

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET

DE LA RECHERCHE SIENTIFIQUE

Université BATNA 1

Faculté des sciences de la Matière

Département de Physique

Thèse de Doctorat en Sciences

Spécialité : Sciences des Matériaux

Intitulée :

Influence de l'évolution de la microstructure sur le Frottement Intérieur observé dans un alliage à transition eutectoïde.

Présentée par Mr. Taabache Salah

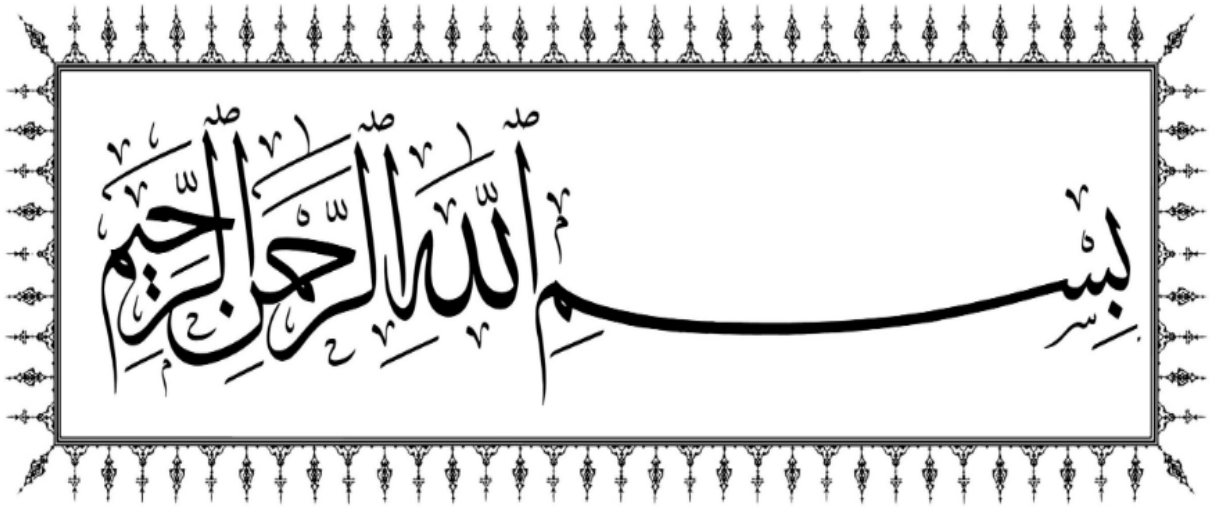
Pour l'obtention du Diplôme de :

Doctorat en Physique

Soutenu le : 08/07/2025

Devant la Commission d'Examen constituée par le Jury :

Membres internes		
Mme Adjadj Fouzia	Pr. Université El Hadj Lakhdar Batna 1	Présidente
Mme Belhas Saida	Pr. Université El Hadj Lakhdar Batna 1	Rapporteur
M. Belgacem Bouzida Aissa	Pr. Université El Hadj Lakhdar Batna 1	Examineur
M. Belamri Chérif	Pr. Université El Hadj Lakhdar Batna 1	Invité
Membres externes		
M. Kaddouri Wahid	Pr. Université Batna 2	Examineur
M. Hayoune Abdelali	Pr. Ecole Nationale Polytechnique de Constantine	Examineur
Mme Belamri Zahira	MC(A). Université Mentouri de Constantine	Examinatrice



Remerciements

Et

Dédicaces

Remerciements

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

* Je tiens avant tout à exprimer ma profonde reconnaissance à ma directrice de thèse Madame **Belhas Saida** Professeure à l'Université de Batna 1 pour son suivi et ses conseils judicieux. Je lui suis très reconnaissant de m'avoir aidé à surmonter les conditions difficiles que j'ai affrontées afin de finaliser ce mémoire.

* J'adresse aussi mes plus vifs remerciements à Monsieur **Belamri Chérif** Professeur à l'Université de Batna 1 qui a accepté notre invitation. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour sa patience, pour son suivi ainsi que pour ses encouragements et ses conseils fructueux.

* J'exprime ma gratitude à Madame **Adjadj Fouzia**, Professeure à l'université de Batna 1, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse. J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur **Belgacem-Bouzida Aissa** Professeur à l'université de Batna 1 d'avoir accepté de participer à mon jury de soutenance afin d'examiner mon travail de recherche.

* Je tiens également à adresser mes remerciements à Messieurs **Kaddouri Wahid** professeur à l'Université de Batna 2 et **Hayoun Abdelali** professeur à l'école national polytechnique de Constantine ainsi qu'à Madame **Belamri Zahira** MC(A) à l'université de Constantine de nous avoir honoré en ayant accepté de participer au jury de soutenance de la thèse en tant que membres externes afin d'examiner et de juger ce travail de recherche.

* Un très grand et très spécial merci à mes parents, mon épouse, et à tous les membres de ma famille.

* Enfin, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribués de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

À mes chers parents,

À mon épouse,

À mes anges : Assim et AbdelMouez.

À mes frères et sœurs.

À tous ceux qui m'ont fait comprendre la science. De mes débuts à qui je suis.

À tous ceux qui ont eu un impact sur ma psyché d'avancer afin de rechercher la connaissance.

**Résumé en trois
Langues**

Résumé

L'alliage Al-51 at% Zn montre une transformation totale du mélange eutectoïde à cette concentration. Il est donc idéal pour étudier l'évolution des phases alpha et bêta en fonction de la température. Dans le présent travail, nous avons clairement démontré une corrélation entre l'évolution de la microstructure observée par microscopie électronique à balayage (MEB) et les résultats obtenus par spectroscopie mécanique isotherme (SMI). Les mesures de SMI sur cet alliage ont été effectuées sur une très large gamme de fréquences (10^{-5} –50 [Hz]) et les résultats obtenus montrent qu'il présente différents pics de relaxation en fonction de la température entre l'ambiante et 540 [K]. Lors du chauffage, deux pics P1 et P2 apparaissent en dessous de la température de transition eutectoïde (550 [K]). Les deux pics sont activés thermiquement ; P1 diminue et disparaît avec l'augmentation de la température de mesure tandis que P2 apparaît et augmente continuellement jusqu'à la température de transition eutectoïde. Ces pics ont été associés à la diffusion d'atomes induite thermiquement à travers l'interface α - β ; cela pourrait correspondre, selon la littérature, à un changement de forme de l'interface lamellaire entre les phases α et β . Les observations MEB ont été réalisées après plusieurs trempes à différentes températures (385 [K], 433 [K] et 493 [K] après un temps de maintien de 2 h 30 min) choisies dans la plage de température d'évolution des pics de frottement interne. Les résultats obtenus nous ont permis d'associer le pic P1 à la structure lamellaire dont la destruction entraîne l'effondrement de P1. Par contre, le pic P2 est associé à la coalescence des globules et à mesure que cette coalescence augmente l'amplitude de ce pic devient plus importante. L'analyse de nos observations MEB a bien mis en évidence les mécanismes de transformation de ce mélange eutectoïde en précisant sans ambiguïté le passage de la structure lamellaire à la structure globulaire puis l'effondrement de cette dernière.

Mots clés : Alliage Al-Zn ; Transition eutectoïde ; Microscopie électronique à balayage (MEB) ; Spectroscopie mécanique isotherme (IMS) ; Structure lamellaire ; Structure globulaire.

Abstract

The eutectoid mixture completely transforms in the Al-51 at % Zn alloy at this concentration. As a result, it is perfect for researching how the alpha and beta phases change with temperature. In the current study, we have successfully shown a relationship between the microstructure's progression as seen by scanning electron microscopy (SEM) and the outcomes of isothermal mechanical spectroscopy (IMS). The alloy underwent IMS measurements throughout an extensive frequency range of 10^{-5} –50 [Hz]. The acquired data indicate that the alloy displays distinct relaxation peaks in relation to temperature, varying between ambient and 540 K. Two peaks, P1 and P2, emerge below the temperature of the eutectoid transition (550 [K]) during heating. P1 drops and vanishes as the measurement temperature rises, but P2 emerges and keeps rising until the temperature at which the eutectoid transition occurs. Both peaks are thermally triggered. These peaks have been linked to thermally driven atom diffusion across the α - β interface; the literature suggests that this might represent a change in the lamellar interface's shape between the α and β phases. Following many quenches at various temperatures (385 [K], 433 [K], and 493 [K] after a holding duration of 2 h 30 min), which were selected in the temperature range of the internal friction peak development, the SEM observations were carried out. Based on the collected data, we were able to link the P1 peak to the lamellar structure, whose breakdown causes P1 to collapse. Conversely, the P2 peak is linked to the coalescence of globules, and its amplitude rises with the degree of this coalescence. The transition from the lamellar structure to the globular structure and the subsequent collapse of the latter have been unambiguously specified by the analysis of our SEM data, which has clearly highlighted the transformation processes of this eutectoid mixture.

Keywords: Al-Zn alloy; Eutectoid transition ;Scanning electron microscopy (SEM); Isothermal mechanical spectroscopy (IMS); Lamellar structure; Globular structure

ملخص

تُظهر سبيكة المنيوم - زنك بنسبة 51% تحولاً كلياً لخليط الأيوتكتويد عند هذا التركيز. ولذلك فهو مثالي لدراسة تطور مرحلتي ألفا وبيتا بدالة درجة الحرارة. في العمل الحالي، أظهرنا بوضوح وجود علاقة بين تطور البنية المجهرية التي لوحظت عن طريق المسح المجهر الإلكتروني (SEM) والنتائج التي تم الحصول عليها عن طريق التحليل الطيفي الميكانيكي متساوي الحرارة (IMS). تم إجراء قياسات IMS على هذه السبيكة عبر نطاق تردد واسع جداً (10⁻⁵ - 50 هرتز) وتظهر النتائج التي تم الحصول عليها قمم استرخاء مختلفة بدلالة درجة الحرارة بين الاعتيادية و540 كلفن. عند التسخين، ظهرت قمتان تظهر P1 و P2 تحت درجة حرارة التحول الأيوتكتويد (550 كلفن). يتم تنشيط كلا القمتين حرارياً. تتناقص P1 وتختفي مع زيادة درجة حرارة القياس بينما تظهر P2 وتزداد بشكل مستمر حتى درجة حرارة الانتقال الأيوتكتويد. ارتبطت هذه القمم بانتشار الذرات المستحث حرارياً عبر الواجهة α - β ؛ يمكن أن يتوافق هذا، وفقاً للأدبيات، مع تغيير في شكل الواجهة الصفائحية بين المرحلتين α و β . تم إجراء ملاحظات SEM بعد عدة عمليات إخماد في درجات حرارة مختلفة (385 كلفن و 433 كلفن و 493 كلفن بعد فترة احتجاز قدرها ساعتين و 30 دقيقة) تم اختيارها في نطاق درجات الحرارة لتطور قمم الاحتكاك الداخلي. سمحت لنا النتائج التي تم الحصول عليها بربط قمة P1 بالبنية الصفائحية التي يؤدي تدميرها إلى انهيار P1. من ناحية أخرى، ترتبط ذروة P2 بالتحام الكريات وكلما زاد هذا التلاحم تصبح سعة هذه الذروة أكثر أهمية. لقد سلط تحليل ملاحظات SEM الخاصة بنا الضوء بوضوح على آليات التحول لهذا الخليط eutectoïde من خلال تحديد دون غموض المرور من البنية الصفائحية إلى البنية الكروية ومن ثم انهيار الأخير.

الكلمات المفتاحية: سبائك الالمنيوم -الزنك; انتقال Eutectoïde؛ المسح المجهر الإلكتروني (SEM)؛ التحليل الطيفي الميكانيكي متساوي الحرارة (IMS)؛ بنية رقائعية؛ بنية كروية.

Sommaire

Tables des matières

<i>Introduction générale</i>	14
<i>Chapitre I : Concept de la phénoménologie et mécanismes physiques à la base du frottement intérieur</i>	
I-I. Concept de la Phénoménologie du Frottement Intérieur.....	20
I-I-1. Introduction.....	20
I-I-2. Définition.. ..	20
I-I-3. Origine physique du Frottement Intérieur	21
I-I-4. Expression du Frottement Intérieur	23
I-I-4-1. Cas des oscillations forcées résonantes.....	27
I-I-4-2. Cas des oscillations libres.....	28
I-I-4-3. Oscillations forcées subrésonantes	29
I-I-4-4. Pic de Frottement Interne	30
I-I-4-5. Mécanismes thermiquement activés	32
I-I-4-6. Mécanismes non activés thermiquement	33
I-I-4-7. Pics élargis.....	34
I-I-5. Fond continu de basse fréquence ou de haute température	35
I-II. Mécanismes Physiques à la base du Frottement Intérieur dans les métaux purs et alliages métalliques.....	36
I-II-1. Introduction	36
I-II-2. Défauts de structure dans les métaux purs et alliages métalliques	37
I-II-3. Frottement Intérieur dû à la présence de défauts ponctuels	38
I-II-3-1. Frottement Intérieur due aux atomes interstitiels	38
I-II-3-2. Relaxation due à la réorientation des paires d'atomes Substitutionnels ...	39
I-II-3-3. Frottement Intérieur due aux joints de grains	40
I-II-4. Frottement Intérieur due aux dislocations	40
I-II-5. Frottement intérieur lié à la transformation par diffusion	42
I-II-5-1. Frottement interne lié à la précipitation	42
I-II-5-2. Frottement interne dû à la relaxation des contraintes d'interface dans les composites à matrice métallique	43
I-II-6. Conclusion	43

Chapitre II : Etude du système Al-Zn

II-I-1. Introduction.....	45
II-I-2. Caractéristiques Physiques Cristallographiques et Mécaniques du Zinc..	46
II-I-3. L'Alliage Al-Zn	47
II-I-3-1. Diagramme d'équilibre du système Al-Zn.....	49
II-I-3-2. Transitions de phase dans le système Al-Zn.	51
II-I-3-3. Microstructure des alliages Al-Zn.	52
II-I-3-4. Précipitation dans le système Al-Zn.....	53
II-I-3-5. Précipitation par décomposition spinodale.	57
II-I-3-6. Durcissement structural par la décomposition spinodale	58
II-II. Synthèse bibliographique sur les Pics de frottement interne observés dans les alliages Al -Zn.....	60
II-II-1. Introduction	60
II-II-2. Mesures du Frottement Int ernes établies sur des pendules classiques en flexion et en torsion	60
II-II-3. Frottement Interne en fonction du temps de vieillissement.....	64
II-II-4. Evolution microstructurale.....	65
II-II-5. Conclusion.....	66

Chapitre III : Techniques Expérimentales

III -1. Introduction.....	68
III -2. Echantillon et traitements thermomécaniques.	68
III -3. Pendule de torsion inversé.....	69
III -3-1. Description.....	69
III -2-2. Système de mesure de frottement intérieur.	73
III -2-3. Traitement de signal	74
III-2-4. Traitement des résultats	74
III-2-4-1. Fond Continu de basses fréquences ou de hautes températures	75
III-2-4-2. Détermination des paramètres de relaxation.	75

III -3. La Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	77
III-3-1. Le principe de la Microscopie Electronique à Balayage	77
III -3-2. Le Microscope Electronique à Balayage (MEB)	78
III -4. Conclusion	80

Chapitre IV : Résultats expérimentaux - Discussion et Interprétation

IV-1. Introduction	82
--------------------------	----

***Partie A : Etude de l'alliage eutectoïde Al-51at%Zn par spectroscopie
mécanique isotherme***

IV-A- 1. Introduction	82
IV-A- 2. Procédure expérimentale.....	82
IV-A- 3. Résultats expérimentaux	83
IV- A - 4. Discussion et Interprétation.....	90
IV-A - 5. Conclusion	91

***Partie B : Observations MEB de la transformation structurale dans l'alliage
eutectoïde Al-51 at% Zn observée en Frottement Interne***

IV- B 1. Introduction.....	93
IV-B -2. Procédure expérimentale	93
IV-B-3. Résultats expérimentaux Discussion et Interprétation	95
IV-B-3-1. Analyse des Observations MEB	95
IV-B -3-1-1. Alliage trempé à 385 [K].....	96
IV-B-3-1-2. Alliage trempé à 433 [K]	96
IV-B-3-1-3. Alliage trempé à 493 [K]	96
IV-B-3-2. Discussion et Interprétation.....	100
IV-B-4. Conclusion	101

<i>Conclusion Générale</i>	102
---	-----

<i>Listes des figures et des tableaux</i>	105
--	-----

<i>Références bibliographiques</i>	109
---	-----

Introduction Générale

Introduction générale

Le but de notre étude est de déterminer expérimentalement l'évolution de la microstructure dans un alliage à transition eutectoïde. Pour ce faire, nous avons considéré l'alliage eutectoïde d'Aluminium Zinc (Al-Zn) : Al-51 at% Zn.

En effet, ces alliages sont sujets à d'importantes transformations microstructurales et représentent, à ce titre, un excellent support pour l'étude du comportement mécanique des matériaux.

Les métaux purs et leurs alliages sont généralement utilisés à grande échelle à des applications ultra variées dans différents domaines industriels. Sachant que les propriétés physico-chimiques d'un matériau dépendent de sa microstructure. Aujourd'hui, l'industrie technologique avancée se concentre sur la recherche de matériaux aux caractéristiques microstructurales uniformes conçus grâce à des méthodes d'excellence performantes.

De ce fait, une connaissance détaillée de la microstructure est l'une des étapes les plus importantes dans la conception des matériaux, grâce à ceci, les alliages métalliques occupent toujours une place prépondérante vu que leurs caractéristiques s'améliorent de jour en jour.

