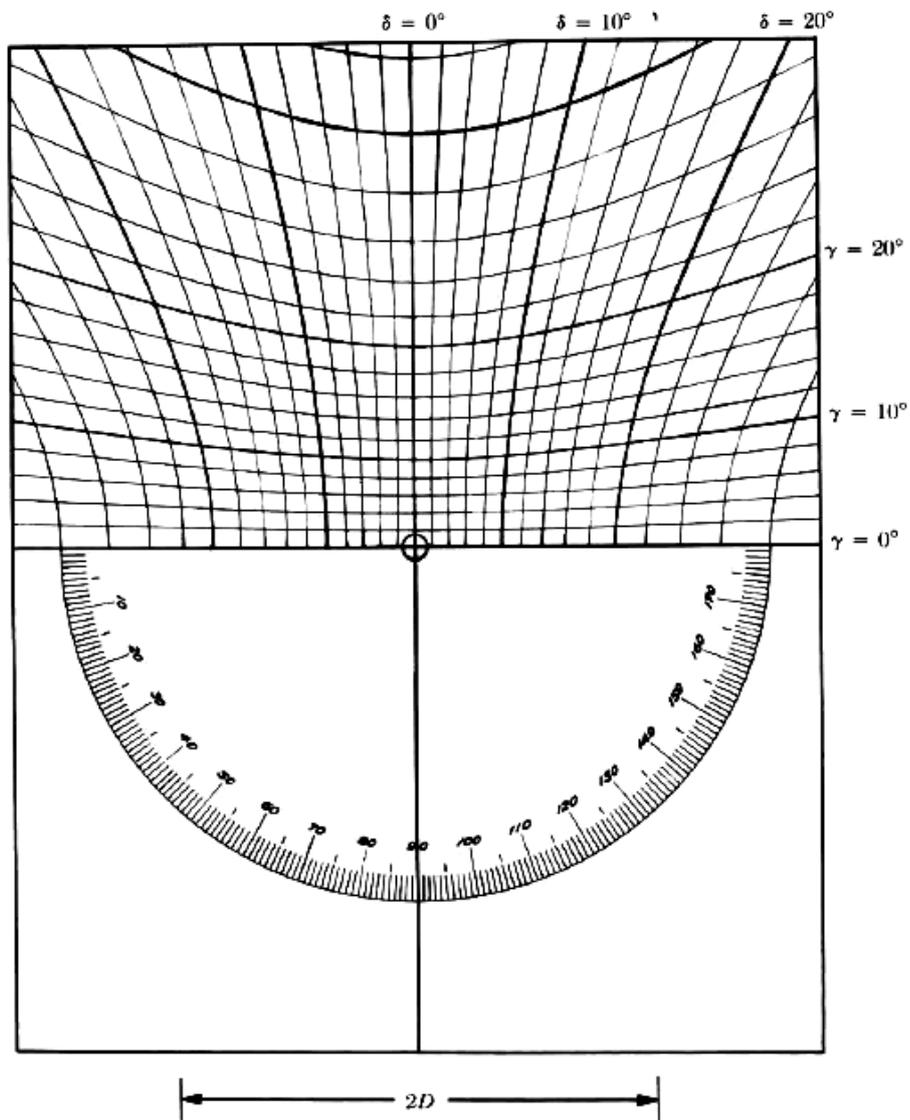


Figure III-5- Abaque de Greninger.

Pour interpréter ces clichés, il faut tout d'abord chercher les trois spots les plus importants sur chaque cliché. Ceux-ci correspondent aux réflexions de plus bas indices, ils sont les plus apparents (les plus noirs) et correspondent à l'intersection de plusieurs courbes zonales principales. Sur un papier calque, nous reportons les taches les plus importantes et indiquons le centre du diagramme ainsi que les directions verticales et horizontales.

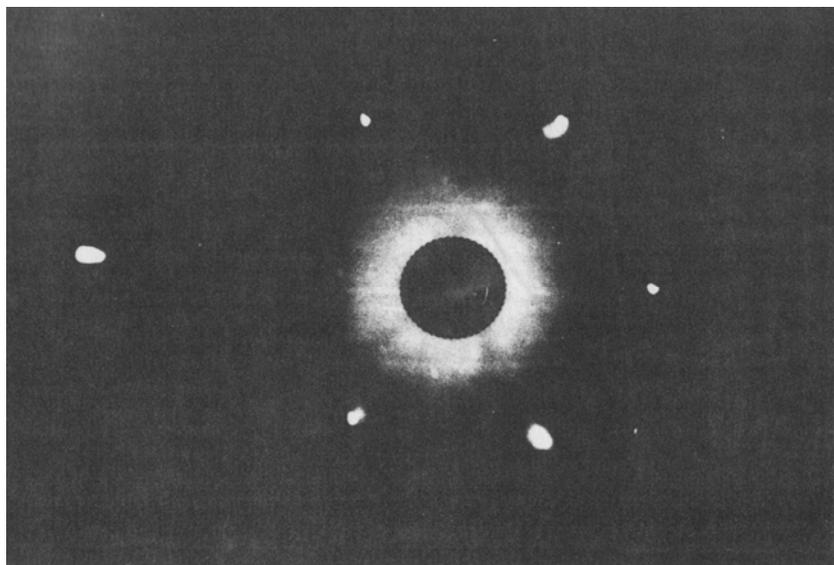
En gardant le centre du tracé au centre de l'abaque de Greninger et tout en tournant autour de celui-ci, on amènera deux des spots (que nous appellerons S_1 et S_2) les plus importants sur un même méridien (γ constante). La différence entre les valeurs des parallèles sur lesquels se trouveront ces deux spots donnera ainsi directement l'angle entre les deux normales $n_1(h_1k_1l_1)$ et $n_2(h_2k_2l_2)$ correspondants aux plans $(h_1k_1l_1)$ et $(h_2k_2l_2)$ ayant respectivement diffracté en S_1 et en S_2 .

En répétant l'opération pour les deux autres paires de taches de diffraction, on obtiendra les trois angles entre les trois normales aux plans diffractant. Les indices hkl des trois réflexions principales sont alors obtenus immédiatement à partir des tables distribuées (tables qui donnent les angles entre les normales aux différents plans d'un cristal cubique).

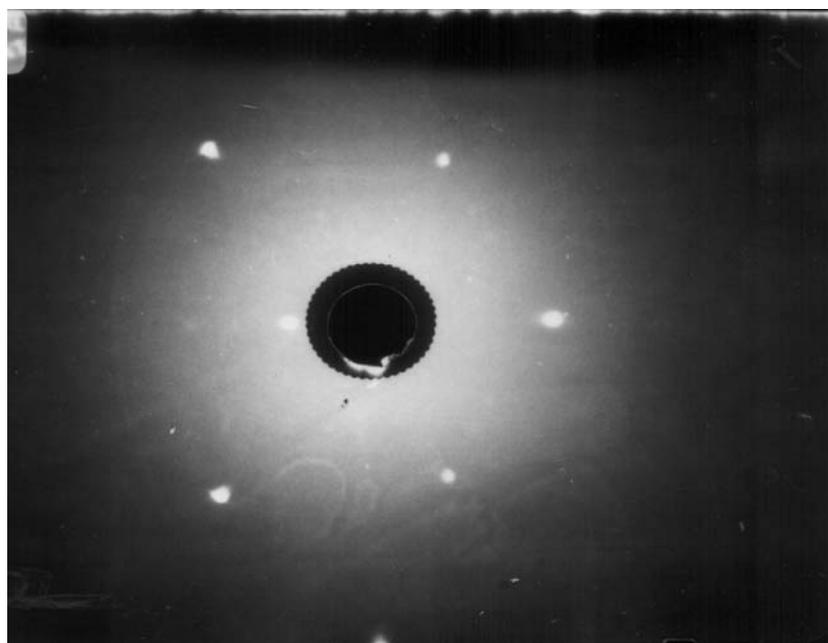
III-2-1-5- Orientation :

Après le recuit d'homogénéisation, l'orientation a été vérifiée par clichés de Laue en retour sur les extrémités (figure III-6) percées par électroérosion. Le tube de RX utilisé est à anticathode de cuivre alimenté sous une tension de 30 KV et un courant de 5 mA. Le faisceau incident est dirigé normalement à la surface de l'échantillon et on enregistre les taches de Laue diffractées sous grands angles, sur une plaque plane comportant le film traversé en son centre par les rayons primaires. La distance film – cristal est de 3 cm. Les dépouillements des clichés obtenus sur notre échantillon à l'état brut d'élaboration (après recuit d'homogénéisation) ont été effectués à l'aide du réseau de Wulf, de l'abaque de Greninger et des projections stéréographiques standards des métaux CFC. Après étude des clichés, une symétrie de 60° s'est révélée (figure III-7), ce qui nous laisse conclure que la projection stéréographique est sur le plan (111) ; ainsi

les plans diffractants sont du type (111) d'où l'orientation préférentielle suivant les directions $\langle 111 \rangle$ (figure III-8).

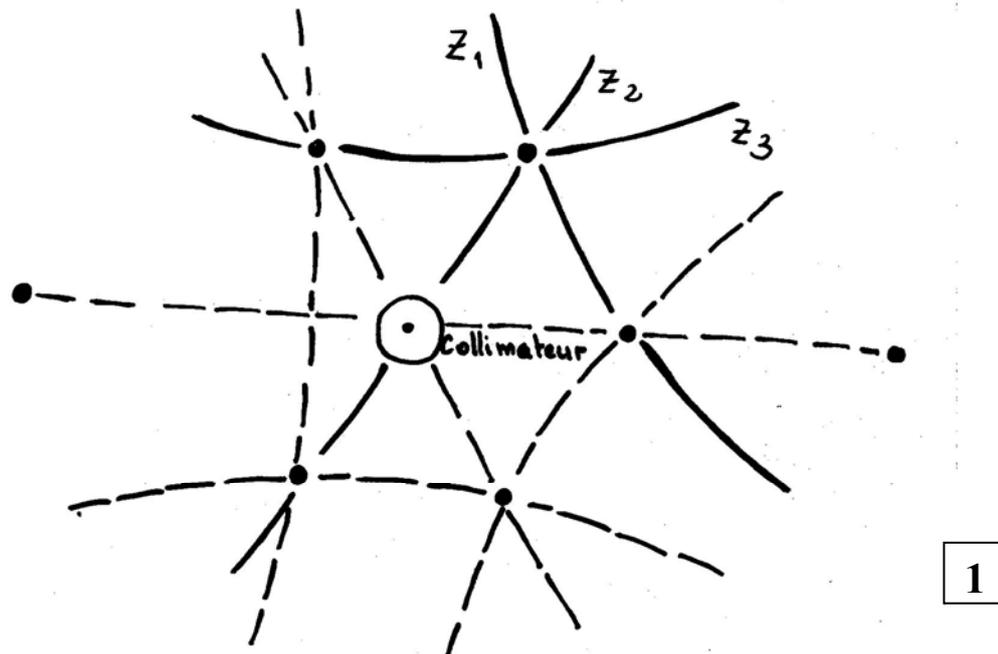


1

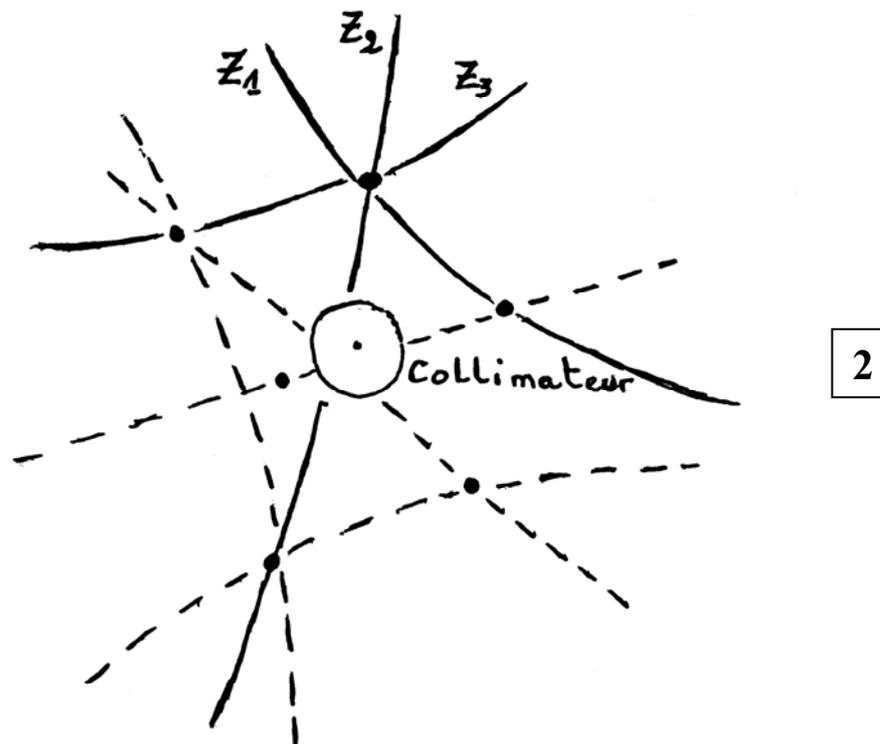


2

Figure III-6- Clichés des diagrammes de Laue en retour des extrémités de l'éprouvette.



1



2

Figure III-7- Dépouillement des diagrammes de Laue en retour des extrémités de l'éprouvette.

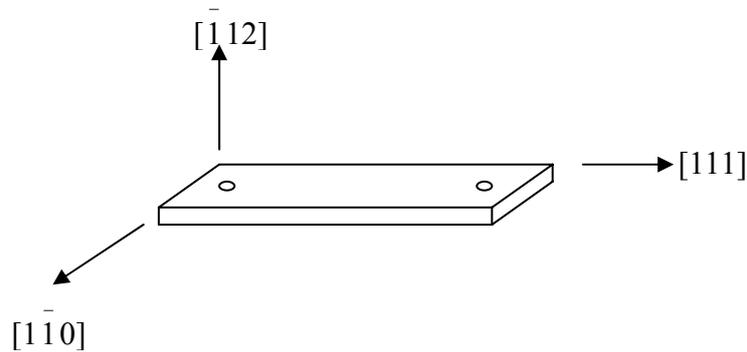


Figure III-8- Directions d'orientation de l'échantillon.

III-2-2- Méthode de Lambot-Vassamillet :

Le montage de Lambot-Vassamillet [49], permet d'opérer sur les échantillons monocristallins aussi bien par réflexion que par transmission, donc d'examiner des éprouvettes d'épaisseur quelconque, ainsi est intéressante dans le cas des faibles désorientations où les diagrammes de Laue en retour ne sont pas sensiblement modifiés.

Pour étudier par les RX les désorientations de la structure, nous avons alors utilisé la méthode de Lambot et Vassamillet à l'aide d'un goniomètre de texture SIEMENS. Un faisceau convergent issu d'un monochromateur dissymétrique de GUINIER arrive sur l'échantillon sous la forme d'une raie de 1 cm de longueur sur 0,1 mm de largeur environ. On étudie alors la répartition de l'intensité diffusée dans la direction correspondant à la réflexion sur un système de plans réticulaires (dans notre cas $\{111\}$) dont l'angle nous est donné par la relation de BRAGG en rapport avec la radiation choisie (raie $K_{\alpha 1}$ du cuivre). Si le cristal est parfait (figure III-9-a), un seul rayon peut être réfléchi et l'on enregistre sur un film placé à 1m, une raie unique et fine dont la largeur dépend de la section du faisceau monochromatique. Si le cristal n'est pas parfait (figure III-9-b), alors différents rayons du faisceau incident peuvent rencontrer des plans réflecteurs sous l'incidence de BRAGG et la divergence du faisceau réfléchi représente la désorientation maximale des plans cristallins.

