

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



Université El Hadj Lakhdar – BATNA



Faculté des sciences

Département des Sciences de la Matière

Thèse de Doctorat

Intitulée

***ETUDE DES MECANISMES DE RELAXATION
MECANIQUE DANS DES ALLIAGES CONTENANT UNE
PHASE DISPERSÉE.***

Présentée par Mme. Benyahia Nawel

Pour l'obtention du Diplôme de :

Doctorat

Soutenue le :

Devant la Commission d'Examen constituée par le Jury :

Mme Belhas Saida	Pr. Université El Hadj Lakhdar de Batna	Président
M. Belamri Chérif	Pr. Université El Hadj Lakhdar de Batna	Rapporteur
M. Gerland Michel	CR. Au CNRS – E.N.S.M.A de Poitiers – France	Rapporteur
M. Numakura Hiroshi	Pr. Université d'Osaka – Japon	Examineur
Mme Adjadj Fouzia	Pr. Université El Hadj Lakhdar de Batna	Examineur
M. Ait Saadi Bachir	Pr. Université d'Oran (USTO).	Examineur

A mes parents,

A mon époux,

A mes anges: Meriem el Batoul et Marwa

A mes frères et sœurs

Remerciements

La partie expérimentale de cette étude a été réalisée au Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux de l'Institut P' de L'ENSMA de Poitiers-France.

*Mes premiers et vifs remerciements vont tout naturellement au **Pr. André Rivière** pour son accueil au LMPM au sein de son équipe de recherche pendant mes stages de courte durée. Je lui en serai toujours reconnaissante.*

*Mes vifs remerciements vont également au **Dr. Michel Gerland**, Chargé de Recherche au CNRS, ainsi qu'au **Pr. Chérif Belamri**; mes directeurs de thèse respectivement en France et en Algérie. Je leur exprime toute ma gratitude pour leurs conseils fructueux, leur confiance et leur soutien. Ils ont montré une très grande disponibilité et ont mis tout en œuvre pour la réussite de ce travail.*

*Je remercie vivement le **Pr. Saida Belhas** pour sa disponibilité, ses conseils et ses encouragements d'une part et d'autre part pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury.*

*Je tiens également à adresser ma vive reconnaissance à **M. Hiroshi Namakura** Professeur à l'Université d'Osaka, à **M. Ait Saadi Bachir** Professeur à l'Université d'Oran (USTO) et à **Mme Bouharkat-Adjadj Fouzia** Professeur à l'Université de Batna (UHLB), pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.*

Je les remercie également d'avoir accepté de se déplacer pour nous honorer de leur présence et de participer au jury.

*Je tiens à exprimer ma reconnaissance à **M. J.C. Grandidier**, Directeur du LMPM, de m'avoir acceptée dans son laboratoire.*

Je remercie également au passage tout le personnel du LMPM.

Les mots ne suffiront pas pour remercier mes parents sans qui je ne serai jamais arrivée là, ainsi qu'à mes frères et sœurs qui n'ont jamais cessé de me soutenir, je leur dis simplement "Choukran".

Merci aussi à ceux qui ont participé de près ou de loin à ce travail et que j'aurai involontairement oubliés.

Sommaire

Introduction générale	10
Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium	
I Introduction.....	14
II Précipitation dans les alliages binaires à base d'Aluminium	15
II.1 Propriétés mécaniques	15
II.2 Traitement thermique	16
II.3 Caractéristiques structurales des précipités	18
II.4 Séquences de précipitation	19
III Les mécanismes de précipitation	21
III.1 L'alliage Al-Cu	21
III.2 L'alliage Al-Mg	27
III.3 L'alliage Al-Ag	32
Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure.	
I Introduction.....	44
II Frottement Intérieur.....	44
II.1 Introduction.....	44
II.2 Mise en évidence de l'anélasticité.....	48
II.2.1 Modèle de Zener.....	48
II.2.2 Pic de relaxation.....	52
III Techniques de mesure.....	55
III.1 Oscillations libres.....	55
III.2 Oscillations forcées résonantes.....	56
III.3 Oscillations forcées subrésonantes.....	57
IV Mécanismes à la base du frottement intérieur dans les métaux et alliages métalliques....	58
IV.1 Frottement interne lié aux dislocations.....	58
IV.2 Frottement interne lié à la réorientation des paires de défauts ponctuels	59

IV.3 Frottement interne lié aux transformations.....	60
IV.3.1 Frottement interne lié à la précipitation.....	60
IV.3.2 Pics de frottement interne observés dans les alliages à base d'Al.....	63
IV.3.2.1 L'alliage Al-Cu.....	63
IV.3.2.2 L'alliage Al-Mg.....	64
IV.3.2.3 L'alliage Al-Ag.....	65

Chapitre III: Techniques experimentales.

I Introduction.....	68
II Pendule de torsion inversé.....	68
II.1 Description.....	68
II.2 Système de mesure de frottement intérieur.....	71
II.3 Traitement de signal.....	72
II.4 Traitement des résultats.....	73
II.4.1 Fond continu.....	73
II.4.2 Détermination des paramètres de relaxation.....	74
III Microscope électronique à transmission (MET).....	74
III.1 Introduction.....	74
III.2 Description.....	75
III.3 Préparation des lames minces.....	76
IV Elaboration des échantillon.....	77

Chapitre IV: Résultats experimentaux discussion et interprétation.

Introduction.....	80
-------------------	----

I - Al - (4,5% wt.Cu)

IV.I.I Introduction.....	84
IV.I.II Résultats expérimentaux.....	85
IV.I.II.1 Influence de la température sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence. (Structure stabilisée).....	85

IV.I.II.2 Influence du vieillissement sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence.....	87
IV.I.II.3 Influence du recuit de haute température sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence.....	91
IV.I.III Discussion et interprétation.....	92
IV.I.IV Conclusion.....	94

II - Al - (12%wt.Mg)

IV.II.I Introduction.....	97
IV.II.II Résultats expérimentaux.....	98
IV.II.II.1 Influence de la température sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence. (Structure stabilisée).....	98
IV.II.II.2 Influence du vieillissement sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence.....	102
IV.II.II.3 Influence du recuit de haute température sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence	106
IV.II.II.4 Observations en Microscopie Electronique à Transmission (MET).....	110
IV.II.III Discussion et interprétation.....	113
IV.II.IV Conclusion.....	115

III - Al - (20%at.Ag)

IV.III.I Introduction.....	117
IV.III.II Résultats expérimentaux.....	118
IV.III.II.1 Influence de la température sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence. (Structure stabilisée).....	120
IV.III.II.2 Influence du vieillissement sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence.....	123
IV.III.II.3 Influence du recuit de haute température sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence	125
IV.III.II.4 Observations en Microscopie Electronique à Transmission (MET).....	126
V.III.III Discussion et interprétation.....	135
IV.III.IV Conclusion.....	138

Conclusion générale.....	139
---------------------------------	------------

Références Bibliographiques.....	144
---	------------

Résumé.....156

Introduction générale

Introduction générale

Beaucoup d'alliages métalliques utilisés dans l'industrie comportent une phase présente sous forme de précipités. Ces derniers (qu'ils soient cohérents, semi cohérents ou incohérents avec la matrice) constituent autant d'obstacles sur le chemin des dislocations ce qui a pour effet d'influer considérablement sur les propriétés mécaniques de ces matériaux.

Les alliages d'aluminium font partie de cette classe de matériaux. Ils sont, en effet, sujets à d'importantes transformations microstructurales et représentent, à ce titre, un excellent support pour l'étude des interactions entre les dislocations et les précipités : mécanismes gouvernant pour l'essentiel le comportement mécanique de ce type de matériaux.

Pour une bonne compréhension du phénomène physique, il est donc primordial de procéder à une analyse fine de ces mécanismes où le phénomène de précipitation (séquences et cinétiques de précipitation) joue un rôle majeur.

Parmi les techniques d'analyses qui rendent très bien compte de ce type de transformations, le frottement intérieur semble être parfaitement bien adapté à ce genre d'étude. Il permet d'une part de mener des essais non destructifs (gain en matière) et d'autre part de suivre l'état microstructural de ces alliages à travers l'évolution des spectres.

Pour cette étude, nous avons utilisé la technique de la spectroscopie mécanique isotherme (IMS) qui nous permet de balayer une large gamme de fréquences (10^{-5} Hz - 50 Hz) par paliers de températures fixes. L'avantage de cette technique réside dans le fait de pouvoir travailler sur des microstructures stables qui n'évoluent pas au cours de l'essai. Elle nous évite ainsi d'avoir des spectres perturbés par les effets transitoires inhérents au processus de transformation de phase en fonction de la température.

L'objectif de ce travail est, donc, l'étude in situ du comportement en frottement interne de ces alliages qui contiennent une phase dispersée.

L'évolution de leur état structural en fonction de la température sera suivie en analysant la relaxation mécanique résultante.

Pour ce faire nous avons choisi trois alliages à base d'aluminium, dont deux alliages industriels : Al – (4.5 %wt. Cu) et Al – (12%wt. Mg) et un alliage qui n'a pas d'application industrielle : Al – (20 % at. Ag), reconnu comme système idéal pour des études théoriques grâce notamment à la nucléation hétérogène des précipités et à la faible distorsion de son réseau.

Par ailleurs, quelques observations au microscope électronique en transmission (MET) ont été effectuées sur deux alliages : Al – Mg et Al – Ag, afin de compléter les mesures de frottement intérieur.

Ce mémoire a été organisé de la manière suivante :

Le premier chapitre donne un aperçu sur les alliages à durcissement structural à base d'aluminium, où les mécanismes de précipitation des alliages Al- Cu, Al-Ag et Al-Mg seront développés en détail.

Dans le second chapitre, nous présenterons la phénoménologie générale de la mesure du frottement interne et nous traiterons quelques travaux concernant les effets anélastiques, dus aux précipités, observés dans des systèmes contenant une phase dispersée.

Le chapitre III est consacré à la description des techniques expérimentales (Pendule de torsion inversé et Microscope Electronique en Transmission (MET) utilisées pour la réalisation de cette étude.

Les résultats expérimentaux et la discussion, relatifs à chaque alliage étudié, seront présentés au chapitre VI.

Ce mémoire se terminera enfin par une conclusion générale.

Chapitre I

*Phénomènes de précipitation dans
les alliages à base d'aluminium*

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

I Introduction :

Afin de pouvoir expliquer le comportement en frottement intérieur des échantillons considérés lors de cette étude: Al-Cu 4% en poids, Al-Mg 12% en poids et Al-Ag 20% atomique, nous allons en premier résumer les résultats obtenus sur les phénomènes de précipitation et les propriétés mécaniques de ces alliages à travers cette brève étude bibliographique.

Les alliages à base d'aluminium admettent des propriétés mécaniques meilleures que celles de l'aluminium non allié. En effet, les éléments d'addition peu nombreux (cuivre, silicium, magnésium, manganèse, titane, lithium et certaines de leurs associations) modifient profondément la microstructure.

Les atomes des éléments d'addition peuvent :

- Etre en solution solide de substitution ; ils prennent la place des atomes d'aluminium dans le réseau. Quelle que soit leur taille, plus petite ou plus grande que celle de l'atome d'aluminium, le réseau en est perturbé et devient plus difficile à déformer.
- Aussi former des précipités hors solution solide, ces précipités sont soit cohérents, soit semi-cohérents, ou incohérents avec la matrice d'aluminium.

Dans les deux cas, l'effet provoqué est le même sur la difficulté de déformation du réseau. Le durcissement de l'aluminium dépend non seulement de la nature, de la teneur, de la répartition de ces éléments d'addition mais aussi des traitements thermiques.

Parmi les alliages à durcissement structural, les systèmes Al-Cu et Al-Ag sont les plus connus, le premier, comme modèle pour les alliages industriels et le second, comme système idéal pour des études théoriques à cause de la faible distorsion de son réseau et du durcissement s'effectuant en deux étapes (durcissement "à froid" et durcissement "à chaud"). Les solutions solides sursaturées de ces systèmes, trempées, conduisent chacune, à un précipité d'équilibre en fin de séquence.

Contrairement aux systèmes précédents, les alliages d'aluminium et de magnésium contenant moins de 4% de magnésium ne sont pas sujets au durcissement structural. La majeure partie du magnésium se trouve en solution solide dans ces alliages.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

II Précipitation dans les alliages binaires à base d'Aluminium :

Le durcissement structural dû à la précipitation dans les alliages à base d'aluminium a fait l'objet de plusieurs études et ce depuis 1906 [Wilm1911, Merica1919].

La précipitation à l'état solide se produit quand les concentrations d'éléments dépassent leur solubilité solide, la phase initiale se transformant en un produit biphasé qui inclut une nouvelle phase, ou précipité. Les constituants de la seconde phase peuvent se composer des précipités purs d'élément ou principalement des phases intermétalliques.

II.1 Propriétés mécaniques :

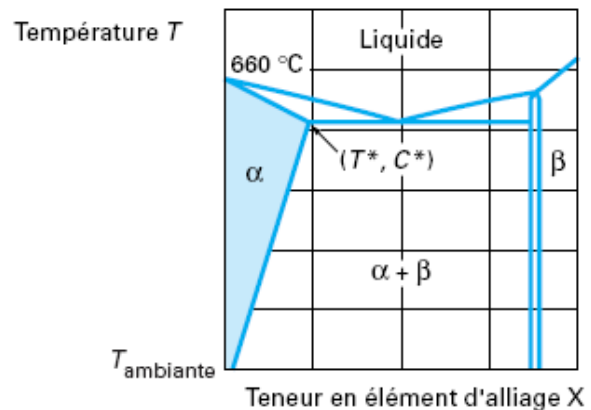
Les alliages binaires d'aluminium présentent généralement à l'équilibre à l'ambiante une structure biphasée composée d'un domaine monophasé restreint α (de structure CFC provenant de l'état solide de l'aluminium), très peu étendu à l'ambiante et s'étendant jusqu'à une teneur C^* pour une température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

- Une structure d'équilibre biphasée initiale, par un refroidissement lent.
- Une structure monophasée α sursaturée en élément d'addition et hors d'équilibre, si le refroidissement est rapide (de 100° à 1000° C par seconde selon l'alliage).

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

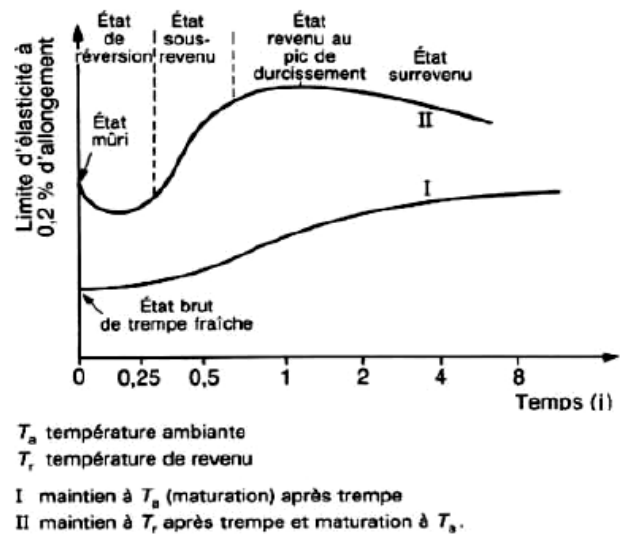
d'aluminium

Figure I-1 : *Diagramme de base d'un alliage binaire. Extension de la phase α suivant l'élément d'addition. [Dubost1991]*



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

Figure I-2 : *Evolution schématique de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium à durcissement structural [Dubost1991]*



II.2 Traitement thermique:

Le traitement thermique pour le durcissement structural nécessite trois étapes :

- Mise en solution: maintien en température suffisamment élevée afin de mettre en solution solide les éléments d'addition. L'alliage est porté à une température supérieure à la température de solvus (pour l'Al, elle est comprise entre 400 et 500°C), pour permettre la dissolution des éléments (atomes de soluté) qui provoquent le durcissement.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

Pour écarter tout risque de fusion partielle, cette température doit rester inférieure à la température eutectique et à la température de fusion des phases intermétalliques éventuellement présentes. La durée de maintien de la température est de l'ordre de 30 min. Le durcissement final dépend fortement de la température et de la durée de mise en solution.

- Trempe: refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à température ambiante la solution solide. La trempe a pour but de maintenir les éléments d'addition en solution métastable. L'état de la structure obtenue dépend fortement de la vitesse de refroidissement. En effet, les vitesses de refroidissement peuvent être classées en trois catégories : refroidissement lent, rapide et très rapide.
- Maturation - revenu: après trempe, l'alliage durcit plus ou moins rapidement suivant sa composition par simple séjour à la température ambiante: c'est la maturation ou vieillissement naturel. Cette opération permet la démixtion de la solution sursaturée et la formation de petits amas de soluté appelés: les zones GP (Guinier-Preston). Par contre un chauffage ultérieur à la trempe à des températures inférieures aux températures de mise en solution, de l'ordre de 100 à 200°C est un revenu. Cette opération permet d'accélérer les phénomènes de décomposition de la solution solide sursaturée et donc la précipitation responsable du durcissement.

La précipitation d'une nouvelle phase, de manière extrêmement fine, à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium.

La taille, la cohérence, la morphologie et la densité des particules de la phase précipitée contrôlent le durcissement de l'alliage, alors que la taille de grains de la matrice contrôle sa ductilité.

Le durcissement structural est plus important si la densité des particules est grande et si leur répartition dans la matrice est homogène.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

II.3 Caractéristiques structurales des précipités :

Les précipités présents dans une matrice sont caractérisés par :

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

Il existe une interface entre la matrice et le précipité. Cette interface est spécifique à chaque type de précipité (Figure I.3)

Une interface cohérente (Figure I.3.a et I.3.b) est caractérisée par une correspondance atomique au joint et une continuité des plans réticulaires, même si un petit décalage entre le réseau cristallin peut mener à des déformations cohérentes (Figure I.3.c). Les interfaces cohérentes ont une énergie inter-faciale relativement faible (0,05 à 0,2 J/m²).

Une interface incohérente (Figure I.3.e et I.3.f) est un joint d'interphase qui résulte de deux structures cristallines très différentes de la matrice et du précipité. Le joint est essentiellement un joint de grain à grand angle caractérisé par une énergie de surface inter-faciale relativement élevée (0,5 à 1,0 J/m²).

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

Les interfaces semi cohérentes (Figure I.3.d) représentent un cas intermédiaire qui devient énergétiquement favorable pour relâcher partiellement les déformations cohérentes. Ces interfaces caractérisées par les régions d'un bon ajustement ponctué par des dislocations ont des énergies de surface inter-faciale ($0,2$ à $0,5 \text{ J/m}^2$) comprises entre celles des interfaces cohérente et incohérente.

Les dislocations agissent comme des sites de nucléation seulement pour les précipités semi-cohérents [Porter1996].

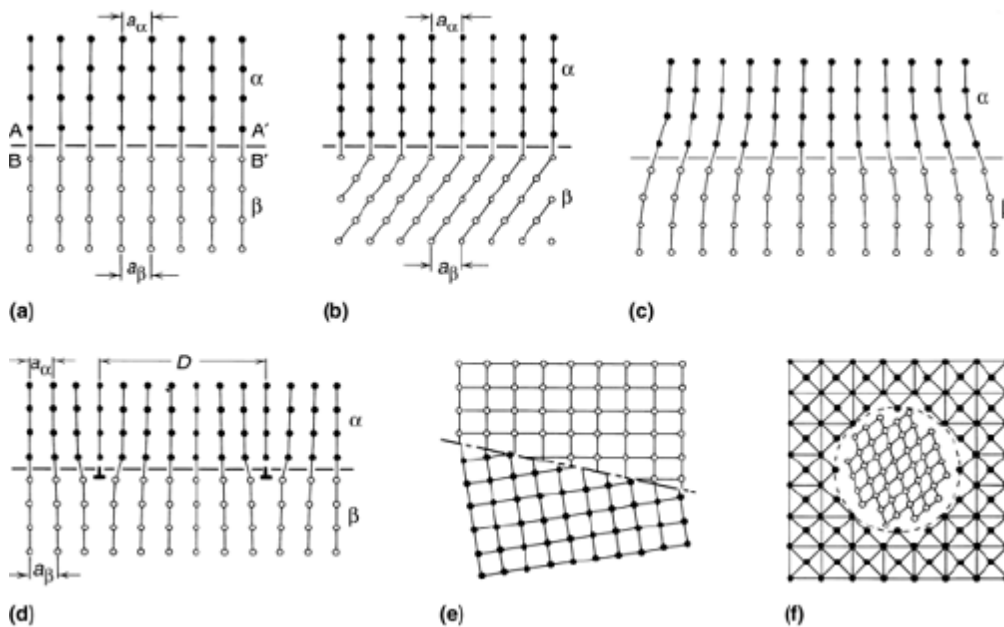


Figure I-3: Différents types d'interfaces. (a) et (b) Interfaces cohérentes. (c) et (d) Interfaces semi-cohérentes avec présence de dislocations. (e) et (f) Interfaces incohérentes [Soffa1985].

II.4 Séquences de précipitation :

Dans tous les alliages à durcissement par vieillissement, la matrice sursaturée se transforme en plusieurs étapes, produisant un ou plusieurs précipités de transition métastable avant l'apparition de la phase d'équilibre.

L'approche à l'équilibre est contrôlée par l'activation (nucléation) des barrières séparant l'état initial des états de plus basse énergie libre. Les précipités de transition sont

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

cristallographiquement semblables à la matrice, permettant la formation d'une interface cohérente à faible énergie au cours du processus de nucléation.

La séquence de précipitation débute généralement par la nucléation de petites phases entièrement cohérentes appelées zones de Guinier et Preston (découvertes par Guinier et Preston par l'étude de diffraction des rayons X en 1938 [Guinier1938, Preston1938]). Les zones de Guinier-Preston (GPz) sont riches en atomes de soluté résultant de la séparation de phases ou de précipitations dans l'espace à miscibilité métastable de l'alliage. Elles peuvent se former par la nucléation homogène et se développer par de petites surfusions ou par décomposition spinodale à grandes surfusions ou sursaturations. Depuis leur découverte, les GPz ont fait l'objet de plusieurs travaux, un résumé détaillé de plus de 40 ans de recherche a été établi par [Cohen1986].

La forme des zones GP dépend des alliages. Elles prennent généralement la forme de petites particules sphériques ou des particules sous forme de disque.

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

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

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

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

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

Ainsi, les alliages à base d'aluminium présentent un ensemble de propriétés qui font d'eux des matériaux irremplaçables vu que les applications du durcissement structural sont extrêmement nombreuses et importantes ; elles couvrent un vaste champ industriel.

III Les mécanismes de précipitation :

III.1 L'alliage Al-Cu :

L'alliage Al-Cu est un alliage à durcissement structural de la série 2000 où le cuivre représente l'élément principal d'addition. Les teneurs pondérales en cuivre des alliages de cette série sont comprises entre 2,6 et 5,7 %.

Les nombreuses études menées sur le durcissement par précipitation du système binaire Al-Cu constituent une référence pour un large éventail d'alliages à phase dispersée.

Le durcissement structural est dû à la précipitation du composé transitoire d' Al_2Cu , cette phase leur confère d'excellentes propriétés mécaniques. En effet, la présence du cuivre améliore sensiblement la résistance et la dureté, et réduit généralement la résistance à la corrosion. Ainsi, le durcissement par précipitation permet d'atteindre des résistances élevées tout en conservant une ductilité satisfaisante [Lorimer1978].

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

Comme le montre le diagramme de phase (Fig.I.4) du système Al-Cu, l'état stable de ces alliages à température ambiante est un système biphasé : une phase α faiblement chargée en Cu et une phase θ , en fait, c'est la phase d'équilibre du composé Al_2Cu .

Intéressons-nous plus particulièrement à la teneur 4,5% massique de cuivre, alliage de notre étude. Le diagramme de phases du binaire Al-Cu ci-dessous, nous indique qu'entre 500°C et 580°C, l'alliage considéré est monophasé : il s'agit d'une solution solide désordonnée d'aluminium dans laquelle le cuivre est en substitution (phase α). En dessous de 500°C, l'alliage devient biphasé et les deux phases, α et $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ coexistent. Il y a donc précipitation de phase θ dans la solution. Au fur et à mesure que l'alliage est refroidi (on considère un refroidissement lent pour être le plus proche possible des conditions d'équilibre), la proportion de $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ augmente. A la température ambiante, les pourcentages massiques d'équilibre sont de 93 % de phase α et de 7% d' Al_2Cu . La solubilité de l'élément cuivre dans l'aluminium (phase α) est d'environ 0,02 % à température ambiante.

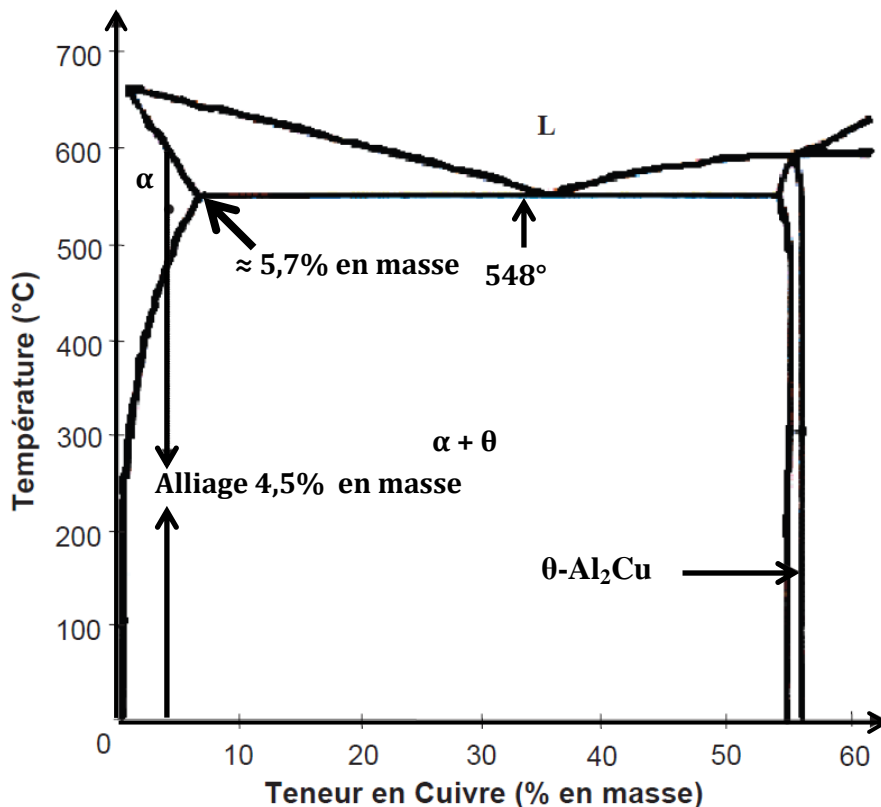


Figure I-4 : Diagramme de phase Al-Cu entre 0 et 60 % massique d'élément cuivre.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

A basse température, la diffusion du Cu étant extrêmement lente, les atomes de Cu se déplacent seulement à l'intérieur du réseau cristallin de la solution solide à de très faibles distances et s'accumulent suivant les plans (100) en amas riches en cuivre pour former la première phase apparente, les zones de GP I.

Un maintien à 100°C pendant 100 heures est nécessaire à l'apparition totale des zones GP et donne de grandes zones GP II (la phase θ'') sous forme d'agrégats bidimensionnels lamellaires ou disques. Cette phase est en cohérence cristallographique avec la solution solide α mais de structure cristalline différente. La concentration du cuivre dans ces zones correspond à la teneur dans Al_2Cu . [Zahra1974, Tighouart1993].

L'apparition des dislocations de 'désaccord de structure' sur les faces larges de certains précipités, après un vieillissement de l'alliage entre 200°C et 300°C provoque la germination de θ' sur ces dislocations au détriment de la phase θ'' alors dissoute.

Au bout de quelques heures de maintien, la presque totalité des précipités présente un réseau de dislocations d'interface. C'est le début de la perte de cohérence des faces larges des précipités θ' .

L'augmentation de la température au-delà de 300°C mène à la coalescence de la phase métastable θ' et au changement des interfaces de dislocations qui vont devenir de moins en moins cohérentes. Avec le temps, ce réseau de dislocations devient régulier et constitue l'amorce de la transformation $\theta' \rightarrow \theta$. [Fouquet1978, Merle1978-1979-1981, Brooks1982].

Enfin, la solution solide (α) s'appauvrit graduellement en Cu lorsque la microstructure s'approche de la phase d'équilibre θ , qui se présente sous forme de petits bâtonnets ou de sphères de quelques micromètres de diamètre. [Merlin1979]

Le tableau I.2 résume les différentes séquences de précipitation et le diagramme de la figure I.5 montre les courbes de solvus (courbe limite de solubilité) métastables des zones GP et des phases de transition de l'alliage Al-Cu pour les teneurs en poids inférieures à 5,7%. [ASM Metals HandBook 2001].

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

<i>Al-Cu (α_{Al} CFC)- solution solide sursaturée après trempe à l'eau depuis 550°C</i>						
<i>Phase</i>	<i>T (°C)</i>	<i>Structure</i>	<i>a (nm)</i>	<i>c (nm)</i>	<i>Forme</i>	<i>Epitaxie</i>
GP I	100	CFC cohérent	0.404	-----	Amas en Cu	GP // (100) _{Al}
GP II θ''	150	Tétragonal cohérent	0.405	0.763	Plaquette ou disque	(001) _{θ''} // (001) _{Al} [100] _{θ''} // [100] _{Al}
θ'	200-300	Tétragonal partiellement cohérent	0.572	0.581	Germe sur les dislocations de la matrice et θ' grossit au détriment de θ'' .	(001) _{θ'} // (001) _{Al} [100] _{θ'} // [110] _{Al}
θ	T > 300	Al ₂ Cu Tétragonal non-cohérent	0.607	0.487	sous forme de globule	

Tableau I-2 : *Séquence de précipitation de l'alliage Al-Cu*

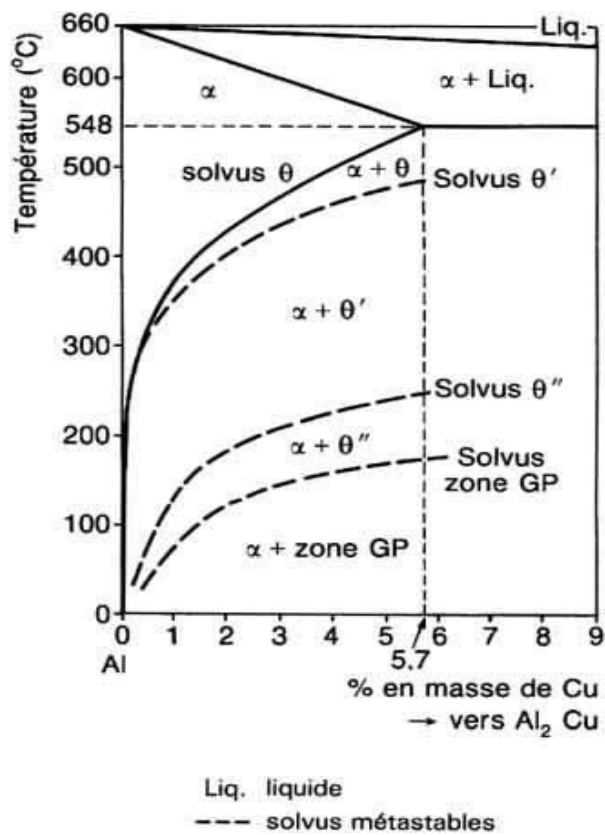


Figure I-5 : *Diagramme des phases stables et métastables de l'Al-Cu.*

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

La dernière étude en date de ce système binaire a été menée Biswas et al [Biswas2011]. Lors du revenu, il y a décomposition de la solution solide sursaturée α ; les séquences de précipitation des alliages binaires Al-Cu suivent généralement le schéma ci-dessous.

Solution solide sursaturée \rightarrow Zones GP \rightarrow Phase θ'' \rightarrow Phase θ' \rightarrow Phase θ -Al₂Cu.

La figure I.6 montre les trois étapes du durcissement structural d'un alliage Al-Cu 4% en poids et les microstructures respectives, alors que sur la figure I.7 sont représentées les microstructures qui peuvent se développer au cours du refroidissement pour le même alliage [Askeland2003].

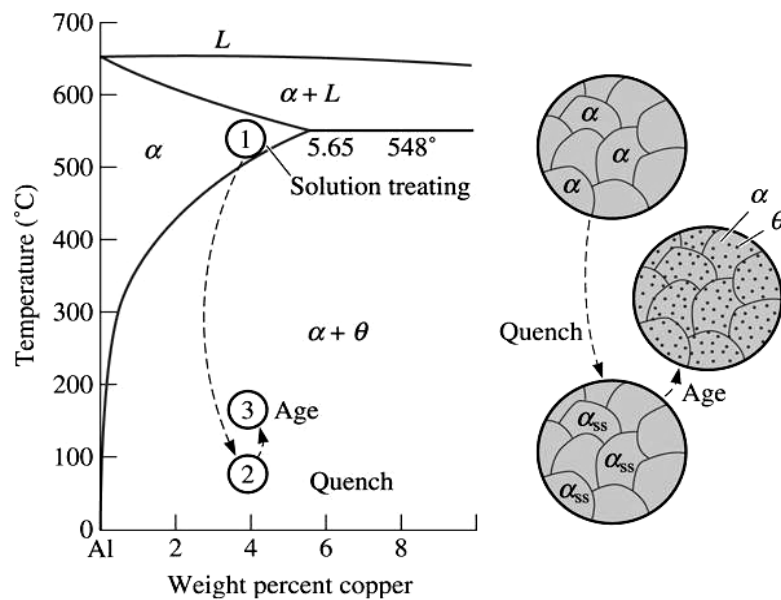


Figure I-6 : Diagramme de l'Al-Cu montrant les trois étapes du traitement thermique de durcissement par vieillissement et les microstructures respectivement produites.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

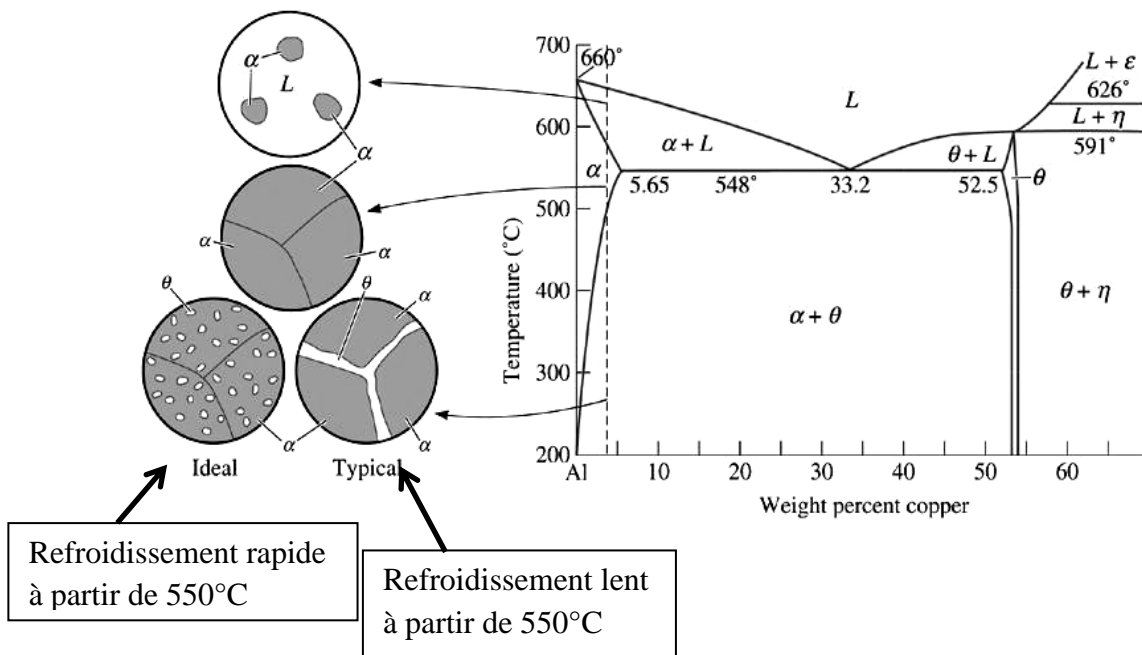


Figure I-7 : Diagramme de l'Al-Cu montrant les microstructures susceptibles de se former au cours du refroidissement pour la teneur 4% en poids de cuivre.

La précipitation séquentielle ou mixte de ces phases métastables conduit à un durcissement structural progressif avec la durée du revenu et la composition en atomes de Cu (Fig. I.8 et I.9) [Portis1980].

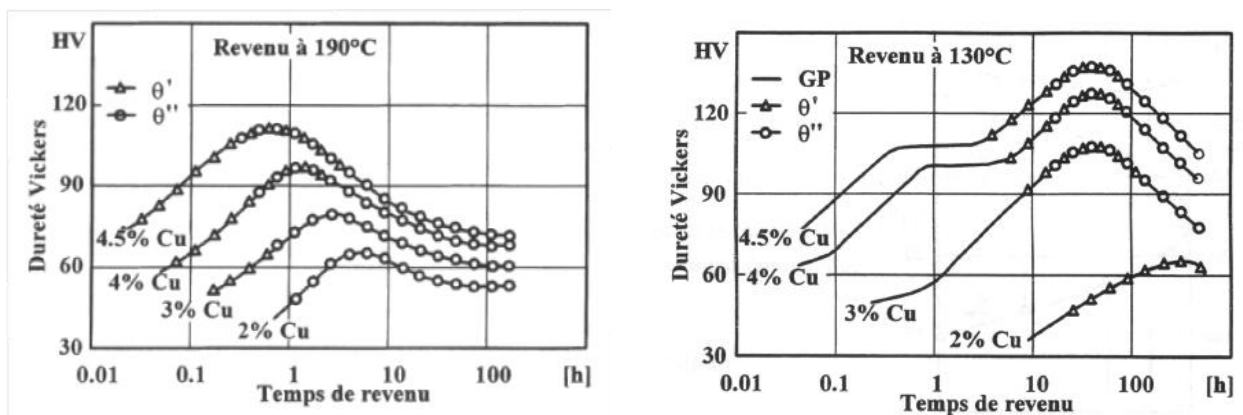


Figure I-8 : Dureté en fonction du temps de revenu à 130°C et 190°C pour les alliages binaires Al-Cu écrouis

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

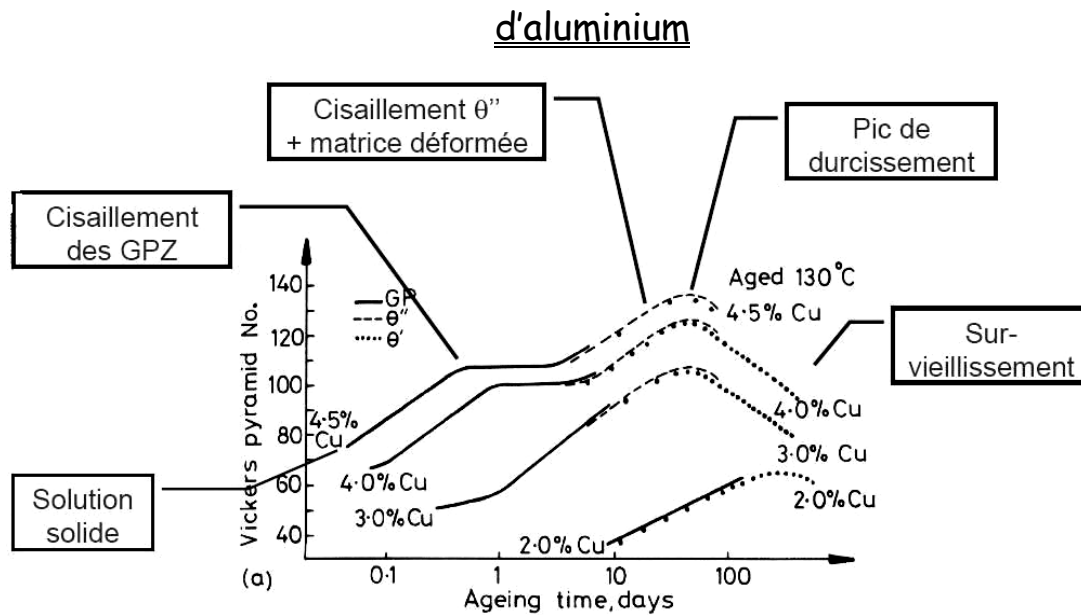


Figure I-9 : Dureté en fonction du temps de vieillissement pour les alliages binaires Al-Cu.

La morphologie de la précipitation ainsi que les proportions respectives des différentes phases susceptibles d'être observées varient selon le mode de refroidissement de l'alliage. Dans le cas d'un refroidissement lent, les précipités de phase θ sont grossiers et très espacés. Dans le cas d'un refroidissement rapide, ils sont fins et très rapprochés [Ashby1991].

Les gros précipités très distants les uns des autres provenant du refroidissement lent font que les dislocations n'ont pas de mal à les contourner et l'alliage ainsi obtenu a de faibles caractéristiques mécaniques. Par contre, la structure fine formée de petits précipités rapprochés obtenue après le refroidissement rapide fait que les dislocations mobiles ont du mal à les franchir et l'alliage est ainsi plus dur.

Cependant, il est possible d'augmenter considérablement la dureté de l'alliage en lui faisant subir un vieillissement.