Sachant que l'Aluminium et ses alliages représentent une importante catégorie des matériaux métalliques due à leurs larges applications spécialement dans les domaines aérospatial, automobile et industriel, une connaissance détaillée de leurs microstructures est l'une des étapes les plus importantes dans leurs conceptions. De ce fait, les alliages métalliques en général et surtout ceux de l'Aluminium en particulier occupent toujours une place prépondérante dans ces domaines.

Rappelons aussi que l'obtention d'une microstructure adéquate en vue d'une utilisation spécifique et optimale des alliages étudiés dépend spécifiquement des traitements thermiques et mécaniques considérés. Ces procédés entraînent des conversions de phases en solide, ce qui contribue à la création de composés.

En effet, une solution solide sursaturée de l'alliage Al-Zn évolue vers l'équilibre suivant la séquence:

$\alpha^* \rightarrow \alpha + \text{zones G.P (sphériques)} \rightarrow \alpha + \text{zones G.P (ellipsoïdales)} \rightarrow \alpha + \text{phase métastable R (rhomboédrique)} \rightarrow \alpha + \text{phase métastable } \alpha' \text{ (cubique)} \rightarrow \alpha + \text{phase stable d'équilibre riche en zinc } \beta \text{ (hexagonale)}.$

De plus, la concentration de l'alliage considéré lors de cette étude présente une transformation totale du mélange eutectoïde. Il est donc idéal pour étudier l'évolution des phases Alpha et Bêta en fonction de la température.

Vu l'historique de la mesure du Frottement Interne ou Intérieur (FI) par Spectroscopie Mécanique Isotherme (SMI), cette technique revêt une grande importance pour examiner la solidité de la matière en général et en particulier à celle des métaux purs et alliages vu sa très grande sensibilité aux modifications microstructurales des matériaux. En effet, Il s'agit d'une technique d'analyse indirecte, non nocive et particulièrement réceptive au déplacement des imperfections présentes dans le cristal.

L'amortissement avec le temps des oscillations produites mécaniquement dans un corps solide représente la base de cette technique. En se dissipant, l'énergie élastique de ces oscillations se transforme en énergie thermique d'où la sensibilité au mouvement des défauts existant dans le cristal ; ce qui permet de suivre l'évolution du même échantillon durant des différents traitements thermiques ou mécaniques considérés. Ainsi, elle est à même peut fournir des données essentielles sur la mobilité et l'interaction des imperfections existantes dans le matériau.

Le Frottement Interne est en effet très sensible à la présence de défauts, même si ceux-ci ne sont pas distribués de manière homogène dans l'échantillon, ce qui permet d'observer la microstructure de ces alliages via la progression des spectres. En effet, la transformation de phase se manifeste par des effets anélastiques importants, la SMI s'avère une technique expérimentale intéressante pour caractériser la transition dans les matériaux.

Ainsi, afin de réaliser le but de notre étude expérimentale, l'alliage considéré a été étudié spécifiquement par deux techniques de caractérisation non destructives : En plus de la mesure du (FI) par la Spectroscopie Mécanique Isotherme (SMI), nous avons considéré la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et ce afin de pouvoir visualiser sa microstructure et la comparer aux résultats des mesures de (FI).

Les mesures de Frottement Interne isotherme ont été réalisées à diverses températures y compris celle de la transition eutectoïde dans une très large gamme de fréquences.

En oscillations libres, la SMI est utilisée pour déterminer la fréquence propre dont le carré est proportionnel au module dynamique de l'échantillon.

En oscillation forcées, en balayant une large gamme de fréquences (10^{-5} Hz - 50 Hz) par paliers de températures fixes pour mesurer le frottement intérieur (FI), Ce dernier évalue la faculté d'un matériau solide à dissiper de l'énergie lorsqu'il est exposé à des contraintes périodiques.

L'avantage de cette technique est qu'elle permet de travailler sur des microstructures stables qui ne varient pas durant l'essai. Cela évite d'obtenir des spectres perturbés par les effets transitoires liés aux transformations de phase induites par les variations de température et ainsi d'identifier les véritables phénomènes physiques à l'origine de la relaxation.

A ces deux techniques s'ajoute le travail statistique effectué à l'aide du logiciel Photoshop afin d'exploiter au mieux toutes les observations MEB pour chaque température considérée et suivre ensuite l'évolution des deux structures lamellaire et globulaire de l'alliage étudié.

Ainsi, ce mémoire a été agencé comme suit :

Après le résumé informatif de cette étude en trois langues, le Sommaire détaillé contient l'Introduction générale suivie de quatre chapitres :

- Le premier chapitre regroupe le Concept du Frottement Intérieur et les mécanismes physiques liés à son origine dans les métaux purs et alliages métalliques.
- Le second chapitre correspondant à l'étude du système Al-Zn, regroupe une synthèse bibliographique relative aussi bien aux études microstructurales qu'à celles des mesures de FI établies sur différentes teneurs de Zinc des alliages Al-Zn.
- Le troisième chapitre comporte les protocoles des deux techniques expérimentales utilisées pour la réalisation de cette étude : Le Pendule de torsion inversé pour la SMI et le Microscope Electronique à Balayage pour la MEB.
- Le quatrième et dernier chapitre comporte quant à lui deux parties relatives aux résultats expérimentaux obtenus sur l'alliage étudié par les deux techniques expérimentales considérées soient la SMI et la MEB fournissant une explication adéquate à l'origine des pics de relaxation en fonction de la température suivies d'une interprétation.
- Les chapitres de ce mémoire seront suivis d'une conclusion générale.

Ce mémoire se terminera enfin par les listes des figures, des tableaux et des références bibliographiques consultées.

Les essais de SMI et les observations MEB ont été réalisés au LMPM de l'Institut P prime de l'ENSMA de Poitiers dans le cadre d'une collaboration scientifique avec : Pr. Saida Belhas et le Pr. Chérif Belamri membres de l'équipe 4 du laboratoire PRIMALAB de l'Université Batna1.

La technique de la Spectroscopie Mécanique Isotherme développée au LMPM de l'ENSMA de Poitiers est particulièrement bien adaptée à ce type d'étude. En effet, à faible déformation imposée le balayage en fréquence s'effectue sur un large spectre allant de 10^{-5} [Hz] à 10 [Hz] cela facilite l'étude des fréquences extrêmement basses en se concentrant sur des structures stables dans le domaine anélastique par palier de température choisi suivant les matériaux purs ou alliages considérés.

Chapitre I

*Concept de la
phénoménologie et
mécanismes physiques à
la base du Frottement
Intérieur*

I-I. Concept de la Phénoménologie du Frottement Intérieur :

I-I-1. Introduction :

Le concept du Frottement Interne (FI) a été largement repris et détaillé en phénoménologie dans plusieurs études dont nous pouvons citer :

[S. Derdour 2007, A. Kabbab 2010, S. Taabache 2010, A. Bendaas 2010, A. Daamouche 2011, D. Belamri 2013, N. Benyahia 2013]

Le Frottement Intérieur est l'une des méthodes expérimentales les plus efficaces pour détecter les changements dans la microstructure. Cette technique repose sur le principe selon lequel des oscillations artificiellement générées dans un solide s'amortissent avec le temps, l'énergie élastique de ces oscillations se transformant en chaleur. Les divers mécanismes par lesquels l'énergie élastique est convertie en chaleur sont regroupés sous le terme général de Frottement Intérieur (F.I.).

La capacité des matériaux à dissiper l'énergie des oscillations élastiques, sans engendrer de défauts structurels ni de ruptures pendant leur utilisation (comme c'est le cas pour les pales de turbines dans les centrales électriques ou les parois de tubes de transport, etc.), peut être évaluée par la méthode du F.I., tant en milieu industriel qu'en laboratoire.

Le taux d'amortissement d'un matériau peut être caractérisé par la quantité d'énergie relative Ψ dissipée dans celui-ci durant un cycle d'oscillation.

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

Où δ désigne le décrément des oscillations amorties de l'échantillon, ΔW représente l'énergie dissipée lors d'un cycle d'oscillation, et W fait référence à l'énergie élastique de l'échantillon, qui est liée à l'amplitude de la contrainte appliquée.

I-I-2. Définition :

Le Frottement Intérieur (F.I) représente un indicateur relatif de la dissipation d'énergie mécanique au sein d'un matériau soumis à des sollicitations périodiques de faible amplitude. Cette dissipation d'énergie peut se manifester de deux manières :

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

Les mécanismes fondamentaux à l'origine de ce phénomène se divisent en deux catégories: les effets d'hystérésis, qui dépendent peu de la fréquence mais fortement de l'amplitude des vibrations, et les effets de relaxation, qui entraînent des "pics" d'amortissement en fonction de la fréquence de sollicitation.

Si la déformation appliquée est une déformation sinusoïdale (**Figure I-1-a**) de pulsation ω et d'amplitude ε_0 , on l'écrit comme suit :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}_0 \sin \omega t \quad (\text{I.2})$$

Pour un matériau complètement élastique : $\boldsymbol{\sigma} = E \boldsymbol{\varepsilon}$

La contrainte résultante est également sinusoïdale (**Figure I-1-b**), ayant la même fréquence et étant en phase avec la déformation :

$$\boldsymbol{\sigma} = E \boldsymbol{\varepsilon}_0 \sin \omega t \quad (\text{I.3})$$

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

Avec une viscosité dynamique η , la contrainte résultante est également sinusoïdale et de la même fréquence (**Figure I-1-c**), mais elle est en quadrature de phase par rapport à la déformation.:

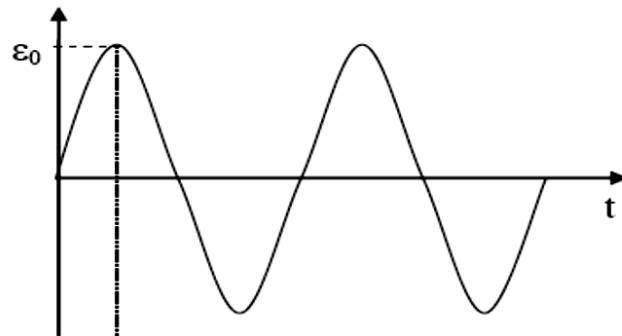
$$\boldsymbol{\sigma} = \eta \omega \boldsymbol{\varepsilon}_0 \sin \left(\omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (\text{I.4})$$

Dans le cas qui nous concerne, celui d'un matériau viscoélastique (**Figure I-1-d**), la contrainte présente un déphasage compris entre 0 et $\pi/2$, désigné par φ et appelé angle de perte. [C. Zener 1948].

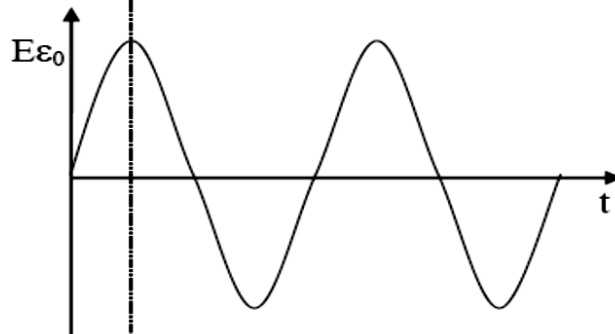
I-I-3. Origine physique du Frottement Intérieur :

Tous les atomes d'un cristal, qu'il soit parfait ou imparfait, sont retenus dans des sites énergétiquement favorables, c'est-à-dire dans des puits de potentiel (**Figure I-2**). Pour qu'un atome diffus, c'est-à-dire passe d'un puit de potentiel à un autre, il faut lui apporter l'énergie nécessaire pour surmonter la barrière de potentiel ΔG . Deux sources d'énergie contribuent à cela : la force externe appliquée par l'expérimentateur et l'énergie thermique.

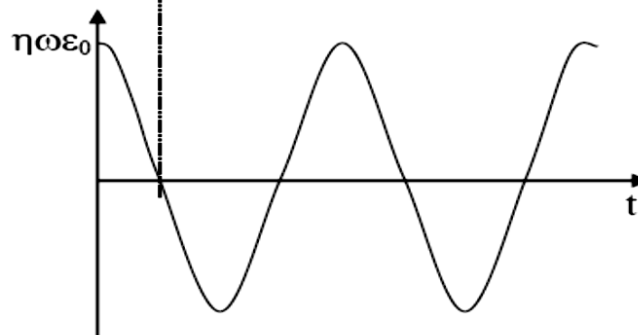
a- Déformation appliquée.



b- Réaction d'un matériau
Purement élastique.



c- Réaction d'un matériau
Purement visqueux.



d- Réaction d'un matériau
Purement viscoélastique.

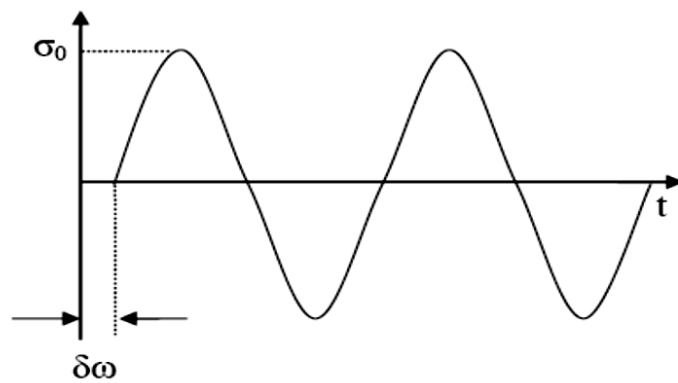


Figure I-1. Réaction d'un matériau face à une déformation imposée en fonction de sa nature.

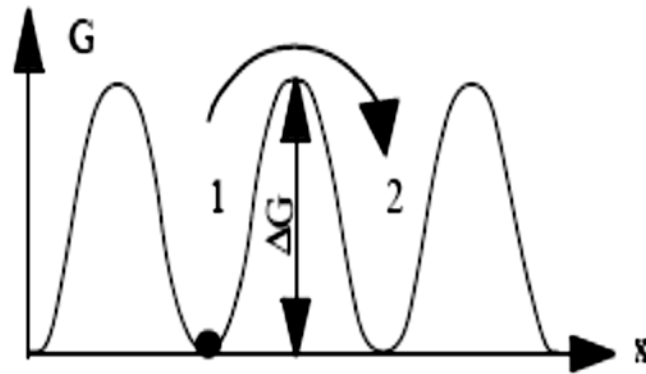


Figure I-2 : Schéma de la répartition de l'énergie libre G dans un cristal. L'atome positionné en 1 doit surmonter la barrière énergétique ΔG pour se déplacer vers la position 2.

L'effet de l'énergie thermique se manifeste clairement à travers la diffusion : les atomes ne sont pas statiques, mais vibrent dans leurs puits de potentiel avec une fréquence et une amplitude qui dépendent de la température (l'amplitude est nulle à $T = 0$ K). Cette amplitude varie d'un atome à l'autre et suit la distribution de Boltzmann. À chaque température supérieure à zéro, il existe donc une probabilité non nulle que certains atomes puissent diffuser, et cette probabilité augmente avec la température. Ce phénomène de diffusion illustre un processus thermiquement activé.

Concernant le mécanisme de Snoek, Pour réorienter le dipôle élastique, les atomes doivent se diffuser., ce qui le rend également thermiquement activé. Ainsi, le temps de relaxation du pic de Snoek variera avec la température, car les atomes auront davantage de facilité à migrer d'un site à l'autre à des températures élevées qu'à des températures basses.

Il est important de noter que tous les mécanismes présents dans un cristal ne sont pas nécessairement thermiquement activés, même s'ils dépendent de la température. Deux exemples de mécanismes dépendants de la température mais non activés thermiquement incluent :

- Le pic de Frottement Interne associé à la transition de phase martensitique – austénitique.
- Le pic de Frottement Interne lié à la précipitation.

I-I-4. Expression du Frottement Intérieur :

Le temps nécessaire pour que l'équilibre interne d'un solide soit adapté aux changements des conditions externes est exprimé par un déphasage φ entre la contrainte et la déformation. Dans le cadre d'une sollicitation sinusoïdale, le frottement interne associé se traduit par $Q^{-1} = \text{tg } \varphi$.

Étant donné que le modèle rhéologique linéaire de Zener décrit de manière satisfaisante le comportement anélastique des métaux, deux scénarios se présentent.

Lors de l'application d'une déformation sinusoïdale :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(t) = \boldsymbol{\varepsilon}_0 \cos \omega t$$

La solution est de la forme :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cos(\omega t + \varphi) \quad (\text{I-5})$$

De la même manière, lors de l'application d'une contrainte sinusoïdale :

$\boldsymbol{\sigma}(t) = \boldsymbol{\sigma}_0 \cos \omega t$; la solution de l'équation est de la forme :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \varphi) \quad (\text{I-6})$$

a) Pour l'équation (I-5), On peut écrire :

$$\sigma = \sigma_0 \cos \varphi \cos \omega t - \sigma_0 \sin \varphi \sin \omega t \quad (\text{I-7})$$

La contrainte peut donc être envisagée comme étant composée de deux éléments :

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

Ainsi, deux modules seront définis :

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

$$E' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) \cos \varphi \quad (\text{I-8})$$

- L'autre noté E'' en quadrature de phase avec la déformation. E'' est désigné comme le module de perte, car il représente l'énergie dissipée sous forme visqueuse dans l'échantillon :

$$E'' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) \sin \varphi \quad (\text{I-9})$$

L'équation (I-7) devient alors :

$$\sigma = \varepsilon_0 E' \cos \omega t - \varepsilon_0 E'' \sin \omega t \quad (\text{I-10})$$

Avec :

$$\tan \varphi = \frac{E''}{E'} \quad (\text{I-11})$$

La notation complexe simplifie la représentation des propriétés mécaniques dynamiques des matériaux viscoélastiques :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i \omega t \quad (\text{I-12})$$

$$\sigma^* = \sigma_0 \exp i (\omega t + \varphi) \quad (\text{I-13})$$

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

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

Cela explique pourquoi E' et E'' sont également désignés comme la partie réelle et la partie imaginaire du module dynamique.

b) Dans le cas d'un matériau viscoélastique de Zener, lorsque l'on applique une contrainte sinusoïdale :

$$\sigma^* = \sigma_0 \exp i \omega t \quad (\text{I-14})$$

L'équation $\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = M_R(\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon})$ admet une solution de la forme :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp i (\omega t - \varphi) \quad (\text{I-15})$$

A partir les équations (I-14) et (I-15), l'équation $\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = M_R(\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon})$ devient :

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

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

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

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

$$\tan \varphi = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} = \frac{M_U - M_R}{M_R} \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (\text{I-16})$$

$$\text{Avec: } \omega^2 = \tau_\sigma \tau_\varepsilon$$

De la même façon, Lorsqu'une déformation sinusoïdale est mise en œuvre, la solution de l'équation (I-12) se présentera sous la forme (I-13). L'équation qui en découlera sera la même que celle (I-16).