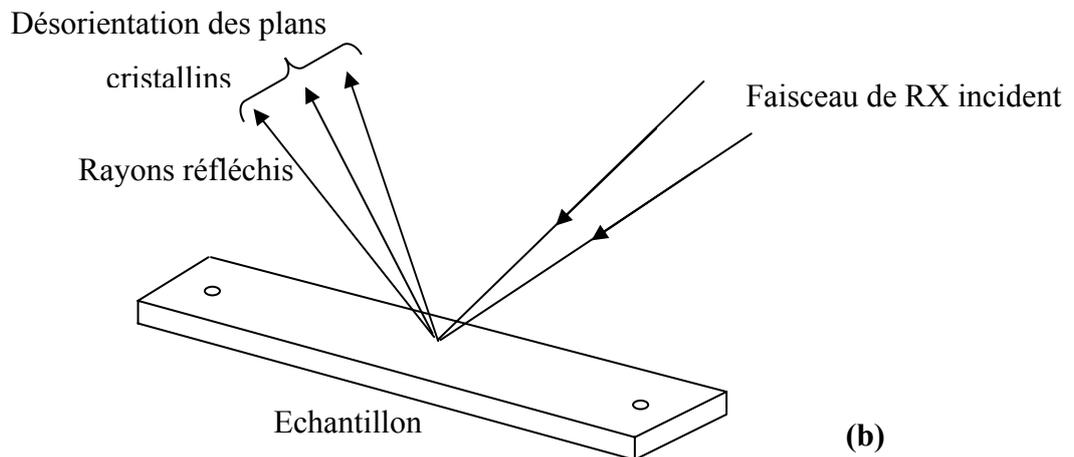
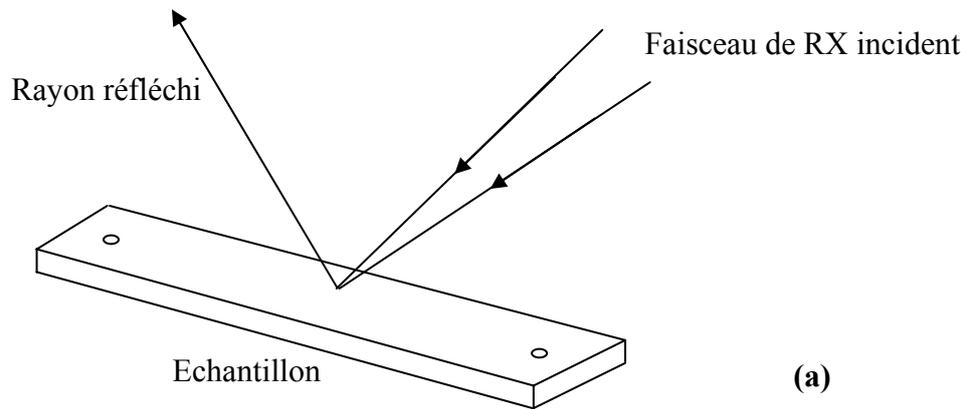


Figure III-9- (a) : cristal parfait.

(b) : cristal imparfait.

Le tube à RX utilisé, à anticathode de Cu est alimenté sous 25 KV et 5 mA. Avec un micro-foyer de $1 \times 0,1$ mm. La dimension du faisceau incident était de l'ordre de $10 \times 0,1$ mm en l'absence du collimateur en avant du goniomètre. Le temps de pose est déterminé approximativement au préalable par la mesure de l'intensité de la tache au niveau du film disposé à 1 m de l'échantillon (1 heure environ).

Le faisceau divergent (l'ouverture angulaire des rayons sortant du tube est diminuée avec la fente F_1) qui en est issu est envoyé sur un monochromateur qui fait converger les rayons incidents sur une petite surface rectangulaire. Le réglage de ce monochromateur est effectué par voie photographique de manière à obtenir la séparation nette de $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$. Dans ses conditions, la section minimum du faisceau utilisé se compose de deux bandes minces d'environ 50 microns de largeur sur quelques millimètres de hauteur (celle-ci étant d'ailleurs réglable par la fente F_2). L'élimination de $K_{\alpha 2}$ peut aisément s'effectuer à l'aide d'un couteau effilé disposé au voisinage du point de focalisation, et le monocristal étudié est placé exactement en ce point sur un goniomètre de texture SIEMENS et le film placé à 1 mètre de ce dernier (figure III-10) [49]. L'angle moyen d'incidence est égale à l'angle de BRAGG pour un système de plans réticulaires donnés (la diffraction sur les plans $\{111\}$ pour le monocristal étudié), la rotation de l'échantillon sur lui-même et son inclinaison permettaient la localisation du faisceau diffracté ; le temps de pose moyen était de l'ordre d'une heure. La désorientation maximale des plans cristallins à l'intérieur de la zone irradiée est déterminée par la largeur de la tache obtenue sur le film, cette méthode offre dans ces conditions une très bonne sensibilité.

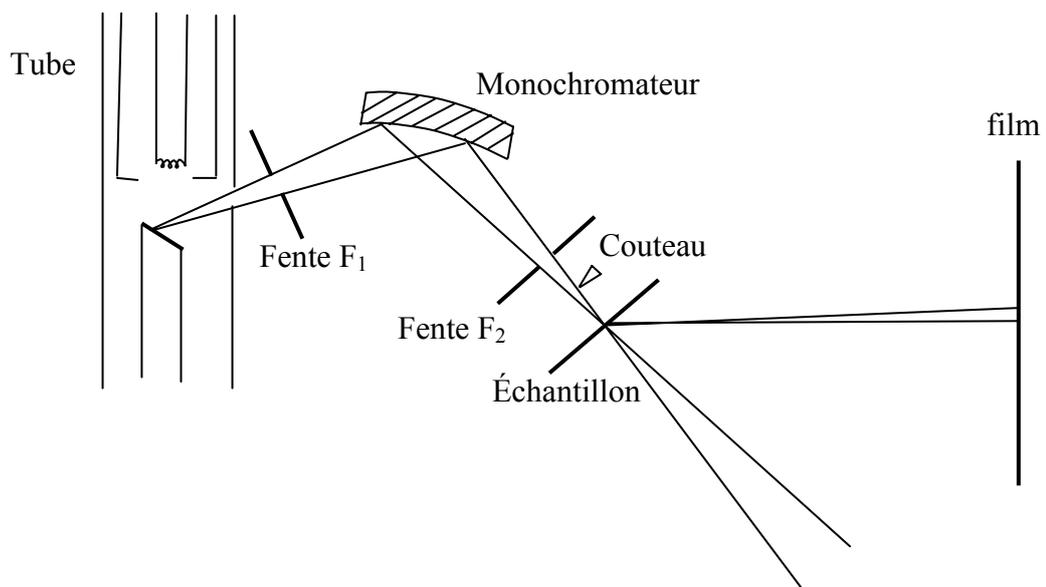


Figure III-10- Schéma du dispositif expérimental.

La sensibilité angulaire de la méthode est très appréciable malgré les petites dimensions du volume exploré.

L'examen des taches de diffraction des RX d'un monocristal peut nous renseigner sur son état microstructural, en effet la forme de la tache est reliée à la densité de dislocations. L'élargissement de la tache est en général maximum pour les plans normaux au vecteur de Burgers, la striation quant à elle indique une polygonisation.

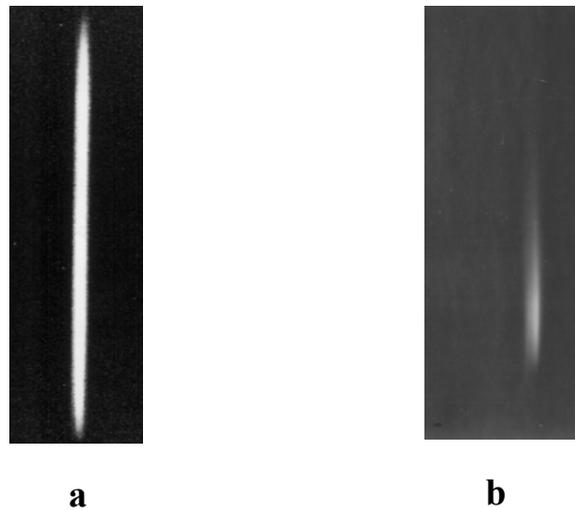


Figure III-11- (a) : Tache relative au faisceau incident.

(b) : Tache relative à l'échantillon.

La tache relative au faisceau incident ainsi que celle obtenue pour notre échantillon par cette méthode après les premiers essais (la 1^{ère} montée puis la descente après un recuit à 1178 K) sont représentées sur la figure III-11.

Nous pouvons constater que la tache semble n'être formé que d'un bloc, la structure est alors ordonnée. Aucune striation de la tache n'est perceptible, ce qui semble exclure toute polygonisation de l'échantillon.

III-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 Woirgard et al. [48]. 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. [51] 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-12 à III-15 représentent respectivement une vue d'ensemble de l'appareil, son plan général et le détail du système de détection.

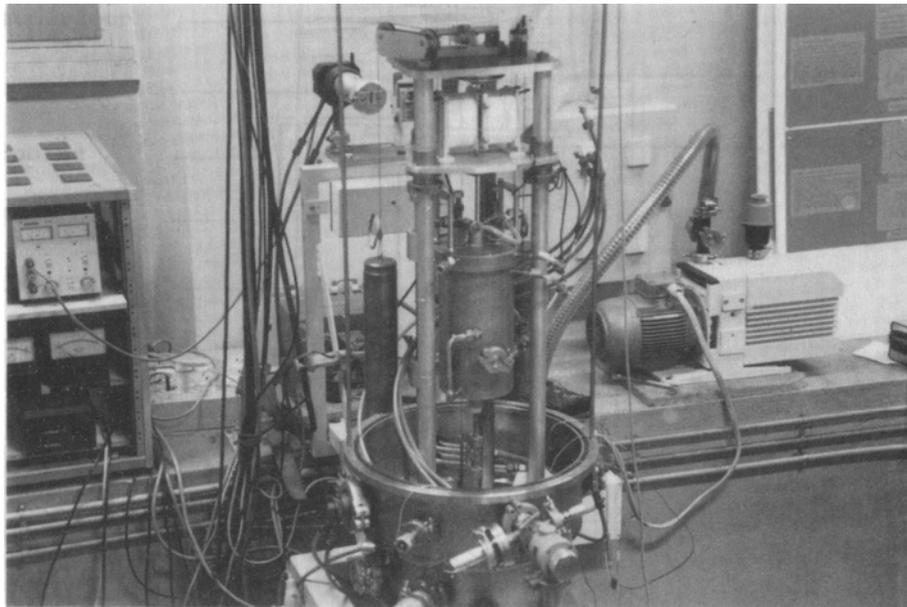


Figure III-12

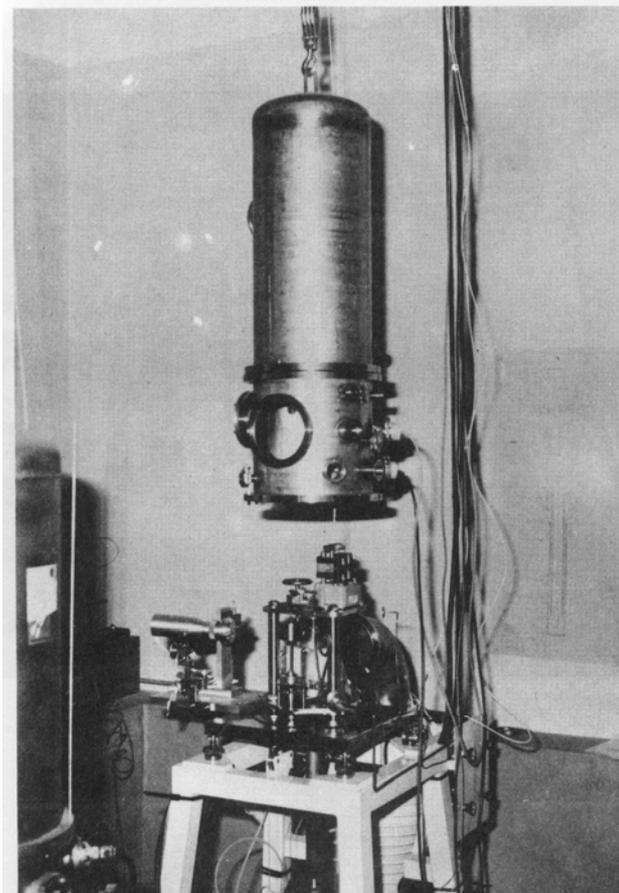
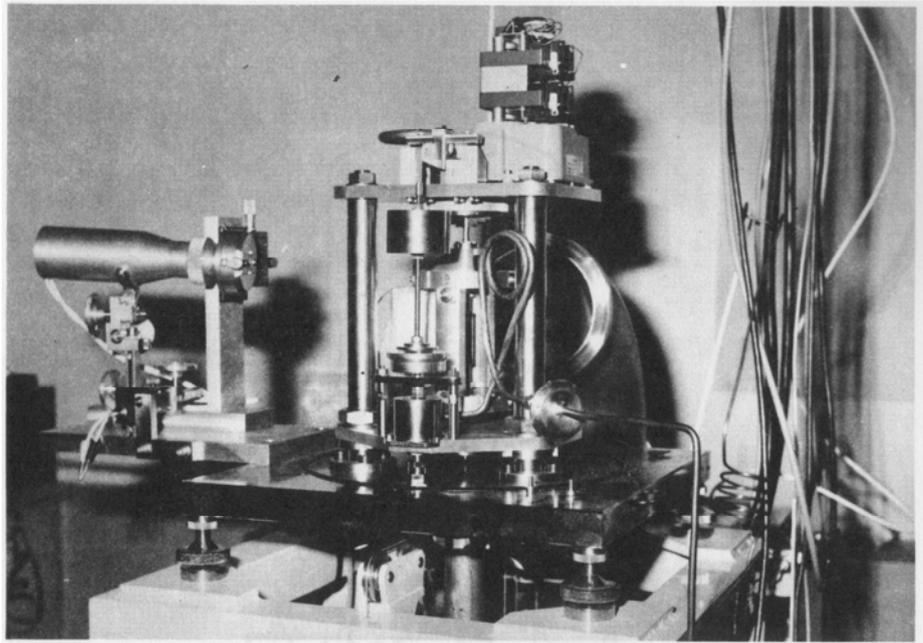


Figure III-13

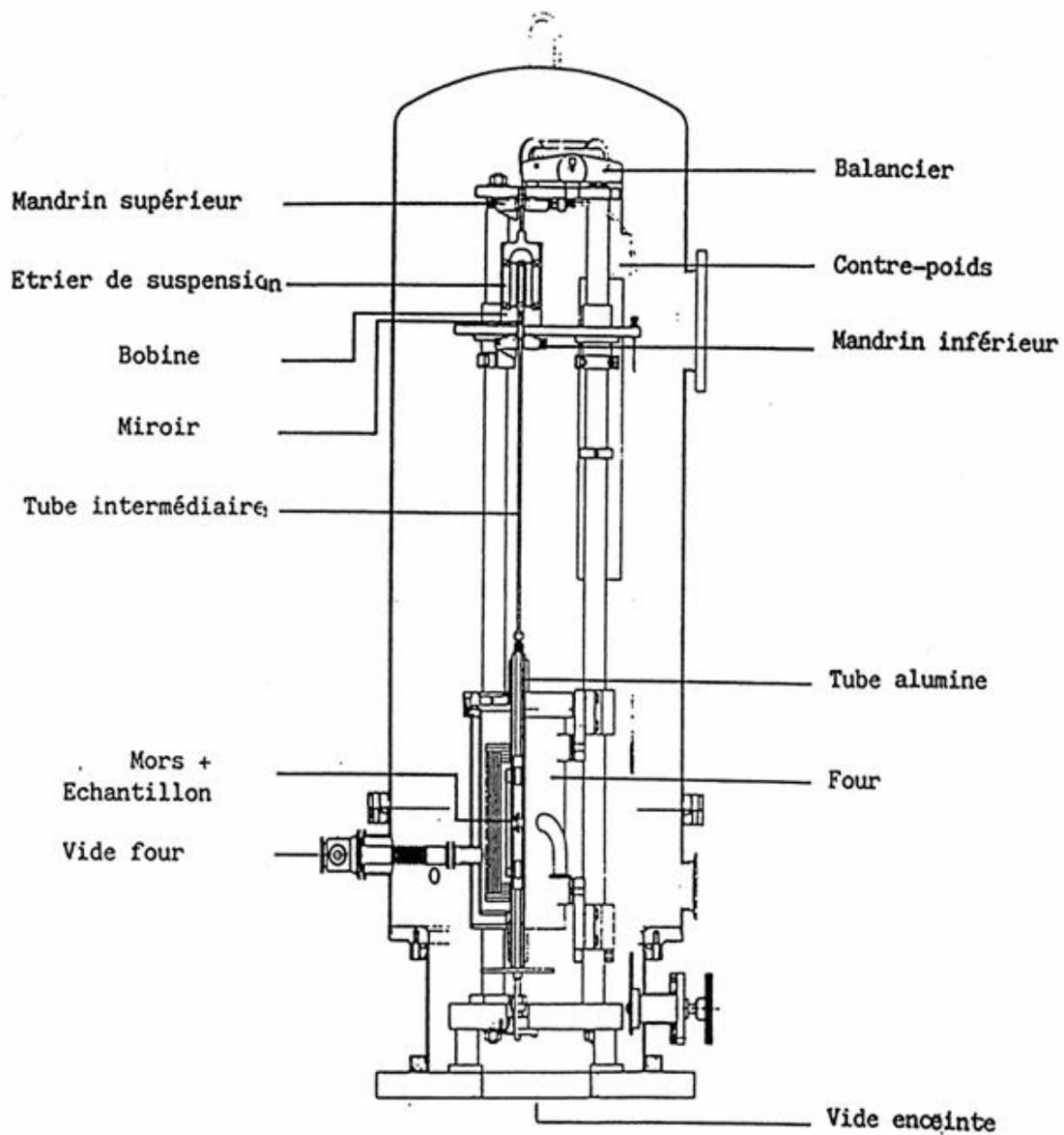


Figure III-14- Plan général du pendule de torsion inversé.