III.2 L'alliage Al-Mg :

Les alliages Al-Mg ont des propriétés mécaniques remarquables, ils se distinguent par la combinaison d'une bonne ductilité, d'une grande résistance et d'une faible densité [Zhou2003, Youssef2006]. Ils sont faciles à polir et conservent longtemps leur polissage à cause de la haute résistance à la corrosion.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

Dans l'alliage Al-Mg, la séquence et le nombre de ses phases dépendent aussi de la teneur en atomes de soluté et des températures de vieillissement appliquées [Nozato1980, Osamura1984].

Pour les températures autour et en dessous de la température ambiante, le processus de décomposition de la précipitation des alliages Al-Mg a été développé par [Nozato1980] et revu plus récemment par [Starink1996].

Dans la partie riche en aluminium, le diagramme de phase de la figure I.10, montre une solution solide monophasée de substitution α (CFC) au-dessus du solvus, et un alliage biphasé ($\alpha+\beta$) au dessous de cette limite avec une solubilité maximale du magnésium de 18.9 at.% à la température eutectique 450°C, qui se réduit jusqu'à 2 at.% Mg à la température ambiante. [Chartrand1994]

Les zones GP prennent la forme de faisceaux en forme de plaque [Sato1982], avec un contenu de magnésium supérieur à celui de la matrice, elles ne contribuent pas au durcissement par précipitation [Nazato1980]. La phase β'' , parfois désignée en tant que zone GP ordonnée [Sato1982], possède une composition d' Al_3Mg avec un paramètre de maille $a \approx 4.1 \text{ \AA}$ (la constante réticulaire pour l'Aluminium pur est de 0,404 9 nm) et une structure sphérique $L1_2$. La formation des précipités β'' influe sur la ductilité de l'alliage. Les zones GP et les précipités β'' ont tous les deux des interfaces cohérentes avec la matrice et nucléent homogènement à partir de la solution solide.

Le vieillissement à des températures au-dessus de 100°C des solutions solides contenant jusqu'à 18 at% de Mg ne révèle ni la formation des structures ordonnées $L1_2$ ni celles des zones alors que le vieillissement après trempe entre 110°C et 250°C laisse apparaître deux phases β' et β . La phase β' a une interface semi-cohérente avec la matrice, elle possède une structure hexagonale avec une composition approximative Al_3Mg_2 , avec des paramètres de maille $a = 1,002 \text{ nm}$ et $c = 1,636 \text{ nm}$ [Bernole1969] puis la phase finale d'équilibre β de structure complexe FCC, avec $a = 2,824 \text{ nm}$ et composition approximative Al_3Mg_2 [Samson 1965]), cette dernière n'apparaît que dans les derniers stades de vieillissement lorsque l'épuisement de Mg de la matrice est presque accompli [Starink1996, Mourik1989].

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

La précipitation de β' et β se fait principalement sur les dislocations et les joints de grains et est hétérogène. Elle admet des effets néfastes sur la dureté du matériau, et augmente le risque de fissuration par corrosion.

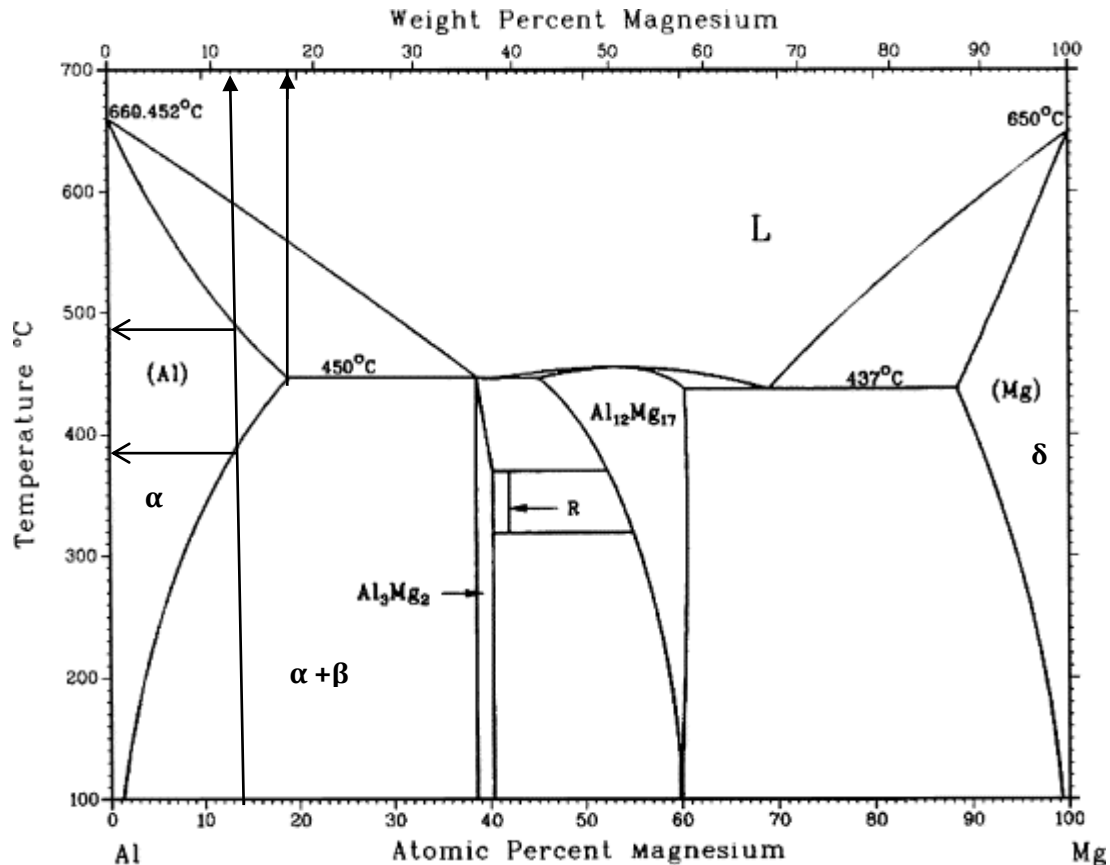


Figure I-10 : Diagramme de phase du système binaire Al-Mg. [Sorin Ignat 2004]

L'étude réalisée par Nebti et al [Nebti1995], indique que la formation des zones GP ne se produit pas pendant la trempe, mais elles se forment rapidement juste après cette étape et ce à cause de la présence excessive des lacunes dans la solution solide sursaturée qui facilite la diffusion de Mg. Ces zones se développent à 20°C par coalescence, et se transforment en particules sphériques β'' (Al_3Mg) à 45°C.

L'excès de lacunes formées pendant la trempe se développe en boucles de dislocations, ces dernières deviennent plus stables thermiquement que les zones GP et la phase β'' au cours du vieillissement.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

Les défauts lacunaires persistent jusqu'aux températures de la dissolution de ces deux phases métastables (45-100°C) pour former des sites favorables de nucléation de la phase semi-cohérente β' .

Aucune transition $\beta' \rightarrow \beta$ ne se produit aux températures plus basses que 200°C. L'instabilité thermique de la phase β' augmente, après un revenu à cette température et mène à sa transformation en phase d'équilibre β . Par contre, les particules β' qui n'ont pas atteint une taille critique ne se transforment pas en phase β par un recuit ultérieur, mais elles se dissolvent dans le même intervalle de température de formation de la phase β (250-420°C).

En résumé, la plupart des travaux effectués sur la précipitation dans le système binaire Al-Mg [Osamura 1984, Nozato 1980 et Boucheur 1996] sont en accord sur la séquence de précipitation de ces alliages:



où SSS α représente la solution solide sursaturée.

Par ailleurs, Starink et al [Starink1997], ont montré que la phase ordonnée β'' (L_{12}) se forme bien avant 45°C, et que le solvus de cette phase, pour l'alliage Al-16 at.% Mg, est situé à environ 90°C. Ainsi, les auteurs optèrent pour les intervalles 40-100°C et 80-140°C comme intervalles de dissolution des zones GP et des précipités β'' respectivement.

La présence d'une très grande densité de défauts (souvent, des boucles de dislocations de 30-200 nm) qui persistent avec une grande stabilité jusqu'à la dissolution des deux phases métastables [Nebti1995] a permis à Starink et al [Starink1998] de proposer la précipitation autocatalytique comme mécanisme susceptible pour la formation de la phase β' .

Ce modèle suggère la formation d'un précipité β' dans une région riche en soluté, cette formation entraînerait la dissolution d'un défaut lacunaire. Chaque lacune relâchée accélèrera la précipitation en augmentant la diffusion d'atomes de magnésium. Ce catalyseur aiderait ainsi à la formation d'un autre précipité dans une région riche en corps dissouts.

Plus récemment, Hamana et al [Hamana 2008] ont mis en évidence la formation des zones GP à basses températures dans l'alliage Al-12wt%Mg sur les sites vacants après une précipitation partielle des phases semi cohérentes β' et β (Al_3Mg_2).

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

Ainsi, on peut conclure qu'un excès de sites vacants accélère la précipitation et la formation de la concentration d'équilibre.

Comme le révèle le tableau I.4, les résultats de Starink et Nebti relatifs aux séquences de précipitation du système Al-Mg sont complémentaires.

Les résultats relatifs à la structure, la forme et l'orientation par rapport à la matrice des précipités de l'alliage Al-Mg ont été regroupés dans le tableau I.5.

[Nebti 1995]	Température (°C)	[Starink 1998]	Température (°C)
Formation de GP	0-20	Formation GP et β''	
Coalescence de GP	20-45	Dissolution GP	40-100
Formation de β''	45	Dissolution β''	80-140
Dissolution β'' + GP	45-100	Formation β'	180-290
Formation β'	100-200	Dissolution β'	200-300
Formation β	250	$\beta' \rightarrow \beta$	280-330
Dissolution β' + β	250-420	Dissolution β	330-430

Tableau I-4: Les séquences de précipitation de l'alliage Al-Mg par ordre d'apparition à température croissante.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base
d'aluminium

<i>Al-Mg</i>					
<i>solution solide sursaturée à 430°C → trempée à l'eau glacée</i>					
<i>Phase</i>	<i>Structure</i>	<i>a (nm)</i>	<i>c (nm)</i>	<i>Forme</i>	<i>Epitaxie</i>
GP	Al ₃ Mg CFC cohérent	0.404	-----	Sphérique	(100) _{GP} // (100) _{Al} [001] _{GP} //[001] _{Al}
β''	Al ₃ Mg ₂₄ , L ₁₂	-----	-----	Particule sphérique (8-10nm)	
β'	Al ₃ Mg ₂ , Hexagonal semi cohérent	1.002	1.636	Plaquettes	(00.1) _{β'} //(001) _{Al} [01.0] _{β'} //[110] _{Al}
β	Al ₃ Mg ₂ CFC	2.824	-----	Aiguilles et plaquettes	(111) _β //(001) _{Al} [110] _β //[010] _{Al}

Tableau I-5: Structure, forme et orientation par rapport à la matrice des précipités de l'alliage Al-Mg.

III.3 L'alliage Al-Ag :

Le diagramme de phase du système binaire Al-Ag a été établi dès 1958 [Hansen1958], la lacune de miscibilité a quant à elle été mise en évidence beaucoup plus tard (Figure I.11). Cette dernière se situe dans le domaine $\alpha_{Al} + \xi$.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

Les différents diagrammes de phase obtenus depuis par plusieurs auteurs ne montrent pas de différences notables. Les plus récents ont été obtenus par Moore et al [Moore2002] et Changerong et al [Changerong2010], ces derniers ayant aussi superposé la lacune de miscibilité ainsi que la ligne de la décomposition spinodale de la phase CFC métastable de la matrice d'aluminium (Figures I.12 et I.13).

Rappelons que la précipitation par décomposition spinodale dont la théorie a été établie par Cahn [Cahn 1968] affecte généralement des alliages à forte fraction volumique de précipités (par exemple les alliages de cuivre) mais elle est également susceptible de rendre compte du durcissement structural de certains alliages d'aluminium des systèmes Al-Zn [Rundman1967] et Al-Ag [Naudon1977].

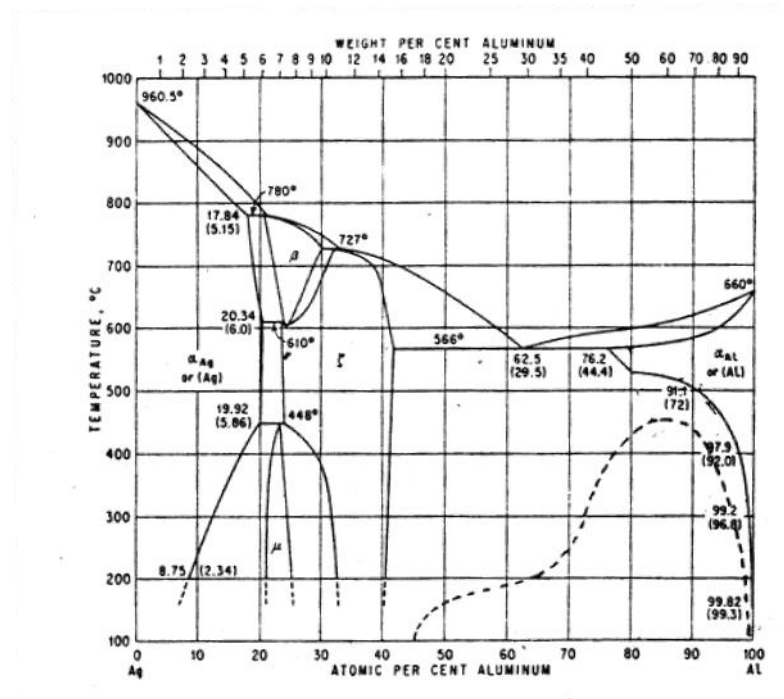


Figure I-11 : Diagramme de phase d'Al-Ag [Hansen1958]. Lacune de miscibilité en pointillé. [Dauger1974]

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

Figure I-12 : Diagramme de phase du système binaire Al-Ag avec la lacune de miscibilité et de la ligne de décomposition spinodale de la phase métastable CFC Al [Moore2002]

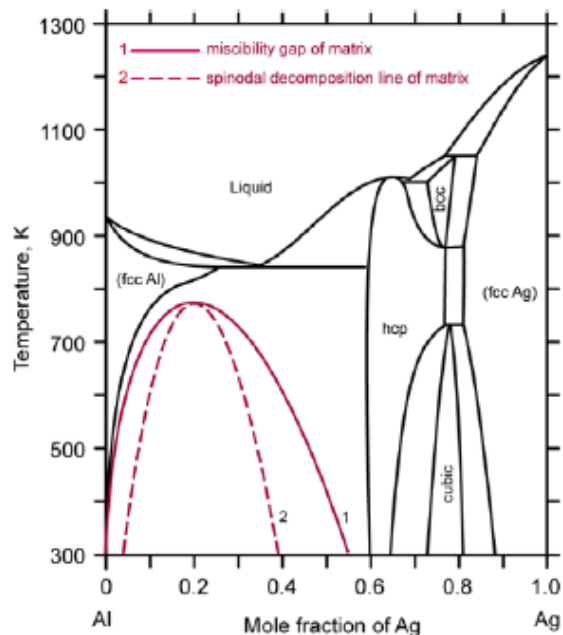
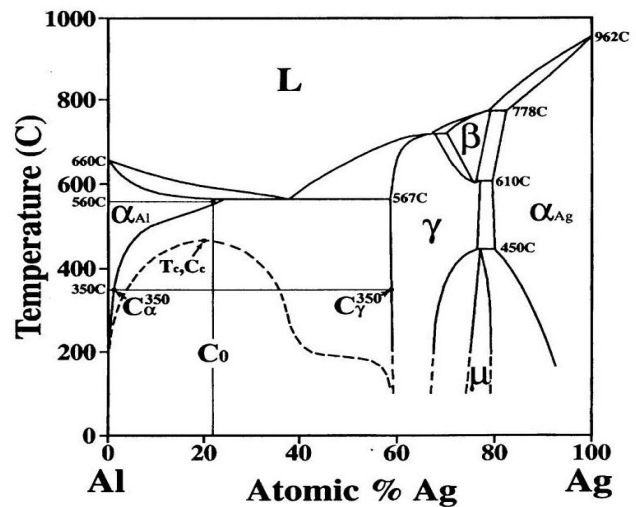


Figure I-13 : Diagramme de phase du système binaire Al-Ag avec la lacune de miscibilité et de la ligne de décomposition spinodale de la phase métastable CFC Al [Changerong2010]

Le diagramme de phase de l'alliage Al-Ag est caractérisé dans sa partie riche en aluminium par la présence d'une lacune de miscibilité ($C_c = 20$ at.% Ag, $T_c = 465^\circ\text{C}$). (Figure I.12). L'alliage est monophasé de structure CFC au-dessus du solvus, il devient biphasé ($\alpha + \gamma$) au-dessous de cette limite, avec une solubilité d'argent dans la solution solide à l'état d'équilibre d'environ 2 at.% Ag à 350°C . [Moore2002]

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

Les séquences de précipitation des alliages d'Al-Ag ont fait l'objet de nombreuses études. Dès les premières investigations, la décomposition d'une solution solide sursaturée obtenue après trempe de l'alliage Al-Ag obéit au schéma:



Où les γ' représentent les précipités métastables et les γ , les précipités stables de la phase intermétallique ξ Ag_2Al [Hansen1958]. Selon Koster et al [Koster1956], deux stades de durcissement apparaissent lors des mesures de dureté ou de la limite élastique au cours de cette séquence de précipitation. Ces deux stades ont été respectivement associés aux zones GP, « durcissement à froid » et aux précipités γ' , « durcissement à chaud », ce que confirme les mesures de diffraction aux petits angles [Guinier1952 et Walker 1953]. En effet, les zones GP donnent naissance à un anneau de diffraction autour de la tache centrale et la présence des précipités γ' est repérée par l'existence des traînées de diffractions symétriques par rapport au centre.

➤ Les GPz du système Al-Ag se présentent sous forme d'amas sphériques riches en atomes d'Ag et cohérents, elles contiennent environ 100 atomes d'Ag après trempe à l'ambiante et sont entourées d'une coquille sphérique dénudée d'Ag [Walker1953].

La forme sphérique vient du fait que les atomes de soluté et de la matrice admettent des rayons du même ordre de grandeur [Baur1962].

Nicholson et al [Nicholson1961] ont obtenu une densité de zones de $2 \times 10^{17} / \text{cm}^3$ après trempe à l'ambiante. Le diamètre et la concentration en Ag obtenus après cinq jours de vieillissement à 160°C des zones valent respectivement 90 \AA et 90% at, valeur confirmée par les observations au MET et la diffraction X aux petits angles [Freise1961]. Cependant, ces valeurs sont en contradiction avec celles obtenues par Dauger et al [Dauger1974] qui confirment l'existence de la lacune de miscibilité du système Al-Ag [Baur1961-1962] et obtiennent après trempe une concentration en Ag de 60%, un rayon de 11 \AA et un rayon d'influence de 24 \AA .

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

L'existence de la lacune de miscibilité [Baur1961-1962] rend compte de la stabilité et de la réversion des GP [Kelly1954], la concentration limite en atomes d'Ag ne serait que de 60% et avoisinerait ~ 55% en dessous de 165°C. Cependant, Bonfiglio et al [Bonfiglio1966] avaient précisé qu'une telle situation ne pouvait s'établir immédiatement après trempe, mais seulement dans un état final où les deux phases ont des concentrations bien définies.

Les contradictions révélées ci-dessus pourraient en fait trouver une explication par la croissance des GP. En effet, les mesures de dureté [Koster1956, Schaller1980] (Figure I.14) sur différents teneurs en Ag révèlent au cours de la croissance des zones GP cohérentes « durcissement à froid » une brusque chute de la dureté autour de 450 K. Les mesures de calorimétrie [Beton1957] quant à elles rendent compte d'une dissolution des GP.

Ces résultats ont été attribués à la réversion des GP or la croissance de ces dernières se poursuit de manière continue [Guinier1952 et Walker1953].

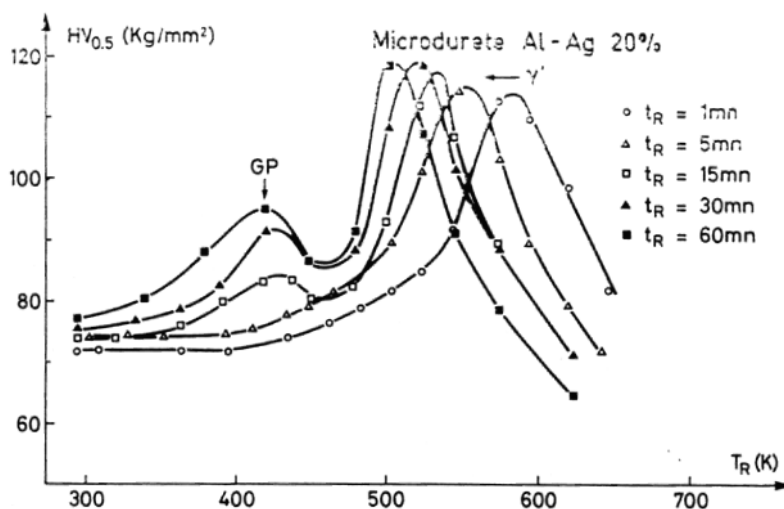


Figure I-14 : Evolution de la microdureté Vickers au cours de la précipitation dans Al-Ag 20% en poids en fonction de revenu isochrones [Schaller1980].

Ainsi, la réversion des zones GP a été attribuée non pas à leur décroissance mais à une diminution de la concentration en atomes de soluté [Beton1957]. Tout ceci a amené Baur et al

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base d'aluminium

[Baur 1961, Baur 1962] à prendre en considération la forme de la lacune de miscibilité et de suggérer l'existence de deux types de zones GP dans le système Al-Ag :

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

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

Les zones augmentent alors de taille en absorbant des atomes d'Al de la matrice, ces atomes seront expulsés lors du retour à 140°C, ainsi les zones retrouvent progressivement l'état GP η . Toutes ces investigations ont été confirmées par Schmitz et al [Schmitz1997].

Selon la diffraction X aux petits angles [Dubey1991, Naudon1974], il apparaît que la composition de l'état GP η est homogène alors que les zones GP ϵ sont intérieurement inhomogènes. L'état réverti dans les alliages Al-Ag serait alors ségrégé. Selon Gragg et al [Gragg1971], à 170°C, la réversion des zones ne serait pas due seulement à une variation de leur teneur en atomes d'Ag mais aussi au changement de leur forme. Les GP η auraient une concentration avoisinant les 68 % en atomes d'Ag et seraient octaédriques et non sphériques comme les GP ϵ . Contrairement aux GP ϵ , les GP η créent des distorsions élastiques du réseau.

Les mesures de la dureté sur un alliage Al-Ag 20% en poids après trempe suivi de courts revenus ont montré que les GP subissent réellement une réversion et non seulement un changement de forme avec expulsion des atomes d'Ag puisque l'état réverti à 418 K crée un durcissement plus faible qu'un état ségrégé.

L'étude réalisée par Kassab et al [Kassab1993] sur ce système, indique que les premiers stades de précipitation après trempe présentent la coexistence de deux phases métastables riches en Ag : la phase ζ ($C_{Ag} = (31.4 \pm 2)$ at. %) et la phase η ($C_{Ag} = (57.2 \pm 2)$ at. %). Les auteurs ont également noté que la séparation de ces deux phases métastables se passe pendant la trempe où la phase ζ est précurseur de la phase η qui admet une faible vitesse de formation. En conséquence une transition d'ordre - désordre entre ces deux phases est proposée.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

Donc, deux états différents de la zone GP sont distingués, selon la température de vieillissement : des zones presque sphériques avec une densité uniforme (la phase η), et des zones qui n'ont pas une densité uniforme (la phase ζ).

Ces investigations ont été infirmées par plusieurs auteurs [Malik1996, Schörfeld1997 et Erni2003]. En effet, la concentration en atomes de soluté obtenue dans les deux types de zones GP (η et ε) pour un l'alliage monocristallin Al-Ag 3% at. vieilli 4H à 413 K serait comprise entre 70 et 75% at. De plus aucun ordre à longue distance n'a été détecté ce qui laisse les auteurs douter de l'existence de ces deux types de zones.

En revanche, des calculs effectués par Asla et al [Asla1997] sur le diagramme de phase métastable du système Al-Ag, montrent que c'est une réaction monotectoïde qui est responsable de la transition de la phase η (ordonnée) à la phase ζ (désordonnée) observée à $T=177^{\circ}\text{C}$.

Mahmoud et al [Mahmoud2001] ont montré suite à une étude faite sur les alliages Al-10 pds% Ag et Al-22 pds % Ag que la formation des zones désordonnées ζ mène à un maximum de durcissement à 180°C , à un durcissement moyen à 150°C pendant la formation des zones ordonnées η et à durcissement minimum à 220°C en raison de la coalescence des zones G.P ou de la transformation de ces zones en phase γ' .

Plus récemment, Changrong et al [Changrong2010] ont confirmé par calcul la forme des états η et ε des GP (Figure I.15).

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

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

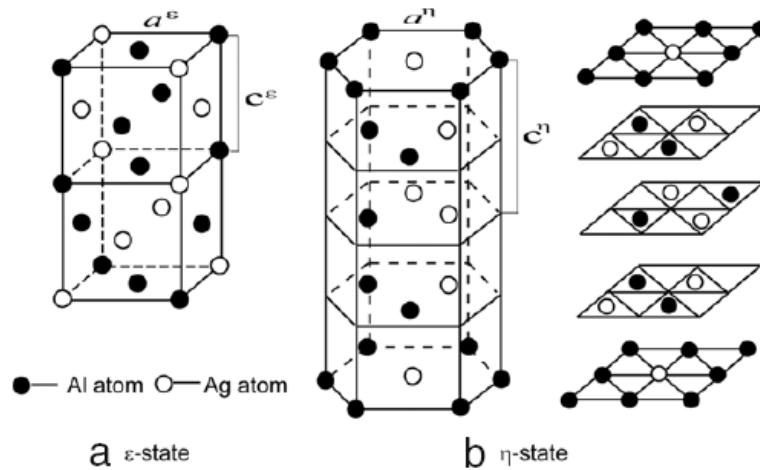


Figure I-15 : Structure des états (a) ϵ et (b) η

➤ Les précipités γ' se présentent en microscopie sous forme de plaquettes en épitaxie sur les plans $\{111\}$ de la matrice [Nicholson1961]. Leur structure est hexagonale et leur composition est voisine d' Ag_2Al [Hansan1958].

La phase γ' précipite de manière hétérogène sur les dislocations par ségrégation du soluté dans les défauts d'empilement des lignes de dislocations. Leur germination présente donc un caractère hétérogène. La concentration en Ag nécessaire pour la formation de précipité γ' est facilement atteinte du fait que les dislocations sont enrichies d'Ag par la formation des nuages de Cottrell pendant l'homogénéisation à haute température. Hren et al [Hren 1963] ont montré que les précipités γ' nucléent sur toute portion de dislocation susceptible de se dissocier, la diminution de l'énergie de faute d'empilement de l'aluminium par la présence de l'argent en solution facilite la dissociation des dislocations sur les familles des plans $\{111\}$. Ainsi les quatre familles des plans $\{111\}$ donneront quatre orientations possibles des précipités γ' .

La diminution de l'énergie de faute d'empilement de l'aluminium entraîne l'éloignement des partielles qui favorise la croissance des γ' parallèlement à leur plan de base (111). Ainsi, l'énergie d'activation des γ' ne peut être que l'énergie de diffusion des atomes d'argent dans l'aluminium ($\sim 1,6$ eV) puisque l'élargissement de la faute dépend de la diffusion des atomes

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

de soluté présents dans la matrice vers la faute (la matrice joue le rôle de source et la faute de puits). La valeur de l'énergie d'activation pour la diffusion de l'Ag lors de la dissolution des γ' déterminée par Hern et al [Hren1963] ainsi que Abott et al [Abott1973] est de 1,63 eV/ at.

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

Après un revenu de 15 min à 520 K [Schaller1980], les précipités γ' apparaissent sur les plans (111), cette température correspond au maximum du durcissement observé sur la figure I.14. Le diamètre des zones GP présentes encore dans la matrice a augmenté, il est de l'ordre de 120 Å. Ces résultats ont été confirmés récemment sur l'alliage Al-Ag 10% en poids après un revenu d'une heure à 523 K [Abd El-Khaled2008]. Après un revenu d'une heure à 200°C, l'auteur obtient la réversion des GP le long de la formation des précipités γ' .

➤ Les précipités γ représentent la forme stable de la phase intermétallique ξ de composition Ag_2Al de structure « HC ». Ils sont incohérents et peuvent apparaître sous différentes formes. Ils nucléent sur les joints de grains à forte désorientation [Nicholson1961, Schaller1980] en même temps que l'apparition des γ' à l'intérieur des grains. Ils peuvent aussi croître à partir des γ' lorsque ces derniers perdent leur cohérence et diminuent de taille. La perte de cohérence entraîne une diminution des propriétés mécaniques de l'alliage. Les zones dénudées de GP entourent les γ .

➤ L'interface des précipités γ et γ' avec matrice est principalement composée de dislocations partielles à caractère coin de vecteur de Burgers de type $\frac{a}{2} \langle 112 \rangle$.

Vu leur structure hexagonale, les précipités γ' présentent une cohérence parfaite dans leur plan de base (111), ce qui n'est pas le cas sur leurs faces latérales où le recollement est assuré par les dislocations partielles qui accommodent donc le « misfit » des γ' suivant l'axe C [Laird1967, Portis1980]. Les précipités γ' sont donc semi-cohérents.

Les énergies de surface pour les trois types d'interface sont regroupées dans le tableau I.6.

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base

d'aluminium

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

Tableau I-6 : Energies de surfaces pour les différents types d'interfaces.

Le résumé de l'évolution des différentes séquences de précipitation en fonction de la température pour l'alliage Al-Ag 20 % en poids lors de recuits isochrones de 15min est représenté sur la figure I.16.

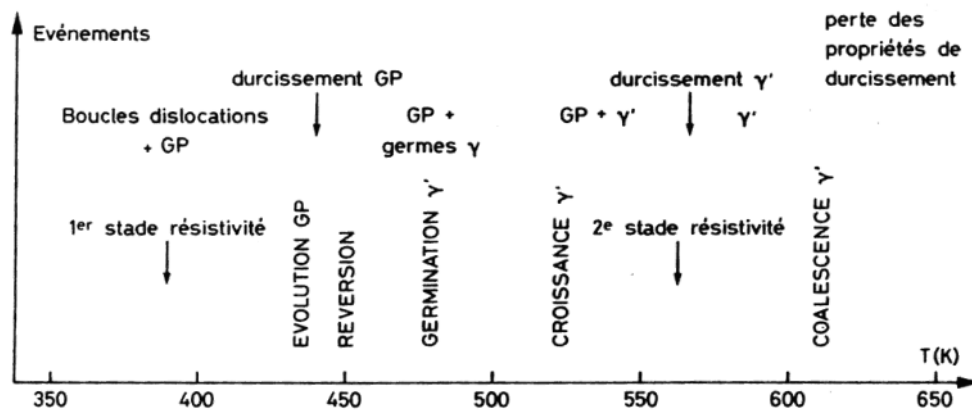


Figure I-16 Evolution d'un alliage Al-Ag 20% en poids lors des recuits isochrones

Le tableau I.7 donne la structure, la forme et l'orientation par rapport à la matrice ainsi que les séquences d'apparition des précipités de l'alliage Al-Ag dans la solution solide après revenu à température croissante. [Laird1966] [Kwarciak1985]

Chapitre I: Phénomènes de précipitation dans les alliages à base
d'aluminium

<i>Al- Ag (α_{Al} CFC) solution solide sursaturée à 560°C-520°C → trempée à l'eau glacée</i>						
<i>Phase</i>	<i>T (°C)</i>	<i>Structure</i>	<i>a (nm)</i>	<i>c (nm)</i>	<i>Forme</i>	<i>Epitaxie</i>
GP η	50-170	Octaédrique ordonné	----	----	sphérique riche en Ag	
GP ζ	170-187	Octaédrique désordonné	----	----		
GP + γ'	187-277	Hexagonal semi-cohérent	0.2858	0.4607	γ' en plaquette et croît comme une structure fautive	$(0001)_{\gamma'} // (111)_{Al}$ $[1120]_{\gamma'} // [1\bar{1}0]_{Al}$
γ	> 327	Hexagonal cohérent Ag_2Al	0.2879	0.4573	Sous forme de plaquette	$(00\bar{1}1)_{\gamma} // (111)_{Al}$ $[11\bar{1}0]_{\gamma} // [1\bar{1}0]_{Al}$

Tableau I-7 : *Structure, forme et orientation par rapport à la matrice des précipités de l'alliage Al-Ag*

Chapitre II

*Phénoménologie du frottement
intérieur et technique de mesure*

I Introduction

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

Le frottement intérieur est une méthode expérimentale sensible au changement de la microstructure; elle est basée sur le fait que des oscillations produites artificiellement dans le corps solide, sont amorties avec le temps; l'énergie élastique des oscillations est dissipée en se transformant en énergie thermique. Ceci permet de suivre l'évolution d'un même échantillon durant des traitements thermiques (recuit, trempé,...) ou mécaniques (écrouissage,...). On peut ainsi suivre les transformations de la microstructure de l'échantillon et en tirer, par exemple, les traitements thermiques optimaux pour obtenir tel ou tel comportement de l'échantillon. Cette technique spectroscopique permet de mettre en évidence les mécanismes mis en jeu lors de la sollicitation du matériau considéré. En effet, à chaque mécanisme va correspondre un pic de frottement intérieur dont les paramètres lui seront caractéristiques. La spectroscopie mécanique permet par la mesure de grandeurs macroscopiques, l'obtention de renseignements sur les propriétés microscopiques des matériaux.

II Frottement Intérieur

II.1 Introduction

Le frottement intérieur noté Q^{-1} est une grandeur physique mesurant l'énergie relative dissipée au sein d'un solide au cours de sollicitations périodiques de faibles amplitudes, il s'exprime 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 du même cycle.

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. Les bases de sa théorie ont été traitées de façon détaillée [Zener1948, Nowick1972, Fast1961, Baptist1972].

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

***La relaxation :** En régime de sollicitations périodiques, la relaxation se traduit par un déphasage entre contrainte et déformation. Ce déphasage traduit le temps mis par le matériau à retrouver un nouvel état d'équilibre, il est représenté par une ellipse sur un diagramme contrainte - déformation dont l'aire mesure l'énergie dissipée au cours d'un cycle. Ainsi à contrainte imposée, il y a relaxation de la déformation et inversement à déformation imposée, il y a relaxation de la contrainte. 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 $Q^{-1} = \operatorname{tg}\varphi$.

Les effets de la relaxation donnent lieu à des pics d'amortissement dépendant de la fréquence de sollicitation mais indépendant de l'amplitude.

- * 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 "

Sur la figure II-1 est représenté le comportement d'un solide anélastique à contrainte imposée.

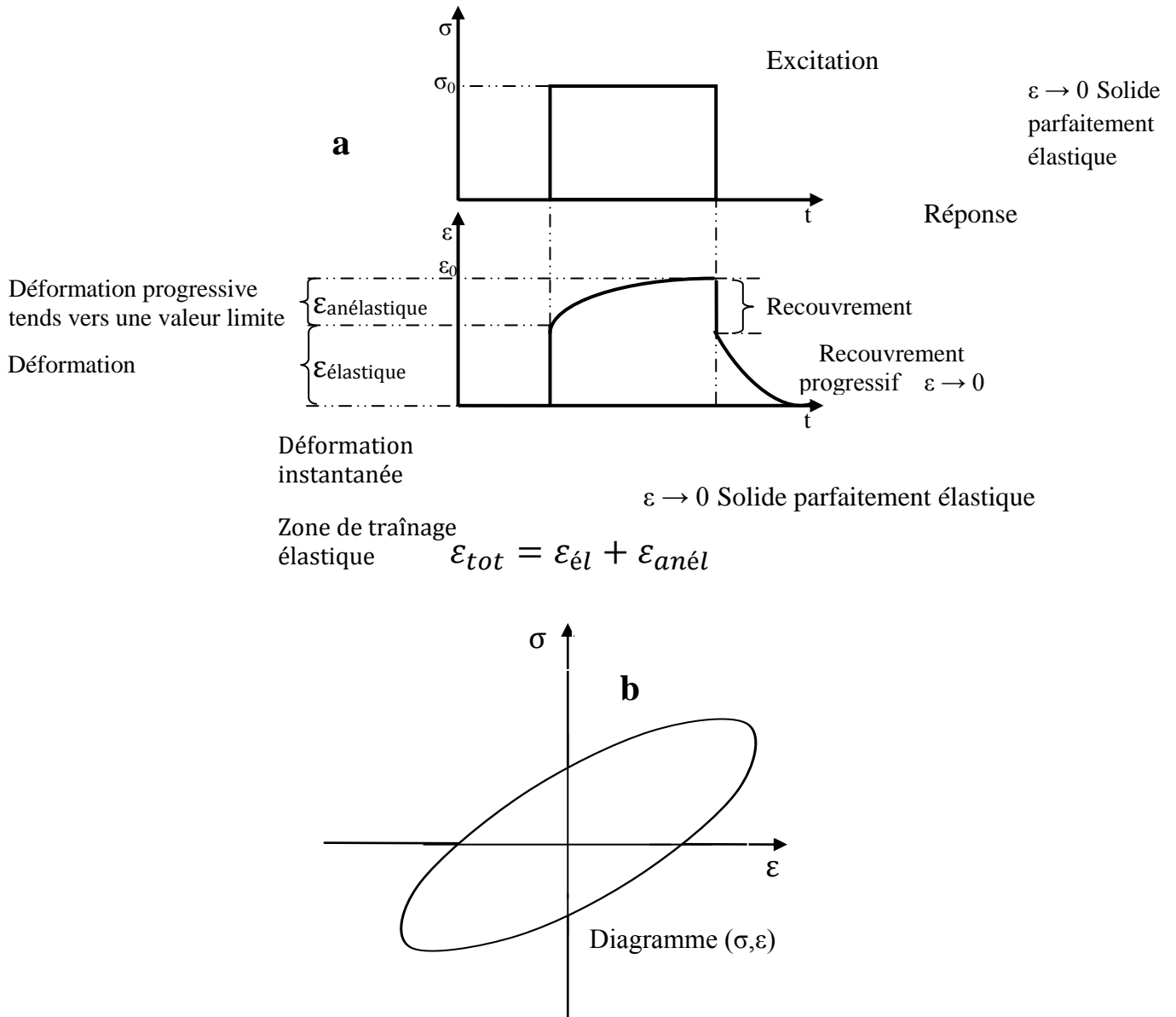


Figure II-1 – Phénomène de relaxation.

***L'hystérésis** : En régime de sollicitations périodiques, le mouvement est décrit, sur un diagramme contrainte – déformation, par une boucle non elliptique (**Figure II-2b**), ainsi les phénomènes d'hystérésis ne sont apparents qu'à partir d'une contrainte suffisante qui déclenche le processus irréversible donc l'apparition d'une déformation rémanente (Figure II-2-a).

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

Cette dernière peut-être macroscopique ou microscopique, ce qui entraîne respectivement l'apparition des phénomènes d'hystérésis mécanique dans le domaine plastique ou anélastique. Contrairement à la relaxation, le frottement intérieur dû à l'hystérésis dépend fortement de l'amplitude maximale de vibration mais dépend peu de la fréquence de sollicitation.

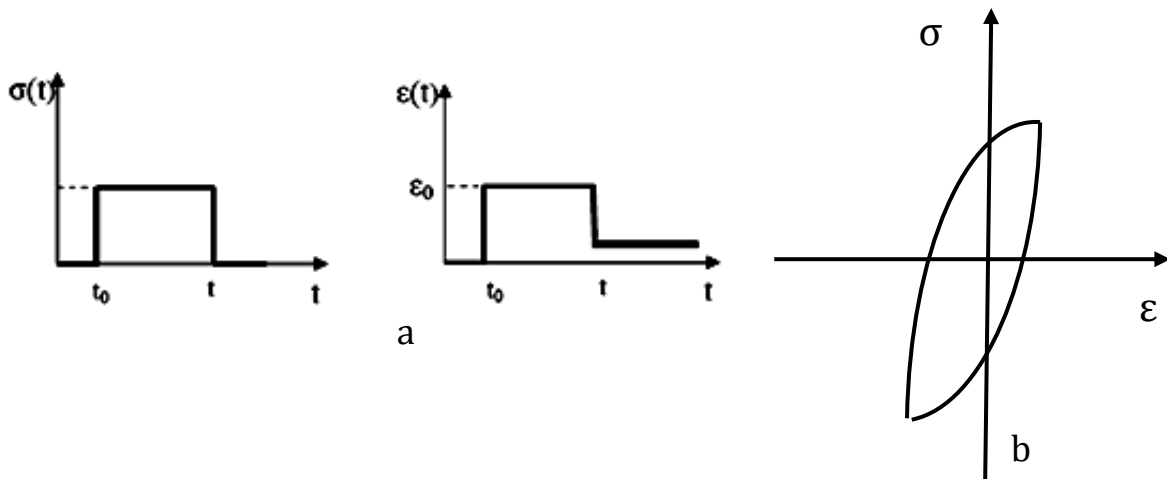


Figure II-2. Phénomène d'hystérésis.

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

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

*Des dislocations entrant en résonance sous l'action d'une sollicitation périodique.