Dans ce modèle, l'état du solide est décrit dans le système (σ, ε) par un point se déplaçant sur une ellipse à une vitesse angulaire ω (**voir Figure I-3**).

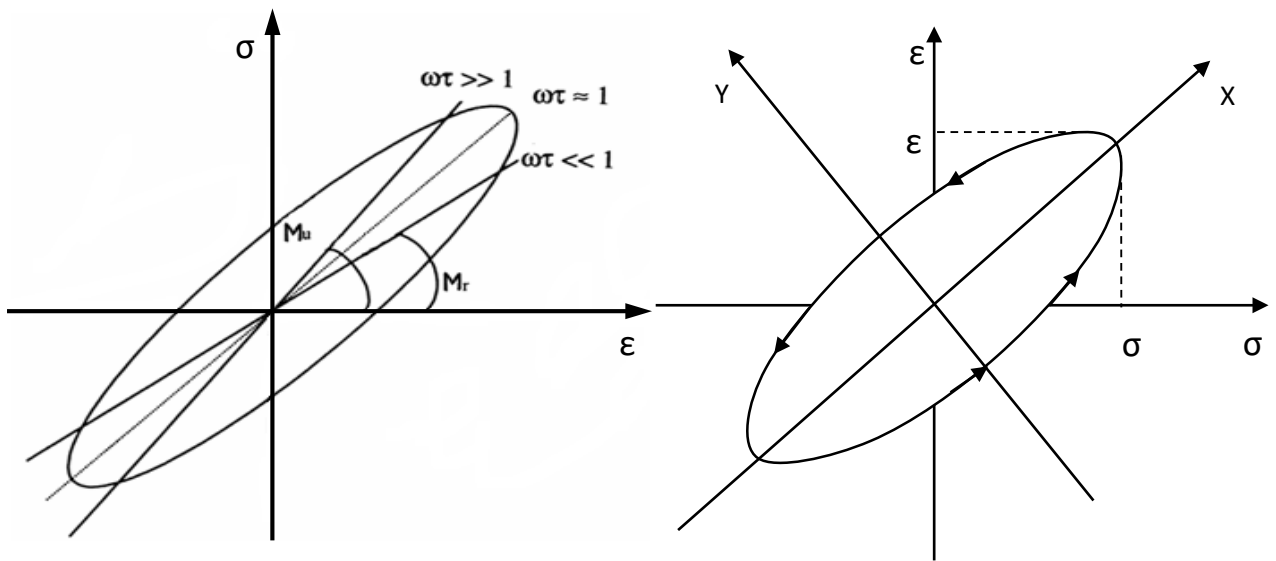


Figure I-3 : Cycle contrainte-déformation.

En effet, il est possible d'écrire:

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_0 \cos(\omega t + \frac{\varphi}{2}) \\ \varepsilon = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \frac{\varphi}{2}) \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t + \frac{\varphi}{2}) \\ \varepsilon = \varepsilon_0 \exp(i\omega t - \frac{\varphi}{2}) \end{cases}$$

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

$$\begin{cases} \frac{\sigma}{\sigma_0} = \cos \omega t \cos \frac{\varphi}{2} - \sin \omega t \sin \frac{\varphi}{2} \\ \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \cos \omega t \cos \frac{\varphi}{2} - \sin \omega t \sin \frac{\varphi}{2} \end{cases}$$

Ainsi :

$$\begin{cases} \frac{\sigma}{\sigma_0} + \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = 2 \cos \omega t \cos \frac{\varphi}{2} \Rightarrow \cos \omega t = \frac{\sigma \varepsilon_0 + \varepsilon \sigma_0}{2 \sigma_0 \varepsilon_0 \cos \frac{\varphi}{2}} \\ \frac{\sigma}{\sigma_0} - \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = 2 \sin \omega t \sin \frac{\varphi}{2} \Rightarrow \sin \omega t = \frac{\varepsilon \sigma_0 - \sigma \varepsilon_0}{2 \sigma_0 \varepsilon_0 \sin \frac{\varphi}{2}} \end{cases}$$

D'où :

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

Si nous posons :

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

Nous aurons :

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

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

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

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

I-I-4-1. Cas des oscillations forcées résonantes :

[A.S. Nowick 1972, M.S. Blanter 2007]

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

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

$$\text{Avec : } \begin{cases} \varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \varphi) \\ \sigma(t) = \sigma_0 \cos \omega t \end{cases}$$

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

$$\Delta W = - \int_0^T \sigma\varepsilon_0\omega \sin(\omega t - \varphi) dt$$

$$= -\sigma_0\varepsilon_0\omega \int_0^T \cos\omega t \sin(\omega t - \varphi) dt$$

$$= -\sigma_0\varepsilon_0\omega \left[\cos\varphi \int_0^T \cos\omega t \sin\omega t dt - \sin\varphi \int_0^T \cos^2\omega t dt \right]$$

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

$$\text{Alors : } \Delta W = \sigma_0\varepsilon_0\pi \sin\varphi$$

(I-17)

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

W désigne l'énergie élastique maximale emmagasinée durant d'un cycle :

$$W = \oint \sigma d\varepsilon = \oint E \varepsilon d\varepsilon = \frac{E \varepsilon_0^2}{2} = E \varepsilon_0 \frac{\varepsilon_0}{2} = \sigma_0 \frac{\varepsilon_0}{2} \quad (\text{I-18})$$

L'angle de déphasage, aussi connu sous le nom d'angle de pertes lorsqu'il est faible, désigne la quantité d'énergie dissipée au cours d'une période de vibration:

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

On a donc :

$$Q^{-1} = \sin \varphi \approx \operatorname{tg} \varphi \quad (\text{I-19})$$

Si φ est très petit, il est possible de considérer, $\sin \varphi$ et $\operatorname{tg} \varphi$.

I-I-4-2. Cas des oscillations libres : [A.S. Nowick 1972, M.S. Blanter 2007]

On mesure le Frottement Intérieur Q^{-1} en utilisant le décrétement logarithmique δ de l'amplitude, ce dernier est défini par le rapport :

$$\delta = \ln \left(\frac{\sigma_{\text{MAX}}^N}{\sigma_{\text{MAX}}^{N+1}} \right)$$

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

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

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

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} \quad (\text{I-20})$$

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

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

Pour les faibles amortissements : $\cos \phi \approx 1$

$$\Leftrightarrow \delta = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W} \quad (\text{I-21})$$

Les relations précédentes indiquent que le frottement interne, causé par le 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 proportionnelle au module dynamique.

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

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:

$$f_r^2 \propto G$$

I-I-4-3- Oscillations forcées subrésonantes :

[A.S. Nowick 1972, M.S. Blanter 2007]

Contrairement aux oscillations forcées résonnantes, 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 exciteur σ et le signal résultant ε (ou inversement) ce qui donne la relation directe:

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

I-I-4-4. Pic de Frottement Interne : [A.S. Nowick 1972, M. S. Blanter 2007]

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

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

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

Où : J' est la complaisance dynamique réelle.

J'' est la complaisance dynamique imaginaire (voir la relation : (I-10)).

Dans le modèle de Zener, la réponse dynamique des matériaux définie par les équations :

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

$J''(\omega)$ passe par un maximum pour $\tau_\sigma = 1$, valeur pour laquelle $J'(\omega)$ passe par un point d'inflexion (**Figure I-4**).

Le frottement interne s'écrit :

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

Soit avec :

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

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

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

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

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

Elle est représentée en fonction de $\log(\omega\tau)$ par un pic symétrique de Debye situé sur $\omega\tau = 1$ et avec une largeur à mi-hauteur de 1.144 et une hauteur de $\frac{\Delta}{2}$.

La raison pour laquelle il y a un tel pic est la suivante :

- Lorsque la fréquence est extrêmement élevée, la contrainte évolue trop rapidement par rapport au temps nécessaire pour atteindre l'équilibre, ce qui entraîne un comportement principalement élastique du matériau et entraîne un frottement interne nul.
- En cas de faible fréquence, le mécanisme de relaxation se produit quasiment entièrement à chaque cycle et il n'y a pas de déphasage.

Quand le temps de vibration est proche du temps de relaxation, le déphasage, c'est-à-dire le frottement interne, est maximal.

La relaxation de la viscoélasticité est associée à une variation de la déformation en fonction du temps en raison de variables thermodynamiques autres que la contrainte.

Celle-ci, en plus de produire la déformation $\varepsilon_{\text{él}}$, ce qui entraîne une modification de la valeur d'au moins une de ces variables. La déformation $\varepsilon_{\text{anél}}$ survient alors lorsque le système retrouve un nouvel état d'équilibre.

Un exemple courant est celui où le système évolue par diffusion (d'atomes isolés ou en groupe, thermique, magnétique...) et est activé par l'énergie thermique.

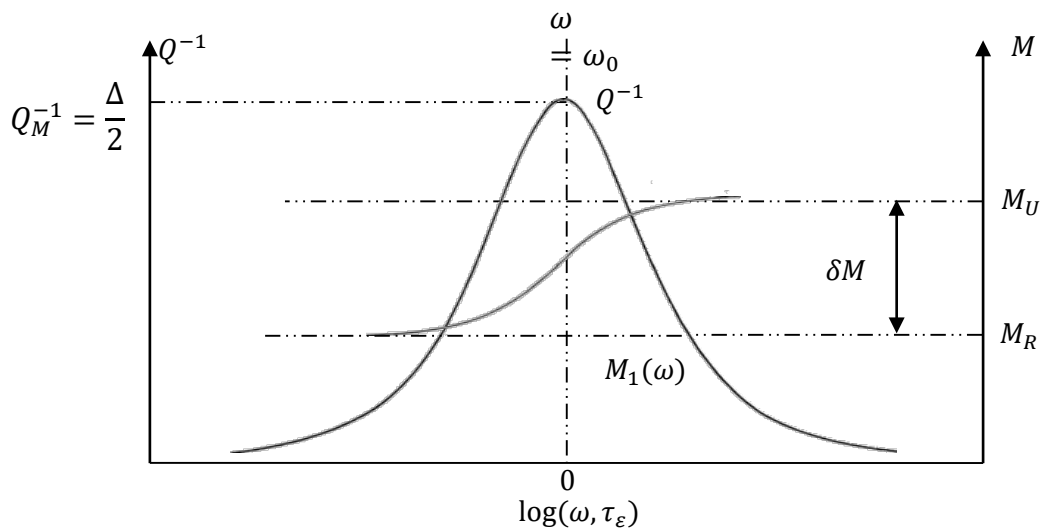
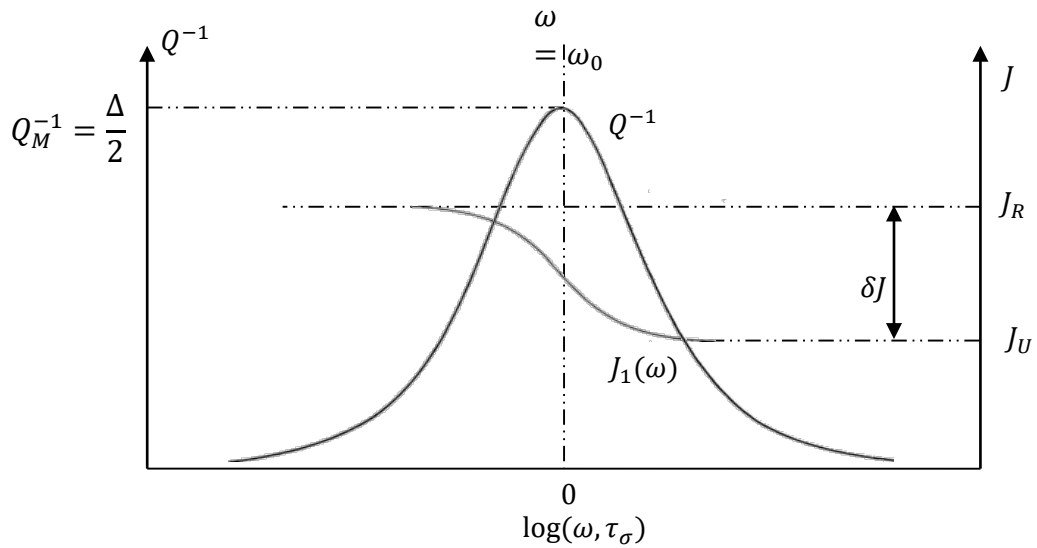


Figure I-4 : Réponse dynamique du solide linéaire standard de Zener.

[J. F. Delorme et al 1971]

I-I-4-5. Mécanismes thermiquement activés :

Dans ce cas, on détermine le temps de relaxation τ du mécanisme qui provoque la relaxation en fonction de la température, conformément à la loi d'Arrhenius:

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

Avec :

τ_0 (s) : Temps de relaxation limite.

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

T (K) : Température absolue.

$K = 1.380658 \times 10^{-23}$ [J] [K⁻¹] (Constante de Boltzmann).

Dans le diagramme $(\ln \omega, \frac{1}{T})$ on peut observer une droite dont la pente est proportionnelle à l'énergie d'activation H et dont l'ordonnée initiale permet de calculer τ_0 . Ces droites sont tracées en utilisant les couples (N_p, T_p), N_p et T_p qui représentent respectivement la fréquence et la température du maximum du pic de relaxation. La linéarité entre $\omega\tau$ et $\frac{1}{T}$ est exprimée par la loi d'Arrhenius, ce qui permet de passer de la fréquence à la température. Pour étudier un pic de relaxation, il est théoriquement possible de procéder à un balayage de fréquence à température fixe ou à un balayage de température à fréquence fixe. Cependant, cette dernière approche ne sera pertinente que si l'échantillon ne subit aucune transformation lors des variations de température et si le mécanisme fondamental de relaxation demeure identique dans la plage de températures où le pic de relaxation se manifeste.

Effectivement, la relaxation maximale est définie par $\omega_p \cdot \tau = 1$ pour chaque température de mesure : $\ln(\omega \cdot \tau) = \ln(\omega \cdot \tau_0) + \frac{H}{R} \cdot (\frac{1}{T})$

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

La linéarité entre ω et $\frac{1}{T}$ est exprimée par la loi d'Arrhenius, ce qui permet de passer de la fréquence à la température. Pour étudier un pic de relaxation, il est donc théoriquement envisageable de travailler en balayage de fréquence à température fixe ou en balayage de température à fréquence fixe. Ce dernier cas ne sera acceptable que si l'échantillon ne subit aucune évolution lors du changement de température et si le mécanisme élémentaire de relaxation demeure identique dans le domaine de températures où le pic de relaxation se manifeste.

I-I-4-6. Mécanismes non activés thermiquement :

Sur les spectres de frottement intérieur isothermes des mécanismes non activés thermiquement apparaissent aussi des Pics mais dont les maximums se trouvent à la même fréquence pour différentes températures de mesure. Ce phénomène apparaît généralement dans les alliages à durcissement structural.

I-I-4-7. Pics élargis :

Le modèle standard du solide viscoélastique de Zener représente un mécanisme élémentaire avec un seul temps de relaxation. Cependant, dans la plupart des cas, les pics de relaxation observés sont généralement plus larges qu'un pic de Debye.

On suppose alors que ces pics sont constitués de plusieurs pics alignés, ou qu'il y a un spectre continu de temps de relaxation. Dans cette situation, il est essentiel d'introduire une fonction de distribution normalisée du temps de relaxation.

La distribution Gaussienne a été développée par Nowick et Berry [**A.S. Nowick et al 1972**] en se basant sur la distribution statistique des temps de relaxation autour d'une valeur moyenne la plus probable. D'autres auteurs se sont servi d'une distribution de Fuoss-Kirkwood qui offre l'avantage d'avoir une solution analytique. La recherche récente de J-J. Martinez-Vega et A. Rivière [**J-J. Martinez-Vega et al 2000**] a démontré que des mécanismes de corrélation entre mécanismes de relaxation entraînaient un pic dont la forme (hauteur et largeur) dépendait fortement de la température de mesure.

Dans ces situations, et bien que la loi d'Arrhenius soit mise en application, les paramètres de relaxation (énergie d'activation et temps de relaxation limite) tirés de la droite d'Arrhenius ne seront pas directement associés aux caractéristiques du mécanisme fondamental qui sert de fondement à la relaxation. Pour pallier aux problèmes des pics élargis, [**C. Belamri et al 2012**] ont développé une technique de décomposition des pics élargis en pics symétriques de Debye basée sur la distribution Gaussienne (**Figure I-5**).

Cette technique facilite la représentation de la droite d'Arrhenius relative à chaque pic de relaxation ce qui permet ainsi de déterminer correctement les paramètres de relaxation se rapprochant plus des différents mécanismes élémentaires à la base du Frottement Intérieur.