III-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.

III-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-15 est représenté le schéma de principe de la détection.

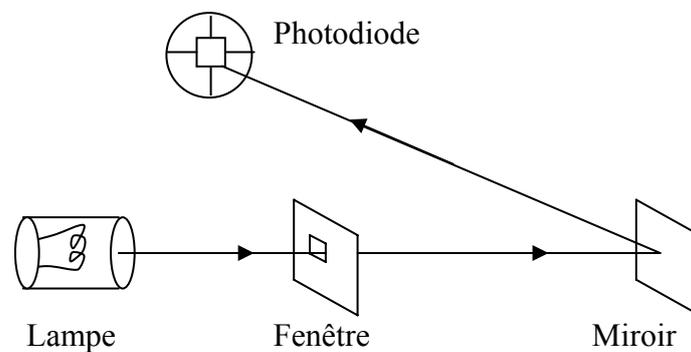


Figure III-15- Schéma de principe de la détection.

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

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

Les essais peuvent se faire à température stabilisée soit à amplitude de déformation, soit à contrainte imposée, en balayage linéaire ou logarithmique de fréquence. Les éprouvettes utilisées pour les mesures ont une forme lamellaire et sont serrées par des mors de fixation en alliage réfractaire permettant d'opérer sous vide jusqu'à 1570 K. la figure (III- 16) représente la forme des mors et d'un échantillon.

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.

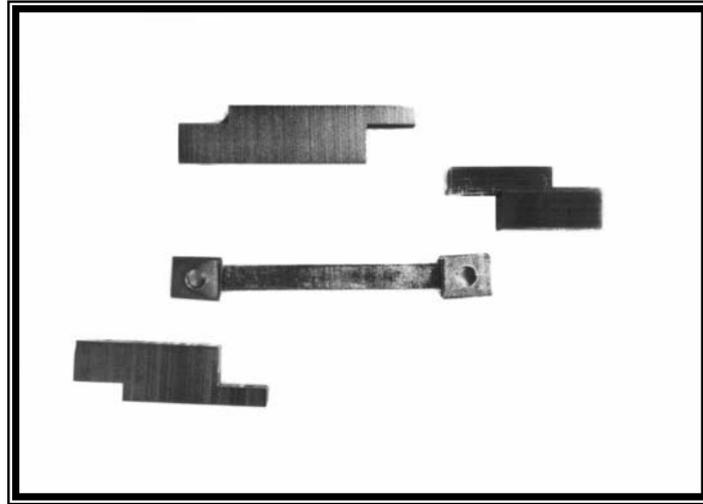


Figure III-16- Schéma de la forme des mors et d'un échantillon.

III-4- Mode d'écroutissage des échantillons :

L'échantillon de cette étude a été écrouti par flexion à très faibles taux de déformation (1 % en flexion). Pour cela l'éprouvette a été enroulée autour d'un cylindre dont le rayon a été déterminé par la déformation maximale voulue, puis redressée.

Dans le cas de la déformation considérée : 1% en flexion, le rayon de courbure est de l'ordre de 10 cm, une telle déformation produit dans le cristal une distribution hétérogène de dislocations ainsi que des scissions dans les plans de glissement. Les boucles de dislocations introduites par la déformation sont essentiellement des paires de dislocations coins de signe opposés, parallèles à l'axe de flexion (J.Friedel, [52]) (figure III-18).

Le calcul de la densité ρ des dislocations de vecteur de Burgers b introduite par écroutissage est donnée par : $\rho \approx \frac{1}{Rb \cos \alpha}$

Dans le cas où les plans de glissement sont parallèles aux faces de l'éprouvette, on a :

$$\rho = \frac{\sum \ell_i}{V} \text{ où } \ell_i \text{ représente la longueur de la dislocation } i.$$

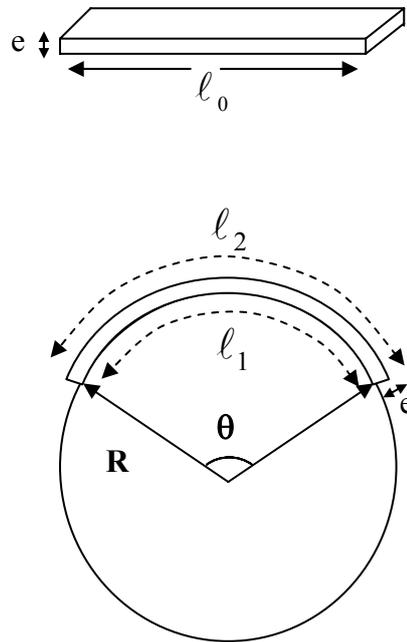


Figure III-17- Mode de flexion de l'éprouvette.

$$n = \frac{l_2 - l_1}{b} \quad \text{avec : } l_1 \approx R\theta \quad \text{et} \quad l_2 \approx (R + e)\theta$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{(R + e)\theta - R\theta}{\frac{(R + e)\theta + R\theta}{2}} = \frac{2e}{2R + e}$$

$$\text{d'où : } R = \frac{e(2 - \varepsilon)}{2\varepsilon}$$

Dans le cas d'une déformation de 1% , le rayon de courbure R sera de l'ordre de 10 cm.

La densité de dislocations introduites par la déformation sera : $\frac{n\ell}{V}$; n étant leur

$$\text{nombre. } n = \frac{(R + e)\theta - R\theta}{b} = \frac{e\theta}{b}$$

$$V = \iiint dV = \iint \ell ds \quad \text{Avec} \quad ds = r dr d\theta$$

$$\text{Ainsi,} \quad S = \int_R^{R+e} r dr \int_0^\theta d\theta = \frac{\theta}{2} [(R+e)^2 - R^2] \quad \text{et} \quad V = \frac{\theta \ell}{2} [2Re + e^2]$$

e étant de l'ordre du mm ; e^2 sera négligeable devant $2Re$ d'où : $V = e\ell R\theta$

$$\text{et} \quad \rho \approx \frac{1}{Rb}$$

Pour une amplitude de déformation de 1 % ; $R \approx 10\text{cm}$. Si on considère que le vecteur de Burgers est de l'ordre de l'Angström, alors : $\rho \approx 10^7 \text{cm}^{-2}$.

Dans le cas d'un seul plan de glissement faisant initialement un angle α avec la surface

de l'éprouvette, $\rho \approx \frac{1}{Rb \cos \alpha}$ Pour une flexion régulière, α est très petit, donc :

$\cos \alpha \approx 1$, la valeur de ρ se retrouve dans cette nouvelle formule.

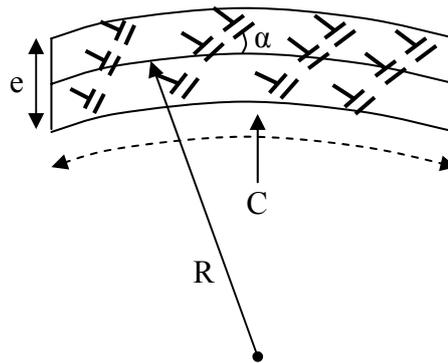


Figure III-18- Mode d'érouissage.

III -5- 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. Ces mesures diffèrent considérablement des mesures effectuées avec les pendules classiques opérant à fréquence fixe par paliers de température.

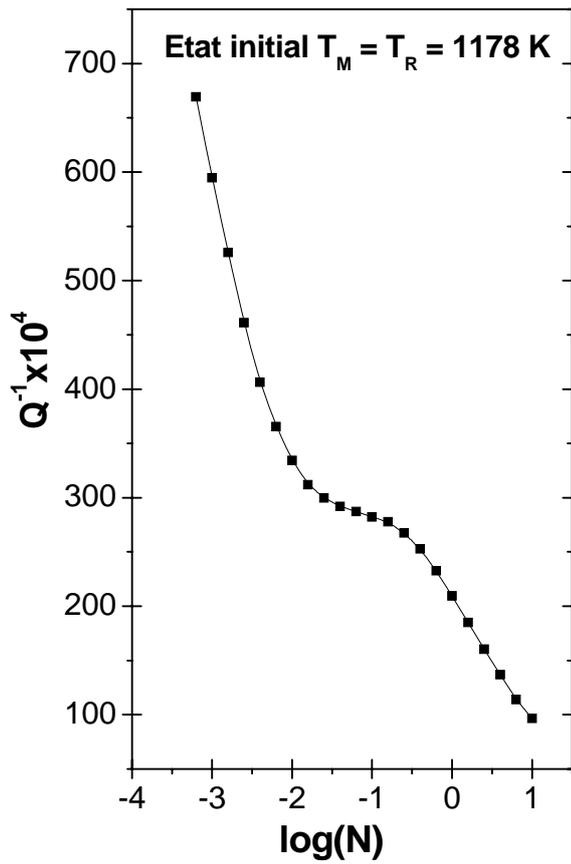
III -6- Dépouillement des résultats expérimentaux:

Les mesures du frottement intérieur obtenues à l'aide du pendule décrit correspondent généralement à des pics de relaxation superposés à un fond continu de basse fréquence (\approx haute température) figure III-19.

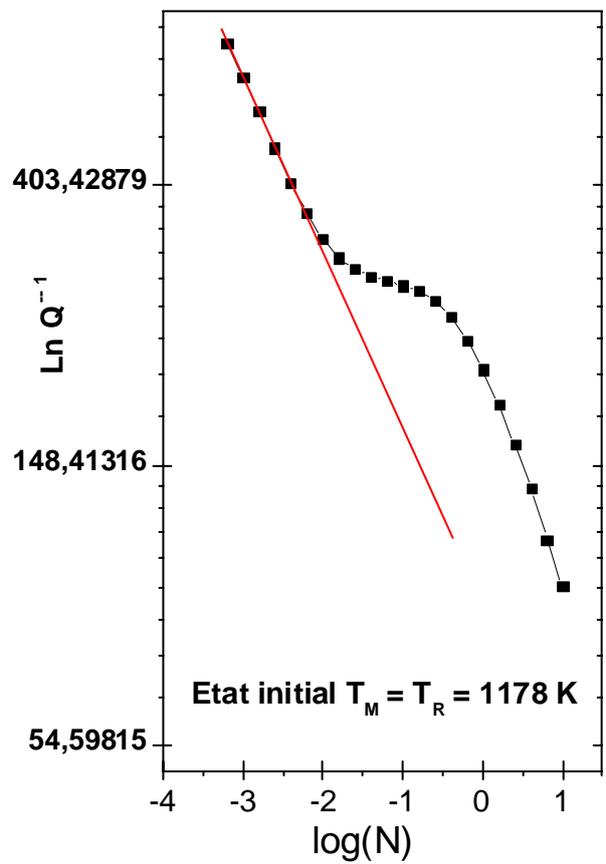
La détermination des paramètres de relaxation nécessite la soustraction de ce fond continu.

Pour ce faire, nous avons supposé que le fond continu évolue avec la fréquence suivant

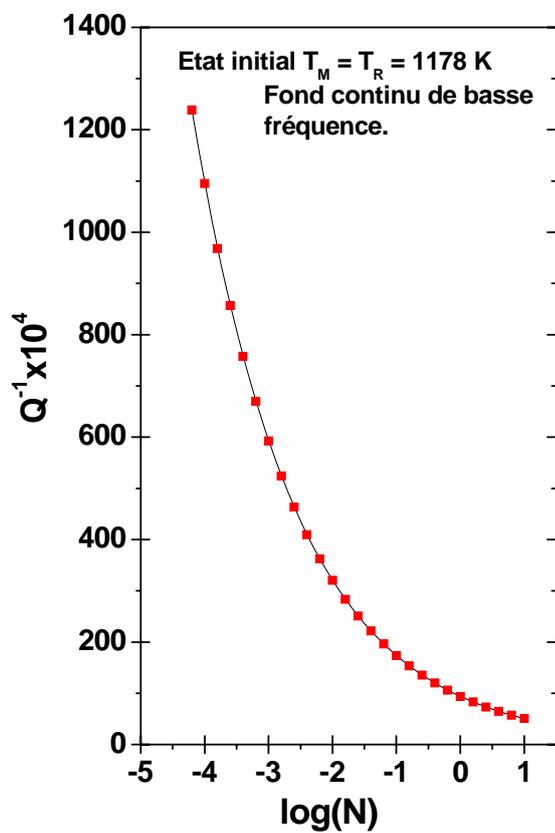
une loi en $\frac{1}{\omega^n}$ [53], [14]. En l'absence de pic, la courbe exprimant $\ln Q^{-1}$ en fonction de $\log N$ est une droite ; ainsi dans le cas de la présence d'un pic, les points situés sur le fond continu de part et d'autre du pic doivent s'aligner (figure III-19).



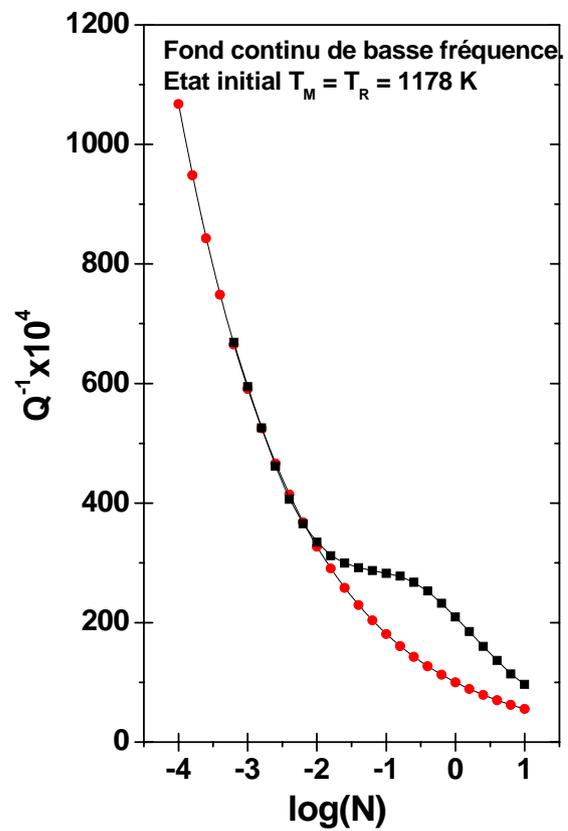
(a)



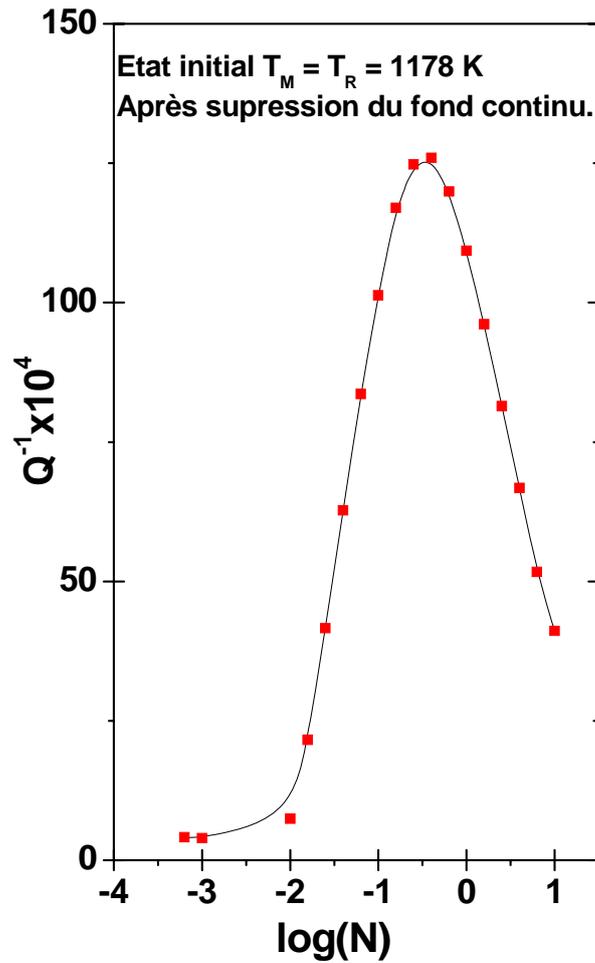
(b)



(c)



(d)



(e)

Figure III-19- (a), (b), (c), (d) et (e) Méthode de dépouillement pour la mise en évidence des pics de relaxation.