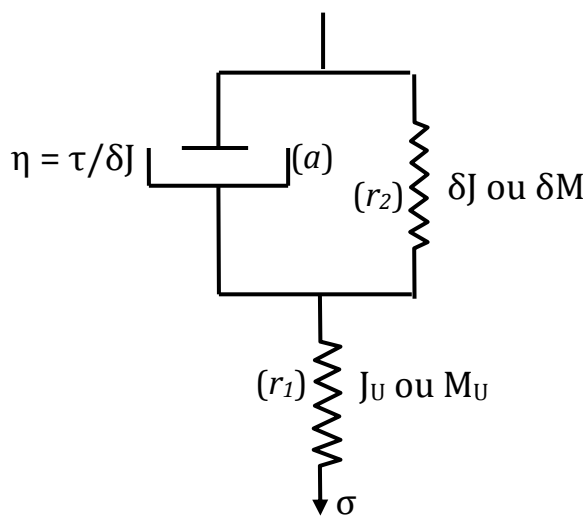
Dans les deux cas, il y a dissipation d'énergie. Ces phénomènes ont lieu à des fréquences très élevées (\approx MHz), ils dépendent de la fréquence de sollicitation, de l'amplitude et de la température.

II.2 Mise en évidence de l'anélasticité: [Nowick1972]

II.2.1 Modèle de Zener : [Zener1948]

Le modèle de Zener a été repris par Nowick et al [Nowick1972].

Le comportement anélastique est en effet caractérisé par l'équation différentielle correspondant au modèle linéaire standard de Zener.



$$\begin{aligned} \delta J &= J_R - J_U \\ \delta M &= M_U - M_R \\ \text{avec :} \\ J_U &: \text{complaisance instantanée.} \\ J_R &: \text{complaisance relaxée.} \\ M_U &: \text{module instantané.} \\ M_R &: \text{module relaxé.} \\ \eta &= \frac{\tau}{\delta J} = \tau \delta M \end{aligned}$$

Figure II-3. Solide linéaire standard de Zener.

$$\varepsilon = \varepsilon_{r1} + \varepsilon_a \quad \text{avec} \quad \varepsilon_{r2} = \varepsilon_a$$

$$\sigma = \sigma_{r1} = \frac{1}{J_U} \cdot \varepsilon_{r1} = \sigma_{r2} + \sigma_a = \frac{1}{\delta J} \cdot (\varepsilon_{r2} + \tau_\sigma \cdot \dot{\varepsilon}_a)$$

$$(1) : J_R \cdot \sigma + \tau_\sigma \cdot J_U \cdot \dot{\sigma} = \varepsilon + \tau_\sigma \cdot \dot{\varepsilon}$$

$$(2) : \sigma + \tau_\varepsilon \cdot \dot{\sigma} = M_R \cdot \varepsilon + M_U \cdot \tau_\varepsilon \cdot \dot{\varepsilon}$$

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

A partir des relations (1) et (2), le rapport entre τ_ε « temps de relaxation à déformation imposée » et τ_σ « temps de relaxation à contrainte imposée » est:

$$\frac{\tau_\sigma}{\tau_\varepsilon} = \frac{J_R}{J_U}$$

a) A contrainte imposée : [Nowick1972, Blanter2007]

* $\tau = \tau_\sigma$

* $\psi(t)$: La fonction de normalisation pour la complaisance J.

On a : $\sigma(t) = \sigma_0 \Rightarrow \dot{\sigma} = 0$

L'équation (1) devient : $J_R \cdot \sigma_0 = \varepsilon + \tau_\sigma \cdot \dot{\varepsilon}$

L'intégration de cette équation différentielle donne:

$$J(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} = J_U \left[1 + \Delta \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_\sigma}} \right) \right] \Leftrightarrow \psi(t) = 1 - e^{-\frac{t}{\tau_\sigma}}$$

$$\Delta = \frac{J_R}{J_U} - 1$$

* à $t = 0$: $J(t) = J_U$ (Complaisance instantanée)

* à $t \rightarrow \infty$: $J(\infty) = J_R$ (Complaisance relaxée).

b) A déformation imposée : [Nowick1972, Blanter2007]

* $\tau = \tau_\varepsilon$

* $\varphi(t)$: La fonction de normalisation pour le module M.

On a : $\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \Rightarrow \dot{\varepsilon} = 0$

L'équation (2) devient : $\sigma + \tau_\varepsilon \cdot \dot{\sigma} = M_R \cdot \varepsilon$

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

L'intégration de cette équation différentielle donne :

$$M(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0} = M_R \left[1 + \Delta \cdot \left(e^{-\frac{t}{\tau_\varepsilon}} \right) \right] \Leftrightarrow \varphi(t) = e^{-\frac{t}{\tau_\varepsilon}}$$

$$\Delta = \frac{M_U}{M_R} - 1$$

* à : $t = 0$: $M(t) = M_U$ (Module instantané)

* à : $t \rightarrow \infty$: $M(\infty) = M_R$ (Module relaxé).

Conclusion: *Le modèle de Zener s'accorde parfaitement avec la définition d'un solide anélastique.*

On appelle aussi l'abaissement du module ($M_U - M_R$), « effet de module » :

$$M_U - M_R = M_R \cdot \left(\frac{J_R - J_U}{J_U} \right) = M_R \cdot \left(\frac{\tau_\sigma - \tau_\varepsilon}{\tau_\varepsilon} \right) = M_R \cdot \Delta$$

c) A contrainte et déformation sinusoïdale: [Nowick1972, Blanter2007]

(f : La fréquence de sollicitation. $2\pi f = \omega$: La pulsation.) :

Pour une contrainte/déformation imposée sous forme sinusoïdale, l'utilisation de la notation complexe facilite les relations.

* A contrainte sinusoïdale imposée:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cdot e^{i\omega t}$$

La solution de l'équation (1) de Zener sera aussi sous forme sinusoïdale ($|J(\omega)|$: Complaisance dynamique absolue. $J(\omega)$: Complaisance complexe. $J_1(\omega)$: Complaisance dynamique emmagasinée (réelle). $J_2(\omega)$: Complaisance dynamique perdue [Imaginaire].) :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cdot e^{i(\omega \cdot t - \varphi)} = |J(\omega)| \cdot \sigma_0 \cdot e^{i(\omega \cdot t - \varphi)} = (\varepsilon_1 - i \cdot \varepsilon_2) \cdot e^{i\omega \cdot t}$$

Où : $\varepsilon(t) = J(\omega) \cdot \sigma(t) = (J_1(\omega) - i \cdot J_2(\omega)) \cdot \sigma(t)$

$$|J(\omega)| = \frac{\varepsilon_0}{\sigma_0} = \sqrt{J_1^2 + J_2^2}$$

Où : $J_1(\omega) = J_U + \frac{J_R - J_U}{1 + (\omega \cdot \tau_\sigma)^2}$ et $J_2(\omega) = \frac{(J_R - J_U) \cdot \omega \cdot \tau_\sigma}{1 + (\omega \cdot \tau_\sigma)^2}$

$$\tan \varphi = \frac{J_2(\omega)}{J_1(\omega)} = \frac{\omega \cdot (\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + \omega^2 \cdot \tau_\sigma \cdot \tau_\varepsilon}$$

* A déformation sinusoïdale imposée:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cdot e^{i\omega t}$$

La solution de l'équation (2) de Zener sera aussi sous forme sinusoïdale ($|M(\omega)|$: Module dynamique absolu. $M(\omega)$: Module complexe. $M_1(\omega)$: Module dynamique de conservation (partie réelle). $M_2(\omega)$: Module dynamique de perte (partie imaginaire)):

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cdot e^{i(\omega \cdot t + \varphi)} = |M(\omega)| \cdot \varepsilon_0 \cdot e^{i(\omega \cdot t + \varphi)} = (\sigma_1 + i \cdot \sigma_2) \cdot e^{i\omega \cdot t}$$

Où : $\sigma(t) = M(\omega) \cdot \varepsilon(t) = (M_1(\omega) + i \cdot M_2(\omega)) \cdot \varepsilon(t)$

$$|M(\omega)| = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} = \sqrt{M_1^2 + M_2^2}$$

Où : $M_1(\omega) = M_U - \frac{(M_U - M_R)}{1 + (\omega \cdot \tau_\varepsilon)^2}$ et $M_2(\omega) = \frac{(M_U - M_R) \cdot \omega \cdot \tau_\varepsilon}{1 + (\omega \cdot \tau_\varepsilon)^2}$

$$\tan \varphi = \frac{M_2(\omega)}{M_1(\omega)} = \frac{\omega \cdot (\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + \omega^2 \cdot \tau_\sigma \cdot \tau_\varepsilon}$$

Conclusion: *La relation de $\tan \varphi$ est la même à contrainte ou à déformation imposée.*

Sachant que: $dW = \sigma d\varepsilon$ alors la variation au cours d'un cycle sera:

$$\Delta W = \int_0^T \sigma d\varepsilon$$

A déformation imposée ou à contrainte imposée, on aura: $\frac{\Delta W}{W} = 2\pi \sin\varphi$ et

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

L'expression de Q^{-1} peut-être ainsi normalisée:

$$Q^{-1} = \frac{\delta J}{J_U} \cdot \frac{\omega \cdot \tau}{1 + (\omega\tau)^2}$$

II.2.2 Pic de relaxation : [Nowick1972, Blanter2007]

La représentation graphique de la relation Q^{-1} en fonction du $\log(\omega \cdot \tau)$ se traduit par un pic symétrique de Debye centré sur $(\omega \cdot \tau) = 1$. Ce pic est dit « pic de relaxation » (Figure II-4)

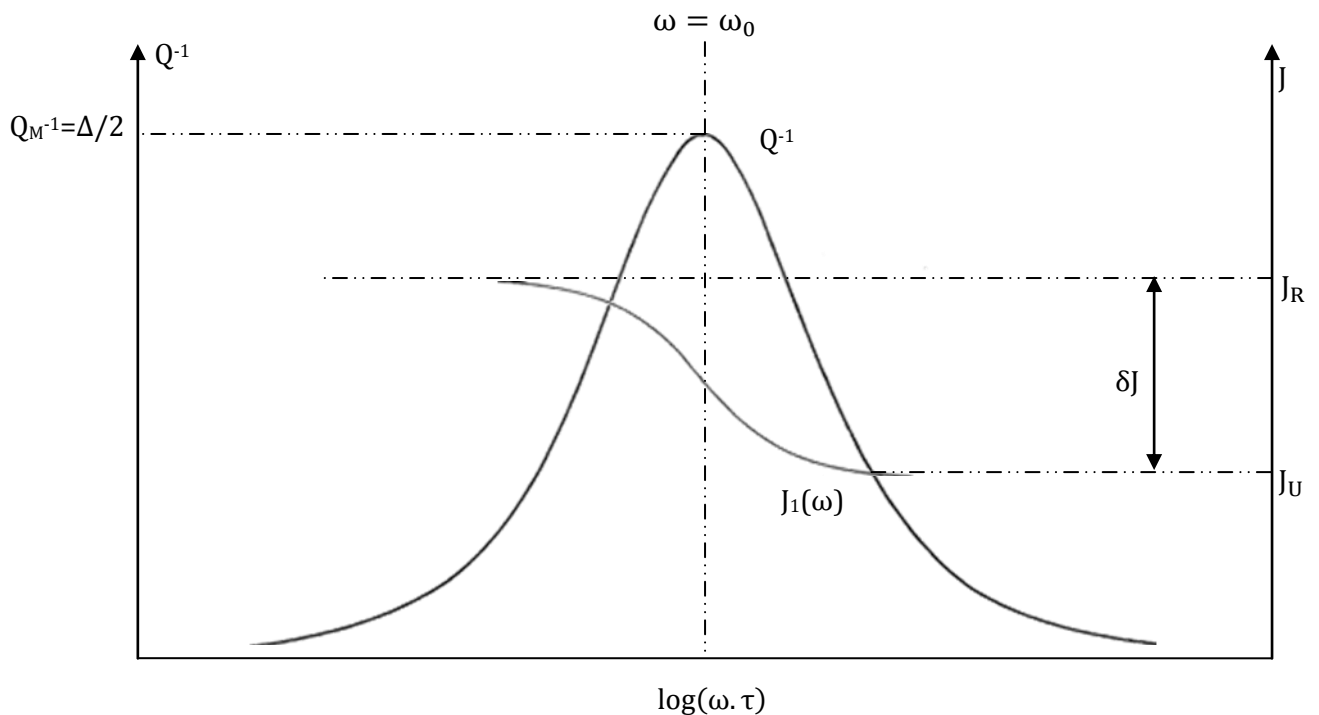


Figure II-4. Réponse dynamique du solide de Zener.

$$Q_M^{-1} = \frac{\delta J}{2J_U} = \frac{\Delta}{2} \quad : \text{L'intensité maximale.}$$

$$\omega_0 = \frac{1}{\tau} \quad : \text{La pulsation de relaxation.}$$

$$\Delta \log(\omega \cdot \tau) = 1,144 \quad : \text{La largeur à mi-hauteur.}$$

* Fréquence très élevée (Changement rapide de la contrainte) : pas d'état d'équilibre, donc le solide a un comportement élastique. « Frottement intérieur nul ».

* Fréquence très faible : Relaxation presque complète à chaque cycle. « Pas de déphasage ».

* Fréquence de vibration proche de celle de la relaxation : « Déphasage et frottement intérieur maximal ».

Cas des mécanismes thermiquement activés : [Nowick1972, Blanter2007]

Lorsque la dissipation d'énergie dans le solide anélastique, sollicité avec une contrainte périodique, est due à une relaxation activée thermiquement, le temps de relaxation τ dépendra de la température de mesure T et donc suivra la loi d'Arrhenius:

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{H}{RT}\right)$$

τ_0 : Temps de relaxation limite relié à l'inverse de la fréquence de Debye.

H : Energie d'activation du mécanisme responsable de la relaxation.

T : Température absolue.

R : Constante des gaz parfaits.

Cette relation définit une droite dans le diagramme $(\ln \omega_p, \frac{1}{T_p})$ ou $(\ln \omega_p, \frac{1000}{T_p})$ dont la pente est proportionnelle à l'énergie d'activation H et dont l'ordonnée à l'origine permet de déterminer $\ln \tau_0$. Cette droite est tracée à partir des couples (N_p, T_p) où N_p et T_p correspondent

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

respectivement à la fréquence et à la température du maximum du pic de relaxation. En effet, le maximum de la relaxation est défini par $\omega_p \cdot \tau = 1$ pour chaque température de mesure.

$$\ln(\omega \cdot \tau) = \ln[(\omega \cdot \tau)_0] + \frac{H}{R} \cdot \left(\frac{1}{T}\right)$$

Avec : $\omega_p = 2\pi N_p$

$$\ln N_p = \ln \left(\frac{\tau_0^{-1}}{2\pi} \right) - \frac{H}{RT_p} \quad \xleftrightarrow{\text{De la forme}} \quad y = -\alpha_0 \cdot x + \beta_0$$

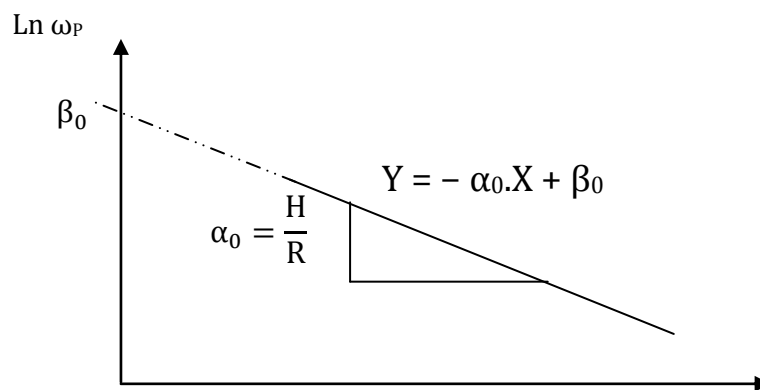


Figure II-5 Evolution de $(\ln)[(\omega_p)]$ en fonction de $\left(\frac{1}{T_p}\right)$.

La loi d'Arrhenius traduit la linéarité entre $\omega \cdot \tau$ 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.

Le frottement intérieur associé à de tels mécanismes est régi par l'expression:

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

III Technique de mesure : [Nowick1972, Blanter2007]

Il existe plusieurs techniques mécaniques utilisées pour la mesure du frottement intérieur. Ces types de technique dépendent essentiellement de la gamme de fréquences utilisée.

III.1 Oscillations libres : [Nowick1972, Blanter2007]

Dans cette technique, le frottement intérieur est dû à un amortissement des oscillations libres dans le solide anélastique.

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

Le décrétement logarithmique étant défini par le rapport :
$$\delta = \ln \frac{A_N}{A_{N+1}}$$

Où A_N et A_{N+1} représentent respectivement les amplitudes de la contrainte de la (N)^{ème} et de la (N+1)^{ème} oscillation à déformation imposée.

$$A_N = \sigma_0 \exp(-\alpha N \omega_0 T) \text{ et } A_{N+1} = \sigma_0 \exp[-\alpha(N+1)\omega_0 T]$$

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 résonnants) : $Q \approx (2 \alpha)^{-1}$ alors $Q^{-1} \approx \frac{\delta}{\pi}$

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

Pour les faibles amortissements : $\cos \varphi \approx 1$ alors
$$\delta = \frac{1 \Delta W}{2 W}$$

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.

La fréquence de résonance du système est mesurée en oscillations libres.

On note aussi que le carré de la fréquence de résonance est proportionnel au module dynamique.

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

Sa relation est donnée par: $f_r^2 = G \frac{h e^3}{12\pi^2 I} \frac{1}{L}$

Où :

L = Longueur utile de l'éprouvette.

h = Largeur.

e = Epaisseur.

I = Moment d'inertie.

G = Module de torsion.

Si on suppose que le volume de l'éprouvette varie très peu au cours des essais alors:

$$f_r^2 \propto G$$

III.2 Oscillations forcées résonantes : [Nowick1972, Blanter2007]

C'est la technique de mesure la plus ancienne. Elle donne beaucoup d'importance à l'inertie (ajoutée au spécimen) à cause de la fréquence de sollicitation f qui est proche de la fréquence de résonance f_r du système. Donc, la force d'inertie doit être comparable à la force élastique appliquée.

Pour un modèle rhéologique analogue, le ressort de Hooke donne des relations intéressantes. D'où la terminologie de la force, masse et déplacement dans le ressort est équivalente à la torsion, moment d'inertie et angle respectivement dans un pendule de torsion. En conséquence, on simplifie l'étude du phénomène à une dimension

($F_{\text{de rappel élastique}} = C_1 \sigma_{\text{Max}}$, $X_{\text{Déplacement de la masse}} = C_2 \varepsilon_{\text{Max}}$, C_1 et C_2 : constantes).

Expérimentalement, et pour des faibles déformations, on peut déduire la valeur du frottement intérieur Q^{-1} à partir de la largeur mi-hauteur de la courbe de Lorentz :

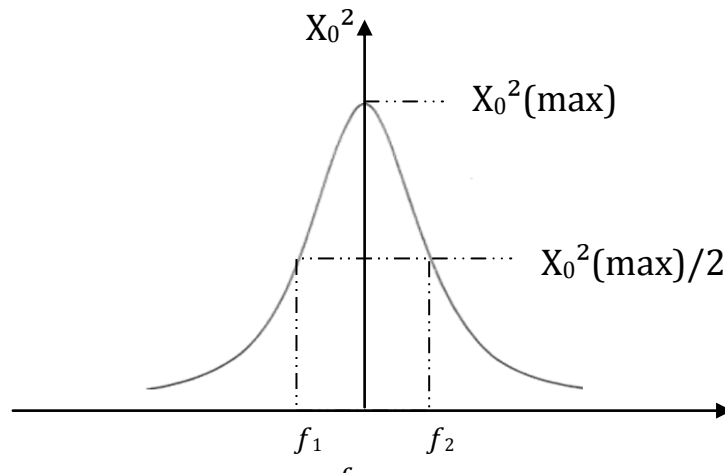


Figure II-6 Courbe de Lorentz (x_0^2 en fonction de ω) (x_0 [Amplitude du déplacement]).

$$\omega = 2 \cdot \pi \cdot f \quad [\text{La pulsation de sollicitation}].$$

$$\omega_2 - \omega_1 \ll \omega_r \quad [\text{Approximation de calcul}].$$

$$Q^{-1} = \frac{(\omega_2 - \omega_1)}{\omega_r}$$

III.3 Oscillations forcées subrésonantes : [Nowick1972, Blanter2007]

Contrairement aux oscillations forcées résonantes, la longueur d'onde λ utilisée dans cette technique doit être fortement supérieure à la longueur l de l'échantillon : $\lambda \gg l$.

En conséquence, la fréquence de sollicitation f doit être très inférieure à la fréquence de résonance : $f \ll f_r$.

La valeur expérimentale du frottement intérieur dans cette technique est directement liée au déphasage φ qui existe entre le signal excitateur σ et le signal résultant ε (ou inversement) ce qui donne la relation directe:

$$Q^{-1} = \tan \varphi$$

Il existe deux types de pendule utilisé dans cette technique:

* Pendule opérant en balayage en température à fréquence fixe.

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

* Pendule opérant en balayage en fréquence en isotherme. Pendule de torsion inversé.

Le spectromètre mécanique isotherme utilisé lors de notre étude sera détaillé au chap III.

IV Mécanismes à la base du frottement intérieur dans les métaux et alliages métalliques : [Nowick1972, Blanter2007]

Les causes du frottement intérieur sont aussi diverses que variées, d'un point de vue microscopique, il est attribué à des mouvements d'imperfection du réseau cristallin :

- * Les réarrangements atomiques induits par l'application d'une contrainte.
- * Défauts ponctuels.
- * La relaxation des dislocations.
- * Le mouvement des joints de grains.
- * Précipités.
- * Les transformations de phase, etc.

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

IV.1 Frottement interne lié aux dislocations :

Les dislocations sont des défauts linéaires dont les longueurs peuvent atteindre un ordre macroscopique. Elles sont caractérisées par leurs déformations ou champs de contrainte complexes. Généralement, leurs mouvements sont activés par un gradient d'énergie qui résulte soit :

- * De la zone de contraintes qui entoure la dislocation elle-même.
- * D'une sollicitation extérieure appliquée sur le solide.

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

Observé pour la première fois par Bordoni puis par Seeger, le phénomène de relaxation représenté par un pic de basses températures a été associé au mouvement des dislocations parallèlement aux plans denses par déplacement de décrochements [Bordoni 1954, Seeger1956].

Les pics liés à des mécanismes de relaxation au sein d'empilement de dislocations ou aux interactions dislocations atomes de solutés ont été également mis en évidence par différents auteurs sur des monocristaux et des polycristaux de différents métaux. Certains de ces pics avaient été originellement attribués à des mécanismes de relaxation liés aux joints de grains [Woirgard1976, Rivière1997, Belamri2006, Rivière2009, Belhas2009, Belamri2012] pour ne citer que ceux là. Ni ce paragraphe ni ce mémoire ne pourront contenir la liste des auteurs ayant contribué dans ce domaine.

A cet effet, plusieurs modèles théoriques furent proposés. Les auteurs ont pris en considération aussi bien les mouvements des dislocations intergranulaires ou intragranulaires. Une description complète et détaillée de ces modèles a été exposée par Rivière [Rivière2004].

IV.2 Frottement interne lié à la réorientation des paires de défauts ponctuels :

Dans le cas d'une solution solide de substitution, la dissymétrie sera apportée par une paire d'atomes de substitution. Ces paires, dont la direction est distribuée de manière aléatoire en l'absence de contrainte, tendront à s'orienter sous l'action d'une contrainte. Ce type de relaxation est appelé « relaxation de Zener », ce phénomène a été observé pour la première fois par Zener sur un échantillon monocristallin de laiton alpha à 30 % de zinc [Zener1943], l'intensité de relaxation étant proportionnelle au carré de la concentration. De même, Nowick et al [Nowick1953] ont étudié des monocristaux d'Ag-Zn de différentes teneurs pondérales ; l'amplitude des pics obtenus par les auteurs dépend fortement de la concentration en atomes de solutés.

D'une façon générale, si deux défauts voisins présentent une interaction, des distorsions localisées se produisent, ces dernières seront des sources possibles, d'une part, de mise en ordre induite par la contrainte et, d'autre part, de frottement interne. Ainsi, outre la théorie de Zener [Zener1943], il existe celles de LeClaire [LeClaire1954] et de Nowick

[Nowick1961] basées respectivement sur le réarrangement à courte distance sous l'action d'une contrainte et sur la réorientation des paires d'atomes dominée par les seconds voisins. Dans tous les cas, il semble que la réorientation s'effectue par saut de lacunes car l'énergie d'activation du phénomène est proche de celle de la diffusion en volume et que le temps de relaxation est unique.

Des études plus récentes menées sur différents alliages par plusieurs auteurs [Belamri1993, Rivière et Pelosin1996, Rivière1996] ont montré que cette dépendance était bien vérifiée lors de mesures à basses températures, mais qu'à plus haute température l'influence d'un nombre de plus en plus important d'atomes substitutionnels voisins conduisait à un élargissement des pics et à une intensité de relaxation plus importante plus la teneur en atomes de solutés est élevée.

IV.3 Frottement interne lié aux transformations :

Les transformations sont dites « homogènes » ou « hétérogènes ».

* Une transformation « homogène » est caractérisée par le passage graduel du système par une série d'états intermédiaires entre l'état initial et l'état final. Certaines peuvent être de secondes espèces telles que les ségrégations d'atomes d'impuretés autour des dislocations. (Effet Cottrell - Le champ de contraintes créé par une dislocation coin engendre un terme de flux forcé).

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

IV.3.1 Frottement interne lié à la précipitation:

Les études de frottement intérieur des systèmes contenant une phase dispersée, où un ou plusieurs phénomènes de relaxation ont été observés, ont conduit dans bien des cas à des résultats controversés.

Le problème crucial qui se pose est de savoir si cet effet est dû : aux tensions provoquées par les changements de forme des précipités, au mouvement des interfaces semi-cohérentes, à

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

la relaxation des dislocations entourant les précipités ou si c'est un problème à l'échelle atomique tel que la réorientation des paires d'atomes (relaxation de Zener).

Comparativement, aux études expérimentales, peu de travaux théoriques ont été effectués sur le comportement anélastique des alliages contenant une phase dispersée.

Dans ce qui suit nous allons aborder quelques théories concernant l'origine du frottement interne dans ce type d'alliages.

o *Théorie de Krivoglaz :*

Krivoglaz [Krivoglaz1960] a analysé, l'atténuation des oscillations élastiques dans un système biphasé. Cette étude théorique a été basée sur la variation des conditions de l'équilibre de phase pendant qu'une onde élastique traverse le mélange biphasé. Ces variations provoquent la dispersion de la vitesse de propagation des ondes longitudinales, et induisent des phénomènes anélastiques.

Pour un matériau isotrope, il propose une théorie de la relaxation anélastique contrôlée par la durée de la transformation de phase qui se produit.

Pour un système binaire, ce temps dépend aussi bien de la différence de composition entre la matrice et le précipité que de la diffusion. De cet effet résulte alors un temps de relaxation τ_σ dépendant de la contrainte externe σ :

$$\tau_\sigma = \frac{R_0^3}{2DX_2}$$

Où R_0 et X_2 sont, respectivement; le rayon (supposé de forme sphérique) et la fraction volumique de la deuxième phase (les précipités), et D est le coefficient de diffusion approprié.

En tenant compte de la relation précédente, nous pouvons constater que pour un alliage en substitution, le temps de relaxation est très grand. De ce fait, il est peu probable que cette théorie puisse donner des temps de relaxation proches des temps obtenus expérimentalement dans une expérience dynamique. [Mazzolai1981]

o *Théorie de Schoeck :*

Se basant sur les travaux d'Eshelby [Eshelby1956-1957], Schoeck [Schoeck1969] développa sa théorie sur les interactions entre les précipités et forces extérieures où seuls les précipités incohérents ou semi-cohérents peuvent donner un pic de frottement interne. Les précipités cohérents quant à eux contribuent à l'augmentation du fond continu en fonction de

la température. Ainsi, seules les interfaces incohérentes ou semi cohérentes sont à l'origine du pic de relaxation. En résumé, ce sont les dislocations d'interface qui provoquent la déformation anélastique.

En résumé, il trouve que les précipités cohérents ne peuvent pas être à l'origine d'un pic de relaxation. Cependant, la formation de ces derniers contribue au fond continu qui augmente de façon monotone avec la température. Alors, seules les relaxations aux interfaces des précipités incohérents et semi- cohérentes peuvent être à l'origine d'un pic de frottement intérieur, car elles atteignent une valeur d'équilibre qui ne dépend que de la contrainte appliquée. Donc, ce sont les dislocations d'interface qui produisent la déformation anélastique.

Si la théorie de Schoeck a été vérifiée dans le cas des alliages Cu-Co [Mondino1971] et Cu-Fe [Pelletier1975], elle semble cependant impossible à généraliser pour les autres alliages.

○ *Théorie de Kohen et al :*

Constatant les limites des deux théories précédentes, Kohen et al. [Kohen 1973] ont proposé une théorie plus générale basée sur les propriétés thermodynamiques du système ; celle-ci décrit un pic de relaxation classique dû au mouvement d'interface. Ils attribuent l'énergie d'activation thermique du mécanisme à la diffusion atomique. En effet, ce concept est basé sur la mobilité anisotrope des faces des précipités.

En conséquence, le frottement intérieur associé à la présence des précipités dépend de la nature de leurs interfaces. Les précipités cohérents et semi-cohérents donnent lieu à des phénomènes anélastiques à cause de la structure de leurs diverses interfaces. Par contre, les précipités incohérents ne créent des phénomènes anélastiques notables que s'ils possèdent des interfaces de nature glissile.

○ *Modèle théorique de Schaller relatif à la relaxation due à la phase ξ :*

Contrairement aux théories précédentes qui attribuent les pics de frottement intérieur aux interfaces cohérentes et semi-cohérentes, Schaller [Schaller1981] élaborera un modèle théorique afin d'expliquer l'origine du phénomène de relaxation dû aux précipités γ de la phase ξ de l'alliage Al -Ag.

Ce modèle théorique est basé sur la relaxation atomique de défauts à l'intérieur des précipités γ créés par un écart de concentration à la composition stoechiométrique de ξ (Ag_2Al ou 66,6% at. Ag). Ce pic de relaxation n'existe pas sur des échantillons trempés et vieillis.

IV.3.2 Pics de frottement interne observés dans les alliages à base d'Al.

L'étude du frottement intérieur conduit à une meilleure compréhension de la relation existant entre la microstructure et les autres propriétés des matériaux

Les études effectuées sur le frottement interne lié à la transformation de phase sont nombreuses, elles dépendent non seulement des différents alliages présentant cette transformation mais aussi de la technique de mesure considérée.

Afin d'illustrer ce paragraphe, nous n'allons considérer que quelques exemples.

IV.3.2.1 L'alliage Al-Cu :

L'alliage Al-Cu 4% en poids a été de loin le plus étudié du système. Les expériences de ces études ont toutes été effectuées à fréquence fixe en balayage en température.

➤ Nowick et al [Nowick1958], Al-Cu 4% en poids trempé et revenu: A 1 Hz, les deux pics obtenus à 445 K et à 408 K ont été respectivement attribués à la relaxation de Zener et à la présence des précipités θ .

➤ Entwistle [Entwistle1962], Al-Cu 4% en poids trempé puis vieilli à 73°C: Le pic obtenu à basse fréquence vers 185°C a été attribué au réarrangement des atomes de cuivre dans la matrice sous contrainte. Ce pic correspondrait au pic de Zener observé par Nowick et al [Nowick1958] à 445 K.

➤ Deux alliages d'aluminium avec 2% wt.Cu et 2,95% wt. Cu ont été étudiés par Quader [Quader1962]. Les spectres de frottement interne obtenus mettent en évidence un pic à environ 348 K et laissent apparaître une diminution de l'amortissement à la température de solubilité de ces alliages.

➤ Cui et al [Cui1992], Al-Cu 4% en poids trempé à l'eau à partir de 550°C puis vieilli à plusieurs températures, les essais ayant été menés à 1,6 Hz: Après 6 H de vieillissement à

200°C, le pic étroit qui apparaît vers 185°C a été attribué à la relaxation de Zener. Ce pic disparaît après un survieillessement de 40 H à 200°C et 2 H à 230°C. Après plusieurs recuits de 2 H entre 250°C et 300°C, un pic très large superposé à un fond continu apparaît vers 175°C avec une amplitude croissante tant que la température de recuit reste inférieure à 300°C et décroissante au-delà de 300°C. Ce dernier disparaît totalement après un vieillissement à 400°C. Ce pic a donc été attribué à la présence des précipités semi-cohérents θ' . Ces résultats sont accord avec ceux de Nowick et al cités ci-dessus. Après un recuit de 4 H à 450°C un troisième pic trois fois plus large que le pic de Debye apparaît vers 400°C ; ce pic a été associé à l'interface entre les précipités θ et la matrice.

IV.3.2.2 L'alliage Al-Mg :

Plusieurs pics de relaxation ont été mis en évidence pour les différents teneurs du système binaire Al-Mg étudiées par frottement interne à fréquence fixe (1 Hz) en balayage en température.

➤ Belson et al [Belson1970] étudièrent par frottement interne plusieurs teneurs en poids allant jusqu'à 12,1% de l'alliage Al-Mg. Après trempe avec refroidissement lent depuis la température d'homogénéisation, un pic a été mis en évidence. La valeur du temps de relaxation limite ($10^{-17\pm 2}$ s.) et la proportionnalité de son amplitude au carré du produit des concentrations atomiques en Mg et en Al conduisent les auteurs à attribuer ce pic à la relaxation de Zener selon le modèle de Leclaire et Lomer [Leclaire1954].

➤ Pour des teneurs en poids de Mg allant de 0,02 à 1,1 : sept pics furent mis en évidence [Kê1987, Fang 1990, Kê 1990, Tan 1990, Tan 1991 et Kê 1991].

○ D'après les auteurs, le recuit à 100°C de l'alliage Al- 0,12% wt. Mg détruit les paires Mg-lacunes et libère les atomes de Mg dans la matrice. Le large pic P_1 mis en évidence à l'ambiante a été attribué à l'interaction dislocations atomes de soluté. P_1 fut décomposé en trois pics : P_0 , P'_1 et P''_1 situés respectivement à -30°C , -10°C et 30°C . Ces pics furent attribués à la diffusion à courte distance des atomes de soluté dans le cœur des dislocations sous contrainte. Les atomes de Mg qui diffusent sont situés respectivement le long de la ligne de dislocation, sur le cran et à droite du cran perpendiculairement à la ligne de dislocation.

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

- Pour l'alliage Al- 1,1% wt. Mg : Mise en évidence de deux pics P_2 et P_3 . Le pic P_2 situé vers 128°C fut associé à la réorientation des paires d'atomes de soluté, Mg-Mg situés au voisinage immédiat des crans de dislocations et le pic P_3 situé vers 260°C fut quant à lui associé à une diffusion longue distance des atomes de solutés constituant une atmosphère de Cottrell.
- Deux pics de très basses températures ont été observés pour l'alliage Al- 0,02% wt. Mg: P_{L2} situé vers -70°C et P_{L1} vers -50°C . Suite à l'influence de la trempe, du vieillissement, de l'écrouissage et du recuit sur les paramètres de relaxation de ces pics, les auteurs les attribuèrent à l'interaction des dislocations avec respectivement les paires « lacune-atome Mg » et paires « bilacune-atome Mg ».
- Plus récemment, l'étude menée sur un alliage Al-4%wt.Mg. par Atodiresei et al [Atodiresei 2006] révèle un pic de frottement interne superposé à un fond continu exponentiel de hautes températures. Après la soustraction du fond continu, le pic obtenu est situé vers 440 K. Les valeurs de l'énergie d'activation obtenues pour le pic et pour le fond exponentiel valent respectivement 1,1 eV et 2,25 eV. Ce phénomène a été associé à un mécanisme de traînage activé thermiquement des atomes de soluté par les dislocations. Par conséquent, les résultats de spectroscopie mécanique ont été discutés en termes de modèle d'interaction soluté-dislocation avec une variation de la longueur de boucle de dislocation.

IV.3.2.3 L'alliage Al-Ag :

Contrairement aux alliages précédents, le système binaire Al-Ag a été très peu étudié par frottement interne.

- Un alliage d'Al-Ag contenant 10% en poids d'Ag a été étudié par frottement interne à fréquence fixe [Damask1955, Merlin1978]. Le pic mis en évidence ne devient stable qu'avec l'apparition des précipités γ' . La relaxation de ce pic a été attribuée aussi bien aux zones GP qu'aux précipités γ' .
- Pour une concentration de 1,6% at., Merlin et al [Merlin1978] ont observé un pic présent dès la trempe et subsistant lors des vieillissements, ce dernier a été attribué à la réorganisation interne des zones GP et des précipités γ' .

Chapitre II: Phénoménologie du frottement intérieur et techniques de mesure

- Juste après trempe et en montée en température, le spectre de frottement interne de l'alliage Al. 20%wt Ag présente un fond continu exponentiel attribué par Schoeck et al [Schoeck1969] à la croissance des zones GP. L'apparition des précipités γ' s'accompagne de celle d'un pic unique dont l'amplitude est proportionnelle à la concentration d'Ag. Les auteurs l'associèrent à la relaxation des dislocations partielles aux interfaces.

- Schaller [Schaller1980] : Le frottement intérieur de différentes teneurs en poids de l'alliage Al-Ag a été étudié par plusieurs techniques dont le frottement interne. Les résultats obtenus révèlent l'existence de trois pics :
 - $P_{\alpha 1}$ et $P_{\alpha 2}$ dus respectivement à la solution solide α_{Al} à l'état trempé et à la réversion des zones GP au voisinage des précipités métastables γ'' présents lors du passage $GP \rightarrow \gamma'$.
 - P_{γ} dont l'origine a été associée au réarrangement atomique à l'intérieur des précipités de la phase intermétallique ξ .
 - L'épaulement noyé dans un fond continu exponentiel observé a été attribué à l'évolution des zones GP et le fond continu a quant à lui été associé aux mouvements des dislocations.

- L'étude de l'alliage Al-16%wt. Ag a révélé l'existence d'un pic de relaxation dont l'origine a été attribuée à l'interaction des dislocations avec les zones GP. Le modèle de Granato et Lücke [Granato1958] a été à la base de l'interprétation des résultats. [Graiss1991-2000].

Chapitre III

Techniques expérimentales

I Introduction

Ce chapitre contient, en plus des traitements thermiques subis par les trois alliages (Al-4,5%wt. Cu, Al-12%wt. Mg et Al-20%at. Ag) étudiés, la description des appareils utilisés au cours de cette étude : le pendule de torsion inversé et la microscopie électronique à transmission (MET).

II Pendule de torsion inversé :

II.1 Description:

L'appareil utilisé pour la mesure du frottement intérieur est un pendule de torsion inversé (Figures III-1 et III-2) [Woirgard1977, Rivière2001]. Il permet d'effectuer des mesures en oscillations libres et en oscillations forcées dans une gamme de fréquences comprises entre 10^{-5} Hz et 60 Hz, à températures fixes.

Il se compose de deux parties essentielles à savoir la partie mécanique qui assure l'excitation de l'échantillon et la partie électronique qui pilote l'ensemble mécanique et facilite ainsi l'acquisition des données du spectre de frottement intérieur.

L'échantillon est fixé par sa partie inférieure à un mors solidaire du bâti et l'extrémité supérieure à un équipage mobile suspendu à un étrier par une tige intermédiaire d'une grande rigidité.

La torsion de cet échantillon est assurée par un aimant encastré sur la tige située dans un champ magnétique créé par des bobines de Helmholtz.

Ces bobines assurent à leur tour la transmission d'un couple de torsion à cette tige pendant le passage d'un courant alternatif sinusoïdal délivré par un G.B.F.

La limite supérieure de la fréquence utilisée en oscillations forcées est de 40 Hz afin d'éviter toute amplification du signal pendant l'expérience. Cette fréquence est loin de la fréquence

propre du système tige-échantillon qui varie entre 100 Hz et 200 Hz suivant la géométrie et la rigidité de l'éprouvette.

Pour empêcher le flambage de l'éprouvette, il faut que la rigidité du système mobile du pendule soit très faible devant celle de l'échantillon. Pour cela, la partie mobile est reliée au bâti à l'aide de quatre rubans croisés de 0,02 mm d'épaisseur, ce qui fait que ce dispositif fait de l'échantillon le seul élément de rappel au couple appliqué.

Un contre poids est installé pour donner de l'équilibre à l'équipage mobile afin d'éviter toute possibilité de contrainte extérieure.

Lors des changements de température, le mandrin supérieur qui assure le blocage de la tige pendant les expériences isothermes est ouvert pour éliminer l'effet de la dilatation thermique. Ce changement de température est effectué à l'aide d'un four qui, lors d'un balayage en fréquence d'excitation, assure une régulation de température à plus ou moins un degré. Le contrôle des températures est assuré par un thermocouple situé à proximité immédiate de l'échantillon. Enfin, le frottement intérieur est mesuré en conditions isothermes sous un vide secondaire de 2.10^{-6} torr.