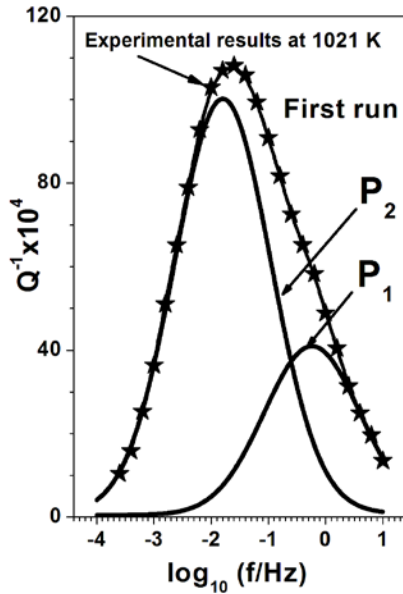


Figure I- 5 : Décomposition du maximum apparent du pic de FI élargi en deux pics de Debye après suppression du Fond continu de basses fréquences.
Pic de FI d'un Monocristal de Cu-9% at Al de relaxation symétriques. [C. Belamri et al 2012]

I-I-5. Fond continu de basse fréquence ou de haute température :

En général, les spectres de frottement intérieur à haute température révèlent un fond continu de type exponentiel.

La détermination des paramètres de relaxation (énergie d'activation et temps de relaxation limite) est extrêmement difficile en raison de la présence de ce fond continu.

Les recherches menées par J. Friedel [J. Friedel et al 1955], [J. Woiregard et al 1974] sur ce fond continu conduisent à une loi de variation de la forme :

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

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

Ces résultats sont en accord avec la théorie de Scholey et al. [G. Schoek et al 1964] qui affirme que le fond continu est le pied d'un pic élargi situé à une température très élevée ou à une fréquence très basse, dont l'expression est :

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

Où : n est un coefficient associé à l'élargissement du pic. Généralement $n = 1/2$, ce qui est parfaitement compatible avec : $H_F = 0.5H_V$.

Ce pic a été révélé par Gerland [M. Gerland 1979], puis récemment par A. Rivière [A. Rivière 2004] grâce à des essais isothermes effectués à très basse fréquence.

Afin de pouvoir déterminer correctement les paramètres de relaxation de chaque pic de FI observé, il est nécessaire de soustraire le fond continu de basse fréquence ou haute température. Une méthode rigoureuse de soustraction du fond continu de basse fréquence à basse ou à haute température de mesure (**Figure I-6**) a été mise au point et détaillée sur des monocristaux de Cu 7 at % Al par [S. Belhas et al 2009].

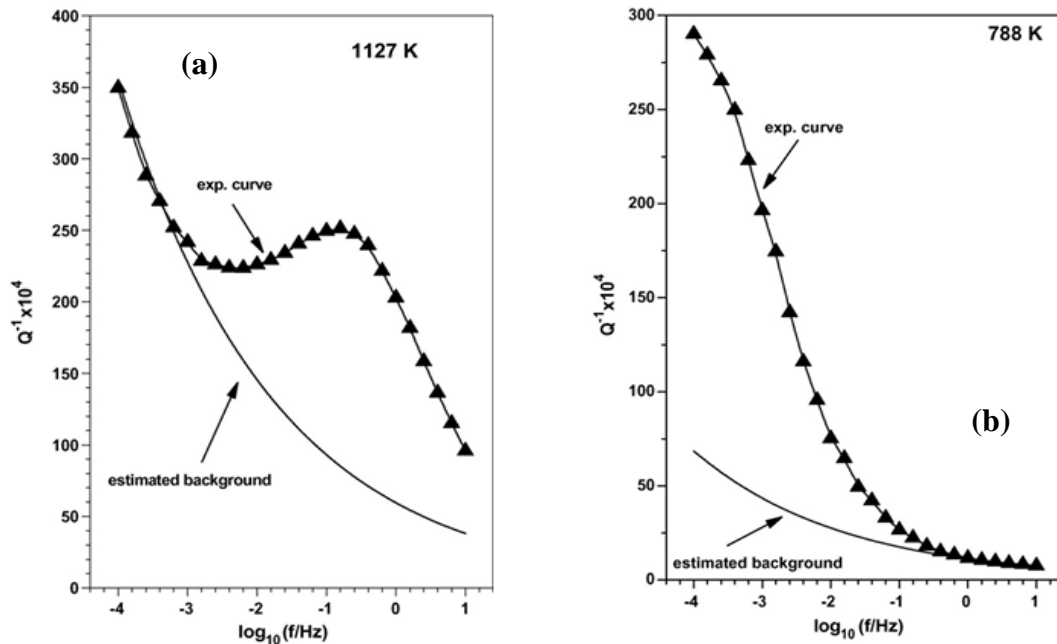


Figure I-6 : Détermination du Fond Continu de basses fréquences.

I-II. Mécanismes Physiques à la base du Frottement Intérieur dans les métaux purs et alliages métalliques :

I-II-1. Introduction:

Dans un solide, le temps de relaxation τ , l'énergie d'activation apparente H , la largeur du pic à mi-hauteur et le fond continu de basses fréquences sont des facteurs qui renseignent sur les phénomènes physiques à l'origine du frottement interne.

Les phénomènes anélastiques peuvent-être soit activé soit non activé thermiquement. Le premier est appelé phénomène de relaxation dû soit au mouvement des dislocations, soit au mouvement atomique, et le second est dû à la précipitation.

Les phénomènes de la relaxation ne se limite pas uniquement aux matériaux polycristallins [T.S. Kê 1947] puisque lors de l'étude de monocristaux [J. Woirgard 1974] montra la présence de pics de Frottement Interne ayant des caractéristiques identiques à ceux observés sur des polycristaux et attribua les pics de haute température à des mouvements de dislocations.

I-II-2. Défauts de structure dans les métaux purs et alliages métalliques :

Les matériaux solides sont composés d'un ensemble d'atomes. Dans toutes les structures cristallines, ces atomes s'organisent selon des règles strictes de cristallographie.

"Défaut de structure" désigne un écart à la structure périodique établie par la cristallographie ; de tels défauts existent dans les cristaux dits réels.

Il existe plusieurs types de défauts de structure (macles, joints de grain, précipités, impureté substitutionnelles, lacune, substitution, dislocation, ...) classés suivant leurs géométries respectives en: défauts ponctuels (lacunes, interstitiels, ...), défauts linéaires (dislocation), défauts bidimensionnels (macles, joints de grain), ou défauts tridimensionnels (précipités).

- Les défauts ponctuels peuvent être intrinsèques, liés à des atomes habituellement présents dans le cristal, ou extrinsèques, causés par des impuretés.
- L'augmentation de l'énergie interne du cristal et la différence dans sa forme macroscopique sont dues à des défauts structuraux qui causent la formation de dislocations dans le cristal.

En résumé, le mouvement des défauts internes a donc une influence sur la déformation du solide.

En conclusion, les défauts ont principalement un effet sur les domaines de l'élasticité, la plasticité et de l'anélasticité des matériaux. En ce qui concerne la plasticité, les changements majeurs causés par les défauts sont l'aptitude à la déformation plastique (déplacement des dislocations à une distance considérable) et l'accroissement de la limite élastique (épinglage des dislocations). L'anélasticité est affectée par la déformation anélastique (réversible et non instantanée) ainsi que par les changements des caractéristiques d'amortissement causés par les mouvements des défauts sous une contrainte. De multiples mécanismes ont été liés aux pics de frottement interne observés dans ce type de matériaux.

D'un point de vue microscopique, les raisons du frottement intérieur sont aussi diverses que variées. Il est attribué à des mouvements de défaut du réseau cristallin dont on peut citer :

- La relaxation des joints de grains.
- La relaxation due à la présence de défauts ponctuels simples :
- Réorientations des paires de défauts ponctuels :
- La relaxation des dislocations.
- Précipités.
- Les transformations de phase, etc.
- La relaxation des contraintes d'interface dans les composites.

Les métaux, notamment les métaux purs, sont très vulnérables aux traitements thermomécaniques tels que l'écrouissage, la trempe et le recuit. De cette façon, les formes des dislocations introduites par écrouissage ou modifiées grâce aux traitements thermiques contribuent de manière significative au frottement interne. Ainsi, les causes du frottement intérieur sont aussi diverses que variées.

I-II-3. Frottement Intérieur dû à la présence de défauts ponctuels :

Le frottement interne peut être causé par un défaut ponctuel qui provoque localement une distorsion ayant une symétrie inférieure à celle du réseau.

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

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

I-II-3-1. Frottement Intérieur due aux atomes interstitiels:

Prenons l'exemple de la relaxation de Snoek [**J.L. Snoek1941**] qui se produit dans des alliages d'insertion dans des systèmes cubiques centrés. Les atomes en insertion occupent des sites octaédriques qui sont dissymétriques : on les appelle X, Y ou Z en fonction de leur déformation par rapport aux directions [100], [010] ou [001]. La mise en place d'une contrainte, et une traction suivante [001], favorisera des conditions stériques plus avantageuses pour les sites de type Z. Dans la direction [001], les atomes interstitiels qui

occupent les sites X et Y auront tendance à se déplacer (par saut atomique) vers les sites Z voisins qui sont inoccupés, ce qui entraînera une déformation supplémentaire anélastique. **[Martinez-Vega et al 2000]**.

Les calculs effectués par Huntington **[T.S. Kê 1947]**, ont montrés que les sites $(1/2, 1/2, 1/2)$ d'un CFC ne sont pas stables c'est-à-dire que l'interstitiel et l'un des atomes du réseau forment un doublet, une telle configuration présente une symétrie de type tétragonal $\langle 100 \rangle$ d'où le phénomène de relaxation par réorientation sous l'action d'une contrainte.

I-II-3-2. Relaxation due à la réorientation des paires d'atomes

Substitutionnels:

Dans le cas d'une solution solide de substitution, la dissymétrie sera apportée par une paire d'atomes de substitution. Ces paires, dont la direction est distribuée de manière aléatoire en l'absence de contrainte, tendront à s'orienter sous l'action d'une contrainte.

Ce type de relaxation est appelé « la relaxation de Zener », ce phénomène a été observé pour la première fois par Zener sur un échantillon monocristallin de laiton à 30 % de Zinc **[C. Zener1943]**.

Ainsi, outre la théorie de Zener **[C. Zener1943]**, il existe celles de Le Claire **[A.D. Le Claire et al 1954]** et de Nowick **[A.S. Nowick 1961]** 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 menées sur différents alliages par plusieurs auteurs **[S. Belamri 1993]**, **[A. Rivière et al 1996]** et **[A. Rivière 1996]** 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.

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

I-II-3-3. Frottement Intérieur due aux joints de grains :

Les faibles tensions de cisaillement dans les métaux polycristallins provoquent une dissipation d'énergie de type visqueux aux joints de grains en raison de la mobilité relative des joints de grains. Ce phénomène de relaxation a été découvert pour la première fois par Kê en 1947. [T. S. Kê 1947].

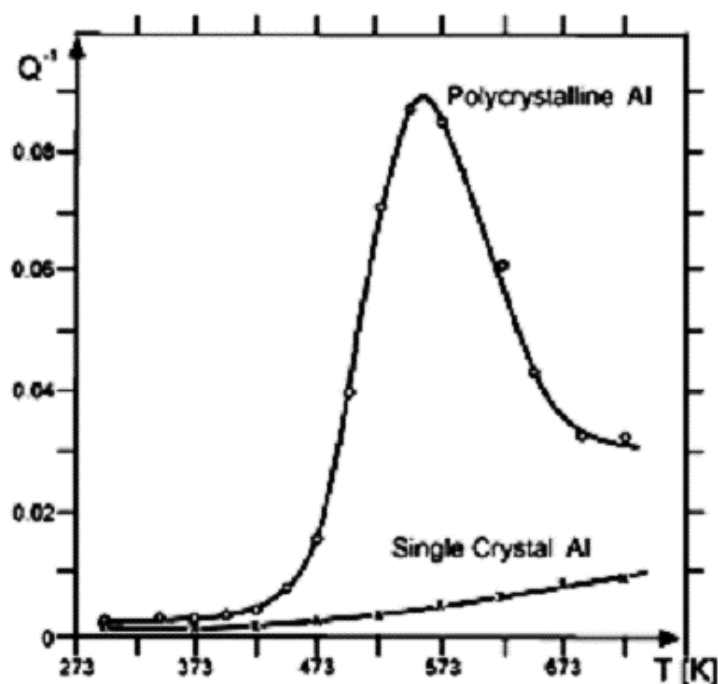


Figure I-7 : Pic de joint de grain “pic de Kê” dans l’Aluminium polycristallin

Cette théorie a été remise en question suite à la découverte des pics de frottement interne par Woïrgard [J. Woïrgard 1974] sur des monocristaux de métaux purs. Ces pics, présentant des caractéristiques similaires à ceux observés dans les polycristaux, ont été attribués par l’auteur à des mouvements de dislocations.

I-II-4. Frottement Intérieur due aux dislocations :

Les dislocations sont des défauts linéaires dont la longueur peut atteindre des dimensions macroscopiques. Elles se distinguent par leurs déformations et leurs champs de contrainte complexes. En général, leur mouvement est déclenché par un gradient d'énergie, qui peut résulter soit de :

✓ De la zone de contraintes qui entoure la dislocation elle-même.

✓ D'une sollicitation extérieure exercée sur le solide.

Les mesures d'amortissement sur les métaux purs et alliages sont très vulnérables aux traitements thermomécaniques (écrouissage et recuits) comme nous l'avons vu précédemment.

De cette manière, les formes des dislocations introduites par écrouissage ou modifiées par recuit jouent un rôle important dans le frottement interne.

Le phénomène de relaxation a été observé pour la première fois par Bordoni [**P.G Bordoni 1954**] puis par Seeger [**A. Seeger 1956**], illustré par un pic à basses températures, a été lié au mouvement des dislocations le long des plans denses par le biais de déplacements de décrochements.

Le mouvement des dislocations n'a été isolé des joints de grains qu'à partir de 1974 [**J. Woirgard 1974**], lorsque des pics de frottement intérieur ont été observés sur des monocristaux de métaux de haute pureté [**J. Woirgard 1976**]. La migration des crans géométriques le long des dislocations par diffusion lacunaire a été responsable de ces pics de relaxation.

Si les contraintes sont faibles, il est possible que les dislocations se retrouvent bloquées sur d'autres défauts (tels qu'un précipité, un interstitiel avec un faible coefficient de diffusion, une autre dislocation non-glissement...) et limitent ainsi leur mouvement à de petits déplacements. Ainsi, l'arrivée de la dislocation provoquera une déformation anélastique du cristal. La dislocation revient à sa position d'équilibre lorsque la contrainte est relâchée, sous l'effet de la tension de ligne, pour réduire sa longueur. Ce mouvement est l'un des facteurs qui contribuent à l'élongation des métaux. Si la contrainte cyclique est présente, ce mouvement des dislocations va entraîner une perte d'énergie (travail des forces qui agissent sur la dislocation) et entraîner un écart entre la contrainte et la déformation. [**W. Benoit et al 1982**].

À une température élevée [$T > 0.3 T_F$ (T_F température de fusion)], des pics associés à des mécanismes de relaxation dans les empilements de dislocations ou les interactions entre les atomes de solutés ont également été identifiés par divers auteurs sur des monocristaux et des polycristaux de divers métaux [**J. Woirgard 1976 - W. Benoit et al 1982 - C. Belamri 2012**], pour ne mentionner que ceux-là. Cependant, certains de ces pics avaient initialement été attribués à des mécanismes de relaxation liés aux joints de grains. La liste des auteurs ayant contribué dans ce domaine ne sera donc pas contenue dans ce paragraphe ni dans ce mémoire.

A cet effet, divers modèles théoriques ont été suggérés. Les auteurs ont pris en considération les mouvements des dislocations intergranulaires ou intra granulaires. Rivière a présenté une description exhaustive et détaillée de ces modèles. [A. Rivière 2004].

I-II-5. Frottement intérieur lié à la transformation par diffusion :

Cette transformation peut être divisée en deux groupes :

La précipitation « discontinue » se produit dans les régions proches de l'interface mobile, ce qui entraîne des changements de structure et des variations de composition. Jusqu'au passage de cette interface, la phase mère est presque inchangée et la transition est alors complète (les réactions eutectoïdes font partie de cette catégorie). La composition moyenne de la phase mère change de manière continue lors de la précipitation "continue", jusqu'à atteindre la valeur d'équilibre, et les modifications structurelles sont localisées à l'interface matrice précipité.

I-II-5-1. Frottement interne lié à la précipitation :

Le frottement interne est aussi très sensible aux modifications structurelles.

Les recherches sur le frottement intérieur dans des systèmes comportant une phase dispersée, où un ou plusieurs phénomènes de relaxation ont été observés, ont souvent abouti à des résultats contradictoires.

Le défi majeur consiste à classer et expliquer ces phénomènes, et à déterminer si cet effet est causé par les tensions liées aux déformations des précipités, au mouvement des interfaces semi-cohérentes, à la relaxation des dislocations entourant les précipités, ou s'il s'agit d'un phénomène à l'échelle atomique, comme la réorientation des paires d'atomes (relaxation de Zener). En comparaison avec les études expérimentales, peu de travaux théoriques ont été réalisés sur le comportement anélastique des alliages présentant une phase dispersée.

L'origine du frottement interne dans les alliages à phase dispersée a été abordée dans différentes théories dont certaines ont été reprises et résumées clairement par Benyahia [N. Benyahia 2013].

Rivière [A. Rivière 2000] montre clairement que la Spectroscopie Mécanique Isotherme (SMI) met en évidence la transformation de phase avec les effets non thermiquement activés.

Ainsi, l'analyse du frottement intérieur permet d'approfondir notre compréhension de la corrélation entre la microstructure et les autres caractéristiques des matériaux.