III -6-1- Détermination des paramètres de relaxation :

Pour la détermination des paramètres de relaxation, nous devons tenir compte de la loi

d'Arrhenius $\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{H}{RT}\right)$ et de $\omega\tau = 1$ pour le maximum du pic avec

$\omega = 2\pi N$, L'équation de la droite 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 .

III-6-2- Représentation de Q^{-1} en fonction de la température:

Afin de représenter les spectres du frottement intérieur en fonction de la température, nous considérons les points relatifs à toutes les températures de mesure pour chaque fréquence, la figure III-20 illustre les valeurs de Q^{-1} en fonction de la température à $1.6 \cdot 10^{-3}$ Hz.

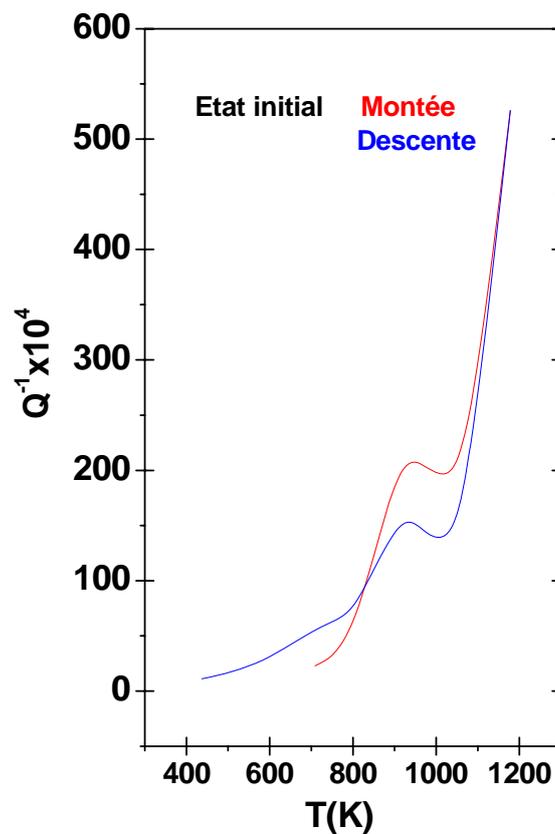


Figure III-20- Evolution du frottement intérieur en fonction de la température de mesure à $1.6 \cdot 10^{-3}$ Hz (état initial).

Chapitre IV

Les résultats expérimentaux

IV-1- Introduction :

La large gamme de fréquence balayée (10^{-5} Hz - 10 Hz) nous a permis d'analyser le comportement mécanique d'un alliage monocristallin de cuivre – aluminium, de teneur 9% en atomes d'aluminium, en frottement intérieur.

Pour chaque palier de température, choisi et stabilisé entre l'ambiante et 1180K, nous avons suivi l'évolution des phénomènes de relaxation sur deux états de la même éprouvette :

- Etat initial (L'échantillon a subi un recuit d'homogénéisation de 48h à 1250K sous un vide de 10^{-6} Torr, suivi d'un refroidissement lent à 50 °C par heure environ).
- Etat écroui à 1 % en flexion.

Les résultats expérimentaux bruts seront présentés pour les deux états (initial et écroui) sur des planches de la manière suivante :

- En montée de température : température de mesure = température de recuit.
- En descente de température : température de mesure < température de recuit.

Les températures de mesure et de recuit seront notées respectivement : T_M et T_R

IV-2- Montée en température $T_M = T_R$

La planche I: représente l'état initial.

Les courbes $Q^{-1} = f(N)$ montrent que jusqu'à 800K aucun pic n'apparaît mais par contre un fond continu de basse fréquence est observé à partir de 737K (le flanc droit du pic).

Dès 914K un pic apparaît ; il se déplace vers les hautes fréquences quand la température de mesure (recuit) augmente et se superpose à un fond continu très prononcé à 1178K.

Ce déplacement en fréquence est caractéristique des phénomènes de relaxation activés thermiquement. Les paramètres de relaxation sont, alors, déduits des courbes d'Arrhenius qui nous permettent d'identifier éventuellement les mécanismes mis en jeu.

Le fond continu observé notamment à très haute température est généralement attribué à la présence de longs segments libres de dislocations.

La planche II: représente l'état écroui.

L'évolution des courbes $Q^{-1} = f(N)$ est similaire à celle de l'état initial. Aucun changement qualitatif notable n'est observé concernant le comportement mécanique de l'éprouvette.

Cependant nous noterons que le fond continu de basse fréquence est moins développé sur cet état à très haute température.

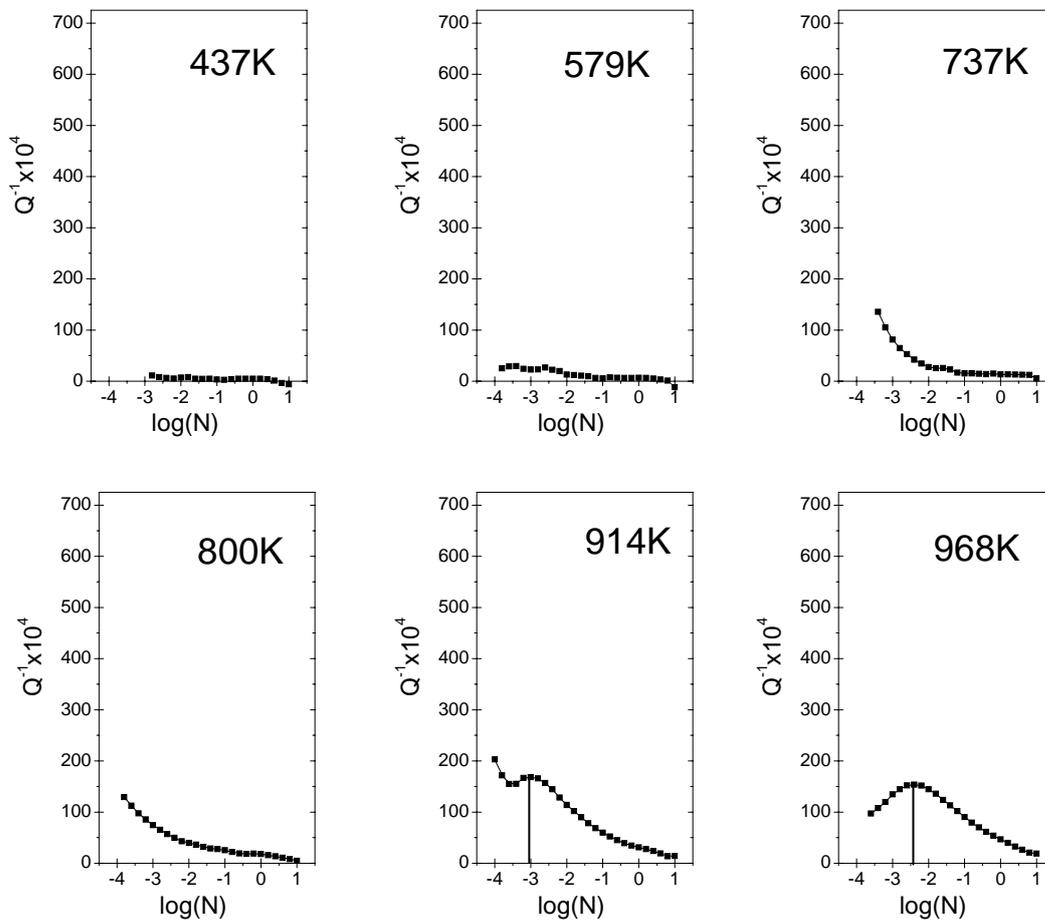
A 862K le pic est déjà présent alors que le fond continu commence à apparaître à 749K.

Planche I

Etat initial :

Evolution de $Q^{-1} = f(N)$: Montée en température.

Température de recuit = Température de l'essai.



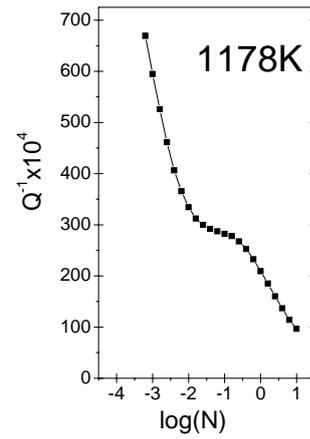
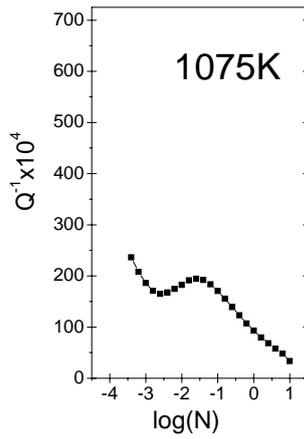
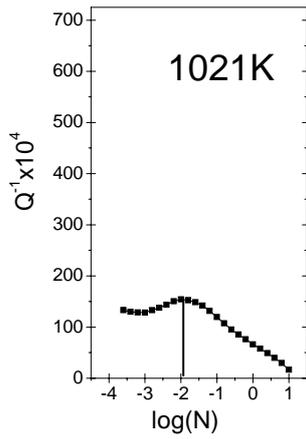
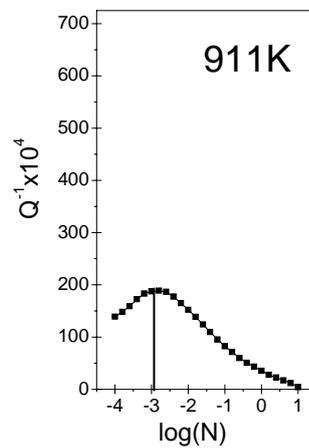
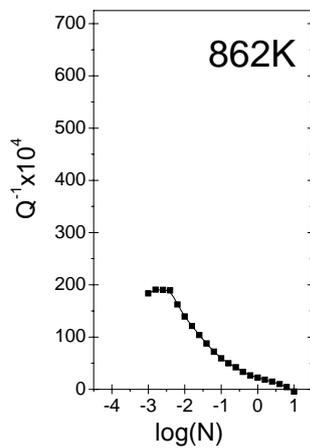
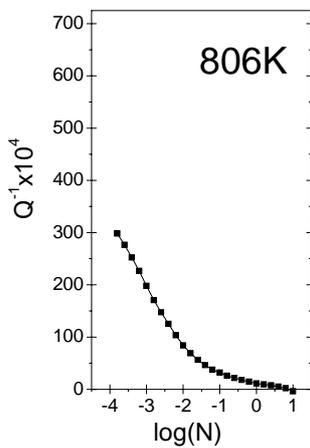
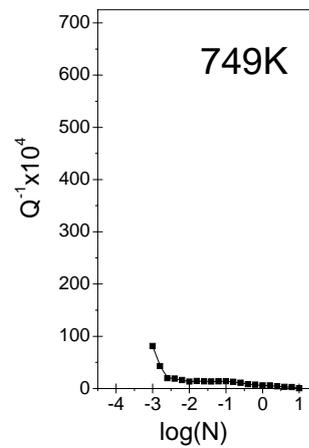
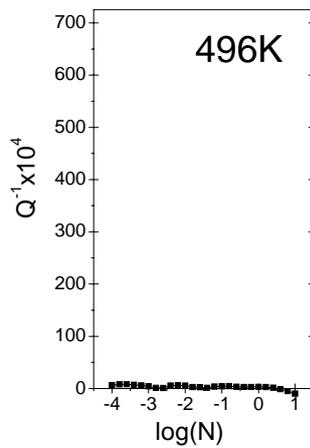
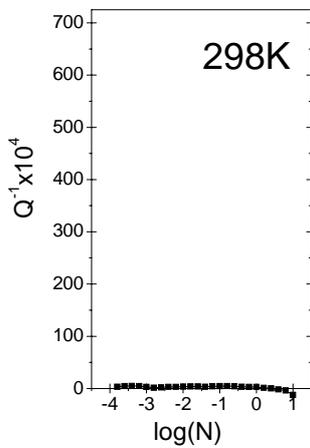


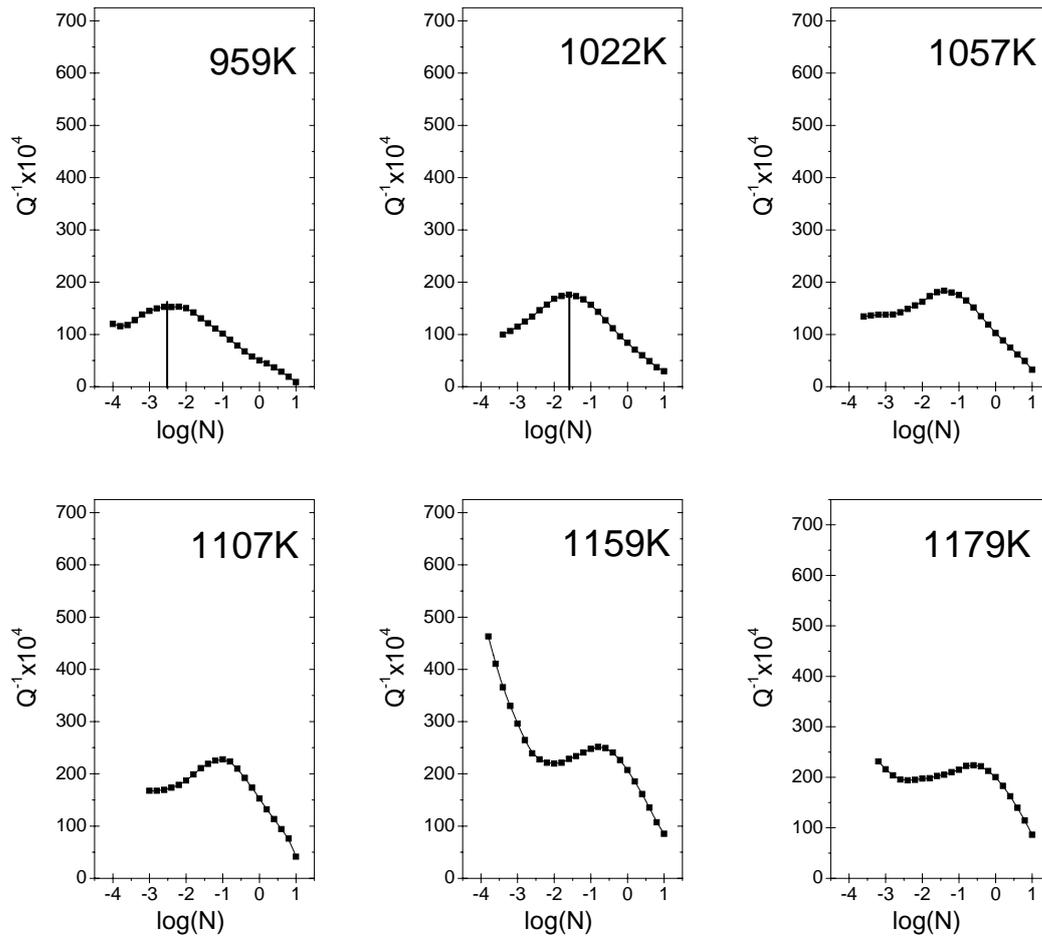
Planche II

Etat écroui à 1% en flexion :

Evolution de $Q^{-1} = f(N)$: Montée en température.