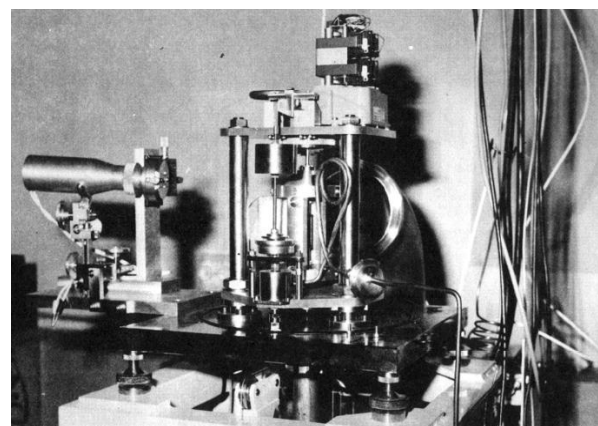
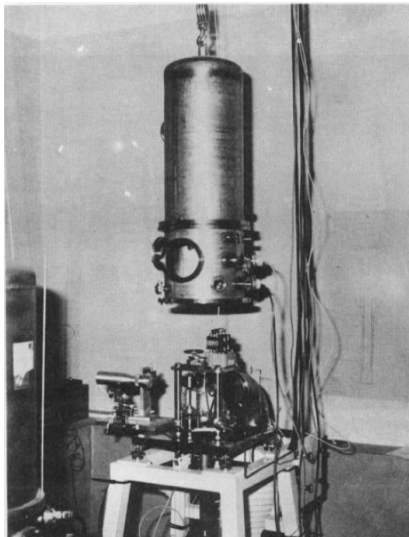


Figure III-1. Vue générale du Pendule de torsion inversé.

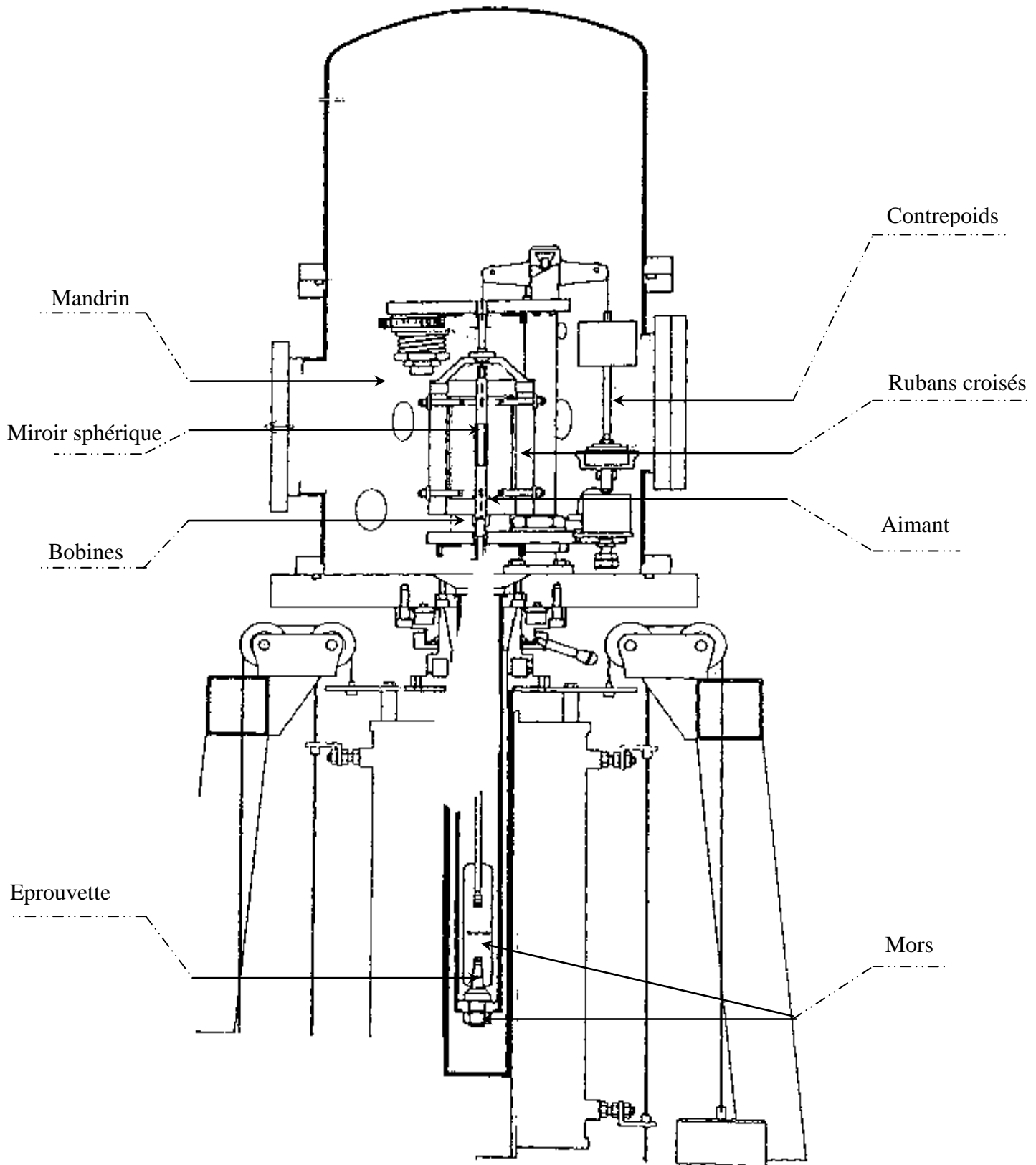


Figure III-2. Schéma du pendule de torsion inversé

II.2 Système de mesure de frottement intérieur :

La réponse de l'échantillon à l'excitation est mesurée par la méthode de Poggendorff. Elle se résume dans le recueil de la réflexion d'un faisceau lumineux sur une photodiode à l'aide d'un miroir solidaire de la tige. L'incidence de ce faisceau sur la photodiode est converti en tension de décentrage, figure III-3.

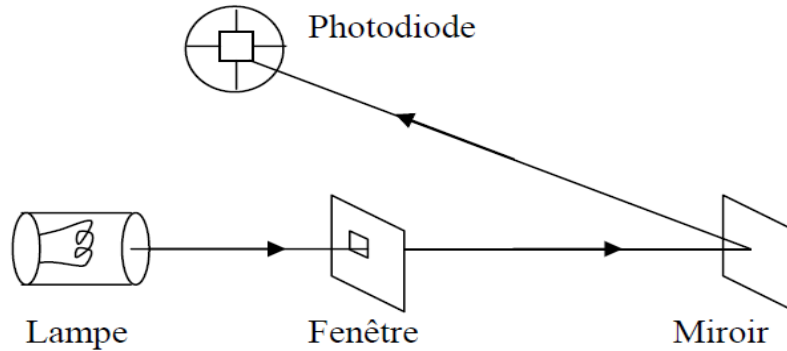


Figure III-3. Schéma descriptif de la détection de la déformation.

Le miroir permet de suivre la déformation maximale de l'échantillon selon le déplacement enregistré par le spot lumineux sur la photodiode. La sensibilité de la cellule permet de mesurer des amplitudes de déformation minimale de 2.10^{-6} . Le déplacement « d » reste une fonction linéaire pour des tensions V_d inférieures à 8V, ce qui correspond à une déformation « γ » de l'ordre de 10^{-5} . Donc, les petites déformations de l'échantillon « γ » sont déduites directement d'une formule décrite en fonction des déplacements « d » :

$$\gamma = \frac{e \cdot \theta}{2L} = \frac{e \cdot d}{4L \cdot D}$$

e : épaisseur de l'échantillon.

θ : angle de déviation de la tige.

L : longueur de l'éprouvette.

d : décentrage sur la photodiode.

D : distance source-miroir (200 mm).

γ : déformation.

II.3 Traitement de signal :

Le frottement intérieur Q^{-1} est représenté, dans le cas des oscillations forcées, par la tangente du déphasage « φ » entre la déformation et la contrainte.

* Signal d'excitation : $\mathbf{E}(t) = \mathbf{E}_0 e^{i\omega t}$

* Signal de retour relatif à la déformation : $\mathbf{R}(t) = (\mathbf{X}_1 - i\mathbf{X}_2) e^{i\omega t}$

Donc :
$$Q^{-1} = \text{tang}\varphi = \frac{X_2}{X_1}$$

La mesure de « φ » s'effectue point par point jusqu'à un cycle de 2^{21} points. L'acquisition de ces données est assurée par un logiciel qui trace la courbe Q^{-1} en fonction de la fréquence f : $Q^{-1} = f(\log(\omega))$.

Le rapport des amplitudes des deux signaux sinusoïdaux est relié à la complaisance J_1 de l'éprouvette. Le module de complaisance dynamique proportionnel à X_2 est également enregistré.

Concernant les oscillations libres, le frottement intérieur se déduit du décrement logarithmique δ par la formule suivante :

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} = \frac{1}{\pi p} \text{Ln} \left(\frac{A_n}{A_{n+p}} \right)$$

En résumé:

* Les mesures sont faites en condition isotherme (Structure stabilisée) et en balayage de fréquence (Large gamme entre 10^{-5} Hz et 60 Hz).

* L'amplitude de déformation peut varier de $2 \cdot 10^{-6}$ à $4 \cdot 10^{-5}$.

* La précision des mesures de frottement intérieur est d'environ 10^{-4} .

* Les mesures peuvent être effectuées entre la température ambiante et 1273 K.

II.4 Traitement des résultats :

II.4.1 Fond continu :

Généralement, tous les pics de relaxation correspondent à des mécanismes de frottement intérieur dont les caractéristiques rendent compte du phénomène physique à l'origine. Les mesures de frottement intérieur isotherme font apparaître dans certains cas des pics superposés à un fond continu devenant important à basse fréquence (\approx haute température) : figure III-4.

En l'absence de pic, si l'on représente le $\log Q^{-1}$ en fonction de $\log(\omega)$, on obtient une relation linéaire de la forme : $Q^{-1} = \frac{K}{\omega^n}$ [Woïgard1976]:

Avec une distribution des temps de relaxation des défauts responsables de cette montée de fond continu, Schoeck et al donnèrent l'expression du frottement intérieur sous la forme [Shoock1964]:

$$Q^{-1} = \frac{K}{\left(\omega \exp\left(\frac{H}{RT}\right)\right)^n}$$

Avec K et n supposés constants sur un petit domaine de température.

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

En l'absence de pic, la courbe exprimant $\ln Q^{-1}$ en fonction de $\log N$ est une droite ; dans le cas de la présence d'un pic, les points situés sur le fond continu de part et d'autre du pic s'alignent. Une méthode rigoureuse de soustraction du fond continu de basse fréquence à basse température ou à haute température a été récemment mise au point est détaillée par S.Belhas et al [Belhas2009].

Avant de procéder à la soustraction, nous devons nous assurer que le supposé fond continu ne représente pas le flanc droit d'un pic de très basses fréquences.

La méthode de dépouillement pour la mise en évidence des pics de relaxation est représentée sur les figures III- 4 et III-5 relatives à l'alliage étudié.

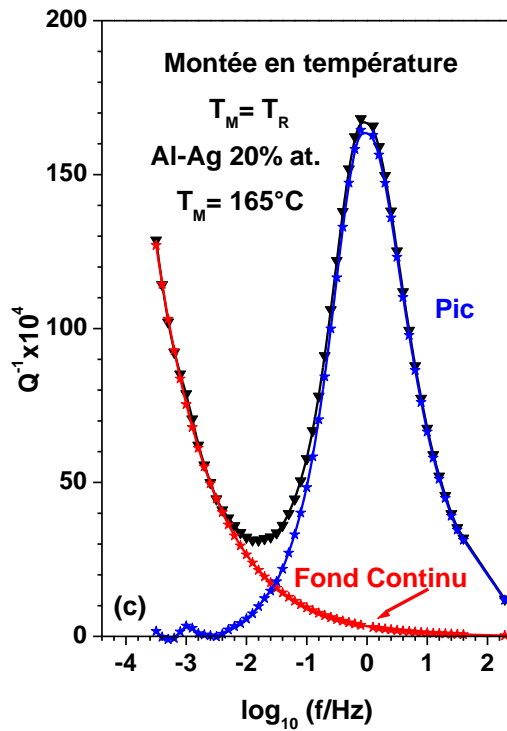


Figure III-4. Soustraction du fond continu pour la mise en évidence des pics de relaxation.

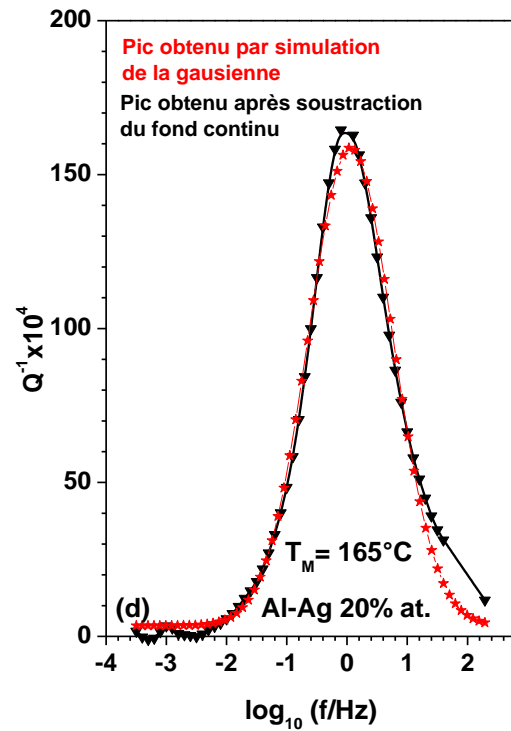


Figure III-5. Le pic de relaxation résultant après soustraction du fond continu.

II.4.2 Détermination des paramètres de relaxation :

La détermination des paramètres de relaxation a été amplement décrite au chapitre II, relatif aux phénomènes de relaxation thermiquement activés.

III Le Microscope Electronique à Transmission (MET):

III.1 Introduction

La réalisation du premier microscope électronique à transmission (M.E.T.) date d'un demi-siècle. D'une manière générale, le MET est utilisé pour visualiser la matière dans son volume, simultanément dans l'espace réel et dans l'espace réciproque (espace de Fourier).

Des progrès spectaculaires ont porté sur la nature des sources d'électrons et la correction des défauts instrumentaux. Ils permettent d'atteindre des résolutions spatiales de 1 à 2 Å.

La structure des matériaux cristallins peut ainsi être visualisée à l'échelle atomique. Une avancée technique importante est aussi celle du couplage désormais possible de la microscopie électronique haute résolution et microanalyses chimiques. L'utilisateur peut ainsi disposer à la fois d'une information diffractionnelle, structurale directe et microchimique.

III.2 Description:

Il existe plusieurs types de microscopes à transmission, le principe général de fonctionnement étant le même.

Pour la présente étude, le microscope électronique utilisé est un CM20 Phillips (Figure III- 6)



Fig. III. 6 : MET CM20 Phillips (ENSMA).

III.3 Préparation des lames minces :

La qualité des observations dépend fortement des traitements thermiques que subissent les échantillons avant la préparation des lames minces.

Les échantillons dédiés à la préparation des lames minces doivent subir une mise en solution afin de mettre les alliages en solution solide et de permettre ainsi la dissolution des précipités préexistants. Cette mise en solution est suivie d'une trempe à l'eau pour figer la structure sans que des précipités n'apparaissent.

Etapas pour la préparation des lames minces:

- Découper des petits disques dans chaque alliage destiné aux observations.
- Les polir mécaniquement à l'aide d'un papier de grains 1200 et 2400 dans le but de les amincir et obtenir une épaisseur de 70 μ m.
- Les amincir électrolytiquement (Figure III.7) pour obtenir une lame mince avec un ou plusieurs trous près du centre.

Les compositions des bains relatifs aux alliages que nous avons observés au MET ont été regroupés dans le tableau ci-dessous (Tableau III.1).

Alliage	Al- Ag	Al- Mg
Composition de l'électrolyte		
Méthanol (CH ₃ OH)	65%	66%
Acide nitrique (HNO ₃)	20%	34%
Eau (H ₂ O)	15%	--
Température du bain	-10°C à -15°C	-15°C
Tension	20V	15V

Tableau III-1 : *Composition des bains d'amincissement.*

Le bain est refroidi à l'aide de l'azote liquide. Après chaque amincissement les échantillons sont rincés à l'acide nitrique, l'eau et l'éthanol afin d'enlever toutes les impuretés.

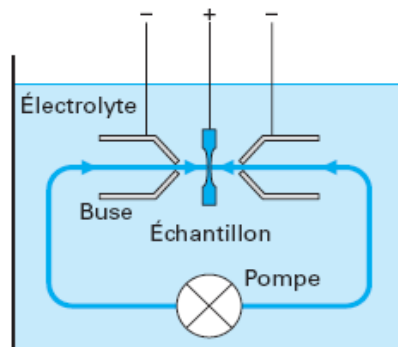


Figure III-7: Principe de l'amincissement électrolytique.

IV Elaboration des échantillons:

Les échantillons des différents alliages utilisés lors de cette étude ont été fournis par Goodfellow à la demande du LMPM de l'ENSMA de Poitiers. Toutes les éprouvettes ont été découpées à l'ENSMA par électroérosion sous forme lamellaire de $60 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$.

➤ L'alliage Al-Cu a été élaboré par la technique du moulage-forgeage (squeeze-casting) et filage de manière à obtenir des barres de diamètre 16 mm. Ces barres ont été fournies après trempe et maturation à température ambiante (état T4).

➤ L'alliage Al-Mg a été fourni sous forme de plaque. L'éprouvette utilisée pour les essais a été trempée à l'eau après un maintien de 15 mm à 460°C .

➤ L'alliage Al-Ag est un monocristal, sa plaque est issue d'une coulée spéciale réalisée à la demande du laboratoire car il n'existe pas d'application industrielle pour ce type d'alliages. La température de mise en solution solide de ces alliages se situe aux environs de 555°C .

Pour éviter de dépasser 555°C , la montée en température s'est faite en deux paliers, une vitesse de chauffe de $250^\circ \text{C}/\text{h}$ jusqu'à 540°C puis une approche lente jusqu'à 555°C à une vitesse de $10^\circ \text{C}/\text{h}$. L'échantillon a été maintenu à cette température pendant 2 H afin de laisser le temps à tout l'alliage de passer en solution solide.

Les mesures de frottement interne ont été effectuées sur le pendule de torsion décrit ci-dessus à une amplitude maximale de vibration de $5 \cdot 10^{-6}$. Le tableau suivant regroupe les données relatives aux traitements thermiques subits par les échantillons.

Alliage	Teneur	Type	Température de mise en solution (°C)	Temps de mise en solution solide
Al-Cu	4.5% wt Cu	Polycristal	547	Fourni à l'état T4
Al-Mg	12% wt Mg	Polycristal	460	15 min
Al-Ag	20 % at. Ag	Monocristal	555	2 h

Tableau III-2 : *Données des traitements thermiques.*

Chapitre IV

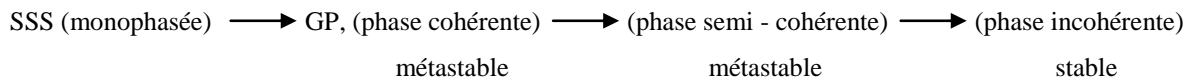
Résultats expérimentaux

discussion et interprétation

Introduction

Dans ce chapitre seront exposés les résultats de frottement intérieur obtenus, par spectroscopie mécanique isotherme, sur respectivement : l'Al-Cu, l'Al-Mg et l'Al-Ag.

Ces alliages, à durcissement structural, évoluent fortement avec la température et leur structure est sujette à d'importantes transformations. Ainsi, après mise en solution et trempe, la solution solide sursaturée (α) se décompose en suivant, généralement, les séquences de précipitation suivantes :



Ces modifications structurales dépendent de plusieurs paramètres et sont étroitement liées aux traitements subis par l'alliage. En effet, le vieillissement, la température et la durée des revenus, ou encore la vitesse de chauffage (ou de refroidissement) sont autant de facteurs qui peuvent jouer un rôle déterminant dans la cinétique de précipitation et la présence des composés intermédiaires.

Le frottement intérieur est une méthode qui est bien adaptée à ce genre d'étude puisqu'il est très sensible à ce type de transformations.

L'objectif de ce travail est donc l'étude, in situ, de l'influence de ces modifications structurales sur le comportement mécanique de ces trois alliages d'aluminium. Pour cela, nous utiliserons la technique de la spectroscopie mécanique isotherme (IMS), à différents paliers de températures stabilisées, afin d'identifier les mécanismes à l'origine de l'amortissement observé.

L'avantage de ce type d'essais est de pouvoir nous offrir la possibilité de travailler sur des structures stables en explorant une large gamme de fréquences (10^{-5} Hz – 40 Hz), pour chaque température stabilisée étudiée.

Donc, contrairement aux essais classiques de frottement intérieur, dont les résultats dépendent fortement de la vitesse de balayage en température, ce procédé nous permet d'avoir des spectres non perturbés par les effets transitoires relatifs à la modification structurale.

Chapitre IV: Résultats expérimentaux discussion et interprétation

Ainsi, connaissant les phases en présence, l'identification du mécanisme, à l'origine de l'amortissement observé, devient plus aisée.

Dans ce travail, nous avons utilisé deux alliages industriels : l'Al – Cu et l'Al – Mg, et un alliage non industriel : l'Al – Ag monocristallin, issu d'une coulée spéciale réalisée à la demande du LMPM-ENSMA de Poitiers.

Avant de subir les tests de frottement intérieur, ces alliages ont été homogénéisés et trempés dans l'eau. Nous précisons cependant que : l'Al – Cu a subi une maturation d'un mois à l'ambiante avant les expériences, alors que : l'Al – Mg et l'Al – Ag ont été étudiés juste après avoir été trempés.

Le but recherché, à travers l'étude de ces différents matériaux, étant celui de :

- Comparer le comportement en frottement intérieur de ces trois alliages.
- Déterminer la contribution, à l'effet de l'amortissement, de chacun des deux phénomènes : activé et non activé thermiquement.

Après stabilisation de la température, notre souci majeur est de nous assurer de la stabilité de la structure pendant l'expérience. Aussi, pour chaque niveau de température étudié, nous avons effectué plusieurs essais jusqu'à l'obtention de la reproductibilité du spectre. De cette manière, nous pouvons donc considérer que chaque spectre de frottement intérieur, ainsi obtenu, correspond à un état structural stable ou n'évoluant pas de façon significative durant l'essai.

Par ailleurs, cette opération nous a permis, également, de confirmer l'importance de la durée du revenu dans l'évolution structurale d'un matériau.

Les courbes expérimentales brutes nous permettent de comparer les spectres d'amortissement, obtenus à différentes températures d'essai. Ainsi, pour chaque cycle thermique réalisé (montée et descente en température), nous pouvons avoir deux informations :

- D'abord, suivre l'influence des différents recuits réalisés in situ, sur le frottement intérieur du matériau.
- Comparer les spectres obtenus entre des états de départ différents : trempé et recuit à haute température.

Chapitre IV: Résultats expérimentaux discussion et interprétation

Parallèlement aux essais mécaniques, nous avons effectué quelques observations au MET sur deux alliages : (Al-Ag et Al-Mg) afin de suivre les transformations de leur microstructure. Nous précisons, cependant, que ces observations n'ont été faites qu'à titre indicatif.

En effet, pour une meilleure corrélation avec les résultats obtenus par IMS, il aurait fallu que les conditions expérimentales soient identiques (ex. temps de maintien en températures). Ce chapitre des résultats expérimentaux sera organisé de la manière suivante : nous traiterons d'abord l'Al – Cu puis l'Al – Mg et ensuite l'Al – Ag.

L'étude relative à chacun de ces alliages, sera présentée comme suit :

- Introduction
- Exposé des résultats expérimentaux.
- Discussion et interprétation
- Conclusion.

Une conclusion générale, sous forme de synthèse de tous ces résultats, clôturera ce chapitre.

Notons enfin que dans ce mémoire, les températures de mesure et de recuit seront notées respectivement : T_M et T_R .

Ainsi, pour un cycle thermique : $T_M = T_R$ pour une montée et $T_M < T_R$ pour une descente.

Par ailleurs, toutes les mesures de frottement intérieur ont été effectuées à une amplitude de vibration maximale : $\varepsilon_M = 5 \cdot 10^{-6}$.

Al - (4,5%wt. Cu)

- Sur l'Al – Cu (2,95% wt. Cu) à, respectivement, 513 K et 716 K. Comme dans le cas précédent, le premier dépend de la fréquence et le second non. Lors de la descente en température, outre la présence du troisième pic, il remarque que le deuxième pic persiste.

Plus récemment Cui et Kê [Kê1992] ont associé le pic de relaxation observé sur l'Al – (4%wt. Cu) à la précipitation de la phase incohérente θ .

Ces résultats ont été obtenus à l'aide de pendules classiques fonctionnant en balayage de températures à fréquence fixe. Or, pour avoir une structure stable dans ce type de matériau, une longue durée de vieillissement est nécessaire [Quader1962].

L'amortissement mis en évidence par ces essais résulte donc des effets transitoires de la précipitation. Par exemple, le pic de Zener observé à 446 K pendant la montée en température, disparaît complètement après un vieillissement de haute température. Même pour le frottement interne mesuré lors d'une descente en température, une transformation structurale peut se produire si la durée de vieillissement de haute température n'est pas assez longue.

De plus, une étude [Zhou1992] a montré que les alliages contenant des phases précipitées sont sensibles même au changement de vitesse de la température.

IV.I.II Résultats expérimentaux.

L'alliage Al – (4,5% wt. Cu) que nous avons utilisé dans notre étude, a été homogénéisé à 820K puis trempé à l'eau avant de subir une maturation d'un mois à l'ambiante.

Les expériences ont été conduites entre l'ambiante et 823 K. Pour chaque palier de température, choisie et stabilisée, nous avons suivi l'évolution de l'amortissement en effectuant plusieurs essais jusqu'à la reproductibilité du spectre.

IV.I.II.1 Influence de la température sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence. (Structure stabilisée)

Les figures (IV.I.1 et IV.I.2) représentent les courbes : $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$ à différentes températures. Entre l'ambiante et 553 K seul un fond continu est présent et continue à se développer en fonction de la température. A partir de 581 K, un épaulement vient se superposer à ce fond continu et s'installe en continuant à se développer jusqu'à la formation

d'un pic. L'amplitude de ce dernier croît avec la température alors que la position de son maximum reste à la même fréquence (0.1Hz). Les courbes : $Q^{-1} = f(T)$ (Figure IV.I.3), représentées à différentes fréquences, confirment cette indépendance par rapport à ce paramètre.

Ce comportement est caractéristique de phénomènes non activés thermiquement dont l'origine est attribuée à un mécanisme qui est étroitement lié à la présence de précipités dans la matrice. Ce pic disparaît, en effet, complètement à 798 K pour laisser place à un autre pic de nature différente (Figure IV.I.4).

Ce dernier se déplace vers les basses fréquences quand la température augmente. Il caractérise ainsi un phénomène activé thermiquement qui, dans le cas présent, est relatif à l'état monophasé de l'alliage.

Tous les précipités θ sont alors dissouts (solvus de $\theta \approx 790$ K) et les atomes de cuivre sont en solution substitutionnelle dans la matrice de structure CFC.

L'origine de ce pic est généralement attribuée aux dislocations.

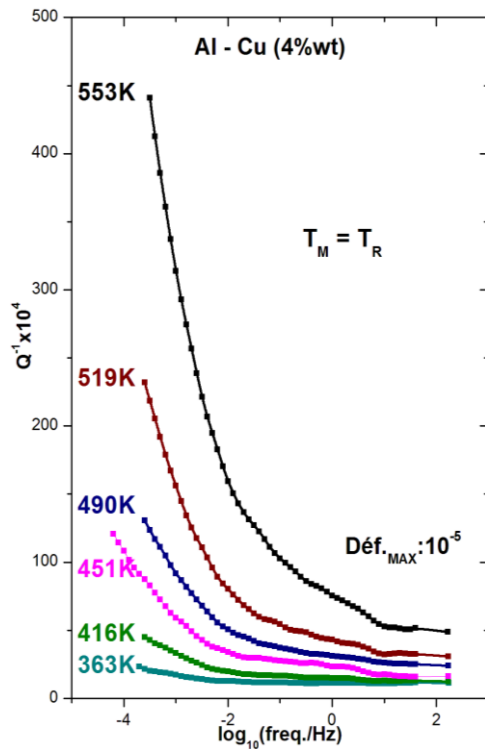


Figure IV.I.1 : Spectres de frottement intérieur en montée en température entre 363 K et 553 K

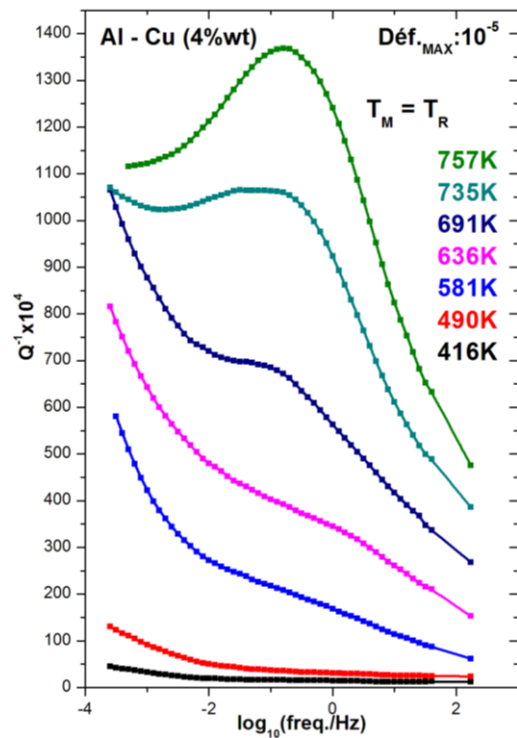


Figure IV.I.2 : Spectres de frottement intérieur en montée en température entre 416 K et 757 K

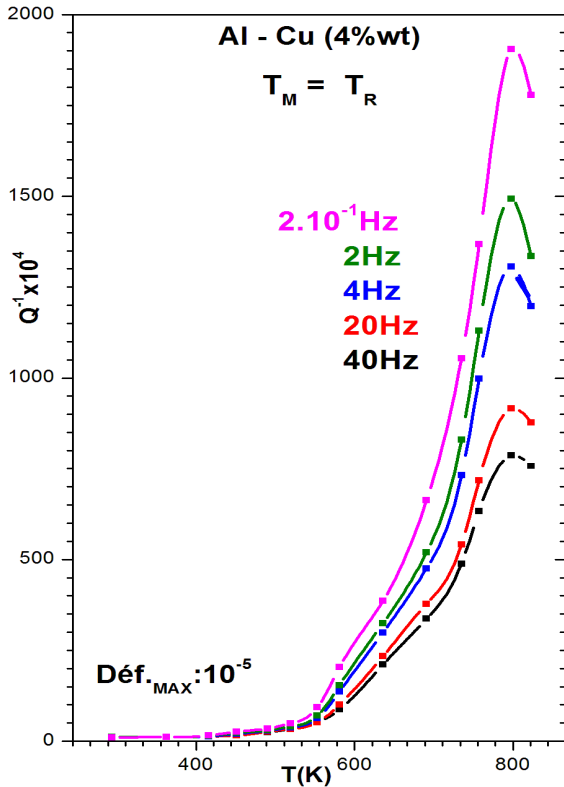


Figure IV.I.3 : Frottement intérieur en fonction de la température à différentes fréquences.

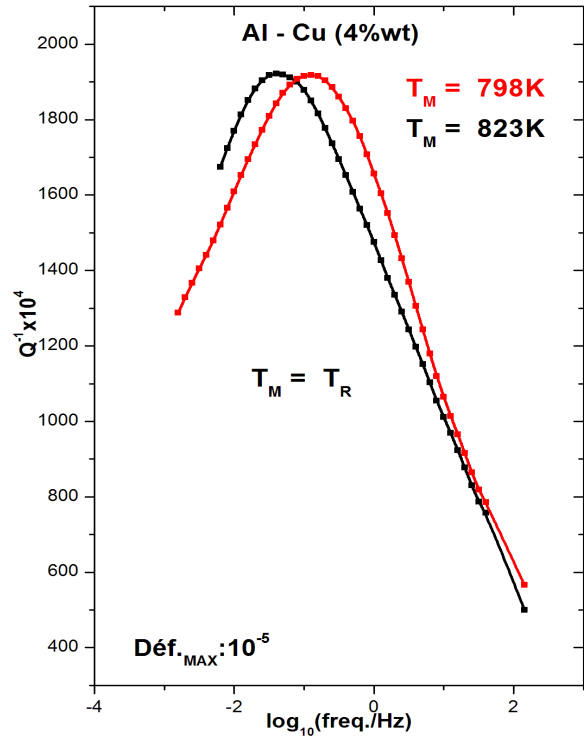


Figure IV.I.4 : Evolution du Pic de haute température en fonction de la fréquence à $T_M = 798 \text{ K}$ et 823 K .

IV.I.II.2 Influence du vieillissement sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence.

Comme nous l'avons cité précédemment, l'intérêt de nos essais réside dans le fait de pouvoir travailler sur des structures stables. Aussi, pour répondre à cette philosophie, notre recherche systématique de la reproductibilité du spectre, nous a permis de mettre en évidence l'influence de la durée des revenus sur l'évolution de la structure de l'échantillon. En effet,

- Entre l'ambiante et 490 K, les courbes : $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$ montrent que le temps de stabilisation de la température, nécessaire pour le lancement de l'essai, est suffisant pour atteindre une structure stable.

De son côté, le module en fonction de la fréquence (Figure IV.I.5) confirme cela puisqu'il reste quasiment constant jusqu'à 490 K.

Par contre, à partir de 553 K, il commence à dépendre de manière sensible de la fréquence. Ce comportement traduit la présence d'un effet qui commence à se manifester dans la

matrice. Il indique en fait que l'état structural de l'échantillon est entrain d'évoluer progressivement.

Le temps de stabilisation de la température devient insuffisant pour atteindre une structure stable.

D'ailleurs, l'expérience réalisée à 581 K le montre bien, puisqu'elle ne révèle que la présence d'un fond continu lors du premier essai, et l'épaulement n'apparaîtra qu'après un revenu de plus de 25 heures (Figure IV.I.6). Cette température correspond, d'après le diagramme d'équilibre [ASM Metals HandBook 2001], à la présence de la seule phase précipitée θ' dans la matrice, les solvus de θ'' et de θ' étant respectivement situés à environ : 490 K et 740 K.

Si le premier essai ne révèle rien, c'est parce que dans la matrice il n'y a que les précipités θ' et le temps de stabilisation de la température n'est pas suffisant pour induire une quelconque modification. Par contre, sous l'effet du revenu de 25 H, l'épaulement apparaît et il est la conséquence du début de la transformation de θ' en θ .

Pour résumer, entre l'ambiante et 553 K, la durée de stabilisation de la température semble suffire pour stabiliser la structure. Ceci est, d'ailleurs, confirmé aussi bien par le module que par les spectres de frottement intérieur qui ne présentent qu'un fond continu.

Dans cet intervalle de températures, les temps de revenus ne sont donc pas trop longs. Par ailleurs, nos essais ne nous ont pas permis de détecter la précipitation de la phase métastable semi - cohérente θ' , sans doute à cause des différents traitements subis par l'alliage.

Les recuits (revenus) successifs ultérieurs ont dû, en effet, accélérer la transformation de θ'' en θ' , en débutant plutôt qu'à la température du solvus de θ'' .

- Entre 581 K et 735 K, la durée du vieillissement devient très importante. C'est dans cette gamme de températures, que nous avons enregistré les temps de revenu les plus longs pour atteindre la reproductibilité des spectres (Figures IV.I.7 et IV.I.8). Ces derniers, obtenus après stabilisation de la structure, exhibent un épaulement qui continue à se développer jusqu'à la formation d'un pic à 735 K (figure IV.I.2). La structure évolue donc continuellement et un nouvel état d'équilibre est atteint à chaque température de mesure. En effet, cet intervalle de températures [ASM Metals HandBook 2001], correspond au développement progressif de la phase incohérente θ au détriment de la phase semi-cohérente θ' (solvus \approx 740 K).

Dans ce domaine où l'évolution de l'état structural de l'alliage est importante, les spectres de frottement intérieur dépendent considérablement de la durée des vieillissements.

D'ailleurs, cet effet rend bien compte de l'origine de la divergence des résultats obtenus en spectroscopie mécanique isotherme et ceux obtenus à l'aide des pendules classiques.

- A 757 K, le pic est bien apparent. La transformation de θ' en θ est entièrement achevée puisque le solvus du précipité θ' est situé à environ 740 K.
- A 798 K, nous avons examiné l'influence du revenu sur le comportement de l'échantillon à l'état monophasé. La figure IV.I.9 montre qu'il s'agit bien du même pic de haute température, avec cependant une légère augmentation de son amplitude après le vieillissement de 30 heures. Il est encore mieux développé et ce traitement thermique a eu donc pour effet, la mise en place d'une nouvelle configuration de dislocations plus stable.

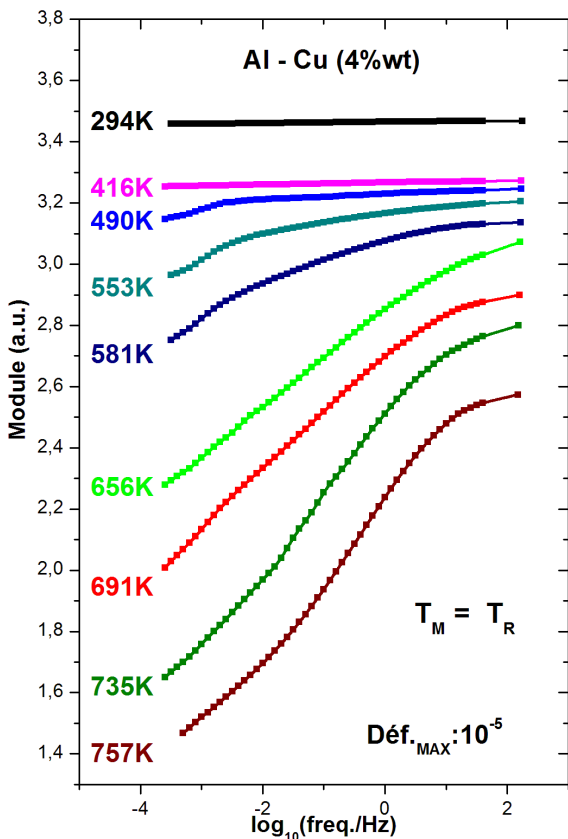


Figure IV.I.5 : Evolution du module en fonction de la fréquence à différentes températures.

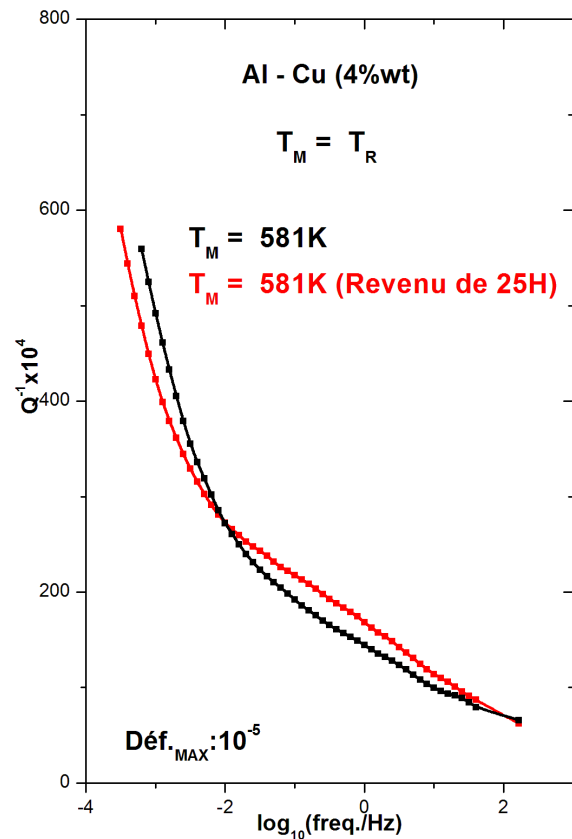


Figure IV.I.6 : Influence du revenu sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence à $T_M = 581$ K

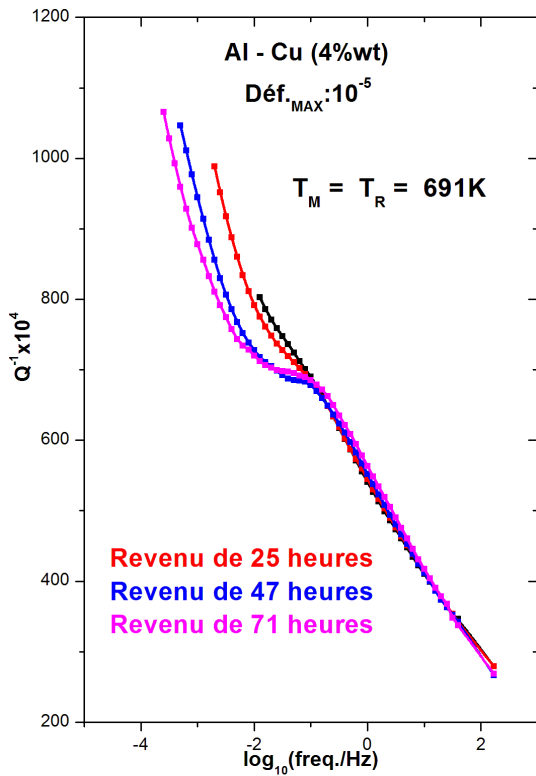


Figure IV.I.7 : Influence du revenu sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence à $T_M = 691\text{ K}$

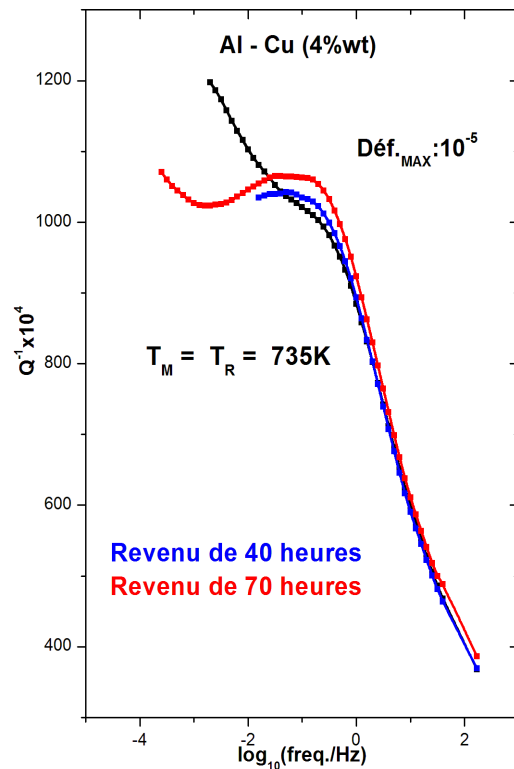


Figure IV.I.8 : Influence du revenu sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence à $T_M = 735\text{ K}$

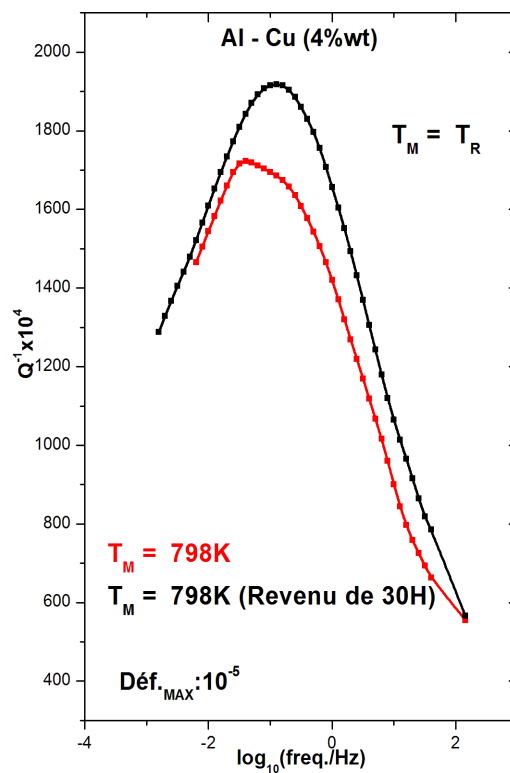


Figure IV.I.9 : Influence du revenu sur le pic de haute température.