Il existe de nombreuses études menées sur le frottement interne associé à la transformation de phase, qui varient en fonction des différents alliages qui présentent cette transformation, ainsi que de la technique de mesure utilisée.

I-II-5-2. Frottement interne dû à la relaxation des contraintes d'interface dans les composites à matrice métallique :

La Spectroscopie Mécanique ou la mesure du FI a été utilisée pour mettre en évidence les mécanismes de relaxations relatifs à l'interface matrice renforts.

Les études menées sur différents Composites à Matrice Métallique (CMM) [J. Weertmann 1953] , [C. Belamri 2012] et [A. Rivière 2004] ont montré que le mécanisme de relaxation a pour origine le mouvement des segments de dislocations à l'intérieur des empilements situés à l'interface.

Effectivement, les dislocations produites dans la matrice à partir de l'interface lors de cycles thermiques sont la principale cause d'amortissement, ce qui rend la technique de mesure du FI non seulement parfaitement adaptée à l'étude des phénomènes de relaxation, mais aussi un puissant outil de contrôle non destructif des dommages aux composites.

I-II-6. Conclusion :

La technique de la Spectroscopie Mécanique 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 particulièrement caractéristiques. C'est une méthode de caractérisation du comportement mécanique des matériaux qui donne l'accès à une connaissance globale des matériaux étudiés. Vu les mécanismes physiques qui ont été démontrés à sa base, elle permet ainsi par la mesure de grandeurs macroscopiques d'obtenir des renseignements sur les propriétés microscopiques des matériaux étudiés.

Chapitre II

Etude du système Al-Zn

II-I-1. Introduction :

Les alliages Al-Zn (Aluminium-Zinc) sont des matériaux métalliques constitués principalement d'aluminium et de Zinc. Ils sont reconnus pour leur combinaison unique de légèreté et de résistance mécanique, ce qui en fait des choix privilégiés dans diverses applications industrielles.

Le développement des alliages Al-Zn remonte aux années 1930, avec des avancées significatives dans leur formulation et leur traitement thermique au fil des décennies.

Leur popularité a considérablement augmenté avec les progrès technologiques, en particulier dans les domaines de l'aéronautique et de l'automobile.

Pour leur légèreté et de leur résistance à la corrosion, les alliages Al-Zn sont largement utilisés dans des secteurs tels que :

- Aéronautique : Pour les structures aériennes, où la résistance à la traction et la légèreté sont critiques.
- Automobile surtout dans la fabrication de composants légers pour améliorer l'efficacité énergétique.
- Électronique : Pour les boîtiers et les composants structurels.
- Construction : Dans des applications nécessitant une bonne résistance à la corrosion.

Les avantages les plus importants dans l'utilisation des alliages Al-Zn étant :

- La légèreté : Les alliages Al-Zn sont plus légers que de nombreux autres métaux, ce qui aide à réduire le poids des structures à construire.
- La résistance à la corrosion : L'ajout de zinc améliore la résistance à la corrosion, particulièrement dans les environnements humides.
- Les propriétés mécaniques sont améliorées et ce suivant les traitements thermiques considérés qui permettent dans beaucoup de cas d'optimiser les propriétés mécaniques, offrant ainsi une grande polyvalence d'utilisation.

Il existe aussi des inconvénients dans l'utilisation des alliages Al-Zn dont on peut citer :

La sensibilité à la corrosion galvanique : La présence d'autres métaux dans l'alliage peut être sujette à la corrosion galvanique.

- Fragilité à haute température : Leur résistance peut diminuer à des températures élevées, limitant certaines applications.

II-I-2. Caractéristiques Physiques Cristallographiques et Mécaniques du

Zinc :

Depuis l'antiquité, le Zinc est un matériau ancien qui est connu [J. M. Hau 2010].

Le minerai de Zinc était déjà employé avec le minerai de cuivre et d'étain pour la production d'alliages de bronze et de laiton avant d'être reconnu sous sa forme métallique.

C'est au cours du 18^e siècle que la métallurgie du Zinc prend réellement forme. En 1742, Malouin réalisa la découverte des propriétés protectrices du Zinc sur le fer et, en 1743, William Champion ouvrit la première fabrique de Zinc métal à partir de calamine à Bristol en Angleterre. Les substances industrielles importantes du Zinc comprennent l'oxyde, le chlorure, le sulfure et le sulfate.

Le Zinc est le troisième métal (après le fer et le cuivre), un métal bleu-gris brillant, qui est fragile et cassant à température ambiante. Il est également malléable et ductile entre 100 °C et 150 °C.

Le zinc possède cinq isotopes stables : ^{64}Zn (48,9 %), ^{66}Zn (27,8 %), ^{67}Zn (4,1 %), ^{68}Zn (18,6 %) et ^{70}Zn (0,5 %) ; La masse atomique moyenne du zinc est d'environ 65,38 [g. mol⁻¹] [Wikipédia]

Ce métal, souvent choisi en raison de sa capacité à résister à la corrosion atmosphérique, est donc principalement employé pour la galvanisation et comme additif dans les bronzes et laitons.

Le Zinc occupe actuellement la troisième place parmi les métaux non ferreux.

L'industrialisation du monde moderne a entraîné une augmentation de la consommation de zinc dans divers secteurs tels que le transport, les infrastructures, les bâtiments et l'équipement industriel, en raison notamment de ses caractéristiques chimiques.

La galvanisation du Zinc à chaud est l'une des méthodes les plus couramment employées pour prévenir la corrosion des aciers à travers le monde. La réaction métallurgique entre le zinc et le fer de l'acier, lors de l'immersion des pièces dans le bain de zinc, est à l'origine des qualités intrinsèques de ce revêtement.

De manière générale, les caractéristiques du Zinc existent sur beaucoup de sites dont [Wikipédia], nous avons regroupé dans le **Tableaux II-1** ses caractéristiques atomiques, physiques et cristallographiques [J. M. Hau 2010].

Ses caractéristiques mécaniques quant à elles dépendent fortement de sa composition et des conditions de laminage. Par exemple, un Zinc pur à 99,99 laminé admet une résistance mécanique R égale à 11 [MPa], tandis que le zinc laminé contenant de faibles quantités

de Cuivre et de Titane admet une résistance mécanique R de l'ordre de 16,5 [MPa], une Dureté Vickers de 30 et une Résistance à la traction de 90 [MPa]. Son module d'élasticité est de l'ordre de 78 [GPa] et sa charge de rupture varie entre 300 et 450 [MPa].

Caractéristiques atomiques		
Numéro atomique		30
Rayon atomique	Nm	0,138
Masse atomique	$g \times mol^{-1}$	65.37
Masse Volumique	Kg/m^3	7150
Valence		2
Caractéristiques physiques et cristallographiques		
Structure		Hexagonal Compact
Temperature de fusion	$^{\circ}C$	420
Point ebullition	$^{\circ}C$	907
Densité à 20 $^{\circ}C$	$g \times cm^{-3}$	7,13
Volume molaire	$m^3 \times mol^{-1}$	$9,16 \times 10$
Conductivité thermique à 20 $^{\circ}C$	$W \times m^{-1} \times K^{-1}$	116
Conductivité thermique 20 $^{\circ}C$	$W. m^{-1}. K^{-1}$	116
Résistivité électrique	$N \Omega \times m$	59
Capacité thermique massique.	$J K^{-1} kg^{-1}$	380

Tableau II -1 : Caractéristiques atomiques - Caractéristiques physiques et cristallographiques du Zinc.

II-I-3. L'Alliage Al-Zn:

Comme mentionné précédemment, les alliages Aluminium-Zinc sont classés dans la série 7000. Ils constituent une partie importante des alliages usinés, l'élément d'alliage principal de cette série 7000 étant le Zinc (Zn).

Vu les caractéristiques du Zinc mentionnées ci-dessus ; ces alliages sont également utilisés comme revêtement anticorrosion sur les tôles de différents aciers Ils présentent également un intérêt essentiel car le Zinc, un élément hexagonal compact (HCP), peut être ajouté à l'Aluminium (CFC) jusqu'à un taux très élevé de 94 wt. %, tout en préservant la structure cubique à faces centrées (CFC) de ce dernier.

Les caractéristiques varient considérablement en fonction de leur présence ou non, en particulier en ce qui concerne la résistance à la corrosion et la soudabilité.

Ils sont les plus performants en résistance mécanique $R_m = 430 \text{ MPa}$ ils sont beaucoup plus fréquents en produits de corroyages qu'en fonderie [**B. Dubost 1991**].

Globalement, les alliages de cette série admettent des caractéristiques mécaniques remarquables ; il s'agit d'alliages d'aluminium à haute résistance. Ces excellentes caractéristiques mécaniques sont malheureusement obtenues au détriment de la résistance à la corrosion. Afin de renforcer la résistance à la corrosion, il est nécessaire de réaliser ce qui est connu sous le nom de sur-revenu ou revenu à double palier (T7), sachant que ce traitement provoque une diminution des caractéristiques mécaniques.

Les alliages de la série 7000 (Al-Zn) sont des alliages à durcissement structural et offrant ainsi des propriétés mécaniques et structurelles exceptionnelles. Ces alliages peuvent ainsi offrir une combinaison intéressante de résistance mécanique et de ductilité.

Aussi, le système Al-Zn est très adapté et particulièrement intéressant pour l'étude de la microstructure et des transitions de phase, surtout à l'état sursaturé, et ce suivant la composition et le traitement thermique appliqué. Avec différents pourcentages de Zn dans l'Al, l'alliage Al-Zn a été étudié durant plusieurs années par de nombreux auteurs. Ces derniers ont appliqué des méthodes expérimentales très différentes ainsi que des considérations théoriques spécifiques et ce suivant les alliages considérés afin d'expliquer les phénomènes observés.

D'après [**Željko Skoko et al 2009**], l'essentiel des connaissances recueillies se trouve dans une monographie complète éditée par **H. Löffler** qui contient environ 700 références dont nous citerons certains travaux ci-dessous. La solubilité du Zinc dans l'Aluminium est la plus grande parmi tous les éléments, ceci est évidemment dû au fait que le Zinc dans l'Aluminium ne forme pas de phases intermétalliques ou, en d'autres termes, l'interaction entre les atomes d'Aluminium et de Zinc est assez faible. À température ambiante, la solubilité du Zinc dans l'Aluminium est de 0,85 at%, et celle de l'Aluminium dans le Zinc est inférieure à 0,5 at%. Le rayon atomique de Al est de 0,143 nm, tandis que celui de Zn est de 0,134 nm,

cette différence de 7 % environ admet une grande influence sur la microstructure des alliages Al-Zn et Zn-Al.

Les alliages Al-Zn ou Zn-Al peuvent se rapprocher progressivement (asymptotiquement) de l'état d'équilibre après, par exemple, une trempe rapide et un vieillissement prolongé à la température ambiante. Ce processus peut être accéléré à une température de trempe plus élevée, par exemple plusieurs dizaines de degrés Kelvin au-dessus de la température ambiante.

Dans un tel état, l'alliage contient deux phases :

- ✓ α -phase (CFC, la matrice, M) contenant un pourcentage de 99 at% Al et de 1 at% Zn.
- ✓ β -phase (Hexagonale, les précipités), souvent désignée dans la littérature comme β (Zn), ayant un pourcentage de 99,5 at% Zn et de 0,5 at% Al. On dit que la phase α (M/ β) est en équilibre avec la phase β .

II-I-3-1. Diagramme d'équilibre du système Al-Zn :

Les transformations dans les alliages Al-Zn se manifestent par la création de phases métastables, qui sont influencées par la vitesse de trempe, la température d'homogénéisation et la concentration de l'impureté (concentration de l'alliage). On sait que les alliages du système Al-Zn ne sont pas homogènes après trempe en raison de la grande lacune de miscibilité que présente son diagramme d'équilibre (**Figure II -1**).

Les variations de concentration observées dans la matrice CFC sont appelées des précipités métastables de type zones de Guinier-Preston (GPz). Le diagramme d'équilibre de l'alliage Al-Zn met en évidence le processus de transition de phases très différentes en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement.

Le système Al-Zn est un système eutectique caractérisé par une large solubilité du Zinc dans l'Aluminium, La solubilité maximale du Zinc dans l'Aluminium est de 67% à la température eutectique de 381°C – 654 [K]. La solubilité maximale de la solution solide (β) riche en Zn est de 2,8 % à la température eutectique et présente une structure cristalline hexagonale compacte (HCP).

La lacune de miscibilité se trouve dans le domaine de la phase α entre 277°C – 550 [K] et 351,5°C – 625 [K].

Le diagramme d'équilibre ci-dessous (**Figure II -1**) de l'alliage Al-Zn comporte :

- ✓ Une solution solide α de structure cubique à face centrée (CFC), (84% en poids de Zinc à $382^\circ - 655$ [K] et à $20^\circ\text{C} - 293$ [K]).
- ✓ Un point eutectique à $381^\circ\text{C} - 654$ [K], après solidification de l'alliage Al-94%Zn, la structure est composée de deux phases : une phase β riche en Zinc de structure HCP et une phase α' riche en Aluminium de structure CFC.
- ✓ Un point eutectoïde à $277^\circ\text{C} - 550$ [K] et 77.7% Zn

A la température ambiante, la solubilité du Zinc dans l'Aluminium est de 0.85%, tandis que celle de l'Aluminium dans le Zinc est moins de 0.5% [H. Löffler 1995]. La solubilité du Zinc dans l'Aluminium augmente avec la température et atteint 67% à $357^\circ\text{C} - 630$ [K], elle est la plus élevée parmi tous les éléments d'alliages d'Aluminium. La solution solide se forme à la température T_{ss} (température de la solution solide). Par exemple, pour l'alliage Al-39.5at%Zn $T_{ss} = 327^\circ\text{C}$. [U.K. Malhotra et al 1972], [Y. Torisaka et al 1991]

Selon [H. Löffler et al. 1991], les réactions de précipitation dans les échantillons trempés Al-Zn sont tout à fait possibles à température ambiante sans aucun traitement thermique.

Avec la diminution de la température, la solubilité du Zinc dans l'Aluminium diminue et au-dessus de $277^\circ\text{C} - 550$ [K], la phase α' se décompose par réaction monotectoïde en cristaux α riches en aluminium et en cristaux β riches en zinc. Cette décomposition est accompagnée d'un changement de volume et la variation dimensionnelle peut aller jusqu'à 0.08%.

En résumé, l'alliage Al-Zn est intéressant en raison de la grande lacune de miscibilité que son diagramme d'équilibre présente et de l'apparition de phases thermodynamiquement métastables après trempe et revenu. Théoriquement, la décomposition de la solution solide peut se produire soit par germination et croissance. [A.H. Geisler 1949], [G. Bolze 1972] soit par décomposition spinodale [K.E. Hensger 1977], [D.A. Porter 1974].

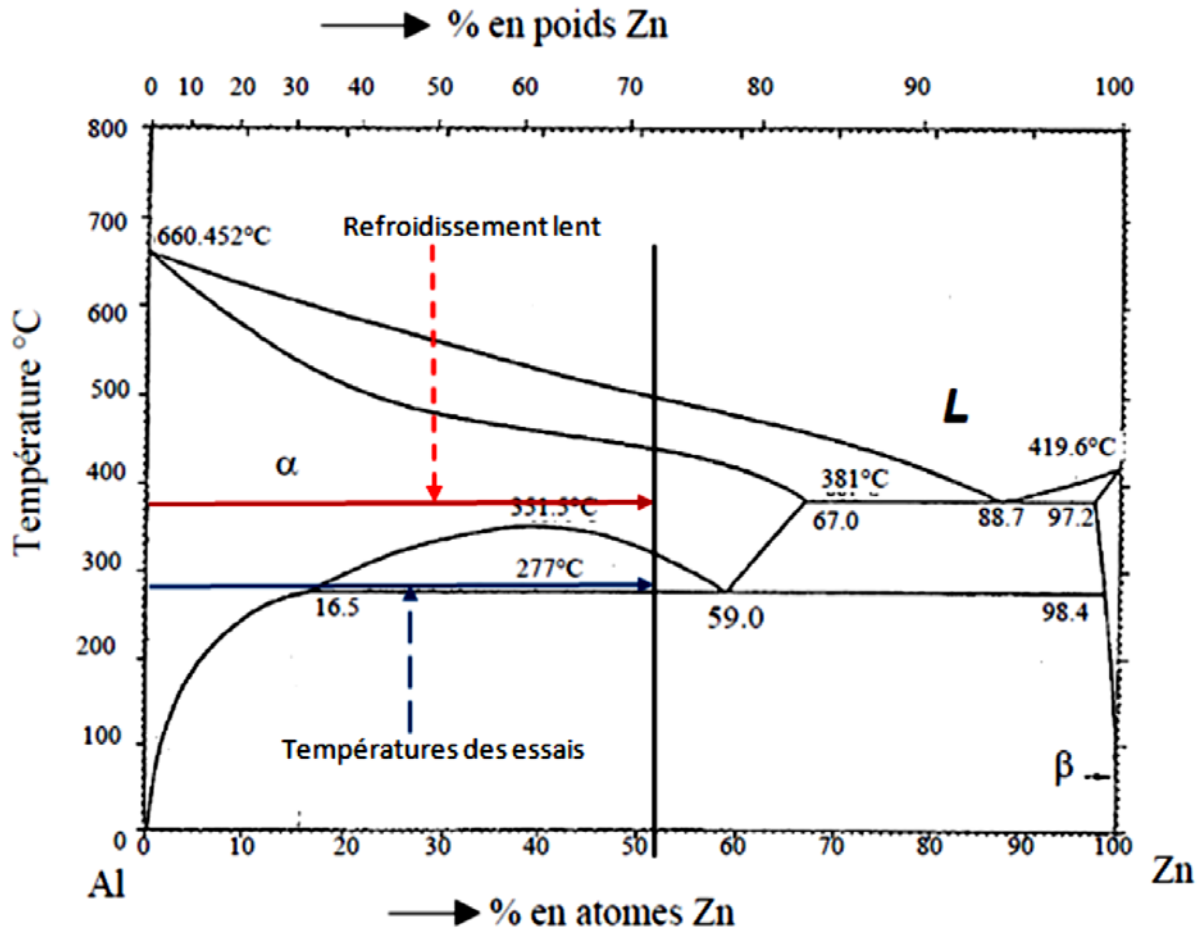


Figure II -1 : Diagramme d'équilibre des phases du système Al-Zn

[T.R. Anantharaman 1973].