Température de recuit = Température de l'essai.





IV-3- Descente en température $T_M < T_R$

La planche III: représente l'état initial pour une température de recuit : $T_R = 1178K$.

Les courbes $Q^{-1} = f(N)$ montrent que le pic de relaxation se déplace vers les basses fréquences quand la température de mesure décroît et à 800K il est décalé vers les très basse fréquences, on ne voit que son flanc droit.

De même pour le fond continu de basse fréquence qui devient moins important à 1024K avant de disparaître définitivement pour les autres températures.

La planche IV: représente l'état écroui pour une température de recuit : $T_R = 1179K$.

Là aussi et comme pour le cas de la montée en température, aucun changement qualitatif notable n'est observé sur les courbes $Q^{-1} = f(N)$ des deux états. Seul le fond continu de basse fréquence paraît moins important à haute température dans ce cas-ci.

Planche III

Etat initial :

Evolution de $Q^{-1} = f(N)$: Descente en température.

Température de recuit (T_R) = 1178K.

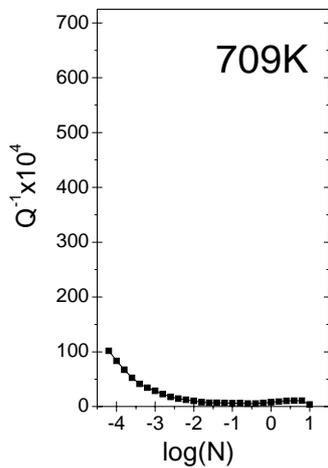
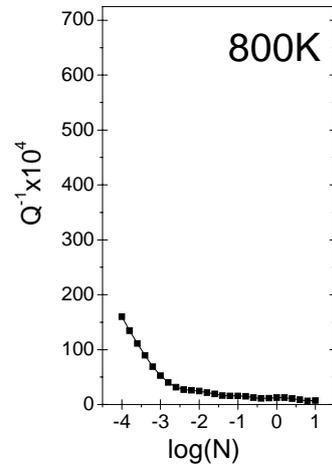
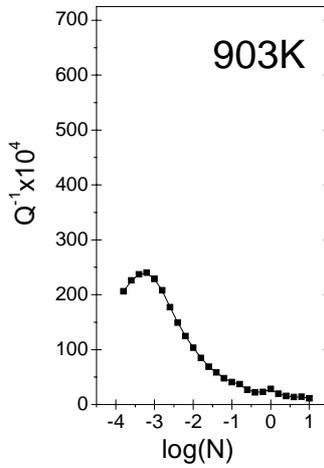
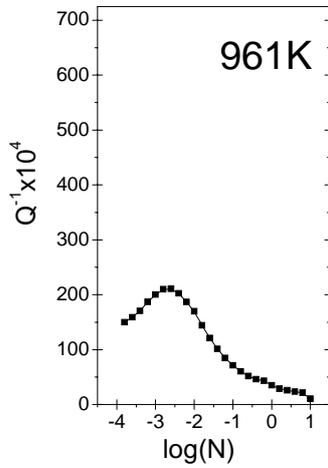
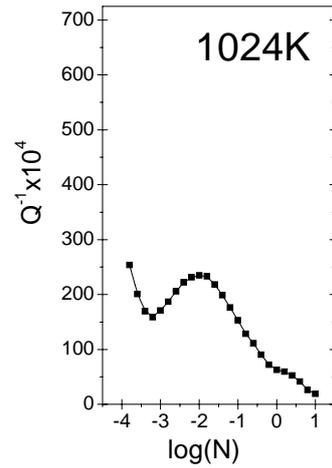
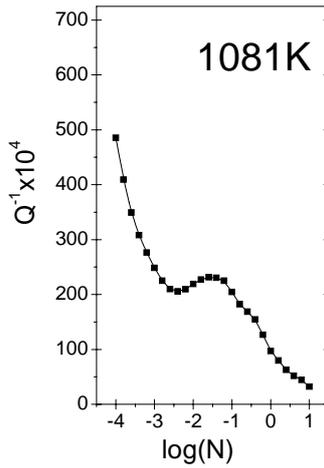
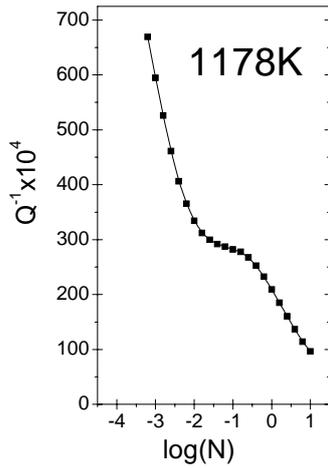
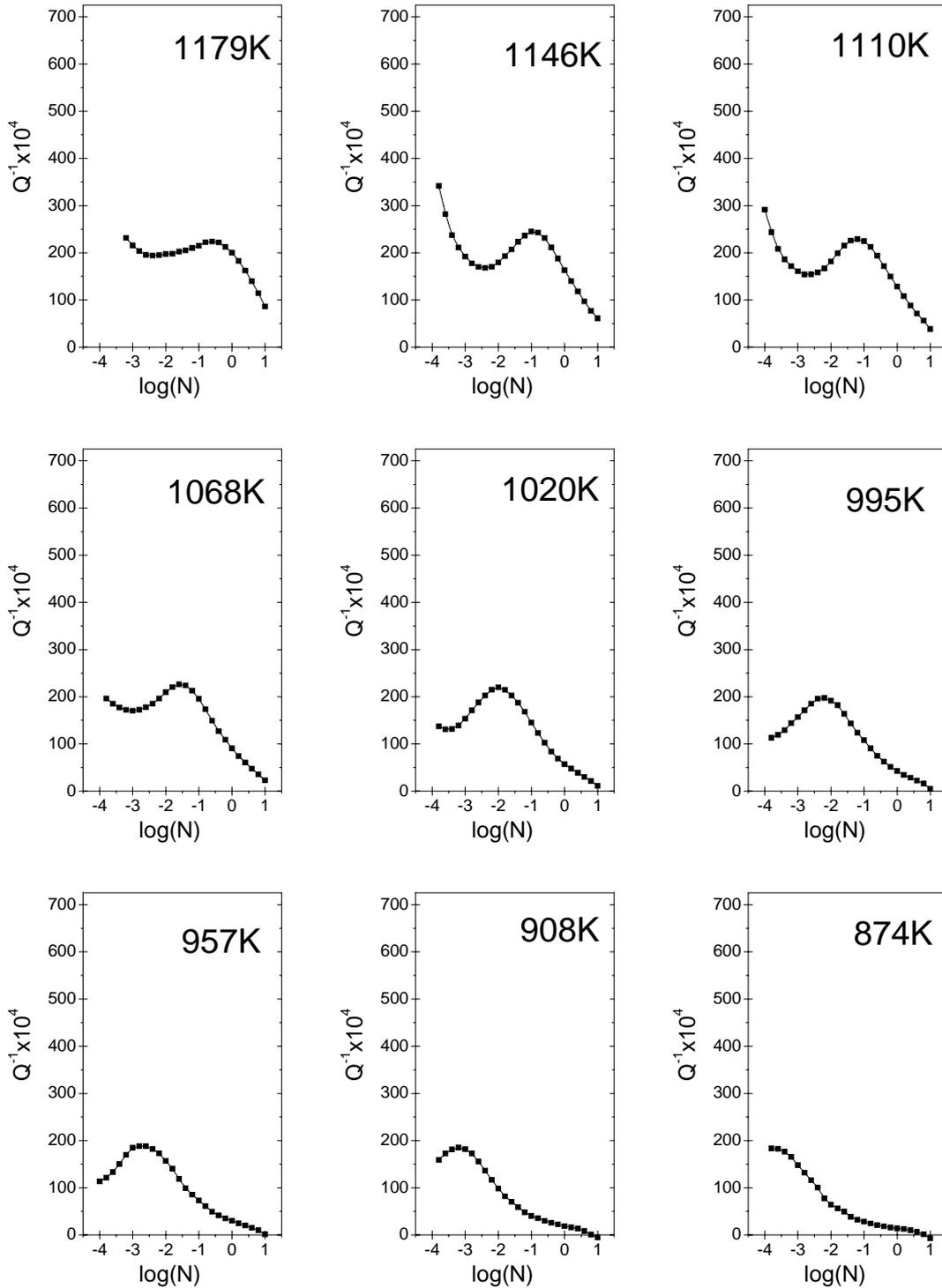


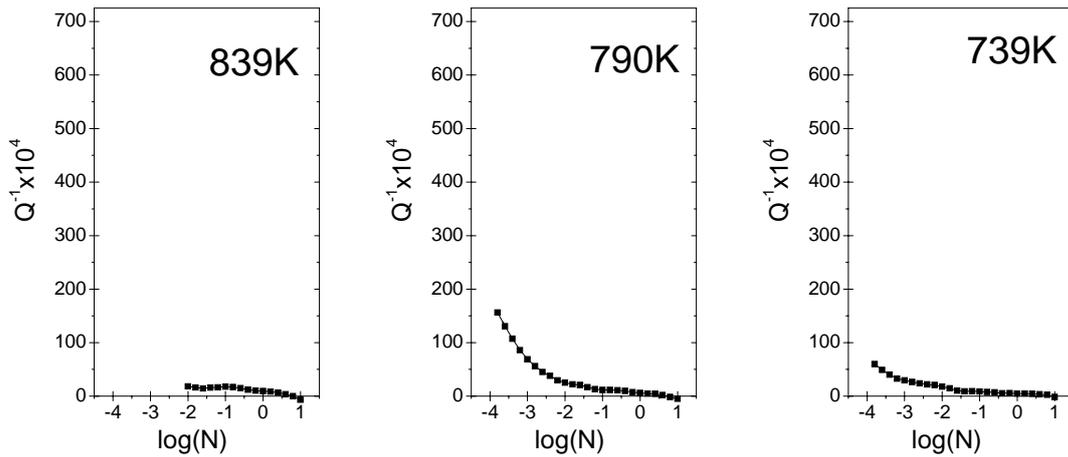
Planche IV

Etat écroui à 1% en flexion :

Evolution de $Q^{-1} = f(N)$: Descente en température.

Température de recuit (T_R) = 1179K.





La comparaison de ces différents résultats va permettre la mise en évidence de la contribution dans les phénomènes de relaxation de deux paramètres : l'écroutissage et la température de recuit.

IV-4- Influence du recuit :

IV-4-1- Etat écrouti :

Les figures (IV-1) et (IV-2) représentent l'influence du recuit (température de recuit = température de mesure puisqu'il s'agit d'une montée en température) sur l'état écrouti.

Le pic se déplace vers les hautes fréquences quand la température augmente avec cette particularité de son amplitude qui diminue entre 911K et 959K (figure IV-1) mais qui augmente sur l'intervalle de température : 1022K- 1107K (figure IV-2).

Ce comportement illustre le fait qu'il s'agit de deux pics différents apparaissant à moyenne et haute températures que l'on nommera respectivement : P_{MT} et P_{HT} . Ils sont la traduction de deux mécanismes (responsables de la relaxation) différents et indépendants puisque P_{MT} s'estompe au profit de P_{HT} qui se développe à haute température comme nous le verrons sur les courbes aussi bien d'Arrhenius que celles représentant $Q^{-1} = f(T)$ à très basses fréquences ($N \leq 0,01\text{Hz}$). En effet ; sur la figure (IV-3), la courbe $Q^{-1} = f(T)$ à 0,01Hz, montre que le pic n'est bien formé qu'en descente en température (c'est-à-dire après le recuit de 1179K), alors qu'en montée de température on observe uniquement un large épaulement résultant certainement de la superposition des deux pics : P_{MT} et P_{HT} .

Cette figure suggère l'idée qu'après le recuit de très haute température seul P_{HT} persiste alors que P_{MT} disparaît complètement.

D'ailleurs les figures (IV-4) et (IV-5) montrent bel et bien que les mécanismes intervenant en montée et en descente de température sont différents puisque les pics ne sont pas les mêmes.

Les courbes d'Arrhenius (figure IV-6) confirme cette idée dans le sens où la microstructure évolue continuellement lors de la montée en température et ne devient stable qu'après le recuit de 1179K ou tous les points sont alignés sur la même droite en descente. Le calcul des paramètres de relaxation (cf III-6-1) donne à cet effet :

$$\tau_0 = 8.67 \cdot 10^{-6} \text{ s} \quad \text{et} \quad H = 0.97 \text{ eV}$$

La valeur du temps de relaxation limite τ_0 semble indiquer qu'il s'agit de segments de dislocations longs, alors que celle de H est proche de l'énergie de diffusion des lacunes.

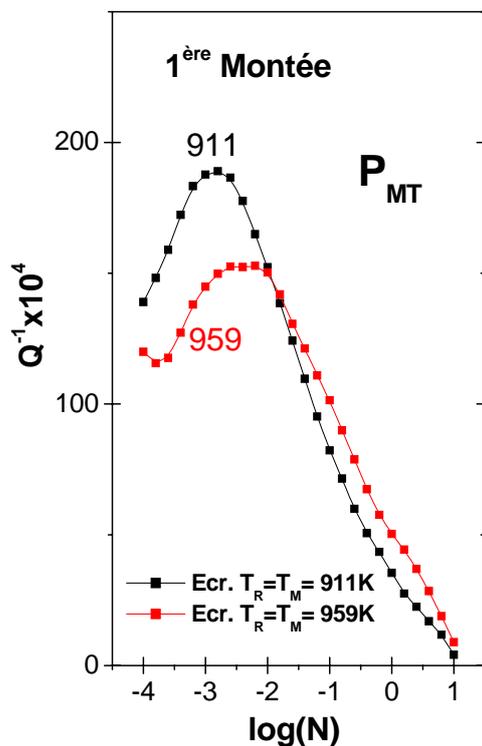


Figure IV-1- Evolution de $Q^{-1} = f(N)$ en fonction de la température de recuit : T_R égale à la température de mesure : T_M (état écroui)

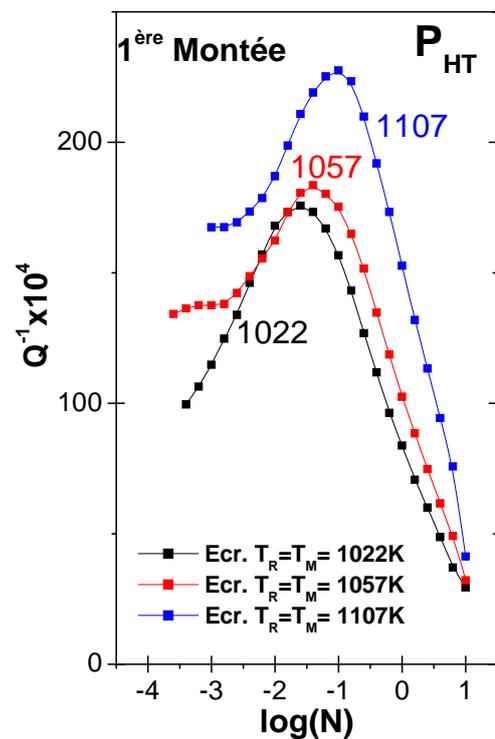


Figure IV-2- Evolution de $Q^{-1} = f(N)$ en fonction de la température de recuit : T_R égale à la température de mesure : T_M (état écroui)

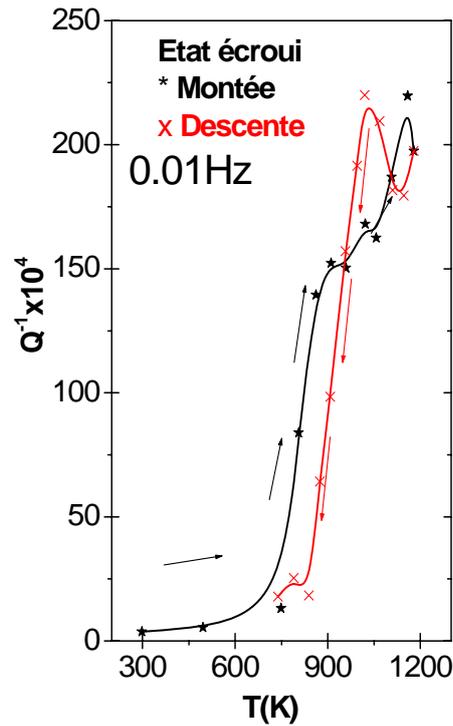


Figure IV-3- Evolution de $Q^{-1} = f(T)$ à 0.01 Hz en montée et descente en température (état écroui).