IV.I.II.3 Influence du recuit de haute température sur le frottement intérieur en fonction de la fréquence.

La figure IV.I.10, représente les spectres de frottement intérieur obtenus après un traitement de recuit à 823 K. Pour tous les essais effectués en dessous de cette température, seul un fond continu est présent. Le pic qui a été, précédemment, associé à la précipitation disparaît totalement, comme le montrent clairement les figures IV.I.11 et IV.I.12.

Le processus de transformations structurales est donc étroitement lié aux traitements thermiques subis par l'échantillon, puisque pour un refroidissement lent (descente en température), le phénomène non activé thermiquement n'est plus observé.

En revanche, pour deux températures très voisines, nous remarquons que le pic de haute température (Figure IV.I.13) s'est déplacé vers les basses fréquences.

Cette différence de position résulte probablement d'une nouvelle configuration du réseau de dislocations, mise en place à très haute température.

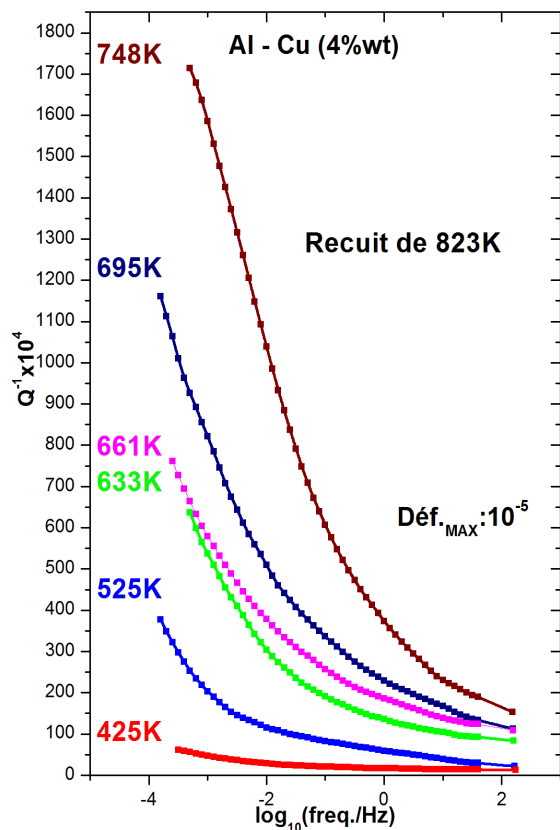


Figure IV.I.10 : Spectres de frottement interne en descente en température après un recuit à $T_R = 823K$

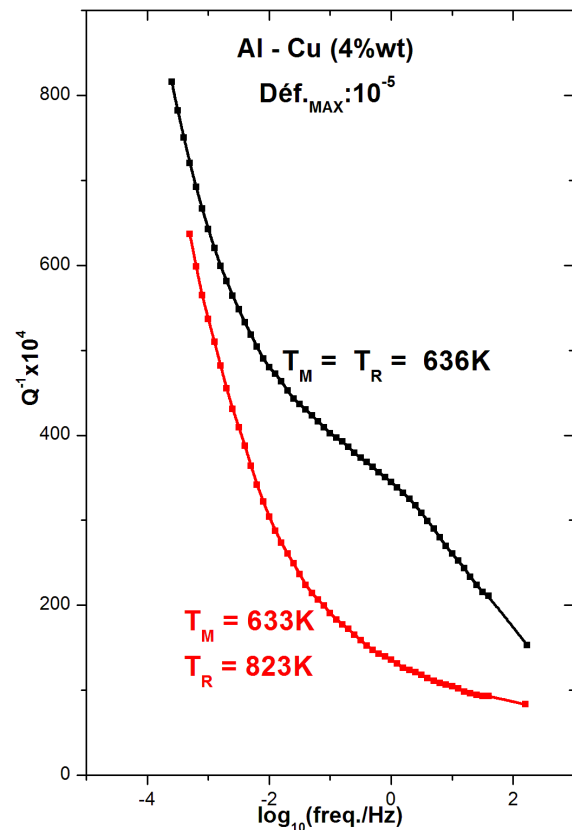


Figure IV.I.11 : Influence du recuit de 823K sur l'évolution du frottement interne en fonction de la fréquence à $T_M \approx 635K$

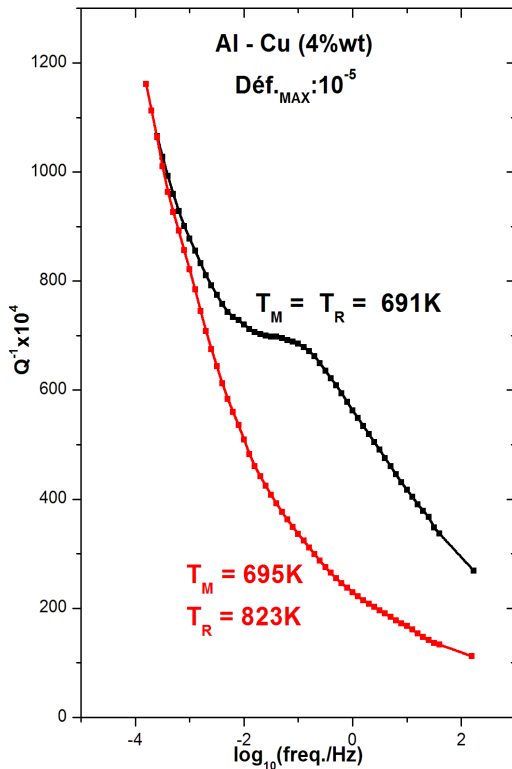


Figure IV.I.12 : Influence du recuit de 823K sur l'évolution du frottement interne en fonction de la fréquence à $T_M \approx 695K$

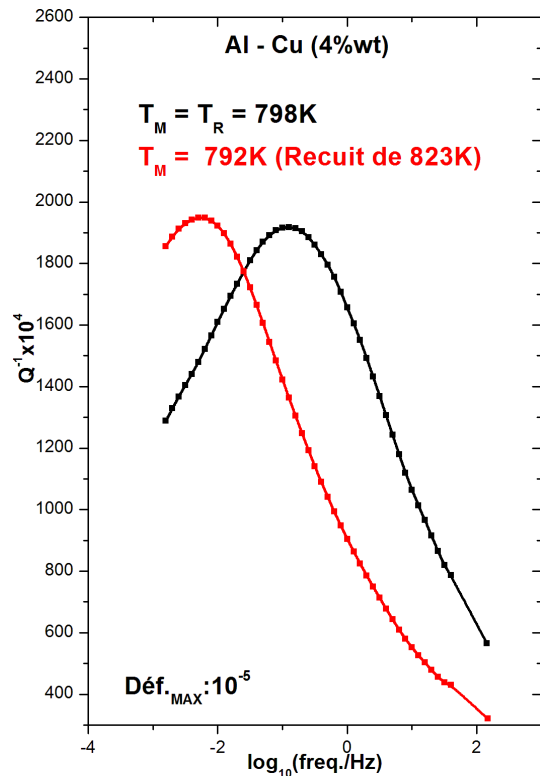


Figure IV.I.13 : Influence du recuit de 823K sur le pic de haute température

IV.I.III Discussion et interprétation.

Aucun pic relatif à un phénomène activé thermiquement n'a été observé à basse température. En effet, les expériences isothermes réalisées dans les conditions mentionnées dans cette étude, n'ont révélé aucune transformation qui se manifeste à basse température, telle que la relaxation de Zener .

De plus, malgré les recuits successifs opérés entre l'ambiante et 553 K, le frottement intérieur, qui est sensible aux transformations structurales, ne présente qu'un fond continu qui se développe en fonction de la température. Ainsi, la précipitation de la phase θ' n'a pas pu être détectée à cause du temps mis pour stabiliser la température.

D'après la littérature [Zahra1974, Merlin1978, 1979, Tighouart1993], un vieillissement entre 473 K et 573 K, après trempe, est nécessaire à la germination de la phase θ' aux dépens de la phase θ'' .

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Cu, discussion et interprétation

Dans notre cas, outre la maturation de l'échantillon après trempe, la nécessité de stabiliser la température avant chaque essai et la recherche systématique de la reproductibilité du spectre, entraînent des durées de vieillissement beaucoup trop longues. Ce mode opératoire est sans doute à l'origine de la transformation précoce de θ'' en θ' .

- Entre 581 K et 735 K, l'épaulement observé sur le spectre de frottement intérieur s'installe et se transforme en un pic apparent à 735 K. Il correspond au développement de la phase incohérente θ au détriment de la phase semi - cohérente θ' , jusqu'au remplacement total de celle - ci.

- A 757 K, le pic est bien apparent et la matrice ne comporte plus qu'une seule phase précipitée stable incohérente θ (le solvus θ' est situé à environ 740 K). Il ne disparaîtra totalement qu'après le solvus de cette phase (790 K).

Ce pic, situé à 0.1Hz, a une amplitude qui augmente avec la température et il est clairement associé à la présence de θ .

- Après le recuit de haute température (823 K), les expériences conduites en descente de températures ne révèlent qu'un fond continu (Figure IV.I.10). Ce pic, qui est relatif au phénomène non activé thermiquement, disparaît complètement.

Cet effet est dû au refroidissement lente, qui favorise la précipitation aux joints de grains, or ce type de transformations structurales est indétectable par la méthode du frottement intérieur qui n'est sensible qu'aux effets de volume.

Enfin, un nouveau pic apparaît à très haute température (à partir de 798 K). Il se déplace en fréquence et est donc caractéristique d'un phénomène activé thermiquement.

A ces températures, l'alliage Al - Cu est monophasé (le solvus de θ est à environ 790 K) et les atomes de cuivre sont alors en solution substitutionnelle dans la matrice d'aluminium (CFC).

Ce type de pic, que nous avons appelé pic de haute température, se manifeste aux températures élevées et il a déjà été observé sur de nombreux métaux purs et alliages [Riviere2000, 2008, 2009, Belamri2006, 2012].

Son origine est généralement attribuée aux configurations des dislocations mises en place.

Concernant le phénomène non activé thermiquement, plusieurs auteurs ont proposé des théories pour décrire le frottement interne dû à la précipitation.

Krivoglaz [Krivoglaz1960-1961] a proposé un modèle applicable aux systèmes biphasés. Schoeck [Schoeck1969] considère que seuls les précipités semi – cohérents ou incohérents peuvent donner naissance à un pic de frottement intérieur. Dans le cas des précipités semi – cohérents, le pic est attribué au mouvement des dislocations d'interface [Mondino1971]. Kohen et al. [Kohen1973] ont proposé une théorie plus générale basée sur les propriétés thermodynamiques du système. Celle-ci décrit un pic de relaxation classique dû au mouvement de l'interface. Ils attribuent l'énergie d'activation thermique du mécanisme à la diffusion atomique.

Aucune de ces théories n'explique de façon satisfaisante l'effet non activé thermiquement décrit dans ce travail. Aussi, il serait plus cohérent de considérer l'hypothèse basée sur le mécanisme suivant : une transformation de phase à l'interface précipité – matrice se produisant sous l'effet de la contrainte appliquée, sans diffusion atomique à longue distance.

IV.I.IV Conclusion.

La technique de la spectroscopie mécanique isotherme (IMS) s'avère être un outil bien adapté à l'étude des phénomènes physiques se produisant dans un matériau.

Pour l'alliage Al-Cu ; nous avons pu mettre en évidence :

- Une transformation structurale liée au processus de précipitation. Celle-ci s'est manifestée, d'abord, par l'apparition d'un épaulement qui a, ensuite, évolué en un pic. Cet effet a lieu à la même fréquence (0.1Hz) et il est caractéristique d'un phénomène non activé thermiquement ayant pour origine la transformation de θ' en θ (épaulement) et à la présence de θ (pic bien apparent à 757 K). Une hypothèse a été cependant émise pour en expliquer le mécanisme : elle est basée sur une transformation réversible locale, ayant lieu à l'interface : matrice – précipité, sous l'effet de la contrainte alternée appliquée.
- Un phénomène activé thermiquement qui s'est manifesté par l'apparition d'un pic de haute température. Il correspond à la structure monophasée de l'Al-Cu et son origine est généralement attribuée aux réseaux de dislocations mis en place.

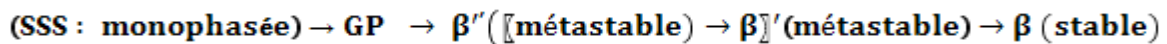
Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Cu, discussion et interprétation

Par ailleurs, la recherche systématique de la stabilité de la structure nous a permis de mettre clairement en évidence, l'importance de la durée des revenus dans l'évolution de l'état structural de cet alliage. La maîtrise de ce paramètre permet d'obtenir des spectres de frottement intérieur non perturbés par les effets transitoires. C'est l'avantage des essais IMS.

Al - (12%wt. Mg)

IV.II.I Introduction.

Le processus de précipitation et le nombre de phases, souvent désignées sous la lettre (β) dans le cas des alliages Al-Mg, dépendent des températures de vieillissement [Nozato1980, Osamura1984]. La décomposition de la solution solide sursaturée suit les séquences suivantes [Nozato1980, Starink1998] :



Les zones GP apparaissent sous forme de plaques [Sato1982], avec une teneur en magnésium supérieure à celle de la matrice, et ne contribuent pas au durcissement par précipitation [Nozato1980]. La phase β'' est, parfois, désignée en tant que zone GP ordonnée [Sato1982] et possède une composition : Al_3Mg .

Les zones GP et les précipités β'' sont cohérents avec la matrice, alors que la phase β' est semi-cohérente. Elle a une structure hexagonale avec une composition approximative : Al_3Mg_2 .

Enfin, la phase d'équilibre stable β est incohérente et possède une structure complexe de composition : Al_3Mg_2 . [Samson1965]

○ Dans l'alliage : Al – Mg (7.5%wt) à l'état trempé, Dey et al. [Dey1965] décrivent deux pics :

- Le premier se déplace vers les basses températures et correspond au pic de Zener.
- Le deuxième est moins important, et apparaît après vieillissement. Les auteurs l'ont attribué à la formation des zones GP.

○ Belson et al. [Belson1970] ont étudié le frottement interne d'une série d'alliages : Al – Mg, ayant des teneurs allant jusqu'à 12% en poids de Mg, et confirment l'existence du pic de Zener. Cependant, les auteurs remarquent que son déplacement, vers les basses températures, semble augmenter avec la concentration en Mg.

○ Hamana et al. [Hamana1990] ont observé un pic sur deux alliages : Al – Mg ayant, respectivement, une teneur de 5% et 7% en poids de Mg. Dans les deux cas, ils observent un pic dont l'amplitude dépend essentiellement de la quantité de la phase semi-cohérente β' .

Cependant, toutes ces expériences ont été faites sur un état de départ trempé, à fréquence fixe et en balayage de températures. Aussi, durant l'essai, l'état structural de l'échantillon est continuellement en évolution et les phénomènes observés, décrivent souvent des effets transitoires.

IV.II.II Résultats expérimentaux.

Le matériau étudié est un alliage binaire polycristallin: Al - 12 wt.% Mg. Les expériences ont été conduites entre l'ambiante et 763 K (proche du solidus). Pour chaque palier de température, choisie et stabilisée, nous avons suivi l'évolution de l'amortissement en effectuant plusieurs essais jusqu'à l'obtention de la reproductibilité du spectre.

IV.II.II.1 Influence de la température sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence. (Structure stabilisée)

Les figures (IV.II.1 à IV.II.4 et IV.II.7) illustrent l'influence de la température sur l'évolution du frottement intérieur de la structure stabilisée, en fonction de la fréquence.

Entre l'ambiante et 363 K, aucun effet n'a été observé et le spectre est parfaitement plat. Par contre, à partir de 391 K, on voit apparaître un pic à basse fréquence, que l'on appellera P_1 (Figure IV.II.1). Il se déplace vers les hautes fréquences jusqu'à 459 K, avant de disparaître complètement à 487 K. A partir de 420 K, il est superposé à un fond continu qui se développe. Ce pic est donc caractéristique de phénomènes activés thermiquement et les valeurs des paramètres de relaxation donnent, respectivement, pour le temps de relaxation limite (τ_0) et l'énergie d'activation thermique (H), les valeurs suivantes :

$$\tau_0 \approx 2 \times 10^{-14} \text{ (s)} \text{ et } H \approx 1.09 \text{ (eV)}.$$

Ces dernières ont été déduites de la droite d'Arrhenius que nous avons tracée à partir des maxima apparents (Figure VI.II.2), représentés sans fond continu.

La valeur de τ_0 est caractéristique des sauts de défauts ponctuels. Quant à celle de l'énergie d'activation (H), elle est très proche de l'énergie de diffusion des atomes de Mg dans Al [Simpson1972].

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

Entre 518 K et 673 K, un épaulement se met en place en se superposant à un fond continu. Il se développe entre 518 K et 604 K (Figure IV.II.3) puis commence à s'estomper progressivement jusqu'à sa disparition totale à 703 K (Figure IV.II.4).

Il est caractéristique d'un phénomène non activé thermiquement, puisqu'il ne se déplace pas en fréquence et reste fixe à 0.1Hz.

En fait, il est intimement lié au processus de précipitation. Il se développe dans l'intervalle de températures correspondant à la transformation de β' en β (553 K – 603 K) et disparaît progressivement, dans celui où la phase β se dissout (603 K -703 K) [Starink1998].

Par ailleurs, les courbes $Q^{-1} = f(T)$ (Figure IV.II.5), confirment la nature de cet épaulement puisqu'elles ne révèlent que des phénomènes non activés thermiquement, notamment, aux basses fréquences. Celles-ci montrent, en effet, l'existence de deux épaulements et d'un pic à respectivement 433 K, 520 K et 650 K qui ne se déplacent pas en fréquence.

Pour avoir une idée sur les modifications structurales, nous avons suivi à titre indicatif l'évolution du module dynamique de cet alliage, en reportant les valeurs du carré de la fréquence propre (f_0^2) (proportionnel au module de torsion), en fonction de la température.

Bien que le coefficient de proportionnalité dépende, essentiellement, des dimensions de l'échantillon et contribue de façon significative à la décroissance de (f_0^2), nous avons quand même comparé les deux états de départ de l'éprouvette : trempé et recuit à haute température (Figure IV.II.6).

Ainsi, pour un cycle thermique, réalisé in situ, nous obtenons :

- Etat trempé : lors de la montée en température, (f_0^2) commence par décroître légèrement, au début, puis croît jusqu'à 673 K, où il atteint pratiquement sa valeur à l'ambiante. Au dessus de cette température, il chute brutalement.
- Etat recuit à très haute température : lors de la descente en température, (f_0^2) croît régulièrement jusqu'à l'ambiante.

Cette différence de comportement, observée entre les deux états, montre que les traitements thermiques influent, de manière importante, sur les transformations structurales dont le matériau est le siège.

En effet, dans le cas d'une trempe rapide, les effets dimensionnels n'ont pas pu masquer le processus de précipitation, qui a lieu en volume, et ce contrairement au cas du refroidissement lent où celui-ci se passe principalement au niveau des joints de grains.

Ce comportement prouve que l'Al – Mg trempé est sujet à un important durcissement.

Entre 703 K et 734 K, seul un fond continu est présent mais à 763 K, apparaît un pic que l'on appellera : pic de haute température (Figure IV.II.7).

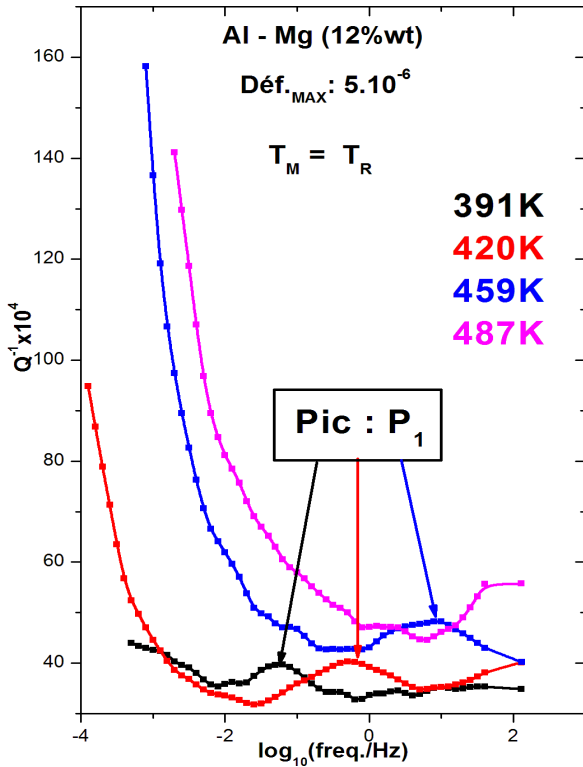


Figure IV.II.1 : Evolution du pic P_1 en fonction de la fréquence à différentes températures de mesure (avec fond continu).

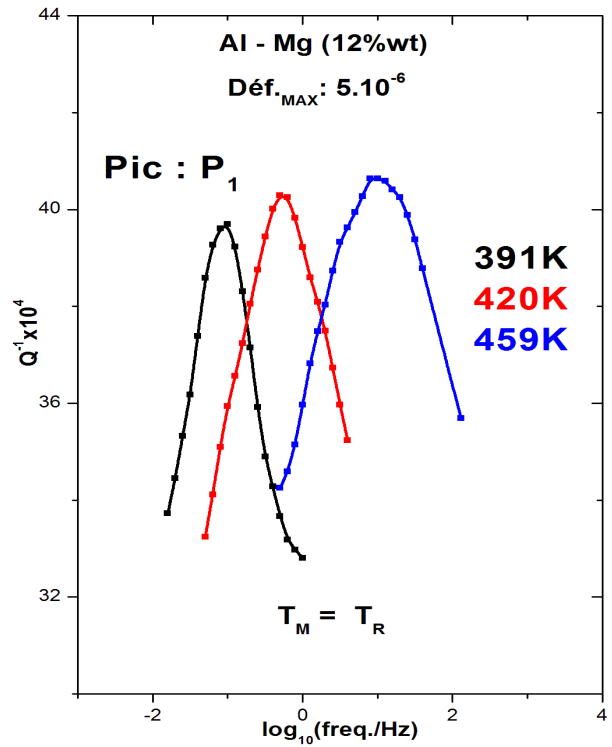


Figure IV.II.2 : Déplacement du pic P_1 vers les hautes fréquences en montée en température (sans fond continu)

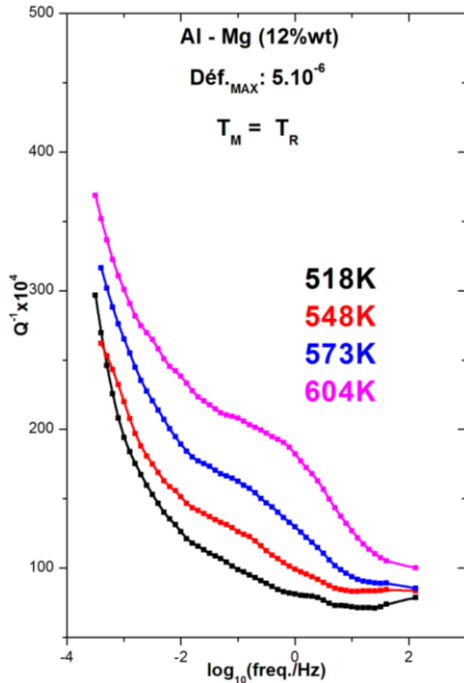


Figure IV.II.3 : Evolution de l'épaulement en fonction de la fréquence entre 518 K et 604 K

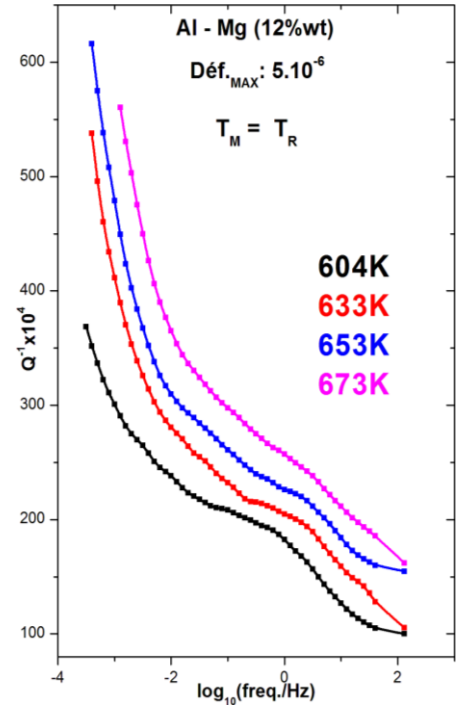


Figure IV.II.4 : Evolution de l'épaulement en fonction de la fréquence entre 604 K et 673 K

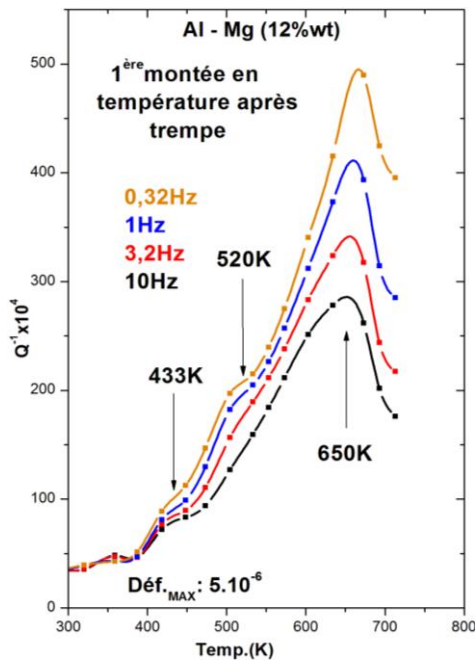


Figure IV.II.5 : Evolution du frottement intérieur en fonction de la température à différentes fréquences.

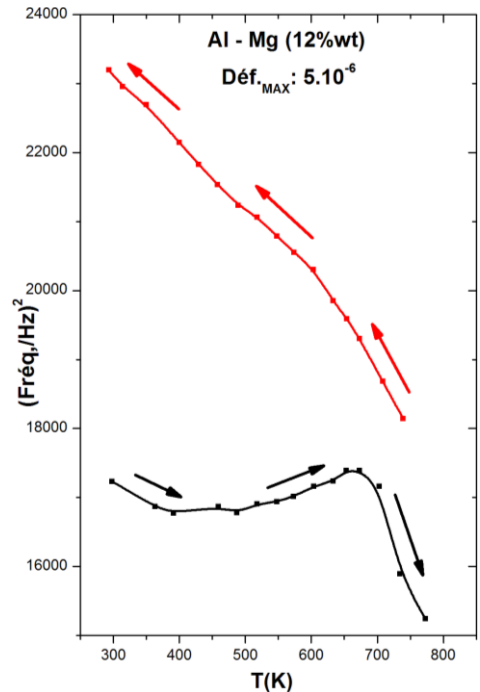


Figure IV.II.6 : Evolution du module dynamique en fonction de la température.

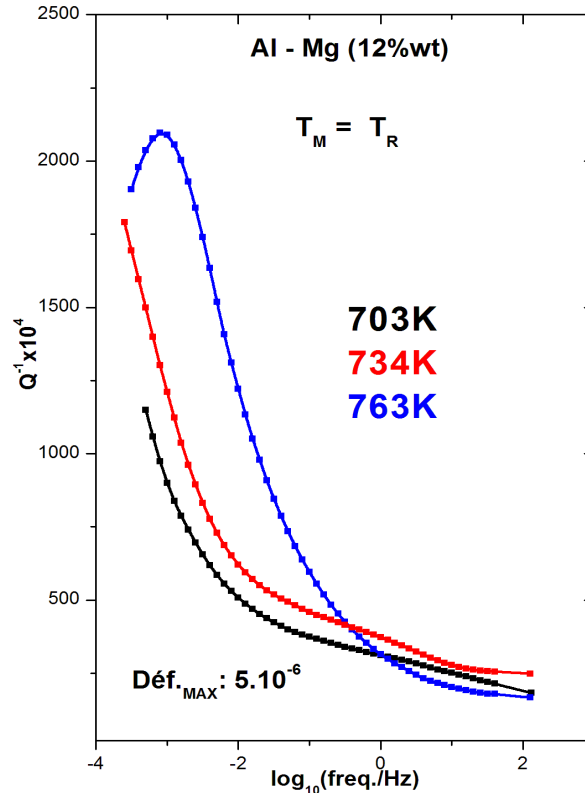


Figure IV.II.7 : Evolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence à différentes températures. Pic de haute température.

IV.II.II.2 Influence du vieillissement sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence.

La recherche de la reproductibilité des spectres de frottement intérieur nécessite la conduite de plusieurs essais, à la même température, et ce jusqu'à l'obtention de l'état stabilisé de la structure. Cette opération nous a ainsi permis de voir l'influence de la durée des revenus sur l'évolution structurale de l'échantillon.

Pour illustrer cette influence, nous avons représenté quelques spectres de frottement intérieur (Figure IV.II.8 à IV.II.15). Mais afin d'avoir une idée précise, nous avons récapitulé dans le tableau IV.II, toutes les températures étudiées.

Les résultats montrent que la durée du vieillissement se manifeste dès l'ambiante, et elle est plus importante dans certains intervalles de températures que dans d'autres.

Ainsi, les temps de maintien les plus longs, enregistrés avant le lancement du dernier essai correspondant à la structure stabilisée, se répartissent de la manière suivante :

- Entre 48H et 24H pour l'intervalle : Ambiante – 363 K
- Entre 22H et 52H pour l'intervalle : 420 K – 459 K
- Entre 43H et 48H pour l'intervalle : 518 K – 604 K

D'après le diagramme d'équilibre [Sorin2004], tout le processus de précipitation de l'alliage Al – (12%wt Mg.) se passe en dessous de 653 K car dans l'intervalle : 653 K – 773 K, son état est monophasé. La répartition des durées de revenus révèle l'importance des modifications structurales dont ce matériau est le siège entre l'ambiante et 604 K.

Par ailleurs, le traitement de revenu a contribué au développement des épaulements, observés à 0.1Hz, notamment à 573K et 604 K (FiguresIV.II :11 et 12). Ils sont, en effet, mieux définis par rapport au premier essai. C'est aussi, à ces mêmes températures, que nous avons enregistré parmi les plus longues durées de vieillissement.

Au-dessus de 633 K, le temps de stabilisation de la température de l'essai semble être suffisant pour obtenir la reproductibilité des spectres. Dans ce domaine de températures, la structure est en, effet, monophasée.

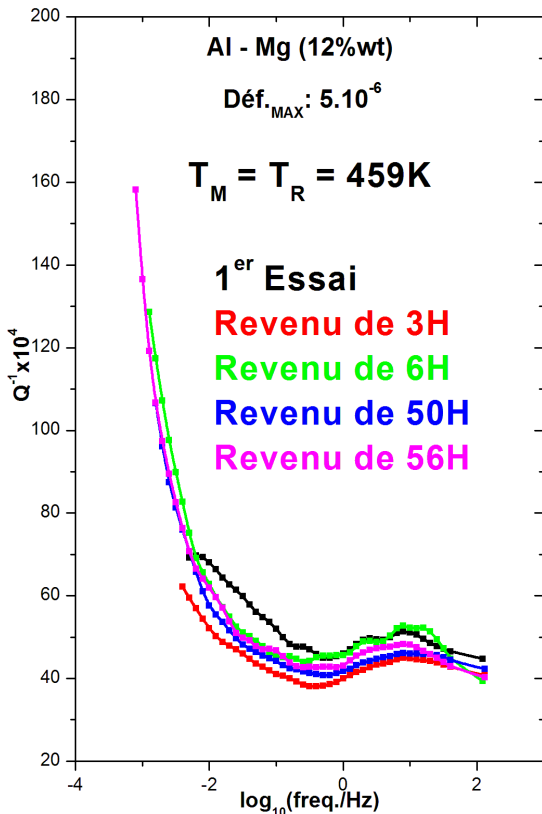


Figure IV.II.8 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 459 K

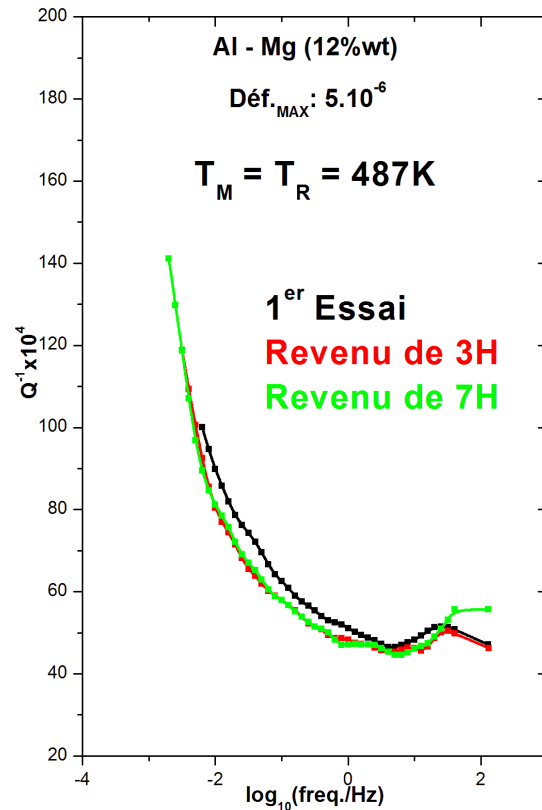


Figure IV.II.9 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 487 K

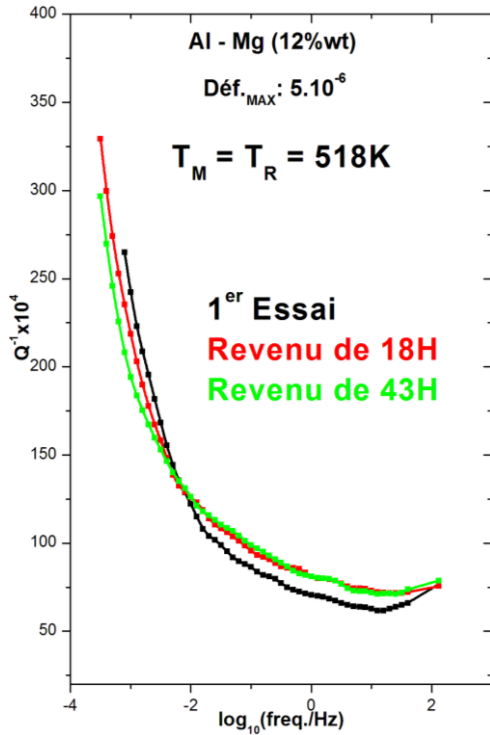


Figure IV.II.10 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 518 K

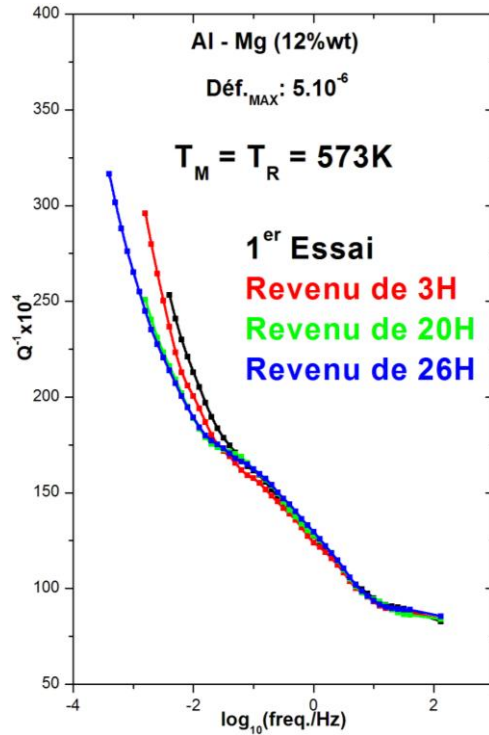


Figure IV.II.11 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 573 K

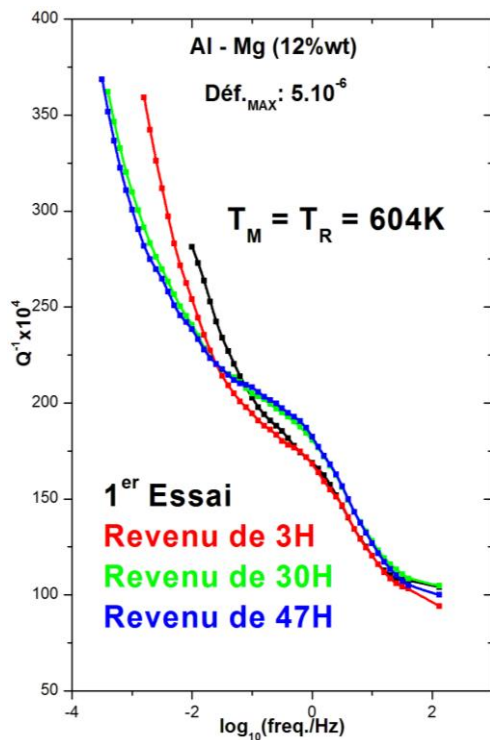


Figure IV.II.12 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 604 K

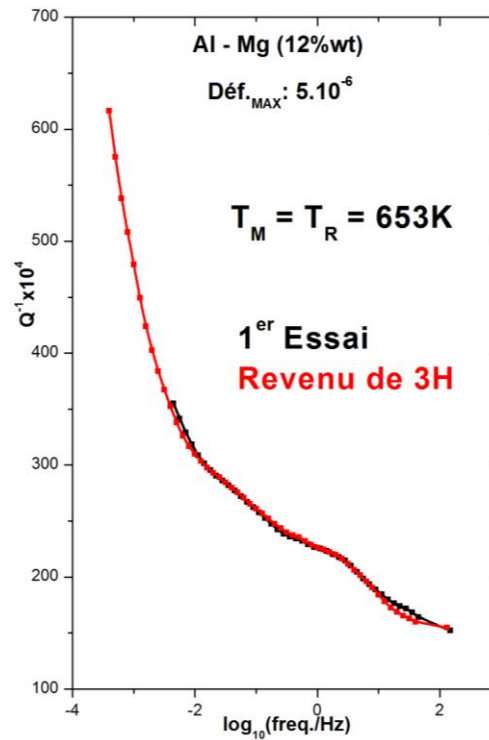


Figure IV.II.13 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 653 K

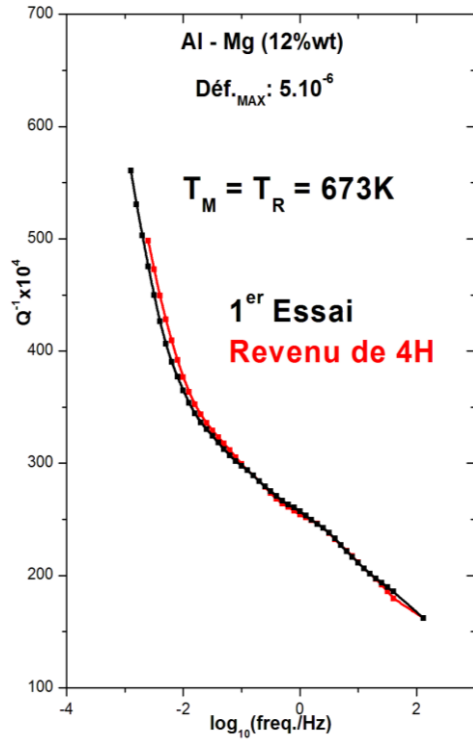


Figure IV.II.14 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 673 K

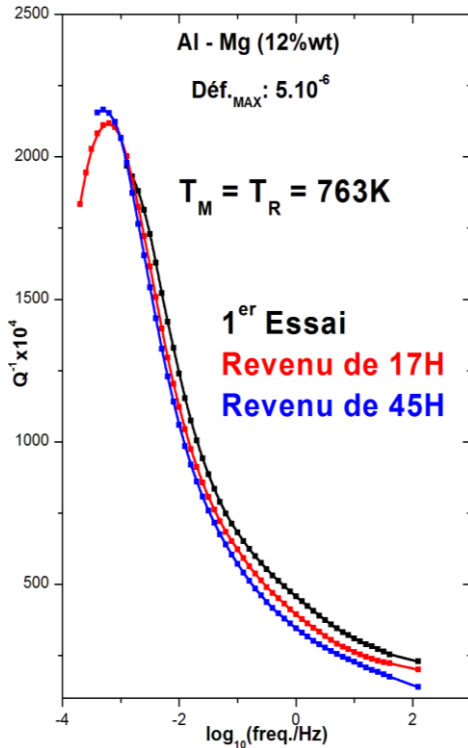


Figure IV.II.15 : Evolution du frottement intérieur en fonction du revenu à 763 K

Stabilisation de la structure			
Températures	Durée du revenu pour le dernier essai	Températures	Durée du revenu pour le dernier essai
Ambiante	48H	573K	24H
363K	24H	604K	48H
391K	5H	633K	3H
420K	22H	653K	3H
459K	52H	673K	3H
487K	5H	703K	4H
518K	43H	734K	47H (Réponse stable au début
548K	24H	763K	45H (Réponse stable au début

Tableau IV.II : Durées de vieillissement du dernier essai pour chaque température.