II-I-3-2. Transitions de phase dans le système Al-Zn :

Les transitions de phase et la formation de solutions solides à températures élevées dans des alliages Al-Zn ayant 8, 24, 40, 48, 54 et 62 at% de Zinc ont été suivies in situ par diffraction des rayons X sur des échantillons en poudre [Stanko Popović et al 2000]. Dans l'état d'équilibre à température ambiante, après trempe à partir de la température de la solution solide et vieillissement prolongé, ces alliages sont des systèmes à deux phases : phase α (FCC, avec 99 at% d'Al) et phase β (hcp, avec plus de 99,5 at% de Zn).

À mesure que la température de l'alliage précédemment recuit augmentait, une diminution des intensités maximales des lignes de diffraction s'est produite en raison de l'augmentation des amplitudes de vibration thermique. De plus, un décalage des lignes de diffraction dû à la dilatation thermique a été observé. La phase β présentait une anisotropie de dilatation

thermique, celle-ci étant plusieurs fois plus grande le long de l'axe c que le long de l'axe a. Une dissolution partielle de la phase β dans la phase α a commencé à ≈ 490 [K]. Pour les alliages avec 24, 40 et 48 at% Zn, la transition de phase $\beta \rightarrow \alpha'$ (FCC) a eu lieu à ≈ 550 [K]. La phase β n'était pas présente au-dessus de 555 [K]. À 560 [K], le paramètre de maille unitaire de la phase α' était plus petit de 0,9 % que celui de la phase α . À mesure que la température augmentait encore, les phases α et α' fusionnaient et la solution solide, SSS (CFC), se formait. Pour les alliages ayant 54 et 62 at% Zn, la forme des précipités de phase β changeait lors du chauffage. Au-dessus $T' \approx 550$ [K], une transition partielle $\beta \rightarrow \alpha'$ a eu lieu. La phase α a disparu à ≈ 650 K, la phase α' restant en coexistence avec la phase β . La phase β a finalement disparu à environ 700 K et la phase α_{SS} s'est formée. Dans le cycle de refroidissement, une hystérésis de température dans les transitions de phase d'inversion a été observée. Lors d'un chauffage répété du même échantillon, un retard de température dans les transitions de phase de plusieurs dizaines de [K] a eu lieu. Les résultats obtenus indiquent que des corrections mineures dans le diagramme de phase du système Al-Zn sont nécessaires.

II-I-3-3. Microstructure des alliages Al-Zn : [Z. Skoko et al 2009]

Les auteurs ont réalisé une étude détaillée de la microstructure des alliages Al- Zn par diffraction des rayons X sur poudre et Microscopie électronique. Des alliages de compositions différentes (variant jusqu'à 65 % atomique de Zn) ont été trempés rapidement à partir de la température de la solution solide et vieillis à température ambiante ou à température élevée. Ces alliages étaient des solutions solides sursaturées qui se décomposaient et atteignaient lentement leur état d'équilibre [H. Löffler 1995], [S. Popovic 1995]. Les atomes de Zinc ne forment pas de phases intermétalliques avec les atomes d'Al en raison de la faible interaction mutuelle. La différence de rayon atomique des deux éléments (0,143 nm pour Al et 0,134 nm pour Zn) a une influence importante sur la microstructure des alliages Al- Zn. L'état d'équilibre d'un alliage Al- Zn peut être atteint après un vieillissement prolongé.

Dans cet état, l'alliage contient deux phases, à savoir la phase α CFC de la matrice (M), contenant 1 at% Zn, et la phase HCP β (Zn) des précipités contenant 0,5 at% Al. Cela signifie que la solubilité solide mutuelle du Zn et de Al à température ambiante est faible. La solubilité solide de Zn dans Al augmente avec la température et atteint environ 67 at% à environ

655 [K]. Lors des essais de la diffraction des rayons X, les échantillons ont été exposés à l'air (10^5 Pa), mais conformément aux études précédentes les résultats ne dépendaient pas de la pression de l'air (entre 10^{-3} et 10^5 Pa). Aussi, les auteurs ont réalisé des études de microscopie électronique à transmission (MET) et de microscopie électronique à transmission haute résolution (METHR). Ces études ont permis aux auteurs d'obtenir de nombreuses nouvelles, concernant la teneur en Zinc de la matrice (M) et des précipités (P), en contact avec M, sur les contraintes se produisant aux interfaces M/P, sur le paramètre de maille de M et la phase d'équilibre $\beta(\text{Zn})$, sur la stabilité des zones GP, la dissolution et les transitions de phase associées se produisant dans le système, ainsi que sur la taille, la forme et l'orientation des précipités. Les résultats obtenus indiquent un comportement différent des alliages Al-Zn, ayant des teneurs initiales en Al et Zn similaires, par rapport à celui qui est prédit par le diagramme de phase accepté dans la littérature [Ž. Skoko et al 2001]

II-I-3-4. Précipitation dans le système Al-Zn :

L'étude de la précipitation dans les alliages Al-Zn est un sujet important en métallurgie, vu que ces alliages admettent de bonnes propriétés mécaniques, notamment une très bonne résistance à la corrosion et une bonne légèreté.

La précipitation augmente aussi la dureté et la résistance à la traction, mais une trop forte précipitation peut entraîner une réduction de la ductilité.

Pour ce système d'alliages, la précipitation se produit lorsque des atomes de Zinc se regroupent, formant des particules intermétalliques. Aussi, elle peut être influencée par des facteurs tels que la température, le temps de vieillissement et la vitesse de refroidissement.

Étant donné que dans les alliages Al-Zn, les transformations se traduisent par la création de phases métastables qui réagissent aux vitesses de trempe, à la température d'homogénéisation et à la concentration de l'alliage, la précipitation dans ce système d'alliage a fait l'objet d'études variées sur plusieurs teneurs de ses différentes séries ce qui a contribué à la compréhension des différents mécanismes et cinétiques de cette réaction.

Les techniques telles que la microscopie électronique à balayage (MEB) et la diffraction des rayons X (DRX) sont souvent utilisées pour étudier la morphologie et la structure des précipités.

En résumé, il est essentiel d'examiner la précipitation dans les alliages Al-Zn afin d'améliorer leurs performances dans différentes applications industrielles.

L'auteur [**L.E. Larsson 1967**] a examiné les limites de solubilité des phases métastables et stables, ainsi que la cinétique de différents processus de vieillissement du système Al-Zn par des méthodes de résistivité, de calorimétrie et de microscopie dans un domaine de concentration s'étendant de 1 à 65% Zn. Les données généralement acceptées concernant la limite de solubilité des phases stables sont en accord. Expérimentalement, il a été confirmé l'hypothèse d'une extension métastable en dessous de la température monotectoïde de l'intervalle de solubilité. Les conditions de trempe ont joué un rôle dans l'étude des phénomènes de pre-precipitation et de précipitation en transformation isotherme dans un domaine de températures étendu. Il n'y a que deux mécanismes de diffusion distincts.

Un de ces processus, lié à la pre-precipitation, est lié au mouvement des lacunes et se déroule en trois étapes distinctes. Le deuxième est en relation avec le mouvement des atomes en solution.

Les lacunes en excès facilitent la précipitation des phases métastables, formées sans doute par l'affaissement d'amas de lacunes.

Cet affaissement est responsable de l'augmentation significative de la résistivité. L'auteur a calculé des valeurs estimées de la distance moyenne que parcourront les lacunes et les atomes de Zinc au cours des diverses étapes. La précipitation de la phase stable contenant du Zinc est une valeur qui ne dépend pas de sa concentration. L'énergie d'activation de ce processus a été exploitée en fonction de la concentration.

Les alliages du système Al-Zn ne reste pas homogène, avec des lacunes de miscibilité à l'intérieur. Les variations de concentration observées dans la matrice CFC sont appelées des précipités métastables de type zones de Guinier-Preston (zones G.P).

Dans les alliages Al-Zn, la précipitation discontinue est généralement provoquée par la phase β sur le joint de grain. De nombreux auteurs [**J. Higgins et al 1974**] ; [**A. Pawlowski et al 1982**] estiment que le phénomène de précipitation discontinue est causé par la migration du joint de grain. La diffusion des atomes de soluté se produit sur la limite des joints de grains, ce qui représente la trajectoire de transport rapide et est efficace pour favoriser la formation cellulaire. Cependant, la diffusion en volume est généralement longue pour la précipitation discontinue.

La précipitation discontinue dans le système d'alliages Al-Zn se produit sur une plage de température très étroite (62°C - 150°C) [**R. Zieba et al 1990**] ; [**S.E. Bauman et al 1981**], au-dessus de cette température son apparition est peu probable, mais une exception ou

W. Lacom et al [W. Lacom et al 1975] ont pu observer dans ce même système d'alliages une précipitation discontinue à une température de 30°C pour une durée de maintien de 20 heures.

L'inégalité observée dans la décomposition cellulaire pourrait être due aux disparités de mouvement des joints de grains. La microscopie électronique à transmission à montrer que tous les alliages contenant plus de 38 at% de Zn sont soumis à une transformation discontinue complète. En outre, l'augmentation de la température de vieillissement entraîne une augmentation de la vitesse de croissance, tandis que la coalescence discontinue peut être produite à partir d'une précipitation continue, la coalescence continue peut retarder l'évolution de la coalescence discontinue.

La précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Zn présente les caractéristiques suivantes :

- Les précipités se forment sur les joints de grains à grand angle, comme à l'intérieur du grain.
- Les précipités formés sur les joints de grains sont des lamelles parallèles, presque identiques et ayant la même distance inter lamellaire.
- On observe trois catégories de réactions lamellaires pour des températures de vieillissement faibles.

Les **Figures II -2, II -3 et II -4** présentent une morphologie typique de la réaction de précipitation discontinue dans l'alliage Al-15at.%Zn. On peut observer clairement la présence de précipité sur le joint de grain qui marque le début de la précipitation. À l'occasion de la migration du joint de grain, une zone étroite située derrière la limite du joint de grain est épuisée par diffusion, ce qui entraîne la formation d'une zone libre irréflechiée environnante.

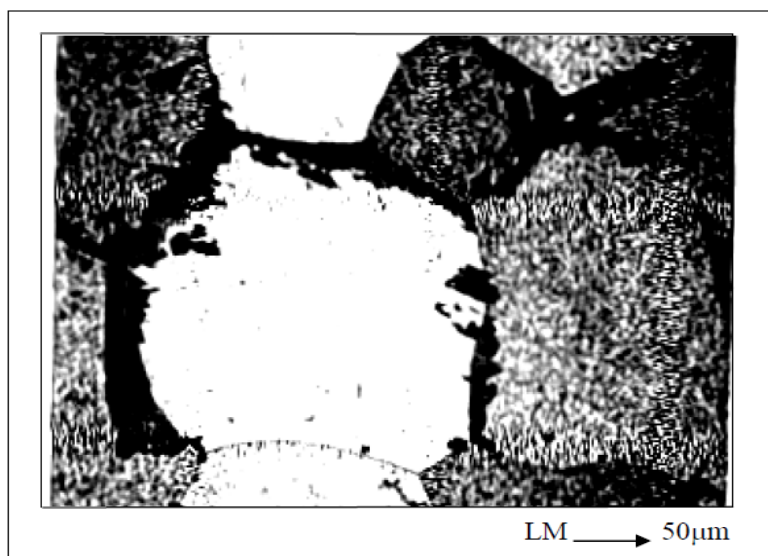


Figure II -2 : Précipitation discontinue dans l'alliage Al-15 at.% Zn
[R. Zieba et al 1990] ;
[S.E. Bauman et al 1981]

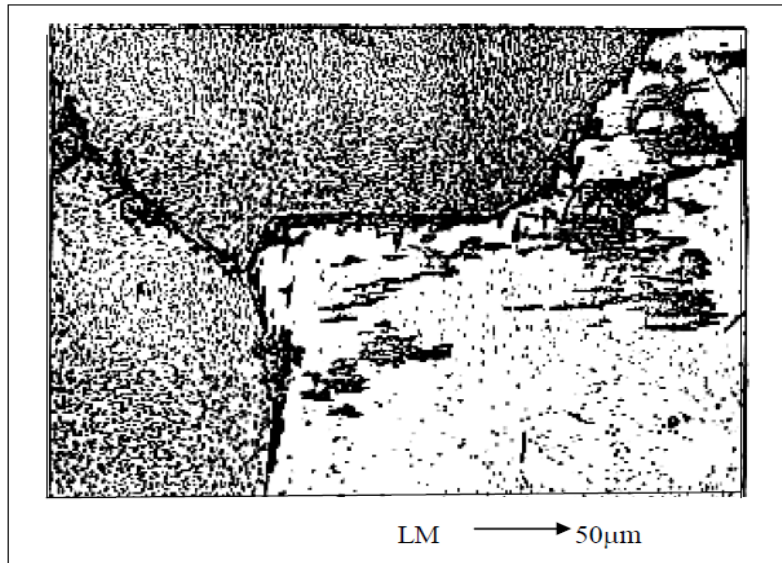


Figure II -3 : Précipitation
discontinue dans l'alliage
Al-15 at.% Zn
[R. Zieba et al 1990] ;
[S.E. Bauman et al 1981]

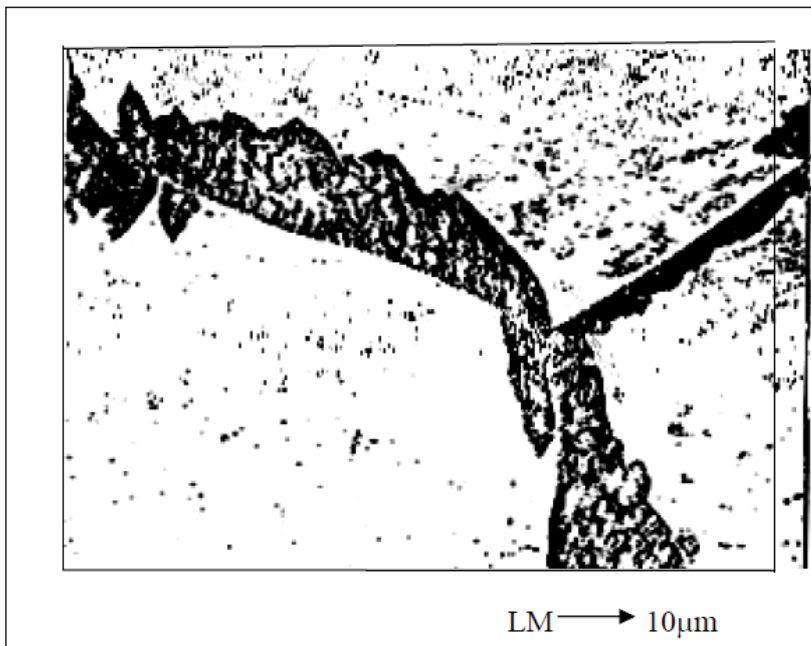


Figure II -4 : Précipitation
discontinue dans l'alliage
Al-15 at.% Zn
[R. Zieba et al 1990] ;
[S.E. Bauman et al 1981]

La séquence de précipitation :

On admet actuellement la séquence de formation des précipités dans la solution solide d'Al-Zn :
Solution solide sursaturée α_0 (CFC) \rightarrow Zones de Guinier-Preston G. P. sphériques \rightarrow phase α'
(R) rhomboédrique \rightarrow phase cubique α' \rightarrow précipité stable hexagonal riche en zinc.

[J. Deguercy et al. 1987] ont mené des recherches sur des monocristaux de l'alliage Al-6,8 %
at. Zn, homogénéisés à 450 °C puis trempés à l'azote liquide à partir d'une température
légèrement supérieure à la limite de solubilité. Ils ont observé au moyen de MET que pour des

températures de vieillissement inférieures à 150 °C, tous les états analysés correspondent à des zones G.P ellipsoïdales, et que la séquence de précipitation dans l'alliage Al-Zn est comme suivante :

Zones G.P, ellipsoïdale et cohérente avec la matrice



Précipitation β semi cohérent hexagonal de Zinc quasi pur



Précipité d'équilibre β coalisée

II-I-3-5. Précipitation par décomposition spinodale:

✓ **La décomposition spinodale :** Avant de discuter de ce processus de précipitation, nous allons revoir brièvement l'importance de la décomposition spinodale.

Cette dernière se produit généralement dans des alliages ou des solutions solides lorsque le matériau se trouve dans une région instable de son diagramme de phase. C'est un processus par lequel un mélange homogène se sépare en deux phases distinctes, sans nécessiter la formation de noyaux ou d'autres structures initiales.

La décomposition spinodale se produit dans la région où la solution est métastable et la courbe de solubilité est convexe, ce qui signifie qu'un mélange homogène est thermodynamiquement instable. Ce phénomène se produit directement à partir de la phase homogène initiale lorsque le matériau est refroidi ou soumis à d'autres conditions favorables.

Contrairement à la nucléation classique, où des phases distinctes se forment à partir de régions localisées, la décomposition spinodale se produit par la formation de fluctuations de composition qui évoluent en structures de phases distinctes à l'échelle du matériau.