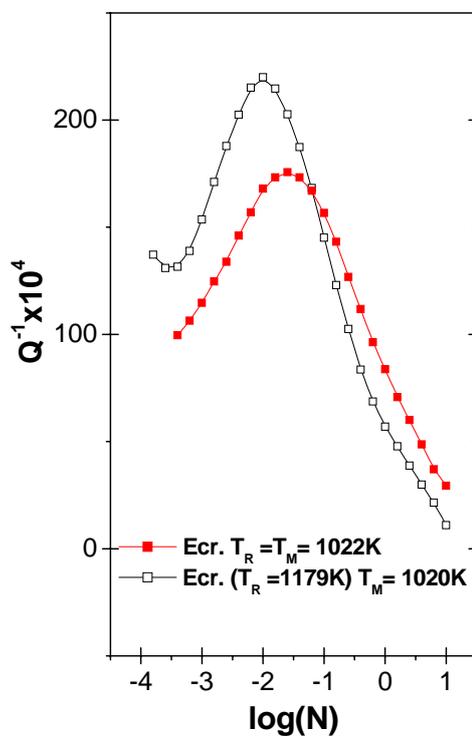


Figure IV-4- Influence de la température de recuit sur la position et l'amplitude du Pic à 1020 K.

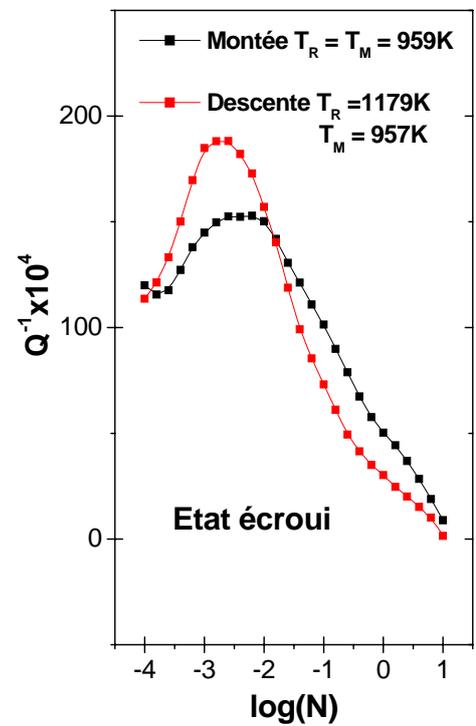


Figure IV-5- Influence de la température de recuit sur la position et l'amplitude du pic à 957K.

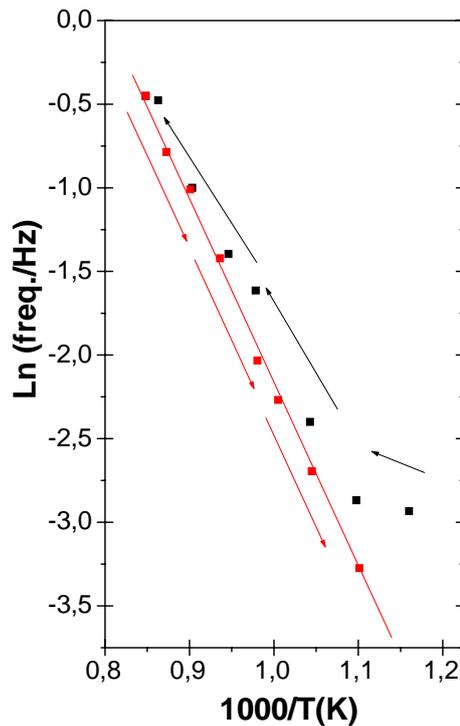


Figure IV-6- Courbes d'Arrhenius à l'état écroui
(position des maximums apparent).

IV-4-2- Etat initial :

La figure (IV-7) illustre l'évolution du frottement intérieur Q^{-1} en fonction de la température de recuit T_R égale elle-même à la température de mesure T_M étant donné qu'il s'agit de la première montée en température.

On observe un pic qui évolue vers les hautes fréquences superposé à un fond continu très important à très haute température (1178K).

Contrairement à ce qui a été remarqué sur l'état précédent, l'état initial présente un seul et même pic aussi bien en montée qu'en descente. Les figures (IV-8) et (IV-9) le prouvent bien dans la mesure ou pour des températures de mesure voisines, le recuit de très haute température (1178K) n'influe pas sur la position du pic. Ce phénomène se confirme très bien sur les courbes d'Arrhenius ou tous les points (montée et descente en température) sont sur la même droite (figure IV-10). Le calcul des paramètres de relaxation (cf III-6-1) donne les valeurs suivantes :

$$\tau_0 \text{ (temps de relaxation limite)} = 2.34 \cdot 10^{-5} \text{ s} \quad \text{et} \quad H \text{ (énergie d'activation)} = 0.94 \text{ eV}$$

Dans ce cas aussi ; la valeur du temps de relaxation limite τ_0 semble indiquer qu'il s'agit de longs segments de dislocations , alors que celle de l'énergie d'activation est proche de celle de la diffusion des lacunes. A noter que compte tenu de l'importance du fond continu de basse fréquence présente sur cet état à haute température, ce dernier a été supprimé (cf III-6) selon le mode représenté sur les figures (IV-11) et (IV-12).

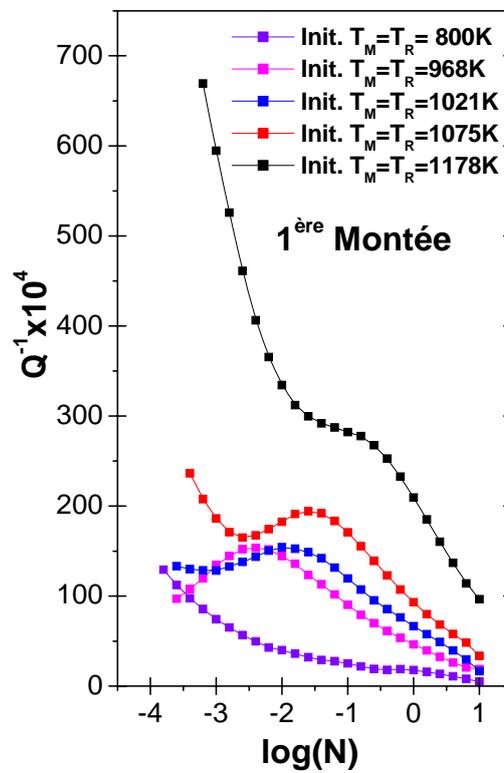


Figure IV-7- Evolution de $Q^{-1} = f(N)$ en fonction de la température de recuit : T_R égale à la température de mesure : T_M (état initial)

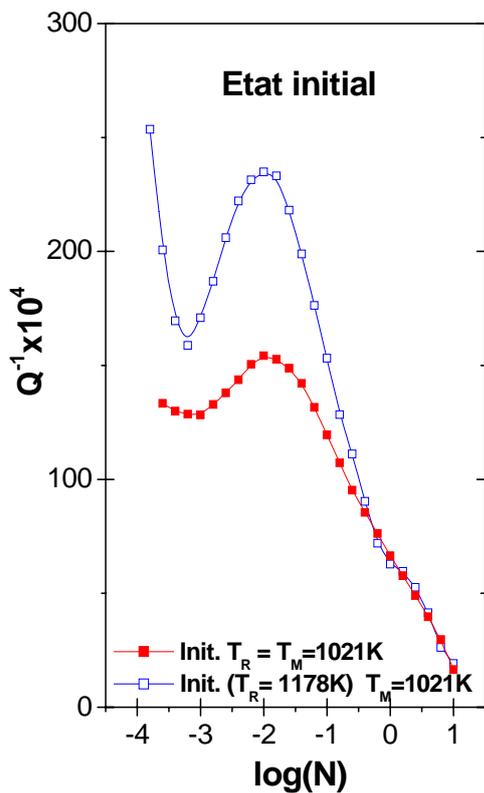


Figure IV-8- Influence de la température de recuit sur l'amplitude du Pic à 1020 K

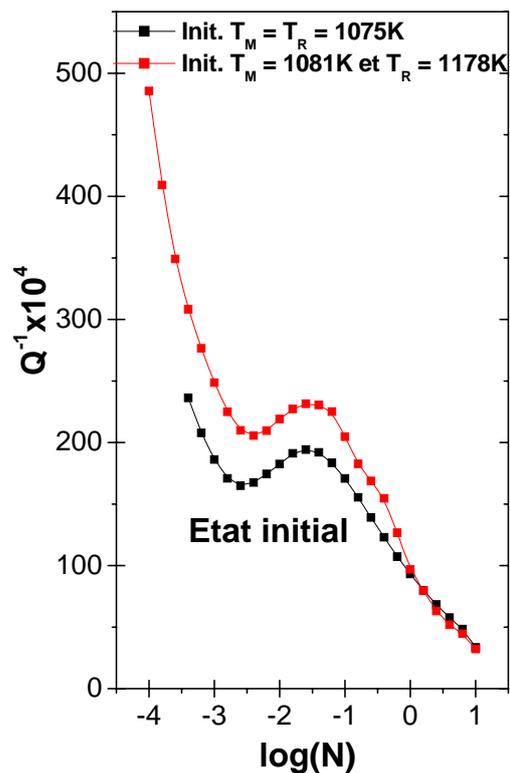


Figure IV-9- Influence de la température de recuit sur l'amplitude du Pic à 1075K.

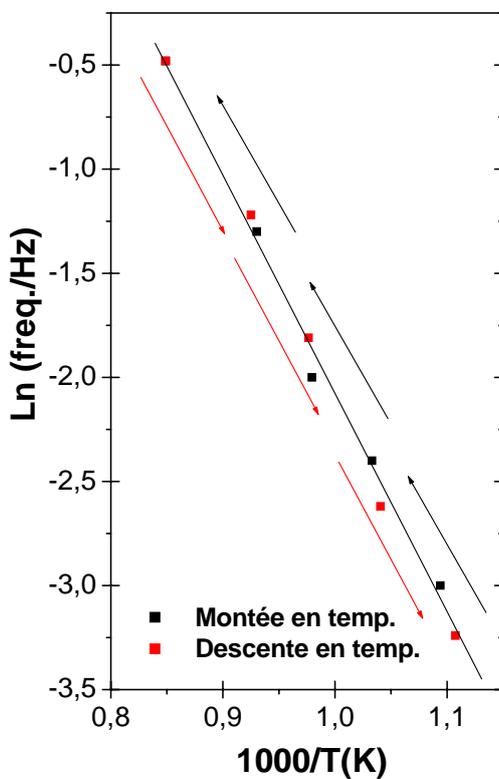


Figure IV-10- Courbes d'Arrhenius (état initial)

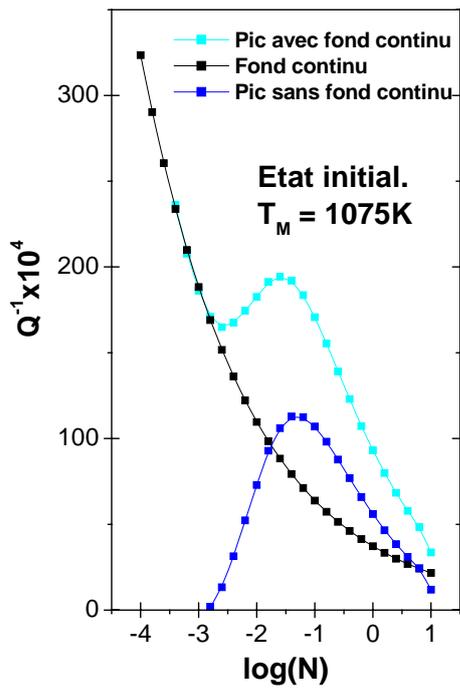


Figure IV-11- Suppression du fond continu à 1075 K.

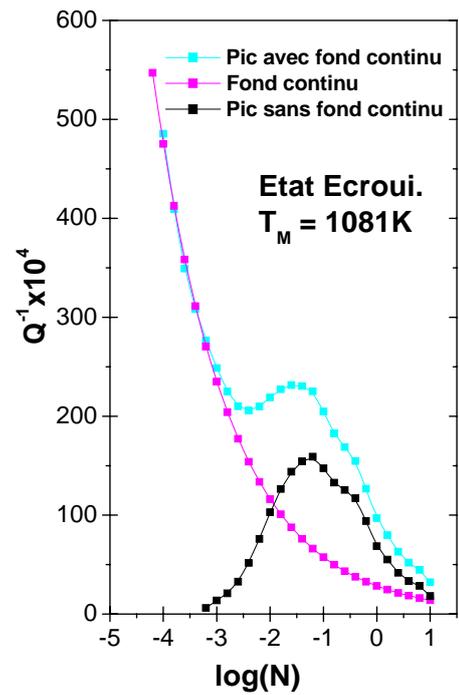


Figure IV-12- Suppression du fond continu à 1081K.

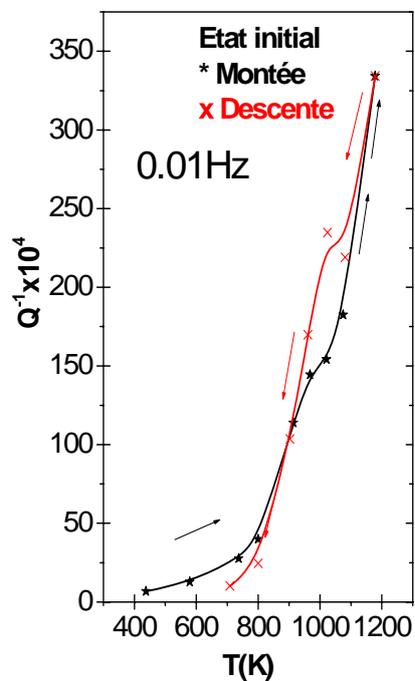


Figure IV-13- Evolution de $Q^{-1} = f(T)$ à 0.01 Hz en montée et descente en température (état initial).

Sur la figure (IV-13) nous avons représenté $Q^{-1} = f(T)$ à 0.01Hz. L'épaule se situe autour de 1020K et représente le flanc gauche d'un pic de haute température.

Sa position en montée et descente de température semble indiquer que le pic observé sur l'état initial est équivalent au pic P_{HT} observé sur l'état écroui pour une très haute température de recuit (figure IV-14).

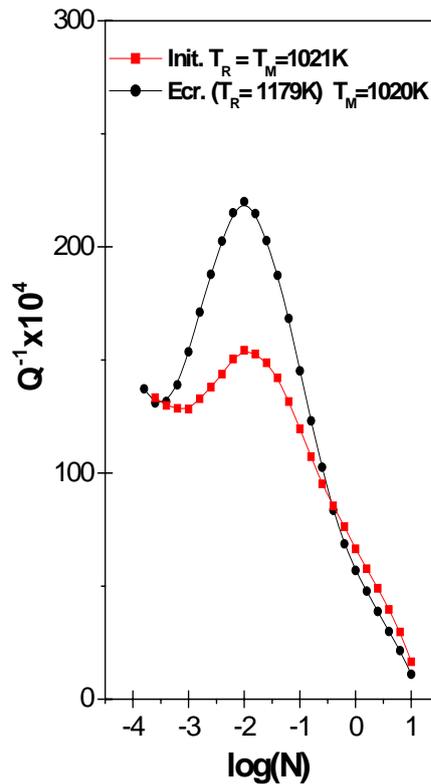


Figure IV-14- Comparaison de P_{HT} au pic de l'état initial.