IV.II.II.3 Influence du recuit de haute température sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence.

Dans ce paragraphe, nous aborderons, en premier, les effets du recuit de haute température sur l'évolution des spectres de frottement intérieur. Ensuite, nous comparerons les deux états de départ de l'alliage : trempé et recuit.

Les essais ont été conduits en descente par paliers de températures stabilisées, à partir de 763 K qui est largement au dessus de la température d'homogénéisation (≈ 733 K).

La structure initiale de notre échantillon est donc monophasée et les seuls défauts en présence sont les dislocations et les atomes de Mg, en solution substitutionnelle désordonnée dans la matrice d'aluminium.

Les figures (IV.II.16 à IV.II.18) montrent une évolution des spectres totalement différente de celle de l'état trempé, notamment en dessous du solvus (≈ 653 K). Ceci est la conséquence du processus de précipitation qui n'est plus le même.

Dans le cas présent, il s'agit d'un refroidissement lent qui favorise effectivement la précipitation au niveau des joints de grains.

Hormis la présence du pic de haute température à 763 K, seul un important fond continu existe à basse fréquence dans l'intervalle : 763 K – 739 K (Figure IV.II.16).

Entre 654 K et 603 K, juste en dessous du solvus de β , un pic apparaît à haute fréquence avec, également, un important fond continu (Figure IV.II.17). Quand la température décroît, il se déplace vers les basses fréquences caractérisant, ainsi, un phénomène activé thermiquement.

Après suppression du fond continu [Belhas2009], les paramètres de relaxation que nous avons déduits de la droite d'Arrhenius donnent les valeurs suivantes :

$$\tau_0 \approx 4.6 \times 10^{-12} \text{ s et } H \approx 1.2 \text{ eV.}$$

Le terme pré-exponentiel (τ_0) indique qu'il s'agit de dislocations, et la valeur de l'énergie (H) est proche de celle de la diffusion des atomes de Mg (≈ 1.1 eV) [Preston1938] dans l'aluminium. Ce pic de relaxation traduit, ainsi, un amortissement dont l'origine est due à un mécanisme correspondant à l'interaction des dislocations avec les atomes de Mg. Ces derniers sont en mouvement et participent, probablement, à la précipitation en diffusant à travers la matrice, puisque le pic apparaît en dessous du solvus.

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

La figure IV.II.18 illustre l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence, dans l'intervalle 548 K – Ambiante.

Entre 548 K et 518 K, les courbes $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$ révèlent l'existence d'un « pic diffus ». Il a une forme étalée et n'apparaît, de manière nette, qu'à 489 K. Il ne disparaîtra, définitivement, qu'en dessous de 429 K.

Ce comportement traduit un phénomène complexe qui est, par ailleurs, confirmé par les courbes $Q^{-1} = f(T)$, représentées à différentes fréquences (Figure IV.II.19).

Pour rappel, les courbes $Q^{-1} = f(T)$ sont déduites des courbes stabilisées $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$, et chaque point correspondra à un état structural stable indépendant du temps de revenu.

Ces courbes se présentent comme suit :

- Dans l'intervalle $10^{-1} \text{ Hz} - 4 \times 10^{-4} \text{ Hz}$, un épaulement se déplace en fonction de la fréquence et le fond continu de haute température se développe quand la fréquence diminue.
- Aux fréquences plus élevées ($10 \text{ Hz} - 1 \text{ Hz}$), seul l'épaulement est présent et comme dans le cas précédent, il se déplace en fonction de la fréquence.

Cet épaulement existe entre 575 K et 600 K. Il progresse vers les hautes températures quand la fréquence augmente, ce qui confirme l'existence d'un mécanisme activé thermiquement. Cependant, tout comme dans le cas des courbes $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$, aucune manifestation directe des phénomènes non activés thermiquement n'apparaît clairement.

Cela provient évidemment de la technique du frottement intérieur qui n'est sensible qu'aux effets de volume. Comme la précipitation a lieu, principalement, au niveau des joints de grains, celle-ci n'a pu être détectée.

Afin de mettre en évidence l'influence du recuit de haute température, nous avons comparé les deux états de départ, recuit et trempé (Figures IV.II.20 à IV.II.23).

Cette comparaison nous permet de dégager les deux points suivants :

- Le pic P_1 , présent à l'état trempé entre 391 K et 459 K, n'existe plus à l'état recuit de haute température (Figure IV.II.20).
- Entre 603 K et 654 K (solvus de β), l'état trempé ne présente qu'un épaulement qui s'atténue, quand la température augmente, au moment où, aux fréquences plus élevées,

l'état recuit exhibe un pic très net, notamment à 603 K et 654 K (Figures IV.II.22 et IV.II.23). Le phénomène, observé sur les deux états, n'est pas régi par le même mécanisme. L'origine de ces deux effets est, donc, différente : le premier est non activé thermiquement, le second l'est.

Ainsi, comme cela a été déjà vu, pour :

- L'état trempé : le mécanisme correspond au processus de précipitation
- L'état recuit : le mécanisme correspond à l'interaction des dislocations avec les atomes du soluté Mg.

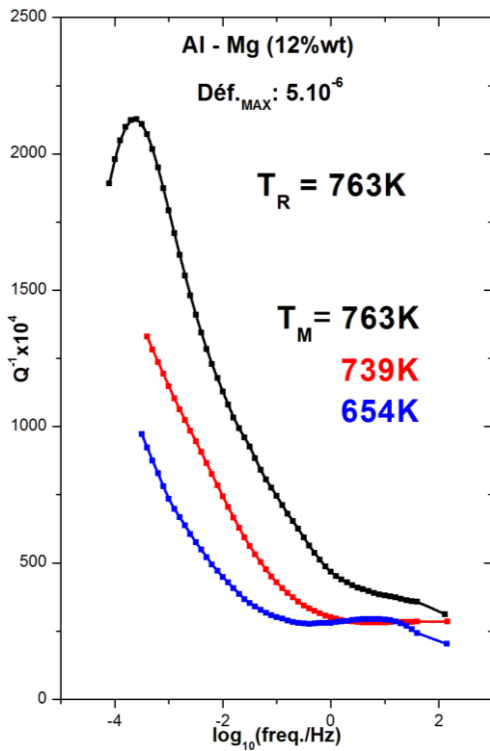


Figure IV.II.16 : Evolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence à différentes températures. Recuit de 763K

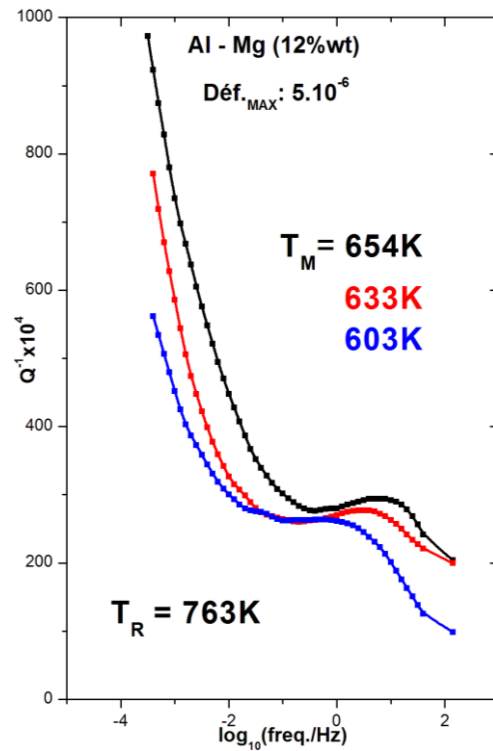


Figure IV.II.17 : Evolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence à différentes températures. Recuit de 763K.

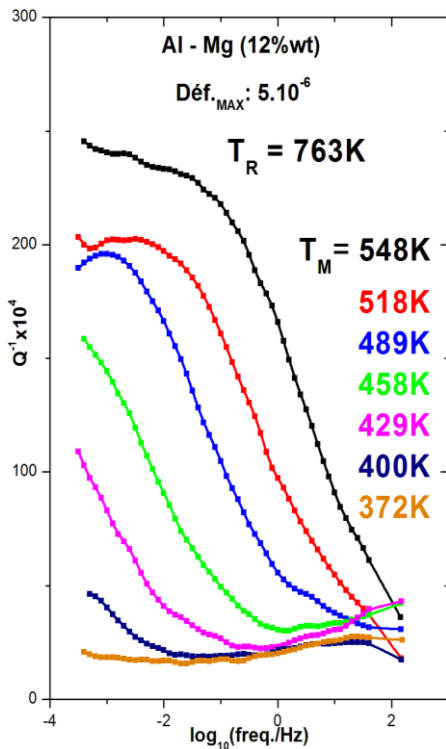


Figure IV.II.18 : Evolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence à différentes températures. Recuit de 763K.

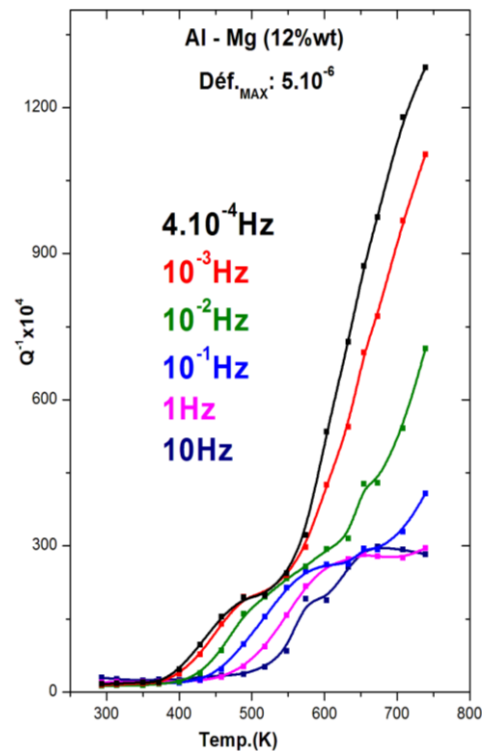


Figure IV.II.19 : Evolution du frottement intérieur en fonction de la température à différentes fréquences.

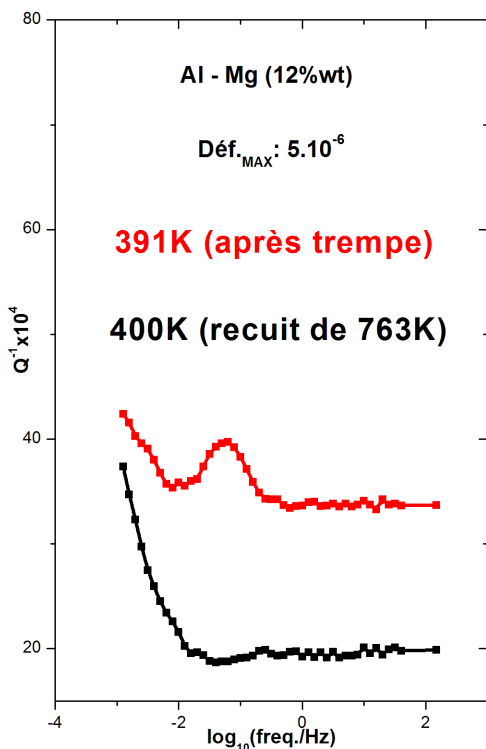


Figure IV.II.20 : Disparition de P_1 après le recuit de très haute température.

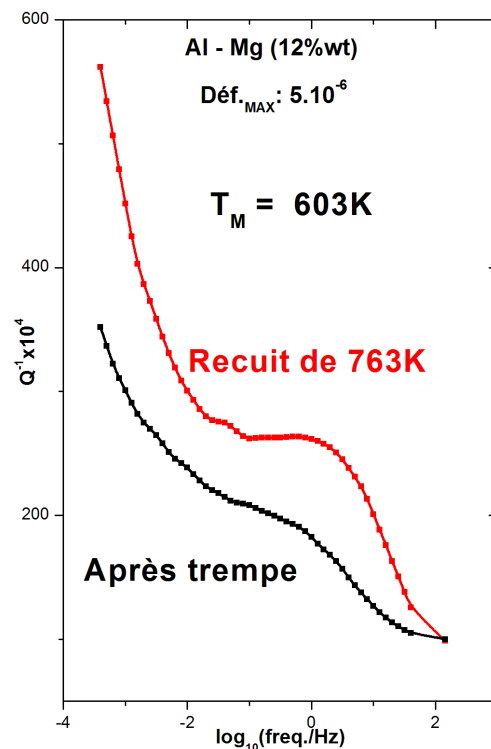


Figure IV.II.21 : Comparaison du frottement intérieur entre l'état trempé et recuit à très haute température $T_M = 603\text{K}$

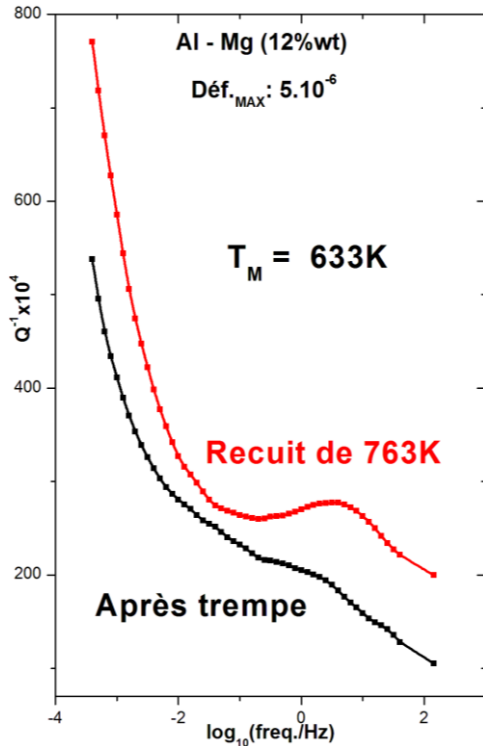


Figure IV.II.22 : Comparaison du frottement intérieur entre l'état trempé et recuit à très haute température. $T_M = 633K$.

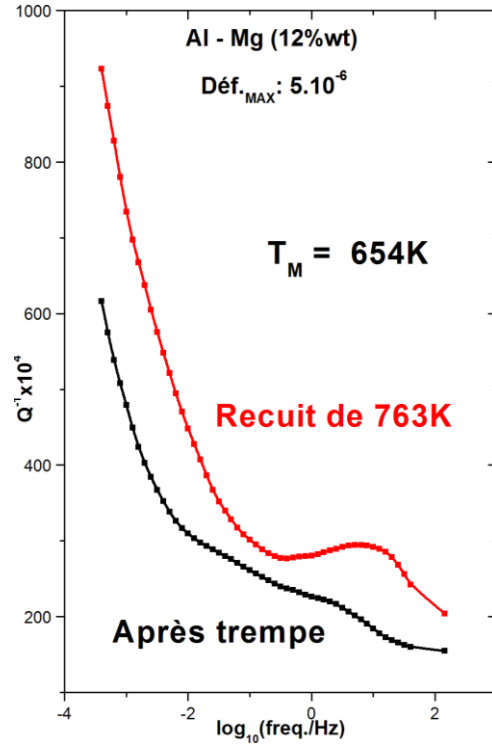


Fig. IV.II.23. Comparaison du frottement intérieur entre l'état trempé et recuit à très haute température. $T_M = 654 K$.

IV.II.II.4 Observations en Microscopie Electronique à Transmission (MET).

Rappelons, à ce titre, que l'exploitation des observations ne se fera qu'à titre indicatif, car les temps de revenu effectué in-situ (5 à 15 min au plus pour chaque température) ne correspondent pas à ceux que l'on a appliqués lors des essais mécaniques.

Entre 293 K et 518 K, on observe quelques gros précipités dont la présence, à l'ambiante, pourrait s'expliquer : soit par une mauvaise mise en solution, soit tout simplement par le temps qui s'est écoulé pendant la trempe (four horizontal).

Quoiqu'il en soit, on remarque que la structure n'évolue pratiquement pas dans cette plage d'observation, hormis l'aspect granuleux observé à 518 K.

Par ailleurs, dans cette même gamme de températures et sur la même plage d'observation, on note la présence de quelques dislocations qui deviennent invisibles à partir de 548 K.

Cette dernière température marque, d'ailleurs, l'apparition de fines taches, probablement la phase semi – cohérente β' , qui persistent jusqu'à 573 K.

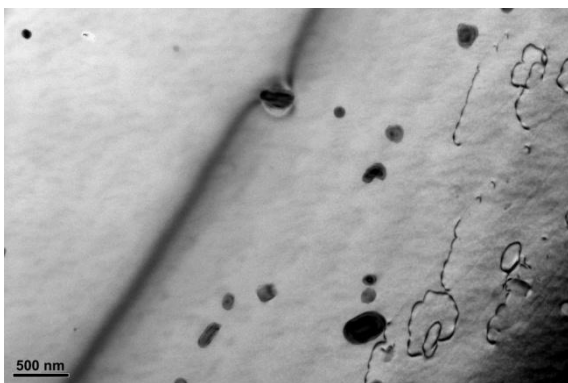
Ces taches ne disparaissent complètement qu'à partir de 623 K, pour laisser place à de nouveaux précipités, sans doute la phase incohérente β .

Les températures d'apparition de β' (548 K) et de β (623 K), sont en assez bon accord avec celles obtenues avec les courbes : $Q^{-1} = f(T)$ de l'état trempé (Figure IV.II.5). En effet, nous avons noté la présence de phénomènes non activés thermiquement à, respectivement, 433 K, 520 K et 650 K.

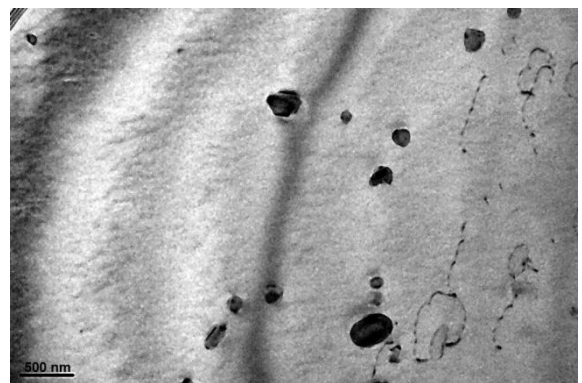
Observation en Microscopie Electronique à Transmission (MET)

Aspect de la microstructure à différentes températures

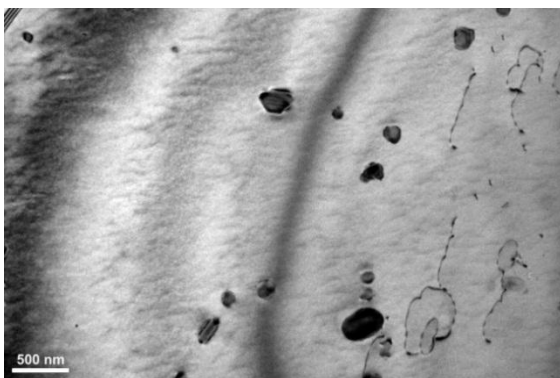
(Revenus entre 5 et 15 mn).



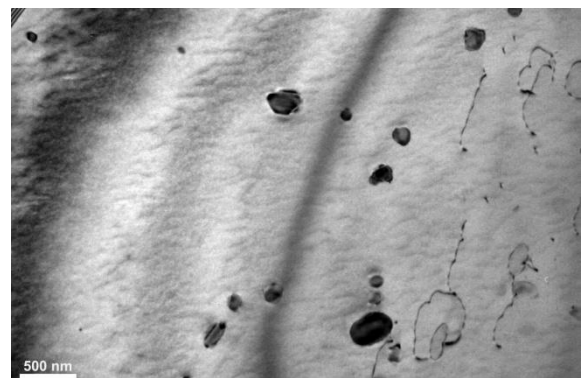
293K



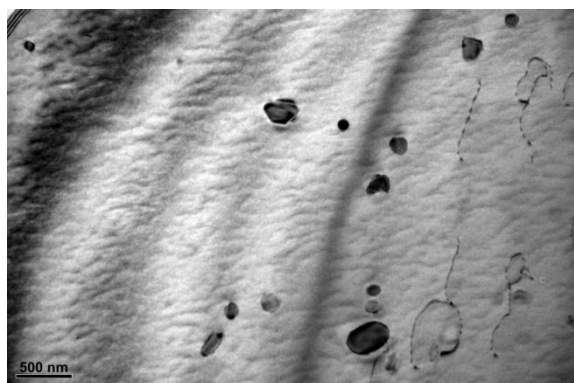
333K



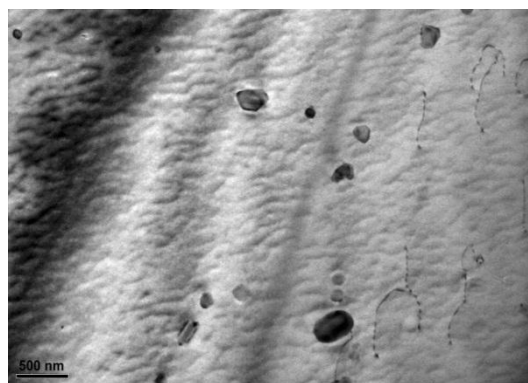
353K



365K



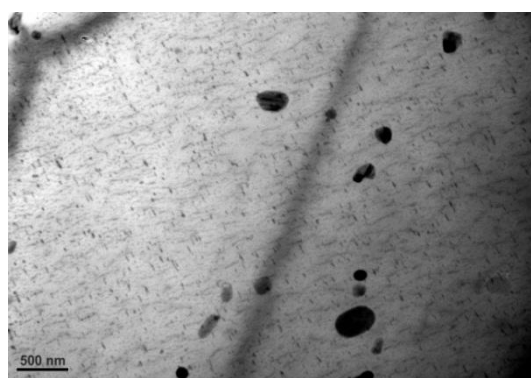
423K



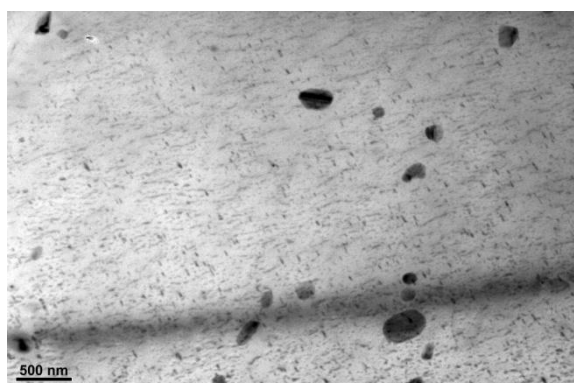
468K



518K



548K



573K



623K

IV.II.III Discussion et interprétation.

Les courbes de frottement intérieur $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$ de l'Al 12wt% Mg, n'ont révélé aucun pic correspondant clairement à la précipitation.

Les conditions expérimentales que nous avons imposées lors de la conduite de chaque essai, n'expliquent pas à elles seules cette absence puisque dans l'Al – Cu, nous avons trouvé un pic, bien net, associé à la présence de la phase θ .

Donc, outre la procédure expérimentale, la cause pourrait très bien être aussi la nature même du processus de transformations de phases dans ce matériau.

En effet, une étude effectuée sur l'Al – Mg (12% at.) [Hamana2001], une teneur assez proche de la nôtre, fait apparaître la nature complexe du processus de précipitation dans ce type d'alliage. Elle montre, à ce sujet, que chaque phase qui apparaît ne contribue pas directement à la formation de la phase suivante.

A l'état trempé, les courbes expérimentales brutes $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$ révèlent la présence de deux pics (P_1 et le pic de haute température) et d'un épaulement.

Le pic P_1 (Figures IV.II.1 et IV.II.2) apparaît dans l'intervalle 391 K – 459 K et se déplace vers les hautes fréquences quand la température de l'essai augmente. Il caractérise, ainsi, un phénomène de relaxation activé thermiquement.

Les valeurs de ses paramètres de relaxation permettent de l'identifier au pic de Zener [Zener1948], dont l'origine est due à la réorientation des paires d'atomes de soluté, sous l'action de la contrainte appliquée. En effet, le temps de relaxation limite ($\tau_0 \approx 2 \times 10^{-14}$ s) correspond à un mécanisme associé aux sauts atomiques et l'énergie d'activation ($H \approx 0.09\text{eV}$) est proche de celle de la diffusion des atomes de Mg dans la matrice d'Al [Beerward1939, Bokshtein1965].

Après le recuit de haute température (763 K) suivi d'une trempe lente, il disparaît complètement (Figure IV.II.20) car les atomes de Mg sont piégés par les précipités Al_3Mg_2 .

Ce pic ne peut donc être observé qu'après trempe rapide, quand les atomes de Mg sont dispersés dans la solution solide sursaturée de l'aluminium.

Pour le pic de haute température qui se manifeste à très basse fréquence (Figure IV.II.7), il a déjà été observé sur plusieurs métaux purs et alliages : Indium pur [Rivière2001-2004], l'aluminium polycristallin 3N [Rivière2001] et l'aluminium monocristallin 5N [Belamri2006]. Ce pic ne peut être mis en évidence que par la technique de la spectroscopie

mécanique isotherme, compte tenu de la fréquence à laquelle il apparaît (10^4 Hz). Son origine est souvent attribuée à la configuration des dislocations mise en place à très haute température de recuit.

Dans le domaine de températures correspondant aux transformations de phases, les courbes $Q^{-1} = f$ (fréq. /Hz) ne font apparaître qu'un épaulement situé à 0.1Hz (Figures IV.II.3 à IV.II.5).

Vu la procédure expérimentale utilisée dans cette étude, il nous était impossible de mettre en évidence la précipitation des phases semi-cohérente β' et cohérente β'' .

Aussi, les pics de frottement intérieur décrits dans la littérature [Dey1965, Hamana1990] se rapportent, en fait, à ces effets transitoires, ce qui rend toute comparaison avec nos résultats délicate.

Cependant, l'épaulement (Figures IV.II.3 à IV.II.35) observé à 0.1Hz se manifeste dans le domaine de température de réversion, et il a été clairement associé à la transformation de β' en β .

Ce phénomène a déjà été mis en évidence sur plusieurs alliages [Gadaud1996, Ngantcha2005] et les auteurs ont attribué cet effet à un changement de phase à l'interface: matrice – précipité, quand la température varie.

Pour décrire le frottement interne dû à la précipitation, plusieurs théories ont été proposées [Zener1939, Krivoglaz1960 - 1961, Shoenck1969, Cohen1973]. Mais, tout comme dans le cas de l'Al – Cu, aucune d'elles n'est compatible avec nos résultats expérimentaux.

Pour expliquer l'effet non activé thermiquement décrit dans ce travail, l'hypothèse d'une transformation de phase locale, induite par la contrainte appliquée, paraît être satisfaisante.

En effet, avant chaque expérience, l'échantillon est en équilibre thermique et l'application d'une contrainte alternée provoque une transformation de phase au niveau de l'interface matrice – précipité. Ce phénomène se passe donc sans diffusion de Mg sur de longues distances et concerne uniquement les atomes proches de l'interface.

Par ailleurs, cet effet non activé thermiquement dépend de deux paramètres :

- D'une part, il augmente avec la température (Figures IV.II.3 à IV.II.5), ce qui implique la participation d'un plus grand nombre d'atomes de soluté.
- Et d'autre part, le revenu contribue à son développement (Figures IV.II.11 et 12), ce qui indique qu'il est mieux défini quand la structure est stabilisée.

IV.II.IV Conclusion.

Les mesures de frottement intérieur, obtenues à différentes températures, révèlent l'existence de trois phénomènes dans l'échantillon, à l'état de départ trempé. Ainsi :

- Un pic de relaxation (P_1), correspondant à un phénomène activé thermiquement, a été mis en évidence dans l'intervalle de températures 390 K – 460 K. Ses paramètres de relaxation nous ont permis de l'attribuer au pic de Zener. Après le recuit de haute température, il disparaît complètement car la matrice devient plus pauvre en atomes de Mg, lesquels sont piégés par les précipités Al_3Mg_2 .

- Un épaulement caractéristique d'un phénomène non activé thermiquement. Il est situé à 0.1Hz et apparaît dans l'intervalle 518 K – 673 K, correspondant au domaine de température de réversion. Il est donc clairement associé à la présence de la phase stable incohérente (β).

Son origine a été attribuée à une précipitation réversible locale, ayant lieu à l'interface matrice – précipité, sous l'effet de la contrainte alternée appliquée.

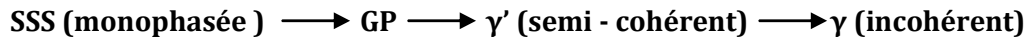
- Enfin, un pic de haute température qui se manifeste à très basse fréquence. Son origine a été attribuée à la configuration des dislocations mise en place lors du recuit de haute température. Ce pic apparaît à $2 \cdot 10^{-4}$ Hz environ, et ne peut être mis en évidence que par la spectroscopie mécanique isotherme.

Al - (20%at. Ag)

IV.III.I Introduction.

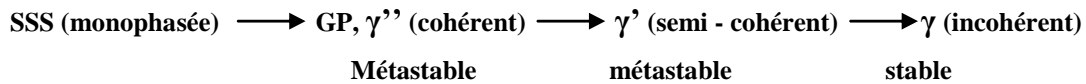
L'Al – Ag est un alliage à durcissement structural et sa phase précipitée est souvent désignée dans la littérature sous la lettre (γ).

La décomposition de la solution solide sursaturée (α), obtenue après trempe de cet alliage obéit généralement au schéma classique :



Où γ' et γ représentent, respectivement, les précipités métastables et stables de la phase intermétallique : Ag_2Al [Hansen1958].

Cependant, suite à des observations au MET, Schaller [Schaller 1980] propose les séquences de précipitation suivantes :



Baur et al [Baur1961-1962] ont été amenés à prendre en considération la forme de la lacune de miscibilité et de suggérer l'existence de deux types de zones GP dans le système Al-Ag :

- Les GP_η correspondent à un état ordonné à basse température.
- Les GP_ϵ sont associées à un état désordonné à haute température.

Les précipités γ' ont une structure hexagonale et leur composition est voisine d' Ag_2Al [Hansen1958]. Ils se présentent sous forme de plaquettes en épitaxie sur les plans $\{111\}$ de la matrice[Nicholson1961].

Quant aux précipités γ , ils représentent la forme stable de la phase intermétallique de composition Ag_2Al et de structure (HC). Ils peuvent apparaître sous différentes formes et nucléent, entre autres, sur les joints de grains à forte désorientation [Schaller1980, Nicholson1961].

L'étude du frottement intérieur sur les alliages d'Al – Ag, a fait l'objet de nombreux travaux. La sensibilité de cette technique aux modifications structurales, a incité plusieurs auteurs à l'utiliser afin d'analyser l'influence de la précipitation, sur l'amortissement observé dans ce type de matériaux. Ainsi :

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

Un pic stable associé aux précipités γ' a été observé sur les alliages d'Al-Ag contenant plus de 10% en poids d'Ag. [Damask1955, Miner1969, Schoeck1969, Postnikov1971, Merlin1978].

Pour des concentrations plus faibles, le pic observé a été attribué à la transformation des zones GP.

Schaller [Schaller1980] a étudié plusieurs échantillons de différents teneurs en poids de cet alliage. Les résultats, auxquels il aboutit, révèlent l'existence de trois pics :

- Deux pics : $P_{\alpha 1}$ et $P_{\alpha 2}$ relatifs à la solution solide monophasée, correspondant respectivement aux états trempé et recuit.
- Un pic : P_{γ} dont l'origine a été associée à la phase intermétallique.

Le pic $P_{\alpha 2}$ a été attribué, par l'auteur, à l'apparition de nouveaux précipités métastables γ'' .

- Enfin, un épaulement a aussi été observé. Il est noyé dans un fond continu, sous forme exponentielle, et il a été attribué à l'évolution des zones GP. Quant au fond continu, il a été associé aux mouvements des dislocations.

D'autres auteurs [Graiss1991- 2000] ont trouvé un pic sur l'alliage Al - (16% wt. Ag) dont ils ont attribué l'origine à l'interaction des dislocations avec les zones GP, en se basant sur le modèle de Granato et Lücke [Granato1958].

Tous ces résultats de frottement interne ont été obtenus en balayage de température à fréquence fixe.

IV.III.II Résultats expérimentaux.

Le matériau étudié est un alliage binaire monocristallin: Al – (20% at. Ag). L'échantillon a été homogénéisé pendant 2 heures à 828 K. Pour éviter de dépasser cette température, l'opération s'est faite en deux temps : une vitesse de chauffe de 523 K/ h jusqu'à 813 K puis une approche lente jusqu'à 828 K à une vitesse de 283 K/ h.

Les mesures de frottement intérieur, par spectroscopie mécanique isotherme, s'opèrent par paliers de températures fixes et nécessitent des temps de maintien très longs au cours du balayage en fréquence.

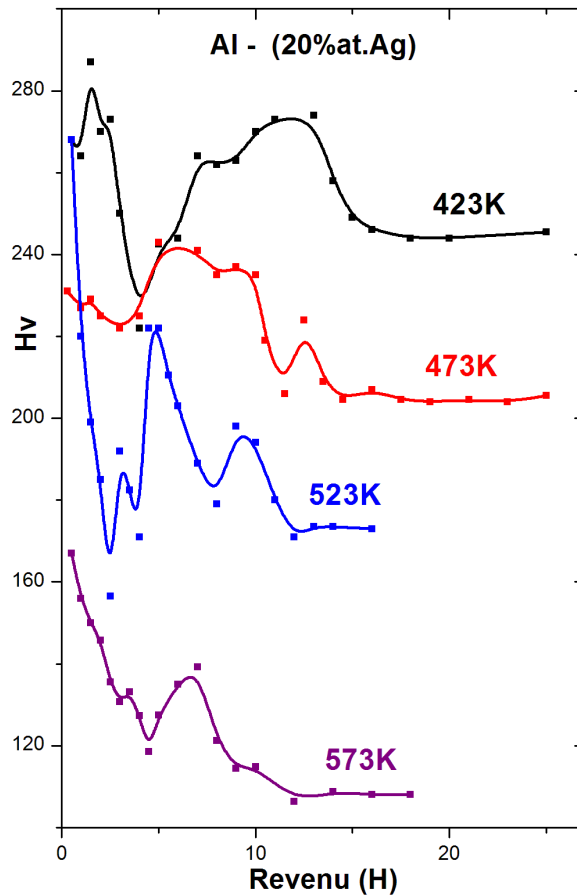
Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

Comme la structure ne doit pas évoluer durant l'essai, nous avons effectué des mesures de microdureté Vickers, afin d'évaluer plus rapidement le temps de stabilisation de l'état structural de l'échantillon.

Après trempe, l'échantillon a subi des recuits à respectivement : 423 K, 473 K, 523 K et 573 K pendant une heure, deux heures, etc., tous suivis d'une mesure de microdureté jusqu'à ce que celle-ci n'évolue plus.

La figure ci-dessous représente les courbes de microdureté en fonction du temps des revenus, pour les quatre températures considérées.

La valeur moyenne obtenue pour la dureté à l'état de trempe fraîche est de 121,3 et le temps moyen de stabilisation de la structure est d'environ 18 heures.



Microdureté Vickers en fonction du temps des revenus en heures

IV.III.II.1 Influence de la température sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence. (Structure stabilisée)

Pour chaque palier de température, choisie et stabilisée entre l'ambiante et 530 K, nous avons suivi l'évolution de l'amortissement sur une éprouvette à l'état de départ trempé.

Entre l'ambiante et 345 K (Figure IV.III.1), les courbes $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$ révèlent seulement la présence d'un fond continu qui se manifeste dès l'ambiante et continue à se développer quand la température augmente. Il représente en fait, le flanc droit d'un pic qui commence à apparaître à très basse fréquence.

A 363 K, (Figure IV.III.2), le pic, que nous appellerons P_1 , est bien net et sa largeur à mi-hauteur est d'environ 1.137. Cette valeur est proche de celle du pic de Debye qui, selon la phénoménologie du frottement intérieur, caractérise un seul et unique mécanisme.

Quand la température augmente, P_1 se déplace vers les hautes fréquences avec une amplitude qui diminue. Ce comportement est donc caractéristique d'un phénomène activé thermiquement, dont l'origine est due à un mécanisme de relaxation unique.

Il ne disparaîtra complètement qu'à partir de 507 K (Figures IV.III.3 et IV.III.4), en laissant place à un important fond continu à très basse fréquence.

D'ailleurs, ce dernier fait son apparition dès 404 K et devient de plus en plus important quand la température croît. Il est généralement attribué à la présence de longs segments de dislocations dans la matrice.

Après suppression de ce fond (Figure IV.III.5) [Belhas2009], les valeurs des paramètres de relaxation de ce pic, déduites de la droite d'Arrhenius (Figure IV.III.6), donnent respectivement pour le temps de relaxation limite (τ_0) et l'énergie d'activation thermique (H) :

$$\tau_0 \approx 6.5 \times 10^{-15} \text{ s et } H \approx 1.15 \text{ eV}$$

Par ailleurs, sur la même figure (Figure IV.III.5), un pic de très faible amplitude, que nous appellerons P, apparaît dans l'intervalle 404 K – 449 K.

Il ne se déplace pas en fréquence (10^{-3} Hz) et son amplitude augmente avec la température.

Ce comportement est donc révélateur d'un phénomène non activé thermiquement.

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

Ces deux effets sont également présents sur les courbes $Q^{-1} = f(T)$ (Figure IV.III.7), représentant le frottement interne en fonction de la température à différentes fréquences.

Ainsi, nous observons :

- Un pic se déplaçant vers les hautes températures quand la fréquence augmente, tout en ayant une amplitude qui diminue.

Il traduit donc un phénomène activé thermiquement qui correspond au pic P_1 , mis en évidence par les courbes $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$.

- Un épaulement apparaît à haute température et il reste fixe à environ 475 K dans tout l'intervalle où il existe [$4 \cdot 10^{-4}$ Hz - 10^{-2} Hz]. Il ne se déplace pas quand la fréquence varie alors que son amplitude augmente quand celle – ci diminue. Ce phénomène non activé thermiquement confirme donc la nature du pic P observé sur les courbes $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$.

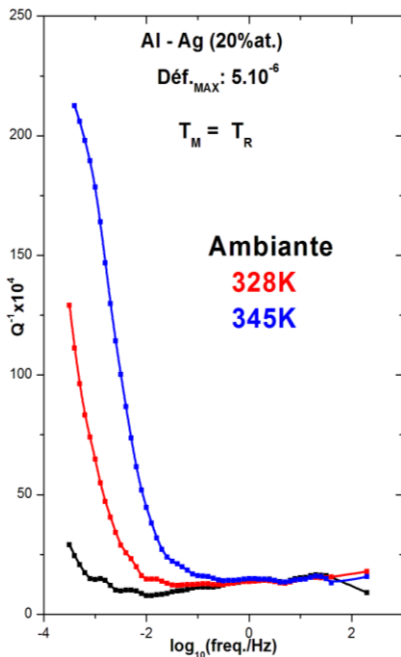


Figure IV.III.1 : Evolution du frottement interne en fonction de la fréquence en montée en température.