Les structures résultantes de la décomposition spinodale sont souvent des structures de type "grains" ou "lamelles", présentant des motifs réguliers et souvent des tailles de domaine à l'échelle nanométrique.

La température est un facteur très influent, elle joue un rôle crucial dans la décomposition spinodale.

En effet, à des températures plus élevées, la séparation de phase peut être plus prononcée.

La décomposition spinodale peut améliorer les propriétés mécaniques des matériaux en créant des microstructures qui augmentent la résistance à la déformation. Par exemple, pour les alliages métalliques dont certains alliages d'aluminium, elle peut améliorer la résistance par formation de précipités fins et homogènes.

✓ **Précipitation par décomposition spinodale :**

Cela concerne généralement les alliages contenant une forte proportion de précipités, comme les alliages de cuivre, ainsi que certains alliages d'aluminium, notamment les systèmes Al-Zn et Al-Ag. [K. Rundman 1967], [A. Naudon 1977] et [B. Dubost 1991].

Selon Cahn [J.W. Cahn 1971], Les systèmes ayant une lacune de miscibilité à l'état solide peuvent, sous certaines conditions de composition et de température, se décomposer selon le mécanisme spinodal, comme c'est le cas pour les systèmes Al-Zn ou Au-Ni.

La nucléation est une transition de phase de grand degré (changement de composition) mais de petite étendue (taille), tandis que la décomposition spinodale est de petit degré mais de grande étendue ; c'est un mécanisme par lequel une seule phase thermodynamique se sépare spontanément en deux phases (sans nucléation).

La décomposition se produit lorsqu'il n'y a pas de barrière thermodynamique à la séparation des phases. De plus, si un mélange homogène à haute température de deux composants métalliques est rapidement refroidi à une température plus basse, une séparation soudaine des phases peut se produire. Il convient de souligner que les nouvelles phases générées par le processus continu de décomposition spinodale sont relativement cohérentes entre elles, et que le réseau initial demeure continu.

II-I-3-6. Durcissement structural par la décomposition spinodale:

Le durcissement structural par décomposition spinodale est le résultat de la formation de ces structures microstructurales.

Les nouvelles phases créées par la décomposition spinodale peuvent renforcer le matériau en augmentant la résistance à la déformation. Cela se produit parce que les interfaces entre les différentes phases (ou les régions de composition différente) créent des obstacles pour le mouvement des dislocations, ce qui améliore la résistance mécanique du matériau.

L'origine du durcissement mécanique résultant du stade initial de la décomposition spinodale d'un alliage a été étudié par [J.W. Cahn 1963]. La théorie prévoit le développement de fluctuations de concentration au cours de vieillissements au-dessous de la spinodale cohérente. Les exemples typiques qui ont été étudiés expérimentalement comprennent les alliages Al-Zn : Al 6,8%at Zn par [M. Cartraud 1979] et Al 15%at Zn, Al 30%at Zn. par [S. Bensaada 2016]. L'étude de la précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Zn est intéressante car elle a des conséquences néfastes sur les caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques de nombreux alliages industriels.

D'après l'auteur [M. Cartraud 1979], l'expression du durcissement donnée par [J.W. Cahn 1963] dans le cas où l'alliage est en cours de décomposition spinodale est vérifiée :

- ✓ Dans les premières minutes de décomposition, si les fluctuations de concentration sont définies à partir de sa théorie linéaire.
- ✓ Pendant un temps beaucoup plus long, si l'on tient compte de toutes les fluctuations existant dans la matrice, en utilisant pour cela les résultats expérimentaux donnés par la diffusion centrale de rayons X.

D'après l'auteur [S. Bensaada 2016] , L'allongement de la durée de recuit entraîne un ralentissement de la croissance des précipités. La précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Zn se distingue par la complexité des phases métastables qui se forment, lesquelles sont sensibles à la vitesse de trempe, à la température d'homogénéisation et à la quantité d'impureté.

D'après certains auteurs [T.R. Anantharaman 1974] et [A. Pawlowski 1986] :

La formation des phases métastables dans ces alliages est un processus continu affectant la cinétique de la précipitation discontinue. De ce fait, le durcissement structural par la décomposition spinodale n'est pas toujours possible vu que ces types d'alliages ne restent pas homogènes après trempe.

En effet, la matrice SSS (Solution Solide Saturée α_0) présente des variations de concentration, des phases métastables GPz sous forme de ségrégations ou d'amas qui maintiennent la structure de la solution solide α_0 et qui sont entièrement cohérentes. et en second apparaît la phase de transition R avant la formation de la phase d'équilibre β riche en élément de Zn. Par contre, le même phénomène est dû essentiellement à la réaction de

décomposition spinodale dans les alliages Co-Ti-Fe [G. Lutjering 1970] et [J. Peterman 1968]

II-II. Synthèse bibliographique sur les Pics de frottement interne observés dans les alliages Al-Zn :

II-II-1. Introduction :

Suite à l'évocation des mécanismes physiques à la base du Frottement Intérieur dans les métaux et alliages métalliques, nous pouvons conclure que l'étude du Frottement Intérieur est étroitement liée à la compréhension de l'évolution de la microstructure des métaux purs et alliages. Il existe de nombreuses études menées sur le Frottement Interne associé à la transformation de phase, qui varient en fonction des différents alliages qui présentent cette transformation, ainsi que de la technique de mesure utilisée.

Dans ce paragraphe, nous allons faire un résumé sur l'étude bibliographique du Frottement Interne relatif à l'alliage Al-Zn de notre étude.

II-II-2. Mesures du Frottement Interne établies sur des pendules classiques en flexion et en torsion :

➤ [Torisaka et al 1991] : Les auteurs ont étudié à 1 Hz en flexion trois points l'alliage eutectoïde Zn-22 at.% Al. Trois pics de frottement intérieur nommés $P\alpha$, $P\alpha/\beta$ et $P\beta$ ont été observés entre 447 [K] et 525 [K] et dont les énergies d'activation sont égales respectivement à : 109, 93 et 62 [kJ. Mol⁻¹]. Ces pics ont été attribués au glissement intergranulaire accommodé par le flux de diffusion atomique à travers les joints entre phases identiques pour $P\alpha$ et $P\beta$ et sur les joints entre deux phases pour le pic $P\alpha/\beta$.

➤ [B.H. Luo et al 2004] : Les auteurs ont étudié les propriétés d'amortissement des alliages Zn-22 wt. % Al sans et avec Sc (0,55 % en poids) et Zr (0,26 % en poids). Le Frottement Interne de l'alliage a été mesurée en termes de décrétement logarithmique (δ) en utilisant un pendule classique de torsion inversé à 1 [Hz] dans une plage de températures allant de 283 [K] à 503 [K]. Un pic de Frottement Interne a été observé respectivement à 491 [K] pour l'alliage eutectoïde Zn-22 wt. % Al et à 468 [K] pour l'alliage Zn-Al-Sc-Zr.

Les auteurs considèrent que les deux pics de frottement interne proviennent de la relaxation des joints de grain (GB) sauf que dans le cas de l'alliage Zn-Al-Sc-Zr la relaxation du joint de grain peut être affectée par l'existence des intermétalliques Al-Sc-Zr aux joints de grain, ce qui entravera le glissement du joint de grain. En outre, la présence des intermétalliques Al-Sc-Zr aux joints de grains peut pincer les joints de grains et inhiber la croissance des grains lors du vieillissement, ce qui augmente la stabilité de l'amortissement de l'alliage Zn-22 wt. % Al.

➤ **[R. Kamel et al 1981]** : Les auteurs n'ont observé qu'une variation exponentielle du Frottement Interne relatif à un alliage eutectoïde Zn-Al mesuré en oscillations libres en fonction de la température avec le pendule classique de Kê. Ce comportement a été observé aussi bien après trempe qu'après un refroidissement lent à partir de 623[K]. Le Frottement Interne pour les échantillons trempés et lentement refroidis au-dessus de la température eutectoïde, a en effet montré une augmentation exponentielle avec la température, caractéristique des phases existantes et de la microstructure des échantillons. La valeur du frottement interne à une température donnée a diminué au fur et à mesure que la phase α' à l'état métastable et trempé se transformait en phases ($\alpha + \beta$) en équilibre thermodynamique au-dessous de la température eutectoïde. La transformation de phase a été réalisée en donnant les impulsions thermiques prescrites aux échantillons trempés. L'énergie d'activation thermique responsable de l'augmentation de Q^{-1} avec la température a diminué de $0,544 \times 10^{-19}$ [J] pour la phase α' et à $0,448 \times 10^{-19}$ [J] pour les phases ($\alpha + \beta$) à des températures inférieures à la température eutectoïde. Cette diminution a été attribuée au rôle des différentes phases dans le mécanisme de relaxation responsable de cet effet. Le frottement interne a été utilisée pour évaluer le degré de transformation de la phase à haute température à la phase à basse température. Les résultats ont été discutés en termes de la théorie de Ham sur la précipitation limitée par la diffusion des solutions solides sursaturées.

➤ **[J. N. Wei et al 2002]** : Les auteurs ont étudié le comportement et les mécanismes d'amortissement dans un alliage eutectoïde Zn-Al en mousse préparé par un procédé d'infiltration sous pression d'air. Les pores de l'alliage eutectoïde Zn-Al en mousse ont une taille macroscopique de l'ordre du millimètre (0,5-1,0 mm) et sont présents en grandes proportions, généralement jusqu'à 65 % en volume.

Le comportement d'amortissement de l'alliage eutectoïde Zn-Al en mousse a été caractérisé par les mesures de frottement interne (FI). Les mesures du FI et du module dynamique relatif à une déformation de cisaillement de surface maximale de 20×10^{-6} ont été effectuées à l'aide d'un appareil de frottement interne multifonction (MFIFA) à trois fréquences discrètes de 0,5 [Hz], 1,0 [Hz] et 3,0 [Hz] sur une plage de température allant de la température ambiante à 673 [K], tout en changeant continuellement de température.

Deux pics de Frottement Interne ont été obtenus dans les spectres de Q^{-1} (FI) en fonction de la température. Le premier situé à environ 420 [K] a été attribué aux joints de grains dont le glissement est accommodé par le flux de diffusion de l'aluminium dans ces derniers avec un temps de relaxation limite $\tau_0 = 10^{-14}$ [s] et une énergie d'activation de l'ordre de $1,12 \pm 0,04$ [eV]. Le second pic observé à 548 [K] a quant à lui été attribué à la transition de phase, qui résulte de la transformation eutectoïde de l'alliage Zn-Al. Son énergie d'activation apparente est de l'ordre de $2,36 \pm 0,08$ [eV] proche de l'énergie d'activation de la transformation eutectoïde dans les alliages Zn-Al.

➤ **[X. Zhu 1990]** : Les résultats expérimentaux de l'étude d'un alliage eutectoïde Al-Zn ont révélé uniquement un Fond Continu dans une plage de basses températures et de faible amplitude de déformation, l'amortissement se manifeste de manière évidente par des caractéristiques visqueuses linéaires, à savoir qu'il obéit à une loi $Q^{-1} = \left(\frac{B}{f^n}\right) \exp\left(\frac{-nH}{kT}\right)$ où H est l'énergie d'activation du processus réel, B et n (= 0,21) sont deux paramètres expérimentaux, et k est la constante de Boltzmann. La valeur de l'énergie d'activation obtenue $H = 0,74$ [eV], est étroitement liée à la viscosité pendant le mouvement de l'interface. Par conséquent, un mode de mouvement d'interface visqueux linéaire est proposé et peut expliquer les résultats expérimentaux.

➤ **[A.S. Nowick 1951]** : des essais de torsion ont été réalisés sur un alliage Al at. 21% Zn ; les résultats montrent uniquement un Fond Continu qui continue à augmenter indéfiniment avec la température de mesure. Ce comportement ne peut pas être interprété facilement en termes du concept habituel d'un spectre de relaxation mais nécessite un nouveau concept de relaxations couplées. L'examen métallographique des spécimens révèle que les observations d'un Frottement Interne important sont corrélées à l'apparition de précipitations discontinues.

Après des périodes de vieillissement prolongées, qui sont suffisantes pour produire une croissance des particules de précipités, le Frottement Interne commence à diminuer. L'anélasticité observée est interprétée en termes de fragmentation du réseau, c'est à-dire la formation d'un réseau irrégulier d'interfaces de relaxation par cisaillement pendant la précipitation discontinue. Il est démontré que dans un tel réseau, le couplage, produit par un chevauchement des régions dans lesquelles la contrainte de cisaillement est relâchée, rend possible une très grande relaxation totale.

Des mesures supplémentaires de l'effet secondaire élastique dans la solution solide sursaturée permettent de déterminer le temps moyen de séjour des atomes dans cette solution solide, entre 325 [K] et 345 [K], par l'anélasticité résultant de la réorientation des paires. Les résultats obtenus sont en excellent accord avec les données classiques de diffusion à haute température et correspondent à une énergie d'activation de diffusion pour le processus élémentaire produisant le comportement anélastique est de 25,4 [Kcal]*[Mol⁻¹].

➤ **[X. Zhu et al 1995]:** L'étude de l'alliage eutectoïde multiphasé A1-60 at. % Zn maintenu pendant 1 heure à 643 [K] puis trempé à l'eau. Les essais ont été conduits en descente en température à partir de 473 [K] après 1 heure de maintien à cette température afin d'éliminer les contraintes internes et les changements probables de la microstructure au niveau des joints d'interfaces. L'expérience révèle les caractéristiques d'amortissement stable. En effet :

1- Le Frottement Interne Q^{-1} a la même dépendance à la fréquence de mesure f :

$Q^{-1} \propto f^{-n}$ où n est un paramètre indépendant de la température.

2- Dans le domaine des faibles températures pour de faibles amplitudes de déformation :

$Q^{-1} = \frac{B}{f^n \exp\left(\frac{nH}{kT}\right)}$ Selon la théorie de Schoeck. Où B est une constante, H représente

l'énergie d'activation de la diffusion atomique accommodant le mouvement des joints de phases ; à l'interface de phase ou à la frontière interphase, k est la constante de Boltzmann, et T est la température absolue où n et H sont indépendants de l'amplitude de déformation. D'après les auteurs, cet amortissement provient d'un mouvement anélastique d'interface de phase.

3- Dans une région intermédiaire, y compris les régions à basses températures et à amplitude de déformation élevée ou à moyennes températures et amplitude de déformation moyenne ou à températures élevées et basse amplitude de déformation : Le frottement interne

Q^{-1} obéit toujours à la loi $Q^{-1} = \left(\frac{C}{f^n}\right) \exp\left(\frac{-nH}{kT}\right)$.

Cependant pour l'amortissement a un effet d'amplitude normal : C, n et H varient tous avec l'amplitude de déformation. Ainsi, d'après les auteurs le frottement interne résulte d'une relaxation non linéaire de l'interface de phase.

4- A haute température et à haute amplitude de déformation, il n'y a plus de relation linéaire entre $\ln Q^{-1}$ et $1/T$ sachant que la relation $Q^{-1} \propto f^{-n}$ est toujours satisfaite ; le paramètre n augmente quand l'amplitude de déformation augmente et le frottement interne a un effet d'amplitude normal sauf qu'il est plus faible que celui du cas 3 précédent. Dans ce cas, le frottement interne peut être attribué à un autre type de relaxation non linéaire entre les interfaces de phase sous certaines conditions d'amplitude de déformation et de température.

➤ **[I.G. Ritchie et al 1991]** : Les auteurs ont étudié la caractérisation des propriétés d'amortissement mécanique sur une série d'alliages de Zinc-Aluminium Zn-Al moulés sous pression (8,12 et 27% at. Al). Les variables considérées lors de cette étude étant la température, la fréquence et l'amplitude de déformation des vibrations. Pour les auteurs, l'amortissement est dû à un mécanisme de relaxation linéaire constitué de deux composantes dues à des mécanismes de relaxation linéaire : la première est une relaxation thermoélastique :

$$Q_{TE}^{-1} = \Delta_{TE} \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \text{ avec } \tau = \frac{t^2}{D\pi^2}; \tau = \text{temps de relaxation, } t = \text{direction de flexion et}$$

D = coefficient de diffusion. Alors que la seconde est liée à la théorie de Schoeck :

$$Q^{-1} = \frac{C}{f^n \exp\left(\frac{nH}{kT}\right)} \text{ Ou H est dans ce cas l'enthalpie du processus de relaxation ; une}$$

composante due à la relaxation des joints à basse température.

II-II-3. Frottement Interne en fonction du temps de vieillissement :

➤ **[Z. Zhongming et 2000]** : Les auteurs ont étudié l'évolution microstructurale de l'alliage sursaturé Zn-27%Al-1%Cu-0.01%Mg ainsi que ses capacités d'amortissement au cours du vieillissement naturel. L'étude a montré que la microstructure de l'alliage s'est transformée d'une phase β unique en un mélange de grains équiaxes α , η et ε au cours du processus. En effet, il a été constaté que les capacités l'amortissement augmentaient considérablement de façon rapide au début du vieillissement avant de diminuer progressivement pour finalement atteindre une valeur constante au cours du vieillissement suivant. Le maximum de la zone d'interface dans l'alliage existait pendant le vieillissement. Les changements de microstructure étaient accompagnés de la variation de la capacité d'amortissement.

Les auteurs concluent que deux mécanismes sont responsables de l'apparition du comportement d'amortissement dans l'alliage étudié, à savoir l'amortissement d'interface et l'amortissement de dislocations.