IV-5- Influence de l'érouissage :

Pour le recuit de très haute température l'érouissage n'a absolument aucune influence sur les courbes d'Arrhenius (figure IV-15), ce qui tendrait à prouver que le mécanisme à la base du phénomène de relaxation observé sur l'état initial est le même que celui observé sur l'état écroui à très haute température de recuit. La figure 16 confirme cette hypothèse et montre que la contribution de l'érouissage se manifeste juste au niveau des amplitudes des pics qui deviennent plus importantes.

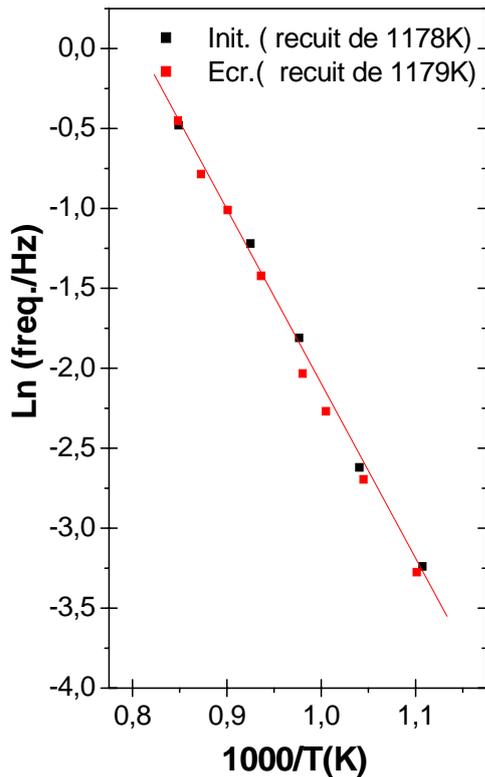


Figure IV-15- Courbes d'Arrhenius de l'état initial et de l'état écroui en descente en température.

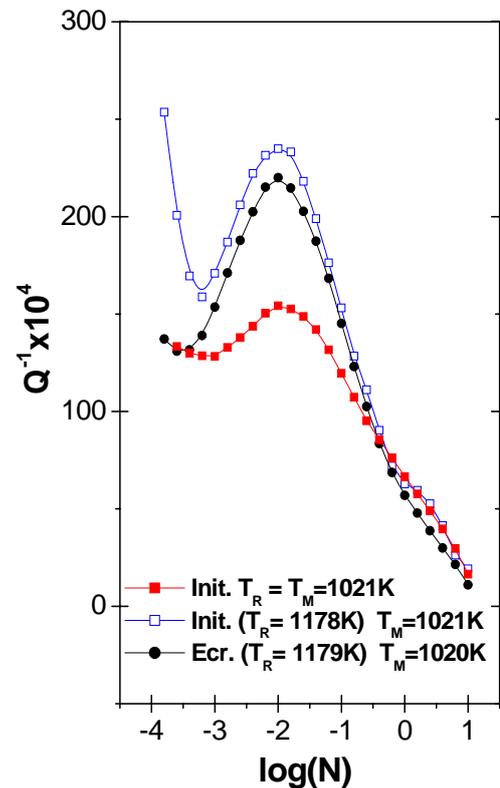


Figure IV-16- Amplitude et position de P_{HT} de l'état écroui et du Pic de l'état initial (avant et après recuit à 1178 K) à 1020 K.

IV-6- Conclusion :

Il apparaît clairement que l'introduction de dislocations fraîches contribue à mettre en évidence un mécanisme de moyenne température qui se manifeste par l'apparition du pic P_{MT} sur l'état écroui. Celui – ci commence à s'estomper au fur et à mesure que la température de recuit augmente et finit par disparaître complètement à très haute température de recuit.

La dégénérescence de P_{MT} se fait donc au profit du pic P_{HT} qui se développe progressivement quand la température de recuit augmente.

La figure (IV-17) montre que les mécanismes de moyenne et haute température sont indépendants et que le mécanisme responsable de l'apparition du pic sur l'état initial pourrait être le même que celui à la base de l'apparition du pic P_{HT} observé sur l'état écroui. Ces phénomènes de relaxation décrits plus haut ne sont observables qu'à très basses fréquences ($N \leq 0.01\text{Hz}$) puisque pour une fréquence de 1Hz, fréquence de travail des pendules classiques, il nous est impossible de les mettre en évidence aussi bien à l'état initial qu'à l'état écroui (figures (IV-18) et (IV-19)).

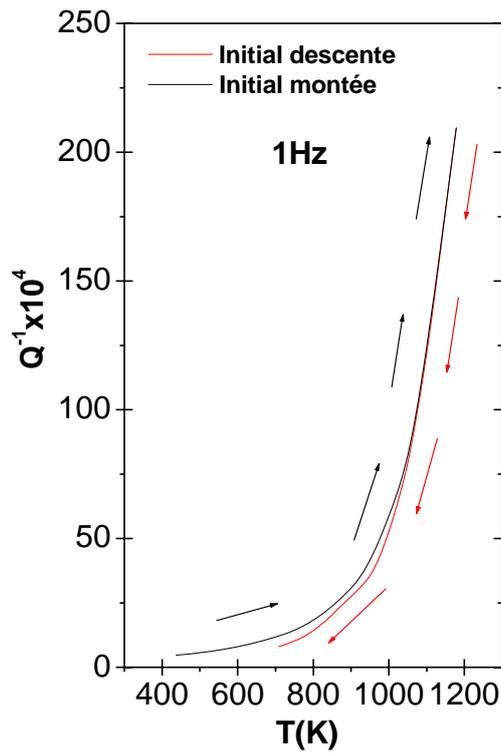


Figure IV-17- $Q^{-1} = f(T)$ sur les deux états à 0.01 Hz avant et après recuit de haute température

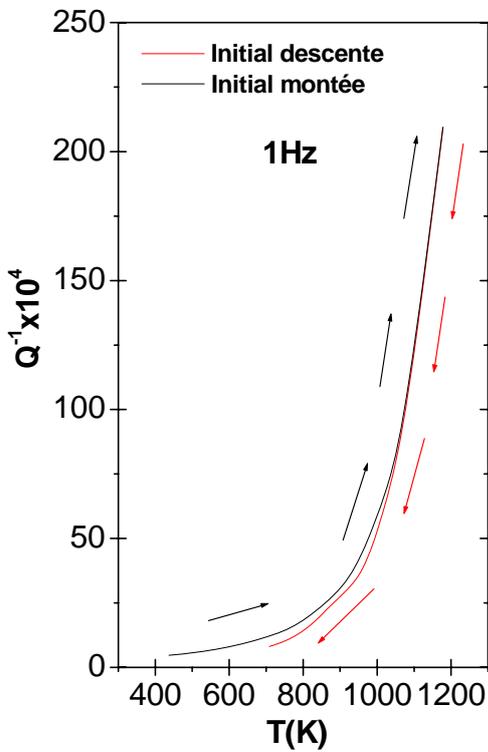


Figure IV-18- $Q^{-1} = f(T)$ à 1 Hz pour l'état initial.

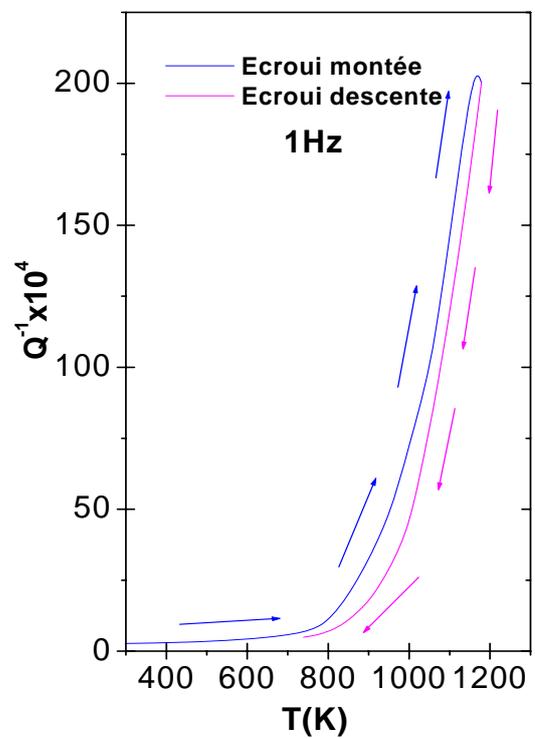


Figure IV-19- $Q^{-1} = f(T)$ à 1 Hz pour l'état écroi.

Discussion et interprétation

Discussion et interprétation :

Les courbes expérimentales : $Q^{-1} = f(N)$, représentant l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence, révèlent la présence d'un pic dont le maximum se déplace en fonction de la température de l'essai.

Ce comportement, observé aussi bien en montée qu'en descente en température sur les deux états de l'éprouvette, est caractéristique d'un phénomène de relaxation activé thermiquement.

Ainsi ; le pic observé peut être, aisément, identifié à un pic de relaxation dont l'origine est due à l'interaction des défauts en présence : les dislocations et les atomes de soluté (aluminium).

L'analyse des courbes d'Arrhenius obtenues pour les deux états de l'éprouvette révèle pour :

- ✓ Etat initial : une microstructure stable et indépendante de la température de recuit.

Tous les points sont sur la même droite, aussi bien en montée qu'en descente en température, ce qui suggère l'idée d'un seul et même mécanisme à la base de l'apparition de ce pic appelé P_{MT} .

Les courbes expérimentales : $Q^{-1} = f(N)$ montrent, d'ailleurs, que son amplitude diminue régulièrement quand la température de mesure augmente et vis - versa, ce qui prouve bien qu'il s'agit du même pic de relaxation. L'origine de sa manifestation peut, donc, être expliquée par l'existence d'un mécanisme d'interaction entre les défauts en présence :
Dislocations – atomes de soluté (aluminium)

- ✓ Etat écroui : une microstructure évoluant en fonction de la température de mesure (recuit) et ne devenant stable et parfaitement identique à la précédente qu'après un recuit de très haute température.

L'évolution des courbes $Q^{-1} = f(N)$ révèle un comportement différent du pic observé aux moyennes et hautes températures ce qui nous amène à penser qu'il s'agit, en fait, de deux pics différents et indépendants, appelés respectivement : P_{MT} et P_{HT} .

L'existence de P_{MT} semble trouver son origine dans la mise en place d'une configuration de dislocations fraîches introduites par écrouissage puisque ce pic est complètement absent

sur l'état initial d'une part et d'autre part il disparaît totalement sur l'état écroui après le recuit de très haute température. Ce phénomène de relaxation n'est observable qu'à très basse fréquence.

L'étude comparative des deux états de l'éprouvette nous permet de mieux cerner la contribution de l'écrouissage.

En effet; l'introduction de dislocations fraîches paraît être responsable de l'apparition de P_{MT} aux moyennes températures. Son extinction au profit de P_{HT} , aux très hautes températures de recuit, montre que ce pic dépend essentiellement de la densité de dislocations (arrangement des dislocations).

La présence de ces deux pics sur l'état écroui traduit, donc, l'existence de deux mécanismes indépendants à l'origine du phénomène de relaxation observé.

Ce comportement est parfaitement compatible avec le modèle de Darinskiy qui prévoit, pour les solutions solides monophasées, l'existence de deux pics de relaxation :

- Pic de moyenne température : P_{MT}

$$(a) \quad Q_{LTP}^{-1} = \frac{2\pi}{3} \frac{1-\nu}{2+\nu} \rho d_0^2$$

- Pic de haute température : P_{HT}

$$(b) \quad Q_{HTP}^{-1} = \frac{8\pi}{9} \frac{1-\nu}{4-5\nu} \frac{\rho l^2}{\ln\left(\frac{L}{r_0}\right)}$$

(avec ν Coefficient de Poisson, L Longueur de la bande de dislocation, r_0 Rayon de la boucle de dislocation, ρ Densité des dislocations, l Longueur de la dislocation entre les points d'ancrage et d_0 largeur d'équilibre de la faute d'empilement)

A première vue ; l'absence du pic de moyenne température sur l'état initial pourrait s'expliquer par la faible densité des dislocations (relation (a)), contrairement à l'état écroui enrichi par l'introduction de dislocations fraîches.

Or Darinskiy explique la présence du pic P_{MT} par le piégeage des partielles par les atomes de soluté, ce qui dans notre cas parait être contradictoire étant donné que celui – ci n'existe que sur l'état écroui seulement.

Pour tenter de lever cette contradiction nous avançons l'idée suivante :

La teneur étudiée (9% at. Al) renferme une densité d'atomes de soluté trop faible pour leur permettre de piéger à eux seuls les dipôles (ce qui explique son absence sur l'état initial) et l'apparition de P_{MT} sur l'état écroui pourrait très bien être le résultat d'un piégeage par crans formés lors l'introduction de nouvelles dislocations par écrouissage.

A très haute température ; l'énergie de faute d'empilement augmente [53], les dipôles et multipôles présents à moyenne température et responsables de l'existence de P_{MT} se libèrent des nuages d'atomes de soluté (ou de crans dans notre cas). Ils sont alors facilement détruits par la recombinaison aisée des partielles, ce qui explique la raison pour laquelle il disparaît complètement pour des recuits élevés.

Ce processus donne ainsi naissance à de longs et libres segments de dislocations, facteur prédominant dans la relation (b). Ce type de dislocations est d'ailleurs prédominant sur l'état initial de l'échantillon, vu l'importance du fond continu de basse fréquence observé sur cet état par rapport à l'état écroui.

Les valeurs de l'énergie d'activation déduites des courbes d'Arrhenius, respectivement, à l'état initial et écroui (0.94 eV et 0.97 eV) sont très proches de l'énergie de migration des lacunes, ce qui est compatible avec le processus de montée par diffusion lacunaire dans le cœur des dislocations libres.

Conclusion générale

Conclusion générale :

Nous avons utilisé la technique de la spectroscopie mécanique isotherme pour réaliser nos essais de frottement intérieur sur un alliage monocristallin de Cu – Al (9% at.Al).

Grâce au dispositif expérimental utilisé (LMPM- ENSMA de Poitiers), capable de balayer un large spectre de fréquences, nous avons pu mettre en évidence l'existence de phénomènes de relaxation à très basse fréquence ($N \leq 0.01\text{Hz}$) qu'il est difficile de voir à des fréquences supérieures.

Par ailleurs ; l'étude comparative sur deux états de la même éprouvette (initial et écroui à 1% en flexion), nous a permis de dégager le rôle de l'écrouissage et sa contribution dans les phénomènes de relaxation.

Ainsi ; sur l'état écroui deux pics ont été mis en évidence :

- Pic : P_{MT} (mécanisme de moyenne température : 900K)

Ce pic dépend fortement de la densité de dislocations puisque il est totalement absent sur l'état initial et n'est présent que sur l'état écroui. Aux très hautes températures de recuit il s'effondre totalement.

- Pic : P_{HT} (mécanisme de haute température : 1032K)

Ce pic dépend essentiellement de la longueur des dislocations libres. Il est présent sur les deux états (initial et écroui).

Son origine s'explique par la présence de longs segments libres de dislocations. Aux hautes températures de mesure ou de recuit il est le seul présent.