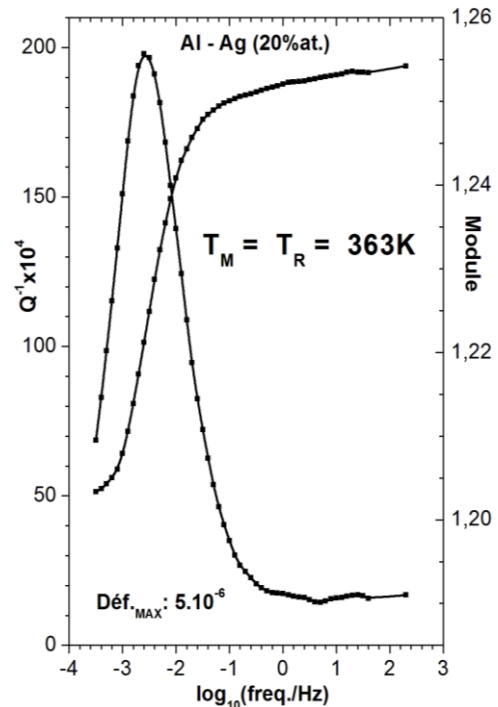


Figure IV.III.2 : Pic P_1 (Zener) à 363 K.

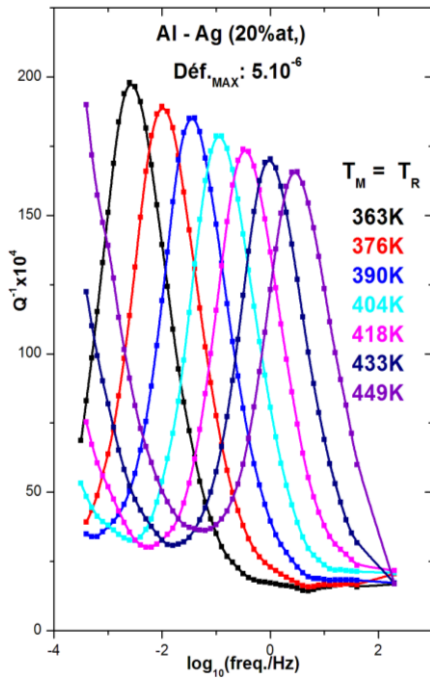


Figure IV.III.3 : Evolution du pic P_1 (Zener) à différentes températures. (Avec fond continu)

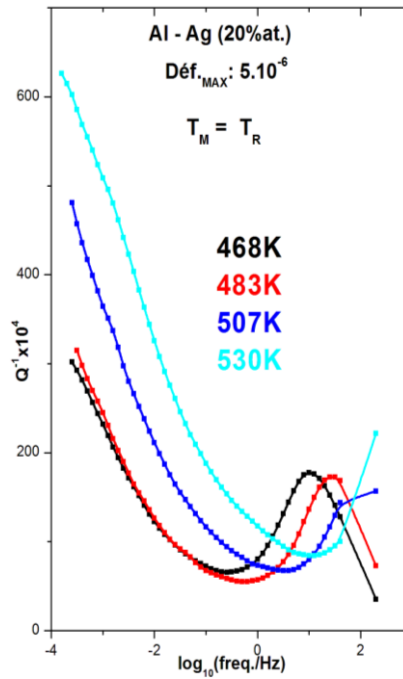


Figure IV.III.4 : Evolution du frottement interne en fonction de la fréquence en montée en température à différentes températures.

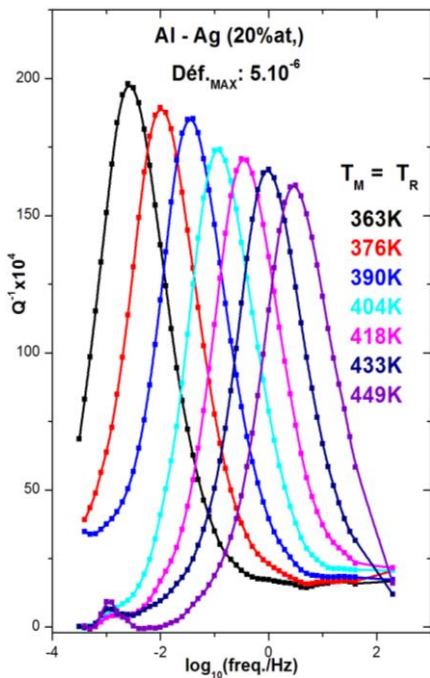


Figure IV.III.5 : Evolution du pic P_1 (Zener) à différentes températures. (sans fond continu)

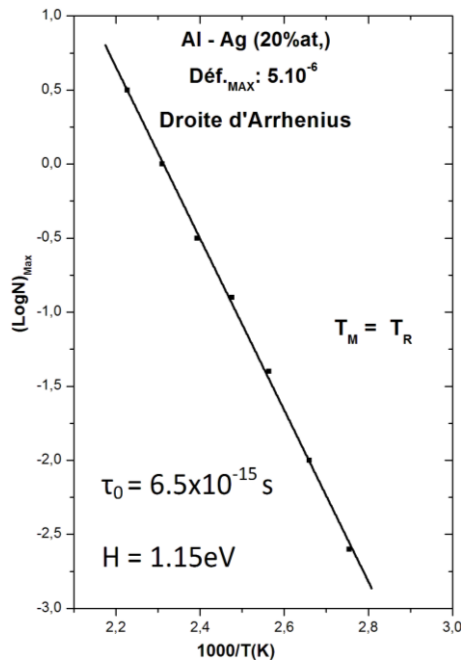


Figure IV.III.6 : Droite d'Arrhenius

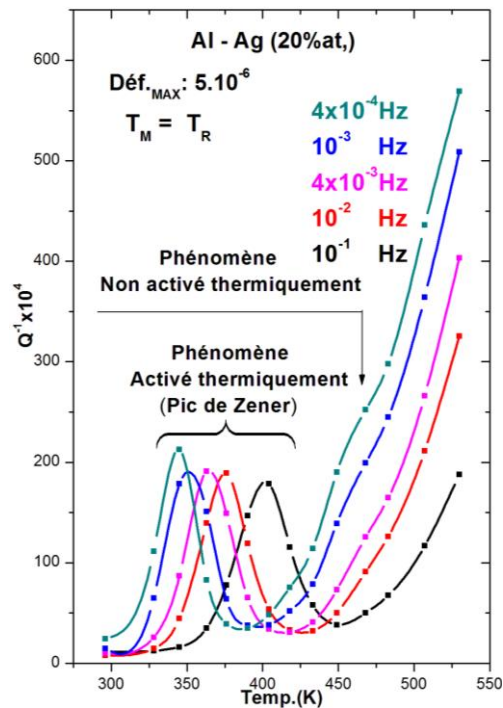


Figure IV.III.7 : Evolution du frottement interne en fonction de la température à différentes fréquences.

IV.III.II. 2 Influence du vieillissement sur l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence.

Afin de vérifier la stabilité de l'état structural de l'échantillon, nous l'avons testé dans l'intervalle de températures 433 K – 507 K, où des transformations de phases sont susceptibles d'intervenir.

Les figures de IV.III.8 à IV.III.11, représentant les spectres de frottement intérieur pour différents temps de revenus, révèlent une parfaite reproductibilité des ces spectres et ce pour toutes les températures considérées.

Ainsi, malgré les durées de vieillissement importantes que nous avons appliquées (24 H – 47 H), l'état structural de l'échantillon reste insensible aux traitements de revenus. Le temps de stabilisation de la température, effectué avant chaque essai et évalué à 18 H par les mesures de microdureté, est donc suffisant pour obtenir la stabilité de cet alliage.

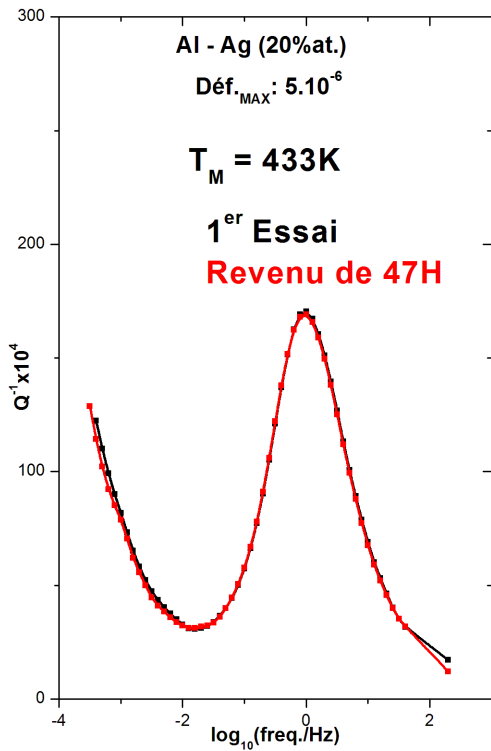


Figure IV.III.8 : Influence du revenu sur le frottement interne en fonction de la fréquence - à $T_M = 433 K$

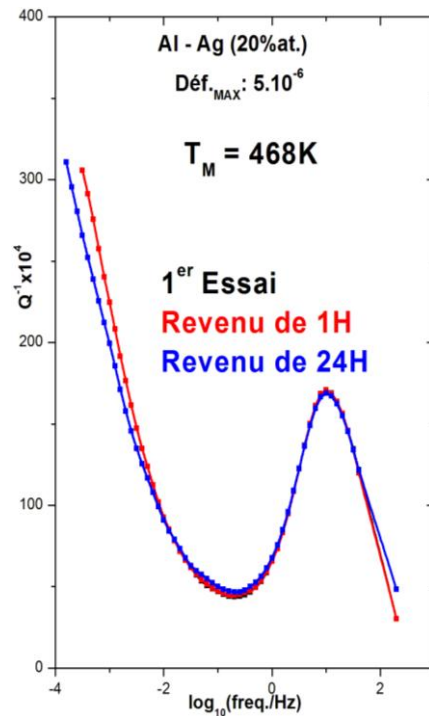


Figure IV.III.9 : Influence du revenu sur le frottement interne en fonction de la fréquence - à $T_M = 468 K$

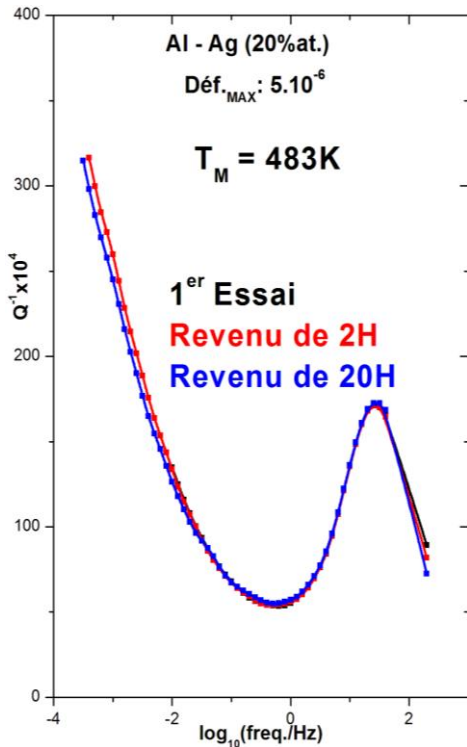


Figure IV.III.10 : Influence du revenu sur le frottement interne en fonction de la fréquence à $T_M = 483 K$

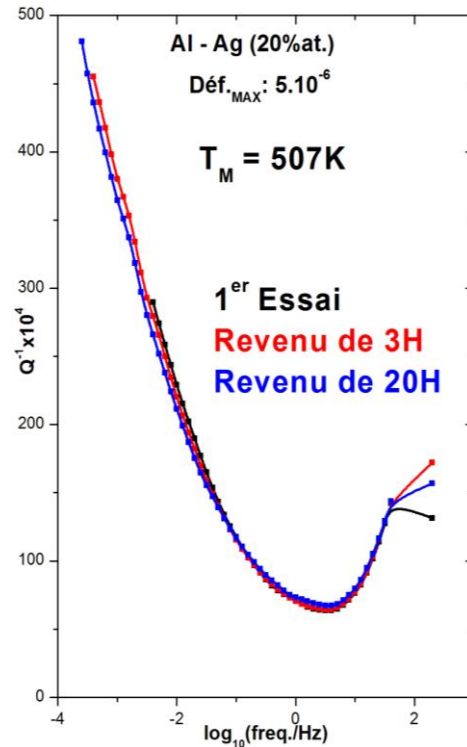


Figure IV.III.11 Influence du revenu sur le frottement interne en fonction de la fréquence à $T_M = 507 K$

IV.III.II.3 Influence du recuit sur l'évolution du frottement intérieur, en fonction de la fréquence.

Pour étudier l'influence de ce paramètre, nous avons testé notre échantillon à trois températures de mesure pour différents recuits (Figures IV.III.12 à IV.III.14). Ainsi :

- Pour $T_M = 363$ K, nous avons comparé les courbes obtenues après le recuit de : $T_R = 363$ K, 376 K et 507 K (Figure IV.III.12).
- Pour $T_M = 404$ K, nous avons comparé les courbes obtenues après le recuit de : $T_R = 404$ K et 507 K (Figure IV.III.13).
- Pour $T_M = 468$ K, nous avons comparé les courbes obtenues après le recuit de : $T_R = 468$ K et 507 K (fig.IV.III.14).

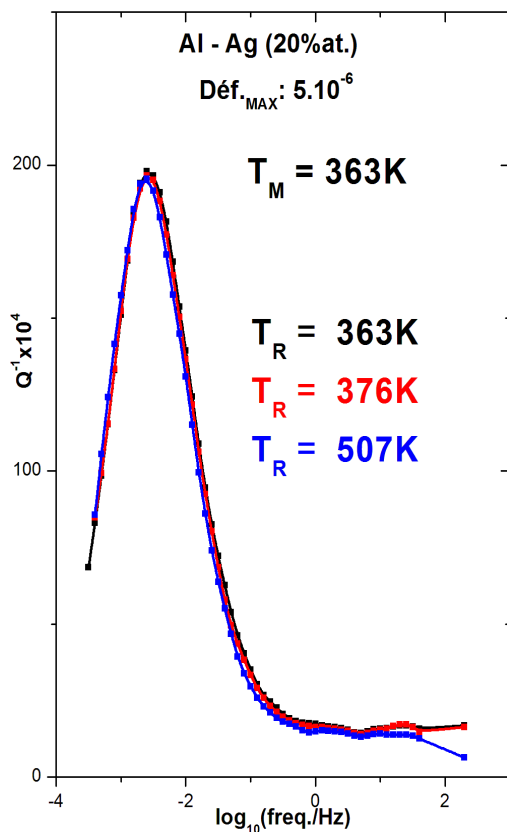


Figure IV.III.12 : Influence du recuit sur le frottement interne à $T_M = 363$ K

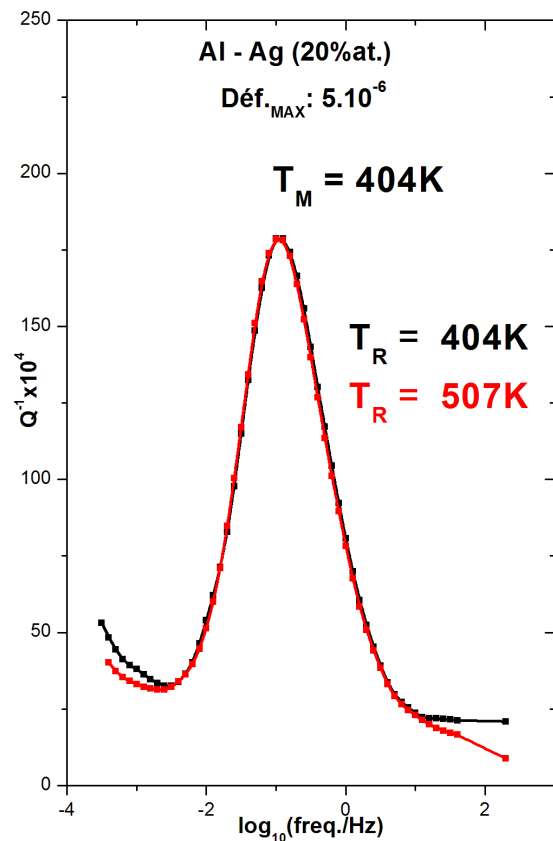


Figure IV.III.13 : Influence du recuit sur le frottement interne à $T_M = 404$ K

Dans tous les cas, le pic P_1 reste insensible au recuit. Il est parfaitement reproductible, ce qui voudrait dire que le nombre d'atomes qui contribuent au phénomène de relaxation reste constant et ne sont nullement concernés par le processus de précipitation. Dans le cas contraire, cela se serait obligatoirement répercuté sur sa reproductibilité.

Il est à noter cependant une légère influence du recuit sur le fond continu de l'essai réalisé à $T_M = 468$ K (Figure IV.III.14). Le fond, obtenu à $T_R = 507$ K, est en effet légèrement situé au-dessus de celui qui est obtenu à $T_R = 468$ K.

Ce comportement peut s'expliquer par la présence d'une plus grande densité, de longs segments de dislocations dans la matrice, qui résulte de la recombinaison des partielles quand la température de recuit augmente.

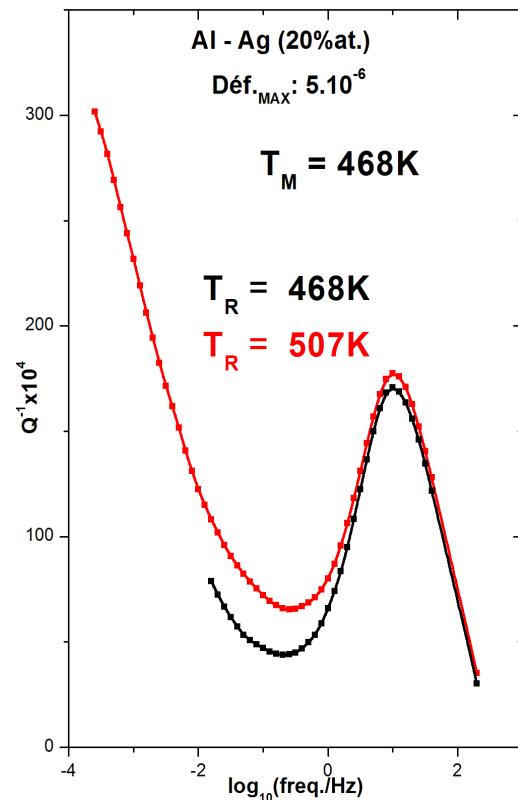


Figure IV.III.14 : Influence du recuit sur le frottement interne à $T_M = 468$ K

IV.III.II.4 Observations en Microscopie Electronique à Transmission (MET).

Les observations que l'on a effectuées ont été faites sur des lames minces chauffées jusqu'à 823 K pendant 15 minutes puis trempées dans l'eau.

Nous présentons, en premier, l'aspect général à 293 K à différents grossissements, ensuite l'influence des divers facteurs susceptibles d'intervenir dans l'évolution microstructurale de notre alliage.

Aspect général à 293K.

Les figures (IV.III.15, a et b) révèlent la présence de fautes d'empilement entourées par de petits points noirs de différentes tailles. L'agrandissement d'une plage entre ces fautes d'empilement (Figure IV.III.15, c et d), nous montre clairement que ces taches dispersées dans toute la matrice sont des zones GP de forme plutôt arrondie.

Influence de la température.

Pour mettre en évidence les divers stades de la précipitation, des observations ont été réalisées à partir de 293 K pour monter jusqu'à 623 K en augmentant la température par palier.

A 293 K, la figure IV.III.16 montre quelques zones GP. Leur présence est certainement due au début de la précipitation, ayant eu lieu lors de la trempe qui a duré quelques secondes.

Entre 328 K et 423 K, les figures IV.III.17 et IV.III.18 ne montrent aucun changement important par rapport à 20°C, donc aucune modification notable de la taille des zones GP n'est observée.

A partir de 440 K (Figure IV.III.19), on remarque le début de la formation de plaquettes un peu partout dans la matrice, correspondant aux précipités γ' , ce qui se traduit sur le cliché de diffraction (Figure IV.III.19 b), par des taches satellites.

Entre 508 K et 623 K (Figures de IV.III.20 à IV.III.22), les précipités en plaquettes déjà formés grossissent, entraînant une surface quasi entièrement occupée par les précipités.

Influence du vieillissement.

Dans cette partie de l'étude, nous avons suivi l'évolution de la microstructure en fonction du temps de revenu sur deux plages différentes d'observation la première près d'une zone GP et la seconde dans une plage dénudée de GP.

Après un revenu de 5 minutes à 449 K (Figure IV.III.23), l'observation d'une plage près d'une zone GP révèle la présence d'un fond modulé de la matrice par rapport à l'état trempé,

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

mais aucune évolution notable de la taille de ces zones n'est à enregistrer. Nous notons, cependant, l'apparition et le développement des toutes premières plaquettes de la phase métastable γ' . L'évolution de ces plaquettes se poursuit après un revenu de 10 minutes à la même température.

Par contre sur une plage loin des zones GP (Figure IV.III.24) un revenu de 4 minutes à 447 K est suffisant pour faire apparaître de nombreuses plaquettes des précipités γ' . En restant à la même température, nous enregistrons, une importante multiplication des plaquettes de la phase γ' entre les temps de maintien respectifs de 4 et 8 minutes.

Si on fait une comparaison entre une plage près de GP et une autre éloignée, et à la même température et pour le même temps de revenu, on remarque clairement que les plaquettes γ' évoluent plus vite loin des zones GP. La disponibilité d'atomes de solutés non mobilisés pour les GP peut expliquer ce phénomène.

Aspect général à 293K

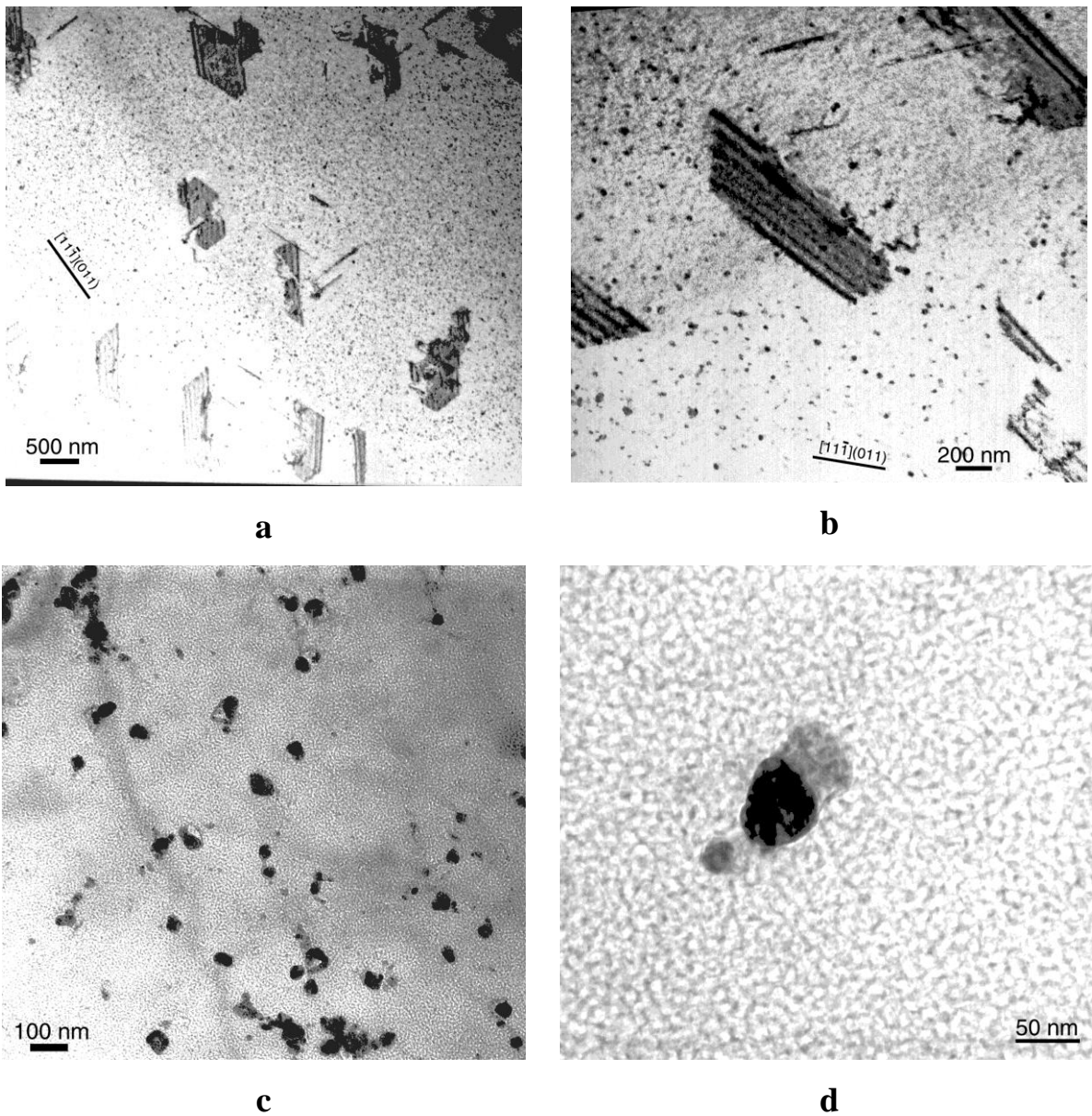
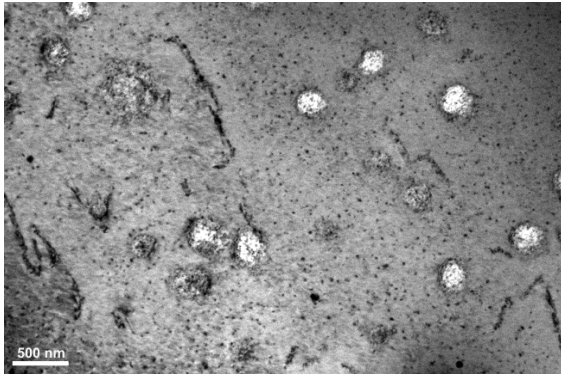


Figure IV.III.15 : Cliché en fond clair d' Al-Ag 20% at. à 293K, à différents grossissements (a : 500 nm, b : 200 nm, c : 100 nm, d : 50 nm).

Influence de la température.

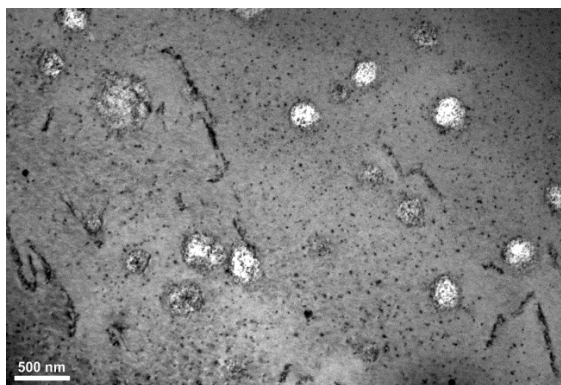


a

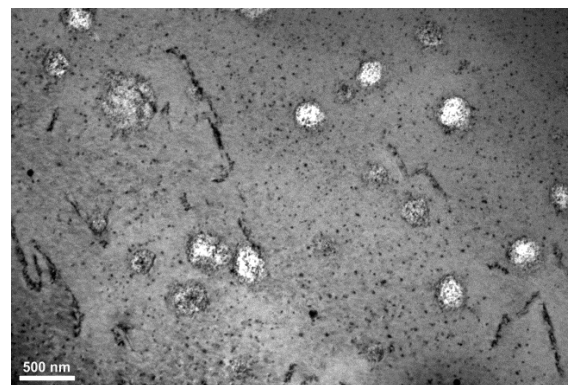


b

Figure IV.III.16 : *Cliché en fond clair (a) et cliché de diffraction (b) d' Al-Ag 20% at. 293 K*



a



b

Figure IV.III.17 : *Cliché en fond clair d'Al-Ag 20% at. à 328 K (a) et 353 K (b)*

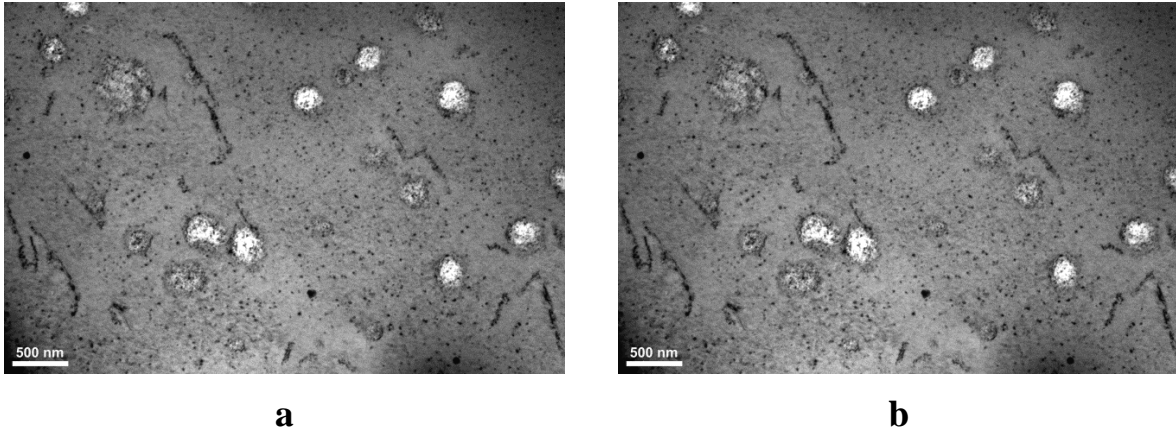


Figure IV.III.18 : Cliché en fond clair d'Al-Ag 20% at. à 383 K (a) et 423K (b)

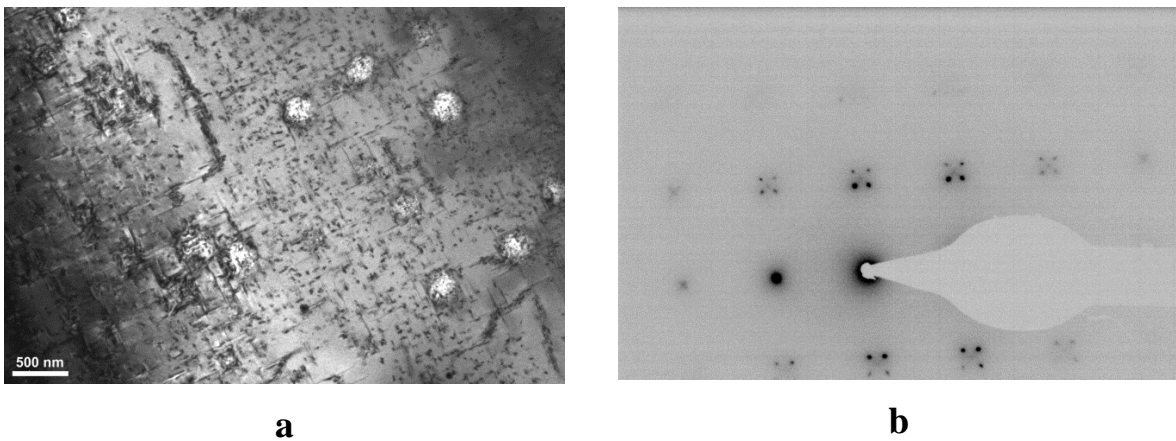


Figure IV.III.19 : Cliché en fond clair (a) et cliché de diffraction (b) d'Al-Ag 20% at. à 440 K

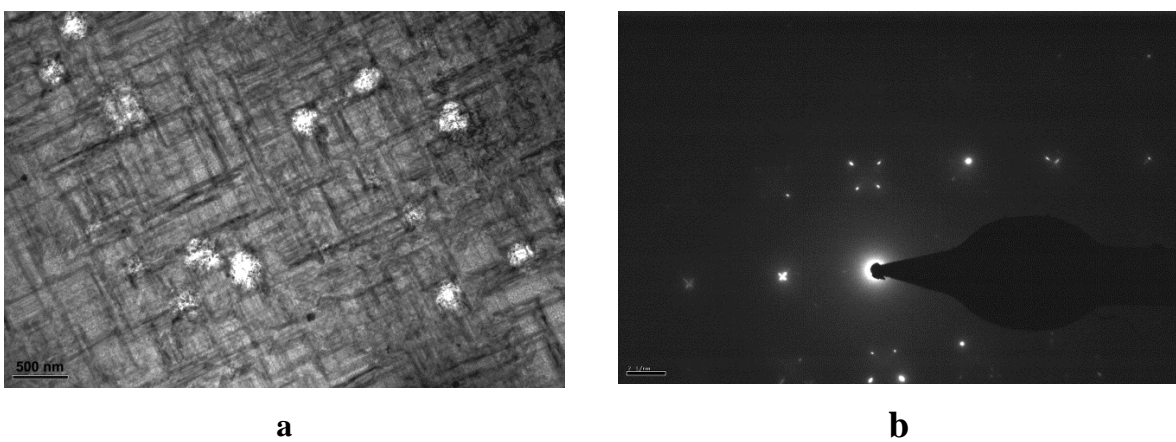


Figure IV.III.20 : Cliché en fond clair (a) et cliché de diffraction (b) d'Al-Ag 20% at. à 508 K

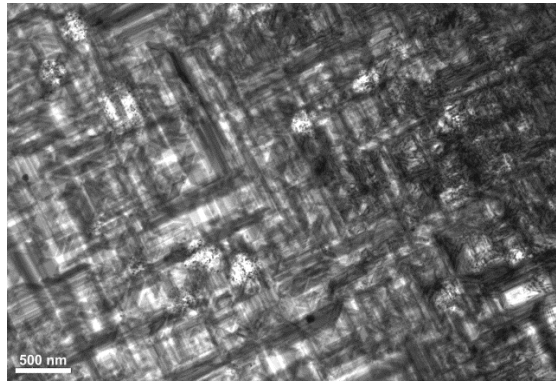
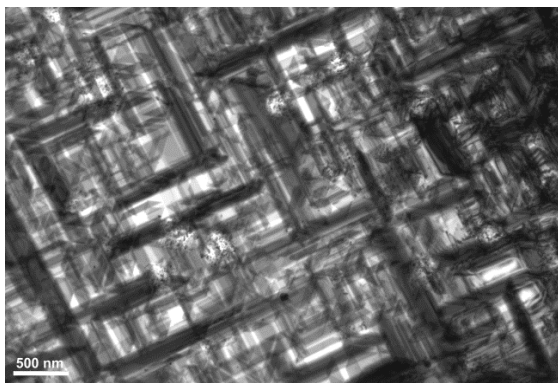
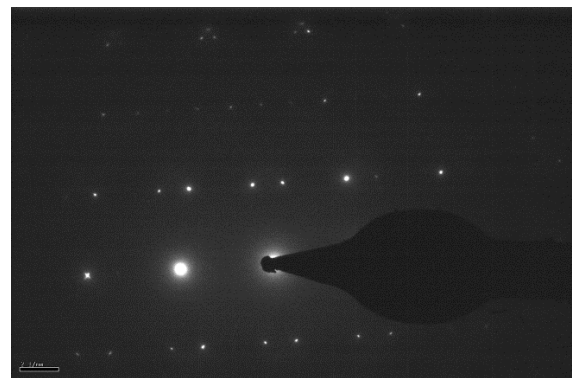


Figure IV.III.21 : *Cliché en fond clair d'Al-Ag 20% at. à 550 K.*



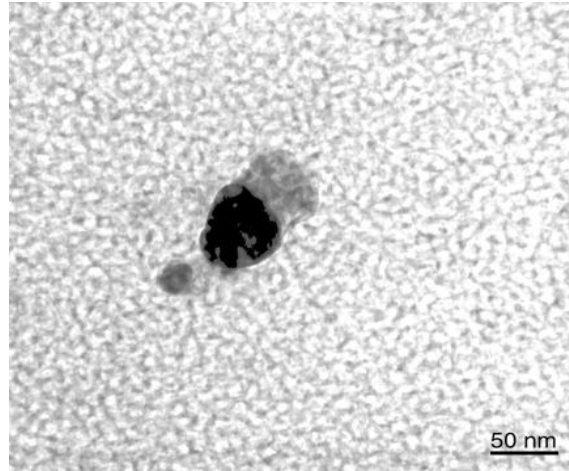
a



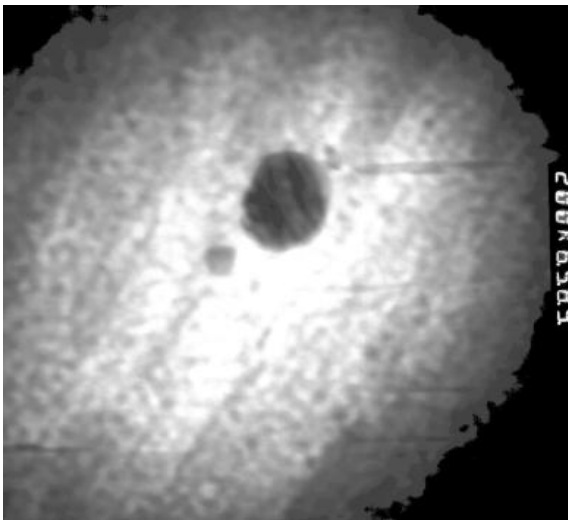
b

Figure IV.III.22: *Cliché en fond clair (a) et cliché de diffraction (b) d'Al-Ag 20% at. à 623 K*

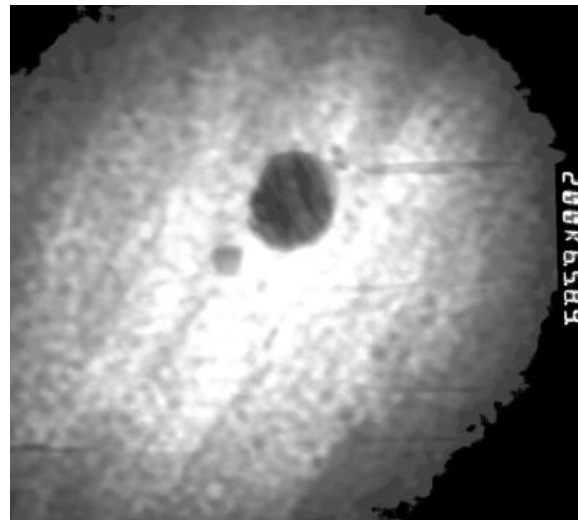
Influence du vieillissement.



a



b



c

Figure IV.III.23: Cliché en fond clair d'Al-Ag 20% at. Près de GP : (a) état de référence à 20°C, (b) revenu 5 min à 449 K et (c) revenu 10 min à 449 K.

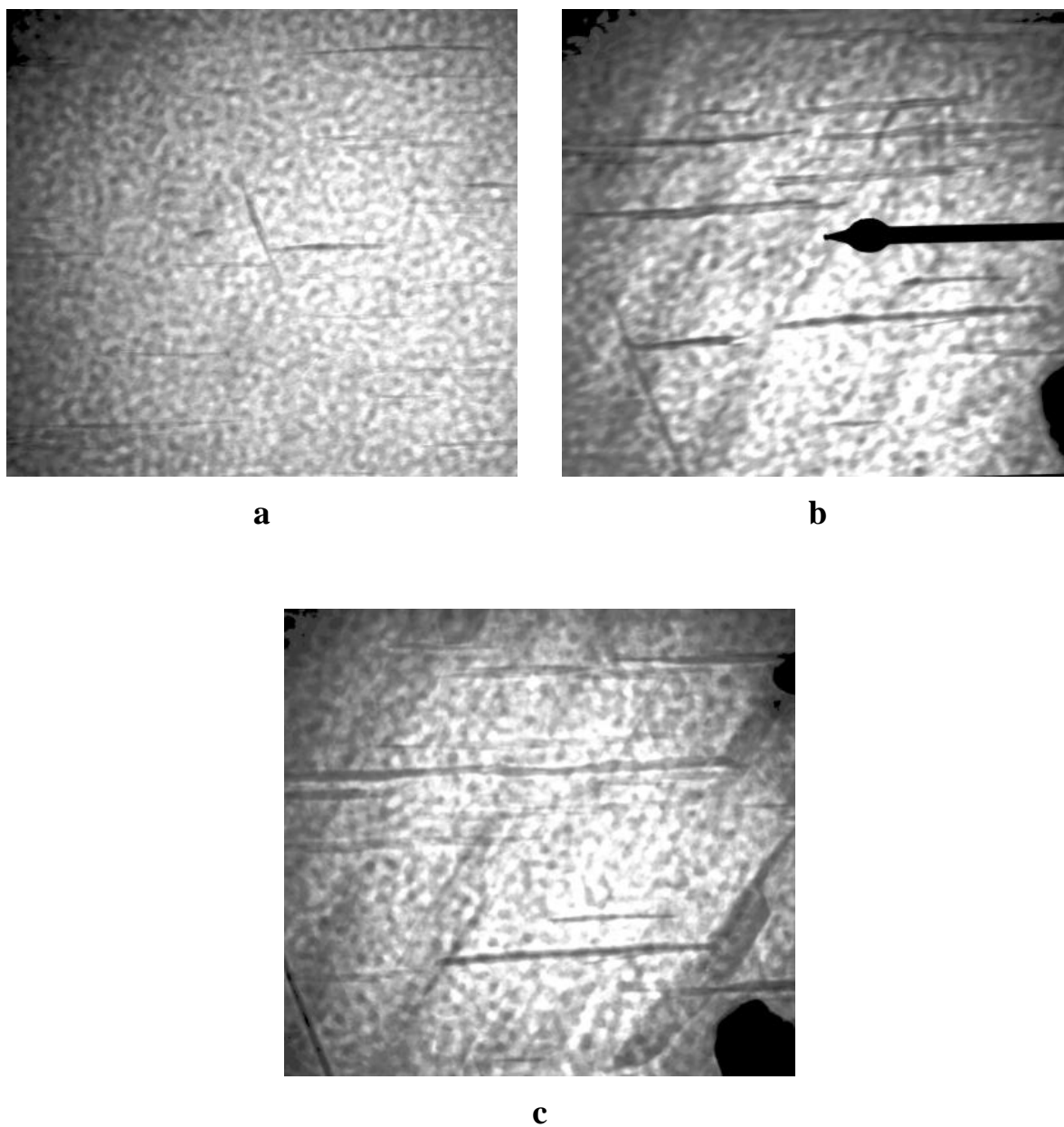


Figure IV.III.24: Cliché en fond clair d'Al-Ag 20% at. loin de GP : (a) revenu 4 min à 447 K, (b) revenu 8 min à 447 K et (c) revenu 5 min à 449 K.

Bilan des observations.

- Après la trempe, on remarque la présence de fautes d'empilement entourées de zones GP.
- Les traitements thermiques que nous avons effectués jusqu'à 423 K n'ont apporté aucune modification notable de la taille des zones GP.
- On note seulement un fond modulé de la matrice par rapport à l'état de référence. Son origine est très probablement liée au champ de contrainte généré par les précipités résultants (GP, premiers stades non encore décelables en image des précipités γ').
- A partir de 440 K, nous enregistrons l'apparition de la phase γ' sous forme de plaquettes. Ces dernières se multiplient rapidement quand la température et le temps de maintien augmentent et se développent en taille et peuvent coalescer.
- La phase γ' semble précipiter préférentiellement dans les parties dénudées de zones GP.

IV.III.III Discussion et interprétation.

A l'état de départ trempé, les courbes expérimentales brutes $Q^{-1} = f(\text{fréq. /Hz})$ de l'Al – (20at% Ag) ont révélé la présence de deux pics P_1 et P.

Le pic P (Figure IV.III.5) apparaît dans l'intervalle 404 K – 449 K et ne se déplace pas en fréquence. Il est situé à 10^{-3}Hz et son amplitude augmente avec la température.

D'après la littérature [Panseri1959, Turnbull1960, Naudon1977], une ségrégation extrêmement rapide des atomes d'argent se produit dès l'ambiante. Entre 430 K et 470 K, la phase (γ') apparaît sous forme d'aiguilles et croît au dépend des zones GP avoisinantes [Nicholson1961, Hren1963] et au-dessus de 550 K, la fraction d'argent précipitée est totalement sous forme de γ' et γ [Schaller1980].

Par contre, les zones GP, situées loin des précipités γ' , continuent de croître et elles ne disparaissent qu'au-dessus de 623 K [Koster1952, Baur1961, Hren1963].

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

A la lumière de ces résultats bibliographiques, le pic P, relatif au phénomène non activé thermiquement, correspond bien à l'apparition de la phase métastable semi-cohérente γ' , que nos propres observations au MET confirment.

Le pic P_1 (Figures IV.III.3 et IV.III.4) apparaît dans l'intervalle 363 K – 483 K et se déplace vers les hautes fréquences quand la température de l'essai augmente. Il caractérise, ainsi, un phénomène de relaxation activé thermiquement.

Sa largeur à mi-hauteur, d'environ 1.137, est proche de celle du pic de Debye et implique de ce fait que le mécanisme, à la base de l'amortissement observé, est unique.

Par ailleurs, ce pic n'est pas sensible aux traitements thermiques. Il reste, en effet, parfaitement « stable » et son amplitude ne varie :

- Ni avec la durée des revenus, ce qui montre que le temps de stabilisation, évalué par les mesures de microdureté, est suffisant pour stabiliser la structure.
- Ni avec les différents recuits, ce qui prouve que le phénomène est parfaitement réversible puisque pour une température de mesure donnée, le pic est totalement reproductible, quelque soit le recuit effectué entre : 363 K et 468 K. Ce comportement semble donc indiquer clairement que le pic P_1 , est indépendant de l'évolution de l'état structural de cet alliage, dans l'intervalle des températures étudiées.

La valeur du terme pré-exponentiel ($\tau_0 \approx 6.5 \times 10^{-15}$ s) est caractéristique des sauts atomiques. Elle est associée généralement au pic de Zener [Zener1948] dont le mécanisme est basé sur la réorientation des paires d'atomes du soluté, sous l'effet de la contrainte appliquée. Or s'il s'agit du pic de Zener comment peut-il être reproductible alors que la précipitation γ' a lieu ?

En effet, un appauvrissement de la matrice en atomes d'Ag, dû à leur piégeage par les précipités, aurait entraîné une diminution de son amplitude sous l'effet des recuits.

De plus, la valeur de l'énergie apparente d'activation ($H \approx 1.15\text{eV}$) demeure :

- Trop faible pour l'attribuer à l'énergie de diffusion de l'Ag dans Al ($\approx 1.6\text{eV}$) [Hren1963].
- Trop importante par rapport à l'énergie de migration des lacunes ($\approx 0.58\text{eV}$) [Panseri1958]) pour l'attribuer à l'élimination des lacunes de trempe.

Chapitre IV: Résultats expérimentaux relatifs à l'Al-Mg, discussion et interprétation

Schaller [Schaller1980] décrit un pic (qu'il appelle P_3) dont les caractéristiques sont très proches de celles de P_1 . En effet, il trouve qu'il est stable (indépendant du vieillissement), que sa largeur à mi - hauteur vaut 1.12 et que ses paramètres de relaxation ont pour valeurs : ($\tau_0 \approx 4 \times 10^{-15}$ s et $H \approx 1.16$ eV).

L'auteur l'attribue à la relaxation atomique, due à l'écart de concentration à la composition stœchiométrique de la phase intermétallique (ξ) riche en atomes d'argent (59,5%at. Ag) et associe l'énergie d'activation à la diffusion des atomes Ag qui serait lente dans cette phase.

Il montre également que l'amplitude de ce pic croît avec la concentration en atomes d'Ag et il attribue cela à l'augmentation de la fraction volumique de la phase intermétallique ξ enrichie, présente dans la matrice.

La remarquable similitude entre les caractéristiques des deux pics nous a poussé à les comparer entre – eux. Cependant l'interprétation de l'auteur n'explique pas la reproductibilité de P_1 décrit dans cette étude. En effet, pour pouvoir le faire, il faudrait supposer que le volume de la phase (ξ), riche en atomes d'argent, reste constant pendant les recuits.

Par contre, une interprétation comme celle qui a été déjà avancée pour les deux alliages précédents (Al – Cu et Al – Mg) est mieux adaptée au cas de P_1 .

En effet, puisque seuls les atomes proches de l'interface sont concernés par la précipitation, celle-ci se fait donc sans diffusion du soluté sur de longues distances et conserve ainsi la concentration en Ag de la matrice constante. En fait, ce qui varie dans ce processus, c'est le volume de la phase α sous l'effet de la croissance des précipités.

Cette hypothèse explique de manière satisfaisante la reproductibilité de P_1 (concentration en Ag constante) et nous permet de l'attribuer sans ambiguïté au pic de Zener qui ne dépend que de la concentration en soluté.

La valeur de l'énergie d'activation pourrait être associée à l'élimination des boucles de dislocations lacunaires issues de la trempe.

IV.III.IV Conclusion.

Les mesures de frottement intérieur $Q^{-1} = f$ (fréq. /Hz), obtenues à différentes températures, révèlent l'existence de deux phénomènes dans l'échantillon, à l'état de départ trempé.

Ainsi:

- Un pic de relaxation (P_1), correspondant à un phénomène activé thermiquement et observé dans l'intervalle de températures : 363K – 483K. Il a été clairement identifié au pic de Zener.
- Un pic P, caractéristique d'un phénomène non activé thermiquement, situé à 10^{-3} Hz. Il a été associé à la présence de la phase métastable semi-cohérente γ' . Vu la fréquence à laquelle il se manifeste, ce pic est indétectable par les pendules classiques.

Conclusion générale

Conclusion générale.

Dans ce travail nous avons étudié le comportement en frottement intérieur de deux alliages polycristallins commerciaux (Al – Cu et Al – Mg) et d'un alliage monocristallin (Al – Ag) qui n'a pas d'application industrielle.

Les expériences, conduites par spectroscopie mécanique isotherme, ont permis de déterminer l'origine de l'amortissement observé sur chacun de ces alliages. Ainsi:

Al – Cu

- Un phénomène non activé thermiquement associé au processus de précipitation. Il apparaît d'abord sous forme d'un épaulement puis évolue ensuite en un pic bien apparent. Cet effet a lieu à la même fréquence (0.1Hz) et il correspond à la transformation de θ' en θ (épaulement) et à la présence de θ (pic).
- Un phénomène activé thermiquement qui se manifeste par l'apparition d'un pic de haute température. Il correspond à la structure monophasée de l'Al-Cu et son origine est généralement attribuée aux réseaux de dislocations.

Al – Mg

- Un pic de relaxation P_1 , correspondant à un phénomène activé thermiquement. Il se manifeste dans l'intervalle de températures 390 K – 460 K et a été identifié au pic de Zener. Après le recuit de haute température, il disparaît complètement car la matrice s'appauvrit en atomes de Mg, lesquels sont piégés par les précipités Al_3Mg_2 .
- Un épaulement caractéristique d'un phénomène non activé thermiquement. Il est situé à 0.1 Hz et apparaît dans l'intervalle 518 K – 673 K. Il correspond à la présence de la phase stable incohérente (β).
- Enfin, un pic de haute température qui se manifeste à très basse fréquence. Son origine a été attribuée à la configuration des dislocations, mise en place lors du recuit de haute température.

Al – Ag

- Un pic de relaxation (P_1), correspondant à un phénomène activé thermiquement et observé dans l'intervalle de températures 363 K – 483 K. Il a été identifié au pic de Zener.
- Un pic P, caractéristique d'un phénomène non activé thermiquement, situé à 10^{-3} Hz. Il apparaît dans l'intervalle 404 K – 449 K, correspondant à la précipitation de la phase métastable semi-cohérente γ' .

Pour décrire ces effets, nous avons émis une hypothèse qui considère un mécanisme basé sur une transformation réversible locale, ayant lieu à l'interface matrice – précipité, sous l'effet de la contrainte alternée appliquée.

Cette étude a donc permis d'identifier deux effets contribuant au frottement intérieur observé :

- un phénomène activé thermiquement : il s'est manifesté dans tous les cas par un pic bien apparent qui se déplace en fréquence. Les mécanismes à l'origine de ce pic ont été clairement identifiés : aux sauts atomiques (Pic de Zener : Al – Ag et Al – Mg) et aux dislocations pour le pic de haute température (Al – Cu et Al – Mg).
- un phénomène non activé thermiquement : il s'est manifesté soit sous forme d'un pic bien apparent (Al – Cu), soit sous forme d'un pic superposé à un fond continu apparaissant sous l'aspect d'un épaulement (Al – Mg). Cet effet ne se déplace pas en fréquence et il a été associé à la précipitation.

Ces effets dépendent cependant de l'alliage considéré et du traitement thermique qu'il subit. Ainsi, pour l'Al – Cu, qui a été testé après une maturation pendant un mois à l'ambiante, le pic de Zener est absent. Par contre celui – ci est présent pour l'Al – Ag et l'Al – Mg, étudiés tous les deux juste après trempe.

Par ailleurs, les éléments d'addition présents dans la composition d'un alliage industriel influent beaucoup sur l'évolution de son état structural. En effet :

- Pour les alliages commerciaux (Al – Cu et Al – Mg) : seule la précipitation de la phase stable incohérente a été détectée sur les spectres. Elle a lieu dans les deux cas à 0.1 Hz.
- Pour l'alliage non commercialisé (Al – Ag), il a été possible de déceler la présence de la phase métastable semi – incohérente qui s'est manifestée par un pic à 10^{-3} Hz.

Enfin, la recherche systématique de la stabilité de la structure nous a permis de mieux voir l'influence de la durée des revenus sur les spectres de frottement intérieur. Ils peuvent, en effet, être considérablement perturbés par l'évolution de l'état structural de l'échantillon au cours de l'expérience.

La technique de la spectroscopie mécanique isotherme permet de maîtriser ce paramètre en offrant la possibilité de travailler sur des structures stables.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

- Abdelkhaled 2008 [A.M. Abd El-Khaled. Journal of Alloys and Compounds 459 (2008) 281-285.]
- Abott 1973 [K. Abott, C.W. Haworth: Acta. Met. 21 (1973) 951.]
- Ashby 1991 [MF.Ashby and DRH.Jones, Matériaux, 2 Microstructure et mise en œuvre, Dunod,p. 94-96, (1991)]
- Asla 1997 [M. Asla and D.D. Johnson OHNSON. Thermodynamic properties of FCC-based Al-Ag alloys. Computational materials science, Vol 8, PP 64- 70 1997.]
- ASM 2001 [ASM Metals HandBook Volume 03 - Alloy Phase Diagrams, 2001.]
- Atodiresei 2006 [M.Atodiresei,G. Gremaud,R.Schaller“ Study of solute atom-dislocation interactions in Al–Mg alloys by mechanical spectroscopy” Original Research Article. Materials Science and Engineering:A, Volume 442, Issues 1–2, 20 December 2006,Pages 160-164].
- Baur 1961 [B. Baur, V. Gerold: Z. Metallkunde 52 (1961) 671]
- Baur 1962 [B. Baur, V. Gerold : Acta.Met. 10 (1962) 637]
- Beerward 1939 [A. Beerward, Z. Elektrochem. Angew. Phys. Chem. 45 (1939) 789]
- Belamri 1993 [S.Belamri, A.Rivière and J.Woigard, Materials Science Forum, 83, 119 (1993).]
- Belamri 2006 [Belamri. C, Belhas. S, Rivière. A; “Damping of high-purity aluminum single crystal at high temperatures”; Materials Science and Engineering, A 442, pp 142; (2006).]
- Belamri 2012 [C. Belamri, S. Belhas, S. Derdour, A. Rivière “Influence of Strain Hardening 1% by Torsion on the Behavior of a Single Crystal Alloy (Cu – at.9% Al) in Internal Friction at High Temperature”. Solid State Phenomena. Vol 184, pp. 143-148, 2012.]
- Belhas 2009 [Belhas. S, Belamri. C and Rivière. A; “Anelasticity in a Cu-AL single crystal at elevated temperatures”; Materials Science and Engineering A. Volumes 521-522, 15, Pages 98-101; (2009).]
- Belson 1970 [J. Belson et al, Phys Stat Sol 40 (1970) 647]
- Bernole 1969 [Bernole, M., Raynal, J. and Graf, R., 1969, J. de Microscopie, 8, 831]

Références bibliographiques

- Bernole 1974 [Bernole, M., 1974, Thesis at the University of Rouen]
- Berry 1961 [B.S Berry "Magnitude of the Zener relaxation effect—IV anisotropy of the relaxation strength in Al-4% Cu" Original Research Article Acta Metallurgica, Volume 9, Issue 2, February 1961, Pages 98-105]
- Berry 1958 [B.S. Berry, A.S. Nowick, National Advisory Committee, Aero.Tech. Note 4225, 1958, p. 88.]
- Beton 1957 [R.H. Beton, E.C. Rollason: J. Inst. Of Metals 86 (1957 / 58) 85]
- Bierska 2002 [B. Bierska. and L. Pajak. Determination of size distribution of Guinier-Preston zone in Al-Ag alloys by small_ angle X- ray scattering. Acta Physica Polonica A N° 2, Vol 102 PP 227- 232 2002.]
- Biswas 2011 [Aniruddha Biswas, Donald J. Siegel, C. Wolverton, David N. Seidman Acta Materialia Volume 59, Issue 15, September 2011, Pages 6187–6204.]
- Blanter 2007 [Blanter. M. S, Golovin. I. S. Neuhäuser. H, Sinning. H-R; "Internal friction in metallic materials"; A Handbook, Springer series in materials science, Vol 90; (2007).]
- Bokshtein 1965 [S.Z. Bokshtein, M.B. Bronfin, S.T; kishkin and V.A. Marichev, Metallovdnie I Term. Obrabot. Metallov. 4 (1965) 36]
- Bonfiglio 1966 [A.T. Bonfiglio and A. Guinier. Acta. Met. 14 (1966) 1213.]
- Bordoni 1954 [Bordoni (P.-G.), « Elastic and anelastic behavior of some metals at very low temperature », The journal of the acoustical society of America. 24 n° 4, p. 495-502 (1954).]
- Bouchaer 1996 [Bouchaer, M., Hamana, D., and Laoui, T., 1996, Phil. Mag. A, 73, 1733]
- Brooks 1982 [C.R. Brooks (ed.), Heat Treatment, Structures and Properties of Nonferrous Alloys, American Society for Metals, Metals Park,OH, 1982, 121.]
- Cahn 1968 [Cahn (J.). – Spinodal Decomposition. Trans. Met. Soc., AIME, 242, p. 166-180 (1968).]
- Changrong 2010 [Changrong Li, Chunju Niu, Zeting Du, Cuiping Guo, Yongjuan jing, CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry 34 (2010) 120-128]
- Chartrand 1994 [P. Chartrand, and A. D. Pelton. Critical evaluation and optimization of the thermodynamic properties and phase diagrams of the Al-Mg , Al-Sr, and Al-Mg-Sr systems. Journal of Phase Equilibria Vol 15 N°6 PP 591-605 1994.]

Références bibliographiques

- Cohen 1973 [M. Cohen, in Proceedings ICIFUAS 5, D.Lenz, K. Lücke (Eds.) Aachen, Germany, (1973), p.276]
- Cohen 1986 [J.B. Cohen, Solid St. Phys. 39, 131 (1986)].
- Cui 1992 [P. Cui, T.S. Ke, Mater. Sci. Eng. A 150 (1992) 281.]
- Damask 1955 [A.C. Damask, A.S. Nowick: J. Appl. Phys. 26 (1955) 1165.]
- Dauger 1974 [A. Dauger, J.P. Guillot, J. Caisso, Acta.Met. 22 (1974) 733.]
- De Batist 1972 [De Batist. R; "Internal friction of structural defects in crystalline solids"; Elsevier, New-York; (1972).]
- Dey 1965 [B. N. Dey, M. A. Quader, Canadian J. of Physics, 43 (1965) 151]
- Donald 2003 [Donald R. Askeland – Pradeep P. Phulé, The Science and Engineering of Materials, 4th ed, 2003.]
- Dubey 1991 [Ph.A. Dubey, B. Schonfeld, G. Kostors: Acta. Metall. Mater. 39 (1991) 1161-1170.]
- Dubost 1991 [P. Dubost et Sainford. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. Techniques de l'Ingénieur, M240, 1991.]
- Entwistle 1953 [K.M. Entwistle, J. Inst. Met. 82 (1953/54) 249.]
- Entwistle 1956 [K.M. Entwistle, J. Inst. Met. 85 (1956/57) 425.]
- Entwistle 1962 [K.M. Entwistle "On the decay of vacancies in aluminium-copper alloys measured by an internal friction method" Original Research Article Acta Metallurgica, Volume 10, Issue 4, April 1962, Pages 286-291]
- Erni 2003 [R. Erni.H. Heinrich, and G. Kostoz . High- resolution σ - contrast STEM of Guinier- Preston zones in Al- 3 at.% Ag. Material Chemistry and Physics Vol 81, PP 277- 229 2003.]
- Eshelby 1956 [J.D. Eshelby. Progr. Solid State Phys. 3 (1956) 79]
- Eshelby 1957 [J.D. Eshelby. Proc. Roy. Soc. A 241(1957) 376]

Références bibliographiques

- Fang 1989 [Q.F. Fang and T.S. Ke, in T.S. Ke (ed.), Proc. 9th Int. Conf.on Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids, Beijin July, 1989, International Academic Publishers, Beijing and Pergamon Press, Oxford, 1990, p. 37.]
- Fang 1990 [Q.F. Fang and T.S. Ke, Acta Metall, Mater., 38 (1990) 419.]
- Fast 1961 [Fast. J. D ; Métaux-Corros. Ind. 36, pp 383-431; (1961).]
- Fouquet 1978 [F.Fouquet. P. Merle. M. Kohen.J. Merlin ET P.F. Gobin. Variation du module d'Young associée à la précipitation de la phase θ' dans un alliage Al-Cu 4%. Acta Metallurgica. Vol 27. PP 315-326. 1978.]
- Freise 1961 [E.J. Freise . A. Kelly and R.B. Nicholson. Guinier- Preston in Al- Ag alloy. Acta Metallurgica. Vol 9 PP 250- 255. MARCH 1961.]
- Gadaud 1996 [P. Gadaud, A. Rivière, J.Phys., 6 (1996) C8-867]
- Gragg 1971 [J.E. Gragg, J.B. Cohen: Acta. Met. 19 (1971) 507.]
- Graiss 1991 [G. Graiss, R. Shinoda, N. Habib: Journal of Material Science 26 (1991) 3675-3679.]
- Graiss 2000 [G. Graiss and M.A. Mahmoud:Fizika A (Zagreb) 9 (2000), p. 137-146]
- Granato 1958 [A. Granato and K. Lücke, J. Appl. Phys., 27, 583 & 789 (1958).]
- Guinier 1938 [A. Guinier, Nature 142, 569 (1938).]
- Guinier 1952 [A. Guinier: Z. Metallkunde 43 (1952) 217.]
- Hamana 1990 [D. Hamana, V. L. Avanesov, A. F. Sirenko, Scripta Met. 24 (1990) 2013]
- Hamana 2001 [D. Hamana, M. Boucheur, M. Betrouche, A. Derafa, N. Ya. Rokhmanov, j. Alloys Comp. 320 (2001) 93.]
- Hamana 2008 [D. Hamana, A. Azizi Materials Science and Engineering A 476 (2008) 357–365.]
- Hansen 1958 [M. Hansen : “Constitution of Binary Alloys” Mc Graw-Hill (1958)]

Références bibliographiques

- Hren 1963 [J.A. Hren, G. Thomas: Trans.AIME 227 (1963) 308.]
- Kassab 1993 [T.AL-Kassab and Petr Haasen. Early stages of precipitation in dilute AL-Ag alloys Al. Z. Metallkd. 484 1993]
- Kê 1987 [T.S. Ke, Q. Tan and Q.F. Fang, Phys. Stat. Sol (a), 103 (1987) 421.]
- Kê 1990 [T.S. Ke and Q.F. Fang, Phys. Stat. Sol. (a), 121 (1990) 139.]
- Kê 1991 [T.S. Ke and Q. Tan, Acta Metall. Mater., 39 (1991) 885.]
- Kê 1992 [P. Cui, T.S. Kê, Mater. Sci. Eng. A 150 (1992) 281.]
- Kelly 1954 [A. Kelly, R.B. Nicholson: Progr. Met. Phys. 5 (1954) 143.]
- Kohen 1973 [M. Kohen, G. Fantozzi, F. Fouquet, J. Merlin, J. Perez, P. F. Gobin. Infernal friction and ultrasonic attenuation in crystalline solids, éd. D. Lenz, K. Lücke, vol.I, P. 276-282, Springer 1973]
- Kohen 1973 [M. Kohen, G. Fantozzi, F. Fouquet, J. Merlin, J. Perez, P.F. Gobin, in: D. Lenz, K. Lücke (Eds.), Proceedings ICIFUAS 5, Aachen Germany, 1973, p. 276.]
- Koster 1952 [W. Koster, H.A.Shell: Z. Metallkunde 43 (1952) 454.]
- Koster 1956 [W. Koster, F. Braumann: Z. Metallkunde 43 (1956) 193]
- Krivoglaz 1960 [M. A. Krivoglaz, The theory of the attenuation of elastic oscillations in two-phase mixtures. Fiz. Metal. Metalloved. 10, N°4, 497-512,1960.]
- Krivoglaz 1960 [M.A. Krivoglaz, Phys. Met. Metallogr. 10,1 (1960)]
- Krivoglaz 1961 [M.A. Krivoglaz, Phys. Met. Metallogr. 12 (1961) 31.]
- Kwarciak 1985 [J. Kwarciak, Kinetics and mechanism of precipitation processes in Al-Ag alloys. Journal of Themal Analysis, Vol 30 PP 177-185. 1985]
- Laird 1966 [C.Laird, and D H. I. Aaronson. The dislocation structures of the broad faces of Widmanstätten γ plates in an Al-15% Ag alloy. Acta Metallurgica. Vol 15 PP 73-103. 1966.]

Références bibliographiques

- Laird 1967 [C. Laird and H.I. Aaronson: Acta. Metall. 15 (1967) 73.]
- LeClaire 1954 [A.D.LeClaire and W.M.Lomer, Acta Metallurgica, 2, 731 (1954).]
- Lorimer 1978 [G.W. Lorimer, K. C. Russel et M. I. Aaronson, Eds the Metallurgical Society of Aime, vol. 19, p. 87- 119, (1978)]
- Mahmoud 2001 [M. A. Mahmoud. Transient and steady state creep of Al-10 wt % Ag and Al-22 wt % Ag alloys during metastable phase transition. Physica B 304, PP 456-462 2001].
- Malik 1996 [A. Malik .B. Schonfeld, G. Kostorz and S. Pederson. Microstructure of Gunier- Preston zones in Al-Ag. Acta. Mater Vol 44 N° 12, PP 4845- 4852 1996.]
- Martienssen 2005 [Handbook of Condensed Matter and Material data, W. Martienssen and H. Warliment (Eds.),Springer , 2005]
- Mazzolai 1981 [F. M. Mazzolai, Contribution to the characterization of the anelastic properties of multi- phase systems. Journal de Physique. Colloque C5, supplément au n°10, Tome 42, octobre 1981]
- Meica 1919 [P.D. Merica, R.G ; Wattenburg and R. Scott.- Heat treatment of Duralumin.Sci.Paper US Bureau of Standards, 15, p. 271 (1919).]
- Merle 1978 [P. Merle. F. Fouquet. J. Merlin et P. F. Gobin. Recherche d'un modèle pour l'évolution de la limite élastique d'un alliage Al-Cu 4% à l'état θ' . Acta Metallurgica. Vol 27. PP 327-336. 1978.]
- Merle 1979 [P. Merle. F. Fouquet. J. Merlin. On the θ' phase coalescence in an Al-4 wt % Cu alloy. Scripta Metallurgica .Vol 13. PP 271-276. 1979.]
- Merle 1981 [P. Merle. F. Fouquet. J. Merlin. Propagation of anheterogeneous precipitation case of θ' in an Al- 4 wt % Cu alloy. Scripta Metallurgica.Vol 15. PP 373-378. 1981.]
- Merlin 1979 [J. Merlin. F. Fouquet. P. Merle. J.M. Pelletier et G. Vigier. Influence de la surface totale des précipités sur la résistivité. Acta Metalurgica.Vol 28.PP 567-574 1979.]
- Merlin 1978 [J. Merlin: Scripta. Met. 12 (1978) 227.]
- Miner 1969 [R.E. Miner, T.L. Wilson, J.M. Jackson: Trans.Aime 245.(1969) p,1375]
- Mondino 1971 [M. Mondino et G. Schoeck, Coherency loss and internal friction. Phys. Stat. Sol.(a) 6, 665-670, 1971.]

Références bibliographiques

- Moore 2002 [K.T. Moore, W. C. Johnson. J.M. Howe. H. I. Aaronson. D. R. Veblen. On the interaction between Ag- depleted zones surrounding γ plates and spinodal decomposition in Al-22 at. % Ag. Acta Materialia, Vol 50 PP 943-956. 2002.]
- Mourik 1989 [Mourik, P. van, Maaswinkel, N.M., de Keijser, Th.H, and Mittemeijer, E.J., 1989, J. Mater. Sci., 24, 3779]
- Naudon 1974 [A. Naudon, J. Caisso, J. Appl. Crystllogr. 7 (1974) 25.]
- Naudon 1977 [Naudon (A.) et Flank (A.M.). – Spinodal Curve and Metastable Miscibility Gap in Low – Concentration Al-Ag Alloys. Phys. Stat. Sol., 41, p. 207-211 (1977).]
- Nebti 1995 [S. Nebti, D. Hamana and G. Cizeroni. Calorimetric study of pre- precipitation in Al-Mg alloy. Acta Metal Mater .Vol 43 N°9 PP 3583-3588. 1995.]
- Ngantcha 2005 [J. P. Ngantcha, M. Gerland, Y. Khin, A Rivière, Eur. Phys. J. AP, 29] (2005) 83-89
- Nicholson 1961 [R.B. Nicholson, J. Nutting: Acta. Met 9 (1961) 332.]
- Nicholson 1961 [R.B. Nicholson, J.Nutting. The metallography of precipitation in an Al-16 % Ag alloys. Acta Metallurgica. Vol 9 PP 332-343.April 1961]
- Nowick 1953 [A.S.Nowick, Progress Met. Phys, 4, 1 (1953).]
- Nowick 1961 [A.S.Nowick, and D.P.Seraphin, Acta Metallurgica, 9, 40 (1961).]
- Nowick 1972 [A.S. Nowick, B. S. Berry; “Anelastic Relaxation in Crystalline Solids”; Academic Press, New York and London; (1972).]
- Nozato 1980 [Nozato R and Ishihara S. Trans. Japan. Inst. Met. (1980) 21 580]
- Osamura 1984 [K. Osamura and T. Ogura, Metall Trans. A 15A (1984) 835.]
- Panseri 1958 [C.Panseri,T.Federighi : Phil,Mag, 3(1958) 1223]
- Panseri 1959 [C. Panseri, L. Passari, Acta. Met. 7 (1959) 422.]
- Pelletier 1975 [J.M. Pelletier, R. Borrely, J. Merlin Mém. Sci. Rev. Met. 5 (1975) 431]

Références bibliographiques

- Porter 1996 [D.A. Porter and K.E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, 2nd ed., Chapman and Hall, 1996, p 514]
- Portis 1980 [D.A. Portis, K.E. Easterling, « Phase Transformation in metals and alloys », Van Nostrand Reinhold 1980.]
- Postnikov 1971 [V.S. Postnikov, I.M. SharShakov, V.A.Yevsukov: Fiz. Metalloved 32 (1971) 195.]
- Preston 1938 [G.D. Preston : Proc. Roy. Soc. A 167 (1938) 526 Phil. Mag. 7 , 26 (1938) 855]
- Quader 1962 [M.A. Quader, J. Appl. Phys. 33 (1962) 1922.]
- Rivière 1996 [A.Rivière, V.Pelosin, P.Gadaud, Journal de physique IV, 6, n°8 (1996).]
- Rivière 1996 [Rivière (A.), « Materials characterization by isothermal mechanical spectroscopy, Proceedings of international conference on microstructures and functions of materials », N. Igata, Y. Hiki, I. Yoshida, S. Sato eds., Tokyo p. 63- 71, (1996).]
- Rivière 1997 [Rivière (A.) et Gadaud (P.), « High temperature relaxations in aluminium studied by isothermal mechanical spectrometry », Metal-lurgical and Materials Transactions A, 28A, p. 1661-1665 (1997).]
- Rivière 2000 [A. Rivière, Scripta Mater. 43 (2000) pp. 991-995]
- Rivière 2001 [A. Rivière, R. Schaller, G. Fantozzi, G. Gremaud (Eds.), Mechanical Spectroscopy Q-1 2001 with Applications to Materials Science, Trans Tech Publication LTD, 2001, pp 635- 651]
- Rivière 2001 [A. Rivière, R. Schaller, G. Fantozzi, G. Gremaud (Eds.), Mechanical Spectroscopy Q-1 2001 with Applications to Materials Science, Trans Tech Publication LTD, 2001, pp 268-275]
- Rivière 2004 [Rivière. A; "Analysis of the low frequency damping observed at medium and high temperature"; Materials Science and Engineering, A 370, 204; (2004).]
- Rivière 2008 [Rivière. A, Gerland. M and Pelosin. V; Solid State Phenomena- Vol. 137 (2008) p.21]
- Rivière 2009 [Rivière. A, Gerland. M and Pelosin. V; "Influence of dislocation networks on the relaxation peaks at intermediate temperature in pure metals and metallic alloys"; Materials Science and Engineering, Vol 521-522, 15; (2009)]

Références bibliographiques

- Rundman 1967 [Rundman (K.B.) and Hilliard (J.E.). – Early Stages of Spinodal Decomposition in an aluminium Zinc Alloy. *Acta Metall.*, 15, p. 1025- 1033 (1967).]
- Samson 1965 [Samson S 1965 *Acta Crystallogr.* 19 401]
- Sato 1982 [Sato T, Kojima Y and Takahashi T 1982 *Metall. Trans. A* **13A** 1373]
- Schaller 1979 [R. Schaller, W. Benoit, Internal friction associated with precipitation in Al-Ag. Smith, C.C. (Ed.) *Proceedings of the 3rd European Conference on IFUAS (1979)*. Pergamon, Manchester, pp. 311–316.]
- Schaller 1980 [R. Schaller Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne. 1980]
- Schaller 1981 [R. Schaller, W. Benoit, “Precipitation stages in Al-Ag alloys determined by the evolution of the internal friction spectrum”. *Journal de Physique. Colloque C5, supplément au N°10, Tome 42, octobre 1981 Manchester*, pp. 311–316.]
- Schmitz 1997 [G. Schmitz, F. Hair: *Script. Metall.* 37 (1997) 1951-1956.]
- Schoeck 1969 [G. Schoeck et E. Bisogni, Internal friction in Al-Ag alloys. *Phys. Stat. Sol.* 32, 31 - 40, 1969.]
- Schoeck 1969 [G. Schoeck, *Phys. Status Solidi* 32 (1969) 651.]
- Schörnfeld 1997 [B. Schörnfeld. A. Malik. G. Kostorz. W. Bühner and J.S. Pedersen. Guinier-Preston zones in Al- rich Al—Cu and Al-Ag single crystals. *Physica B* 234-236 , PP 983- 985 1997.]
- Seeger 1956 [Seeger (A.), « On the theory of the low temperature internal friction peak observed in metals », *Philosophical Magazine*, 1, p. 651-662 (1956).]
- Seeger 1966 [A.Seeger, and P.Schiller, *Physical Acoustics*, III A, 361 (1966).]
- Simpson 1972 [H. M. Simpson, A. Sosin, *Phys. Rev.* 5 (1972) 1382-1392]
- Soffa 1985 [W.A. Soffa, *Structures Resulting from Precipitation from Solid Solution, Metallography and Microstructures*, Vol 9, ASM Handbook, ASM International, 1985, p 646–650]
- Sorin 2004 [Sorin Ignat, Pierre Sallamand, Dominique Grevey, Michel Lambertin “Magnesium alloys laser (Nd:YAG) cladding and alloying with side injection of aluminium powder” *Original Research Article Applied Surface Science*, Volume 225, Issues 1–4,30 March 2004, Pages 124-134]

- Starink 1998 [M.J. Starink, and A. M. Zahra. β' and β precipitation in an Al-Mg alloy studied by DSC and TEM. Acta Mater Vol 46 N°10 PP 3381-3397, 1998.]
- Starink 1996 [Starink, M.J., and Zahra, A.-M., 1996, Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties, ICAA-5 Conference Proceedings, Grenoble, France, Mater. Sci. Forum, Vols. 217-222, p. 795]
- Starink 1997 [M.J. Starink, and A. M. Zahra. Low temperature decomposition of Al-Mg alloys : GP zones and Li_2 ordered precipitates. Phil. Mag. A Vol 76 PP 701-714 1997.]
- Tan 1990 [Q. Tan and T.S. Ke, Phys. Stat. Sol. (a), 122 (1990) K25.]
- Tan 1991 [Q. Tan and T.S. Ke, Acta Metall. Mater., 39 (1991) 887.]
- Tighouart 1993 [N.Tighouart. H. Yousfi and M. Kadi- Hanifi. Cinétique de précipitation de θ' et γ' dans Al-Cu et Al-Ag. Journal de physique IV. Colloque C7, Supplément au Journal de Physique III, Vol 3, Novembre 1993.]
- Turnbull 1960 [D. Turnbull, H.S. Rosenbaum, H.N. Treafits, Acta. Met. 8 (1960) 277.]
- Walker 1953 [C.B. Walker, A. Guinier: Acta.Met. 1(1953) 568.]
- Wilm 1911 [A. Wilm. – Recherches sur la métallurgie physique des alliages Al-Mg. Métallurgie 8, p. 255-7 (1911)]
- Woïrgard 1976 [Woïrgard (J.), « Modèle pour les pics de frottement interne observés à haute température sur les monocristaux », Philosophical Magazine, 33, p. 623-637 (1976).]
- Youcef 2006 [Youssef KM, Scattergood RO, Murty KL, Koch CC. Scripta Mater 2006;54:251]
- Zahra 1974 [A.M. Zahra et M. Laffitte. Etude microcalorimétrique de précipitation après réversion dans un alliage Al-Cu 4%. Scripta Metallurgique..Vol 8 .PP. 165-168. 1974.]
- Zener 1943 [Zener (C.), « Internal friction of an alphabrag brass crystal », Trans. Amer. Inst. Min. and Metall. Engrs. 153, p. 122-126 (1943).]
- Zener 1947 [C. Zener, Phys. Rev, 71, 34 (1947).]

Références bibliographiques

- Zener 1948 [C. Zener, Elasticity and Anelasticity in Metals, The University of Chicago Press, Chicago, Illinois, USA, 1948]
- Zhou 1992 [X. Zhou, R. Fougères, A. Vincent, in: V.K. Kinra, A. Wolfenden (Eds.), Mechanics and Mechanisms of Materials Damping, ASTM STP 1169, ASTM, Philadelphia, 1992, p. 548. 1911]
- Zhou 2003 [Zhou F, Liao XZ, Zhu YT, Dallek S, Lavernia EJ. Acta Mater 2003;51:2777.]

Résumé

Résumé :

Ce travail consiste à analyser par frottement interne, les mécanismes de précipitation dans trois alliages d'aluminium contenant une phase dispersée : Al-(4.5%wt. Cu), Al-(12%wt. Mg) et Al- (20%at. Ag).

La technique utilisée lors de cette étude est la spectroscopie mécanique isotherme qui consiste à balayer une large gamme de fréquences : 10^{-5} Hz – 50Hz par paliers de températures fixes. Outre le fait qu'elle soit non destructive, son avantage réside dans le fait de pouvoir travailler sur un état structural stable qui n'évolue pas au cours de l'essai.

Les spectres de frottement intérieur obtenus permettent de déterminer les mécanismes à l'origine de l'amortissement observé dans ces alliages, et sont étroitement liés à l'évolution de leur état structural.

Les résultats expérimentaux montrent la présence de deux phénomènes qui se manifestent suivant l'alliage étudié et le traitement qu'il a subi. Le premier est caractéristique d'un mécanisme activé thermiquement : il est associé soit aux sauts atomiques (pic de Zener) soit aux réseaux de dislocations (pic de haute température), alors que le second est révélateur d'un mécanisme non activé thermiquement induit par une transformation de phase réversible localisée aux interfaces précipités-matrice.

Mots clés :

Spectroscopie Mécanique Isotherme, Alliage d'aluminium, Précipité, Recuit, Pic de Relaxation, Etat Structural, Dislocations, Transformation de Phase.

Abstract:

This work consists in analyzing the mechanisms of precipitation on various aluminum alloys containing a dispersed phase by isothermal mechanical spectroscopy: Al-Ag (20%at.), Al-Mg (12%wt.) and Al-Cu (4.5%wt.).

This non-destructive technique has allowed us to determine the origin of the internal friction observed in these alloys and to find a correlation between this phenomenon and the microstructural evolution.

Experimental results show the presence of two phenomena which manifest according to each studied alloy and the underwent treatment. One of the phenomena is characteristic of a thermally activated mechanism, which is related to the Zener effect or to the dislocation interaction with solute atoms. The second one is revealing of a non thermally activated mechanism induced by a reversible phase transformation localized at the precipitates-matrix interfaces.

Keywords :

Isothermal Mechanical Spectroscopy, Aluminium Alloy, Precipitate, Annealing, Relaxation Peak, Structural State, Dislocations, Phase Transformation.

ملخص:

في هذا العمل تمت دراسة ظاهرة الترسبات داخل ثلاث انواع من خلائط الالومنيوم تحتوي على اطوار متفرقة من معادن اخرى : أحادي البلورة ألمنيوم – فضة حيث تمثل الفضة 20% من مجمل ذرات العينة متعدد البلورة ألمنيوم – المغنزيوم حيث تمثل المغنزيوم 12% من مجمل كتلة العينة ومتعدد البلورة ألمنيوم – نحاس حيث يمثل النحاس 4.5% من مجمل كتلة العينة وذلك بواسطة متابعة الاحتكاكات الداخلية.

هذه الدراسة تعتمد اساسا على تقنية التحليل عن طريق المطيافية الميكانيكية ثابتة الحرارة، حيث من خلالها نقوم بمسح مجال واسع من ترددات القوة المطبقة على هذه الخلائط وذلك تحت درجة حرارة ثابتة قصد الحصول على ظواهر الاسترخاء داخل بنية مجهرية مستقرة.

هذه التقنية الغير مدمرة سمحت لنا بتحديد أصل هذا الاسترخاء وإيجاد ترابط بين هذه الظاهرة وتطور البنية المجهرية لهذا الخليط حيث تبين وجود آليتين ينتجان وفقا للعينة المدروسة و المعالجة التي تعرض لها.

أحد الآليات مميزة لفعال نشط حراري ناتج عن فعل زينر أو التفاعل بين الانخلاع و الجزيء أما الثانية تكشف عن آلية غير نشطة حراري ناتجة عن تطور البنية.

كلمات مفتاحية:

التحليل الطيفي الميكانيكي ثابت الحرارة، خلائط، بنية مجهرية، ظاهرة الاسترخاء، فعل زينر، نشط حراري، غير نشط حراري.