Il coïncide parfaitement avec le pic observé sur l'état initial et compte tenu de la présence d'un fond continu de basse fréquence important sur cet état, cela suggère l'idée qu'il s'agit le mécanisme à la base de la formation de P_{HT} est le même que celui qui est à l'origine de la formation du pic observé sur l'état initial.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] H-H.Kausch, N.Heymans, C.J.Plummer, P. Decroly, « Matériaux polymères : propriété mécaniques et physiques », Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2001.
- [2] B.Persoz, « la rhéologie », Masson et Cie, Paris, 1969.
- [3] M.Fontanille, Y.Gnanou, « chimie et physico-chimie des polymères », Dunod, Paris, 1987.
- [4] A.Granato et K.Lucke, J. Appl. Phys, 27, 583 et 789 (1956).
- [5] P.Coussot, J.L.Grossiort, « comprendre la rhéologie », EDP sciences, Paris, 2001.
- [6] J.Briant, J.Denis, G.Parc, « propriétés rhéologiques des lubrifiants », Edition Technip, Paris, 1985.
- [7] A.S.Nowick and B.S.Berry, « Anelastic Relaxation in crystalline Solids », Academic Press, New York and London, 1972.
- [8] C.Zener, « Elasticity and anelasticity of metals », Chicago university Press, Chicago, Illinois, 1948.
- [9] A.Rivière, Materials Science and Engineering, A 370, 204 (2004).
- [10] J-J.Martinez-Vega, A. Rivière, « Mesure de frottement interne », Doc. P 1310 (03-2000).
- [11] J.Friedel, C.Boulangier, et C.Crussard, ACTA METALLURGICA, 3, 380 (1955).
- [12] J.Woigard, Thèse de doctorat, Poitiers, 1974.
- [13] G.Schoek, E.Bisogni and J.Shyne, ACTA METALLURGICA 12, 1466 (1964).
- [14] M.Gerland, thèse de docteur de troisième cycle, Poitiers, 1979.
- [15] T.S.Kê, Phys. Rev, 71, 533 (1947).
- [16] J.L.Snoek, Physica, 8, 711 (1941).
- [17] H.B.Huntington, Phys. Rev, 91, 1092 (1953).
- [18] A.S.Nowick, Progress Met. Phys, 4, 1 (1953).
- [19] S.Belhas, A.Rivière and J.Woigard, Materials Science Forum, 83, 119 (1993).
- [20] A.Rivière, V.Pelosin, P.Gadaud, Journal de physique IV, 6, n°8 (1996).
- [21] C. Zener, Phys. Rev, 71, 34 (1947).

- [22] A.D.LeClaire and W.M.Lomer, ACTA METALLURGICA, 2, 731 (1954).
- [23] A.S.Nowick, and D.P.Seraphin, ACTA METALLURGICA, 9, 40 (1961).
- [24] A.Eikum, and G.Thomas, Phil. Mag, 15, 261 (1967).
- [25] P.G.Bordoni, M.Nuovo, and L.Verdini, II nuovo Cimento 14, 2, 273 (1959).
- [26] A.Seeger, and P.Schiller, Physical Acoustics, III A, 361 (1966).
- [27] J. Woïrgard, Phil. Mag, 33, 623 (1976).
- [28] A.Rivière, S.Belhas, J. Woïrgard, J. De Fouquet, and J.Vergniol, Journal de Physique, Tome 46, Colloque C10, 367 (1985).
- [29] A.Rivière, P.Gadaud, Metall. Mater, 28A, 1661 (1997).
- [30] C. Belamri, S. Belhas , A. Rivière, Materials Science and Engineering, A 442, 142 (2006).
- [31] A.Rivière, Thèse de docteur ès sciences physiques, Poitiers, 1984.
- [32] B.M.Darinskiy, and Y.A.Fedorov, Fiz. Metl. Metaloved, 25, 785 (1970).
- [33] J.L-Leblanc. « propriétés mécaniques des polymères », cours du DUA « chimie et physico-chimie des polymères, option chimie », université Pierre et Marie Curie, Paris, version 1.03.2001.
- [34] O.Couteau, « spectroscopie mécanique de la relaxation des contraintes d'interface dans les composites à matrice métallique », thèse de doctorat, EPFL, Lausanne, 2004.
- [35] R.Deterre, G.Froyer, « Introduction aux matériaux polymères », TEC&DOC, Lavoisier, 1997.
- [36] D.François, « lois de comportement des métaux, élasticité, viscoélasticité», M 4151 (12-2004).
- [37] R.S.Lakes, REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, 75, (2004).
- [38] G.Chaudron, « monographie sur les métaux de haute pureté », Masson et Cie, 1972.
- [39] D.François, « essais mécaniques des métaux- détermination des lois de comportement », Doc. M120 (10-1996).
- [40] P.Coussot, C.Ancey, « rhéophysique des pâtes et des suspensions », Edition EDP science, 1999.

- [41] N.Leamamie, « analyse du comportement viscoélastique de matériaux anisotropes par reconstruction de forme d'onde », thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2002.
- [42] W.Benoit, G.Fantozzi, « anélasticité et frottement intérieur, dislocations et déformation plastique », Ecole d'été d'Yraval 3-14 Septembre, Paris, 1979, publiée sous la direction de P.Groh, L.P. Kubin, J-L. Martin.
- [43] H.DeLeiris, « métaux et alliages », Tome III, Masson et Cie, Paris, 1971.
- [44] J-M.Dorlot, J-P.Baïlon, J.Masounave, « Des Matériaux », L'école polytechnique de Montréal, Canada, 1986.
- [45] C.Bouchy, F.Gobin, « métallurgie (1- métallurgie structurale) », Arnaud Colin, Paris, 1971.
- [46] J.Barralis, G.Maeder, « précis métallurgie », Nathan, Paris, 1997.
- [47] Y.Adda, J.Philibert, J.P.Poirier, « Montée des dislocations et fluage des métaux », textes rassemblés par G.Champier et G.saada sous titre « déformation plastique des métaux et alliages », Masson et Cie, Editeurs, Paris, 1968.
- [48] J-J.Rousseau, « cristallographie géométrique et radiocristallographie », Dunod (Paris), 2000.
- [49] H.Lambot, L.Vassamillet, J.Dejace, ACTA METALLURGICA, 1, 711 (1953).
- [50] J.Woïrgard, Y.Sarrazin, and H.Chaumet, Rev. Sci. Instrument 48, 1322 (1977).
- [51] A.Rivière, in: R.Schaller, G.Fantozzi, G.Gremaud (Eds.), Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001 with Applications to Materials Science, Trans tech Publication Ltd., Switzerland, 635–651 (2001).
- [52] J.Friedel, Dislocations and Mechanical Proprieties of crystals. Fisher, Johnson, Thomson and Vreeland, Eds. Wiley, New-York, 1957.
- [53] J. Woïrgard, Phil. Mag, 33, 623 (1976).
- [54] J-P.Poirier, « plasticité à haute température des solides cristallins », Editions Eyrolles, Paris, 1976.
- [55] Y.Adda. J.M.Dupony, J.Philibert, Y.Quéré, « Eléments de métallurgie physique » Tome1 Rappels, INSTN, CEN. Saclay, 1987.
- [56] C.Carrot, J.Guillet, « viscoélasticité linéaire des polymères fondus », AM 3620 (01-1999).

- [57] J. Saka, Y. Sueki and T. Imura, *Phil. Mag*, 37, 273 (1978).
- [58] S.Bolognini, « Propriétés mécaniques à haute température de cermets Ti(C,N)-WC-Mo-Co à gradient de composition pour outils de coupe », thèse de doctorat, EPFL, Lausanne, 2000.
- [59] P.Pascal, « nouveau traité de chimie minérale », Tome XX, Masson et Cie, Paris, 1971.
- [60] D.Arnaud, J.Barbery, R.Biais, B.Fargette, P.Naudot, « propriétés du cuivre et de ses alliages », M 430 (04-1985).
- [61] G.Hilly, C.Chaussin, « cours de métallurgie », Dunod, Paris, 1972.
- [62] M-P.Jacqueline Baron, « étude du comportement des interfaces austénite/martensite et martensite/martensite de deux alliages à effet mémoire de forme le CuZnAl et le CuAlBe », thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon, 1998.
- [63] F.Saint-Antonin, « essais de relaxation isotherme », Doc. M 141 (12-1997).
- [64] G.Fleury, « des polyrotaxanes de haute masse moléculaire au réseau topologique : les gels à point de réticulation glissants », thèse de doctorat en chimie et science des matériaux, université Louis Pasteur – Strasbourg I, 2005.
- [65] P.Parnière, « métallographie par diffraction des rayons X, des électrons et des neutrons », Doc. M 100 (04-1983).
- [66] J.P.Eberhart, « méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides », doin éditeur Paris, 1976.
- [67] S.Weinig and E.S.Machlin, *ACTA METALLURGICA*, 4, 262 (1956).
- [68] M.S.Wechsler, R.H.Kernohan, *ACTA METALLURGICA*, 7, 599 (1959).
- [69] B.Escaig, *ACTA METALLURGICA*, 11, 595 (1963).
- [70] S.Matsuo, L.M.Clarebrough, *ACTA METALLURGICA*, 11, 1195 (1965).
- [71] F.I.Grace, M.C.Inman, *METALLOGRAPHY*, 3, 89 (1970).
- [72] E.J.H.Wessels, F.R.N.Nabarro, *ACTA METALLURGICA*, 19, 903 (1971).
- [73] C.Nourtier, *ACTA METALLURGICA*, 20, 415 (1972).
- [74] C.Kinoshita, T.Eguchi, *ACTA METALLURGICA*, 20, 45 (1972).

- [75] H.Ney, R.Labusch, P.Haasen, ACTA METALLURGICA, 25, 1257 (1977).
- [76] P.J.Jackson, W.E.Nixon, J.W.Mitchell, ACTA METALLURGICA, 25, 1539 (1977).
- [77] E.Wintner, H.P.Karntaler, ACTA METALLURGICA, 26, 941 (1978).
- [78] W.Gauding, H.Warlimont, ACTA METALLURGICA, 26, 709 (1978).
- [79] G.Bhikshamaiah, S.V.Suryanarayana, S.V.Nagender Naidu, T.Rajashekarana, R.Gopalan, WEAR, 125, 241 (1988).
- [80] A.Rohatgi, K.S.Vecchio, G.T.Gray, ACTA MATERIALIA, 49, 427 (2001).
- [81] D.H.Cockayne, M.L.Jenkins, and Ray, I.L.F. Phil. Mag, 24, 1383 (1971)
- [82] W.M.Stobbs and C.H.Sworn, Phil. Mag, 24, 1365 (1971).
- [83] M.L.Jenkins, Phil. Mag, 26, 747 (1972).
- [84] R.E.Schramm and R.P.Reed, Met. Trans, 6 A, 1345 (1975).
- [85] Coulomb, P. J. Microsc. Spectrosc. Electron. Vol. 3, p. 295-306. (1978).
- [86] P.C.J.Gallagher, Metallurgical. Transactions, 1, 2429 (1970).
- [87] E.Wintner, and H.P.Karntaler, Phil. Mag, 36, 1317 (1977).
- [88] H.Tadashi, A.Kaoru, and S.Karashima, Metallurgical Transaction, 5, 933 (1974)
- [89] M.H.Loretto, L.M.Clarbrough and R.L.Segall, Phil. Mag, 11, 459 (1965).
- [90] L.Delehouzee and A.Deruyttere, Acta-Met, 15, 727 (1967).
- [91] C.R.Houska and B.L.Averbach, J. of Appl. Phys, 30, 1525 (1959).
- [92] L.M.Clarbrough, M.E.Hargreaves, and M.H.Loretto, Proc. Roy. Soc. A261, 500 (1961).
- [93] D.E.Mikkola, and J.B.J.Cohen, Appl. Phys, 33, 892 (1962).
- [94] J.B.Cohen, and M.E.J.Fine, Phys. Radium, 23, 749 (1962).
- [95] G.Thomas, Aust. Inst. Metals, 8, 80 (1963).
- [96] J.E.Epperson, P.Furnrohr, and C.Ortiz, Acta. Cryst, A(34), 667 (1978).
- [97] I.Saissi, Thèse de Doctorat, Poitiers (1986).
- [98] A.Howie, and O.Valdre, Phil. Mag, 8, 1981 (1963).
- [99] C.S.Pande and P.M.Hawwledine, Phil. Mag, 24, 1039 (1971).
- [100] H.Fujita, N.Sumida, S.Kimura, and T.J.Takemoto, Phys. Soc. Jpn, 51(2), 577 (1982).
- [101] D.Guan, Thèse de doctorat, Poitiers, 1985.
- [102] J.Hertz, « Diagrammes d'équilibre – Alliages binaires », M 70 (12-1999).

Résumé :

Des mesures de frottement interne ont été effectuées par spectroscopie mécanique isotherme sur un monocristal de Cuivre - Aluminium de teneur 9% en atome d'aluminium. Pour chaque température fixée entre l'ambiante à 1200 K, une large gamme de fréquence allant de 10⁻⁵ Hz à 10 Hz a été explorée.

Les mesures de frottement interne ont été faites sur deux états de l'éprouvette : initial (recuit d'homogénéisation de 48h à 1250 K sous un vide de 10⁻⁶ Torr, suivi d'un refroidissement lent à 50 °C par heure environ) et écroui (1% par flexion).

Les résultats obtenus révèlent ¶un pic de relaxation entre 0.5 TF et 0.7 TF se déplaçant vers les hautes fréquences à mesure que la température de mesure (recuit) augmente.

Lors de la descente en température à partir du recuit de 1179K, les courbes d'Arrhenius de l'état écroui montrent que le maximum de ce pic se déplace sur une droite ce qui n'est pas le cas de la montée en température.

A l'état initial par contre ; le maximum de ce pic se déplace, aussi bien en montée qu'en descente, sur une droite d'ailleurs parfaitement superposable à celle de l'état écroui.

L'évolution des courbes d'Arrhenius ainsi que les paramètres de relaxation obtenus, suggère l'idée de l'existence de deux pics :

Le premier apparaît seulement à moyenne température (PMT) sur l'état écroui. Son origine semble être due aux dislocations fraîches introduites par écrouissage.

Le deuxième présent à température élevée (PHT) sur les deux états peut être attribué au mouvement des segments longs de dislocations.

¶¶

Mots clés : Spectroscopie mécanique isotherme, relaxation, frottement interne, monocristal, dislocation.

Abstract:

Internal friction measurements have been performed in a single crystal of copper – Aluminium (9% at.) from room temperature to 1200 K on two states of the sample (initial state corresponds to a slow hardened sample at 50K/H after an homogenisation annealing of 48h at 1250K and the second state to an 1% cold worked sample by torsion) in frequency sweep from 10⁻⁵ Hz to 10 Hz at fixed temperature.

Isothermal mechanical spectroscopy has shown a relaxation peak between 0.5 TM and 0.7 T M moving to high frequency as the measurement temperature increased.

The Arrhenius plots of the relaxation rate did not give a straight line after heating on the cold worked state. However, in the subsequent measurements at various temperatures while cooling after annealing at 1200 K, the relaxation peak gave the same linear Arrhenius plots on the two states.

The evolution of the peak and the relaxation parameters suggest the existence of two peaks: the first one appears only at low temperature (PLT) on the cold worked state is due to fresh dislocations introduced by the cold work, and that the second one present at high temperature (PHT) on the two states is due to the motion of dislocations.

Key words: isothermal mechanical spectroscopy, damping, internal friction, single crystal, dislocations.

ملخص:

قياسات الاحتكاك الداخلي تمت بواسطة المطيافية الميكانيكية ثابتة درجة الحرارة لعينة وحيدة البلورة نحاس - ألومنيوم ، حيث يمثل الألومنيوم 9 % من مجمل ذرات العينة .

عند كل درجة حرارة ثابتة انطلقا من درجة الحرارة الاعتيادية إلى 1200 k ، و في مجال التردد من 10⁻⁵ إلى 10 هرتز، درست العينة في حالتها الابتدائية ثم بعد تعريضها للتطرية .

النتائج المتحصل عليها تظهر وجود ذروة استرخاء بين 0.5 و 0.7 درجة انصهار تتحرك باتجاه الترددات المرتفعة تبعا لارتفاع درجة الحرارة. عند خفض درجة الحرارة من 1179 k ، منحنيات Arrhenius تبين أن أقصى ارتفاع للذروة ينتقل على منحى مستقيم في حالة التطرية و هذا ما لا نلاحظه عند رفع درجة الحرارة بينما في الحالة الابتدائية نلاحظ أن هذه الذروة تنتقل على منحى مستقيم سواء عند رفع درجة الحرارة أو عند خفضها و يكون منطبقا تماما على المستقيم الناتج في حالة التطرية .

منحنيات Arrhenius و ثوابت الاسترخاء المتحصل عليها توحى بوجود ذروتين : الأولى تظهر فقط عند درجات الحرارة المتوسطة في حالة التطرية مصدرها الانخلاعات التي استحدثت بواسطة التطرية أما الذروة الثانية فتظهر عند درجات الحرارة المرتفعة لحالتي العينة و التي يمكن أن يكون مصدرها حركة الانخلاعات .

كلمات مفتاحية : المطيافية الميكانيكية ثابتة درجة الحرارة، استرخاء، الاحتكاك الداخلي ، وحيد البلورة ، الانخلاع .