➤ **[Zhu Xian et al 1988]** : Des essais de torsion à 1 [Hz] à l'ambiante ont été menés sur un alliage eutectoïde Al-60%Zn trempé. Lors de ces essais, les auteurs ont étudié les caractéristiques du frottement interne lors du vieillissement et du module associé à la transformation de phase hors équilibre. Les résultats obtenus ont montré que la perte de stabilité dans le réseau pendant la pré-transition spinodale n'a pas induit d'effet de module localisé. Aussi, les spectres obtenus montrent deux pics de frottement interne de vieillissement et ce pendant la transition de phase :

Le premier est dû à la transition spinodale (observable tout à fait au début du vieillissement) et le second a été attribué au maximum de l'aire des interfaces inhérentes à la précipitation discontinue.

➤ **[A.I. Skvortsov 2012]** : L'auteur a étudié l'alliage Zn – 23 wt. % Al ainsi que d'autres alliages Zn - 26% Al, SCh25, et Fe - 5% Cr - 3% Al et de l'acier 45 basés sur le système Zn – Al dont la fonte avec graphite lamellaire et les alliages de fer qui présentent un frottement interne de nature magnéto mécanique. L'ensemble de leurs propriétés physico-mécaniques est déterminé en tenant compte de la capacité d'amortissement. Les résultats d'une analyse comparative des principaux mécanismes de frottement interne dans les alliages à haut pouvoir d'amortissement montrent que le frottement interne dépend de la structure des interfaces pour l'ensemble des alliages étudiés.

II-II-4. Evolution microstructurale :

➤ **[A.R. Forouhi et al 1987]** : Les auteurs ont étudié les cinétiques de séparation de phases et de grossissement dans l'alliage Al-22 at.% Zn-0,1 at.% Mg (les traces de Mg empêchent la précipitation discontinue aux joints de grains) entre l'ambiante et 423 [K] pour des temps de recuit très courts et très longs, Cela a permis d'établir une corrélation entre l'évolution du spectre de diffusion X au fil du temps et sa microstructure révélée par la Microscopie Électronique en transmission (MET). Par conséquent, on a identifié trois régimes de cinétique. La coagulation des amas pour les périodes de recuit courtes et la dispersion d'atomes individuellement pour les périodes de recuit prolongées ont été considérées comme les mécanismes principaux du grossissement. Il est probable que les processus interviennent dans

les temps de recuit intermédiaires. Les observations indiquent que la microstructure se compose d'amas sphériques reliés entre eux pour des périodes courtes, de plaquettes régulièrement séparées pour des périodes plus longues, et d'un mélange des deux pendant la période de transition. Pour les périodes de recuit les plus longues, une « bosse » apparaît dans les spectres d'intensité et est liée au changement de morphologie.

➤ [M.-X. Zhang et al 2006] : Les auteurs ont étudié la cristallographie de la microstructure eutectoïde de l'alliage eutectoïde Zn–21.9 wt. % Al à l'aide du modèle d'appariement bord à bord. L'alliage a été homogénéisé pendant 6 heures à 633 K puis refroidi lentement dans le four. La relation d'orientation (OR) entre la phase β (Zn) et la phase α (Al) et les plans d'habitude correspondants dans l'alliage étudié ont été déterminés avec précision à l'aide de diagrammes de diffraction linéaire de Kikuchi à faisceau convergent. En plus de l'OR cité précédemment, deux nouvelles (OR) ont été déterminées par les diagrammes de diffraction de Kikuchi et confirmées par les micrographies MET typiques de la structure lamellaire.

Ainsi, les lamelles α et β peuvent – être régulières (droites) et courbes. Les observations montrent que les lamelles sombres correspondent à la phase β et les claires à la phase α . La diffraction des électrons montre qu'il n'y a pas de variation d'orientation le long des lamelles courbes.

II-II-5. Conclusion :

En résumé, il est possible de conclure que l'une des transformations de phases à l'état solide les plus significatives des alliages tels que l'Al-Zn est la précipitation discontinue qui se produit lors des traitements de vieillissement. Le processus consiste à transformer une solution sursaturée (phase α) en deux phases distinctes, β et α , qui se manifestent généralement sous forme de structure lamellaire. Cette transformation se produit à partir d'un joint de grain et par diffusion intergranulaire, en suivant divers mécanismes tels que la germination, la croissance et la coalescence.

De plus, l'étude du Frottement Intérieure de tels alliages permet d'approfondir notre compréhension de la corrélation entre la microstructure et les autres caractéristiques des matériaux. Il existe de nombreuses études menées sur le frottement interne associé à la transformation de phase, qui ne sont pas seulement basées sur les différents alliages qui présentent cette transformation, mais également sur la technique de mesure utilisée.

Chapitre III

Les Techniques Expérimentales.

III -1. Introduction :

Dans ce chapitre nous aborderons les traitements thermomécaniques subis par l'alliage équiatomique Al 51 at % Zn. Aussi, nous décrirons brièvement les appareils de mesure des deux méthodes expérimentales d'analyse utilisées lors de cette étude : La Spectrométrie Mécanique Isotherme (SMI) dont l'appareil de mesure est un spectromètre mécanique isotherme appelé aussi pendule de torsion inversé, et le Microscope Electronique à Balayage (MEB) utilisé pour les observations MEB.

III -2. Echantillon et traitements thermomécaniques :

Les résultats expérimentaux que nous allons traiter lors cette étude dans la partie B du prochain chapitre ont été réalisés au LMPM de l'institut P' de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (ENSMA) de Poitiers et ce dans le cadre de la coopération scientifique établie entre l'équipe de spectrométrie mécanique du LMPM sous la direction du Professeur André Rivière et l'équipe 4 des Techniques de caractérisation des matériaux qui était sous la direction du Professeur Saida Belhas du laboratoire LRPRIM de l'Université Batna1.

Les mesures du FI par la technique de Spectrométrie Mécanique Isotherme (SMI) avec l'exploration d'une large gamme de fréquence (10^{-5} [Hz] - 40 [Hz]) à température fixe sont rendues possible par le dispositif expérimental qui sera décrit ci- dessous, a permis de mettre en évidence un Frottement Intérieur dont l'origine est aussi diverse que variée et ce suivant l'échantillon considéré et les traitements thermomécaniques qu'il a subi. L'amplitude maximale de déformation considérée lors de ces essais est de 5×10^{-6} .

L'Alliage eutectoïde Al 51 at % Zn a été fourni sous forme de plaque par la compagnie Goodfellow. Les éprouvettes utilisées lors des essais de SMI et les observations MEB ont été découpés dans la plaque aux mêmes dimensions : 64 [mm] \times 6 [mm] \times 1 [mm]. Les échantillons ont été ensuite recuits à 653 [K] et finalement refroidis dans un four à température ambiante.

Les essais de FI réalisés sur l'alliage considéré Al-51 à % Zn ont été obtenus à différentes températures de mesure inférieures et supérieures à la température de transition eutectoïde.

Pendant le chauffage ; le mélange eutectoïde α - β change en solution solide α à 550 [K]. En résumé, les expériences de FI ont été aussi réalisées dans une très large gamme de fréquences (10^{-5} [Hz] - 50 [Hz]) entre la température ambiante et 673 [K].

Pour les observations au MEB, les trois échantillons ont été recuits respectivement à 385 [K], 433 [K] et 493 [K] puis refroidis dans le four jusqu'à la température ambiante après un temps de maintien de 2h30 pour chaque température de recuit.

III -3. Pendule de torsion inversé :

III -3-1. Description:

Ce pendule a été amplement décrit dans plusieurs mémoires et thèses (les plus récentes étant : [D. Belamri 2013, N. Benyahia 2013]. C'est un pendule de torsion inversé (**Figures III -1, III -2 et III -3.**) conçu par Woirgard [J. Woirgard 1977] puis entièrement modifié par Rivière [A. Rivière 2001].

Cet appareil offre la possibilité de réaliser des mesures en oscillations libres et en oscillations forcées dans une gamme de fréquences allant de 10^{-5} [Hz] et 60 [Hz], à températures fixes choisies selon les métaux purs et alliages à étudier.

Il se compose de deux éléments essentiels : la partie mécanique qui garantit l'excitation de l'échantillon et la partie électronique qui dirige l'ensemble mécanique et facilite ainsi l'obtention des données du spectre de Frottement Intérieur.

L'échantillon est maintenu par sa partie inférieure à un mors attaché au bâti, tandis que son extrémité supérieure est reliée à un équipement mobile suspendu à un étrier par une tige intermédiaire très rigide. (**Figure III -4.**)

Un aimant encastré sur la tige, dans un champ magnétique généré par des bobines de Helmholtz, garantit la torsion de l'échantillon. À leur tour, ces bobines génèrent un couple de torsion pour cette tige lorsqu'un courant alternatif sinusoïdal est transmis par un G.B.F.

En oscillations forcées, la fréquence limite maximale est de 40 [Hz] pour prévenir toute amplification du signal au cours de l'expérience. Cette fréquence est éloignée de la fréquence habituelle du mécanisme tige-échantillon, qui se situe entre 100 [Hz] et 200 [Hz] en fonction des caractéristiques géométriques et de la solidité de l'échantillon.

Pour prévenir le flambage de l'échantillon, il est nécessaire que la rigidité du dispositif mobile du pendule soit nettement inférieure à celle de celui de l'échantillon.

Ainsi, la partie mobile est connectée au bâti grâce à quatre rubans croisés d'une épaisseur de 0,02 [mm]. Par conséquent, ce mécanisme rend l'échantillon le seul indicateur du couple appliqué.

Un contrepoids est mis en place pour maintenir l'équilibre de l'équipage mobile et prévenir toute contrainte externe.

Pendant les variations de température, le mandrin supérieur qui sert à bloquer la tige lors des expériences isothermes est délibérément ouvert afin d'éradiquer l'effet de la dilatation thermique. Cette modification de température est réalisée grâce à un four qui, par le biais d'un balayage en fréquence d'excitation, permet une régulation de la température à plus ou moins un degré.

Un thermocouple, placé à proximité directe de l'échantillon, garantit le contrôle des températures. Finalement, on mesure le frottement interne dans des conditions isothermes sous un vide secondaire de $2 \cdot 10^{-6}$ [torr].

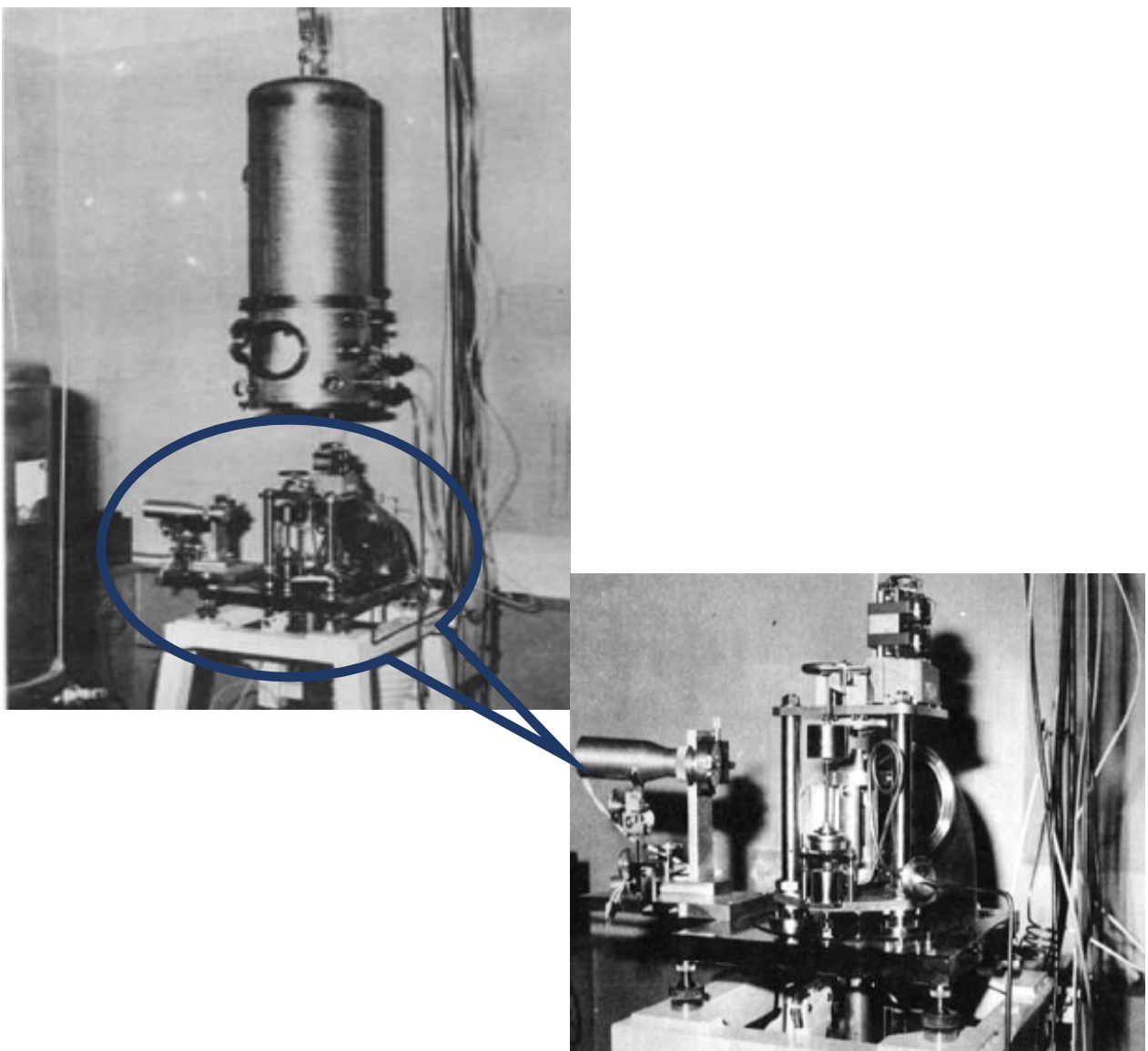


Figure III -1: Aperçu global du pendule de torsion inversé.

Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers.

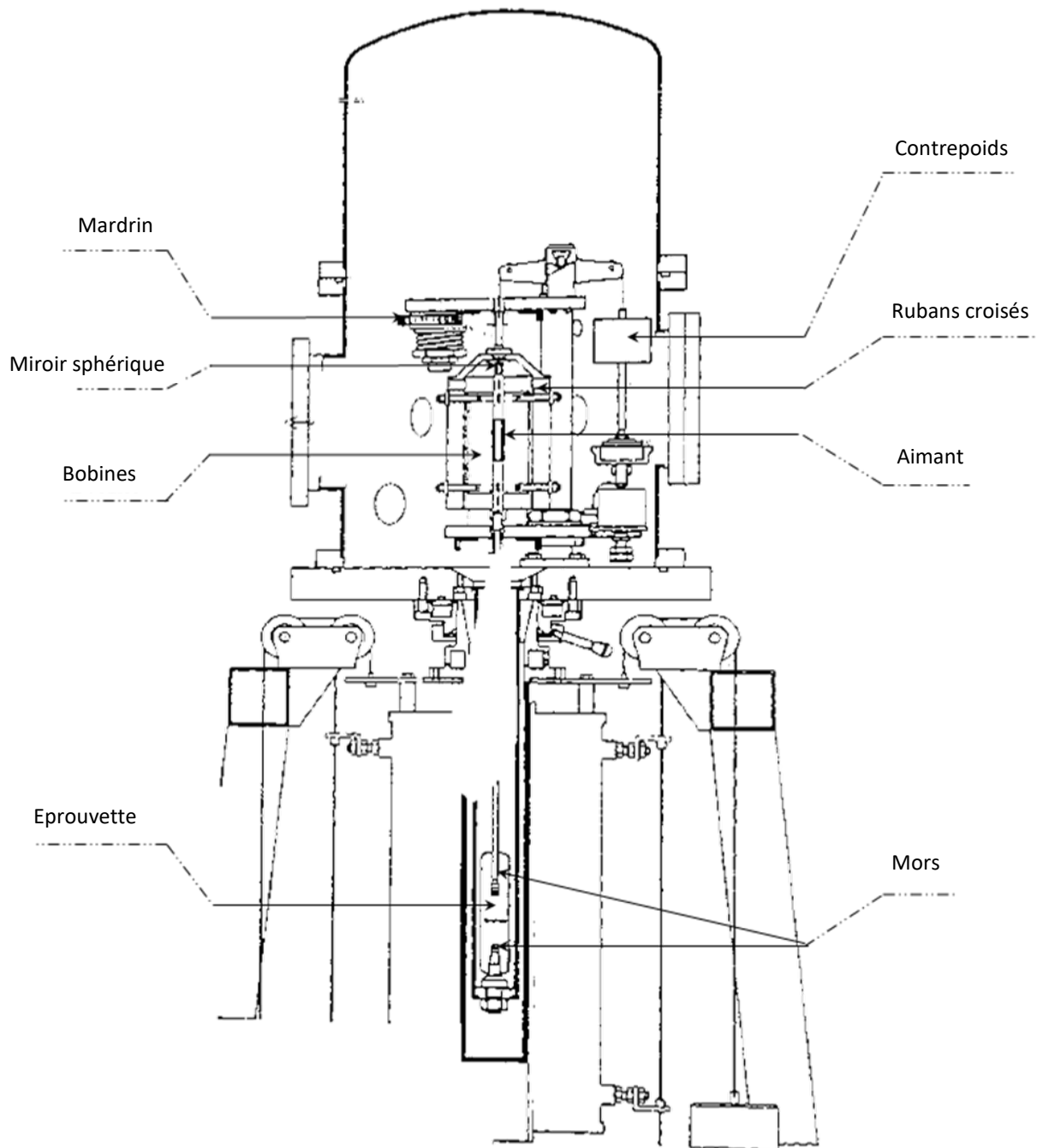


Figure III -2 : Schéma du pendule de torsion inversé. Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers.

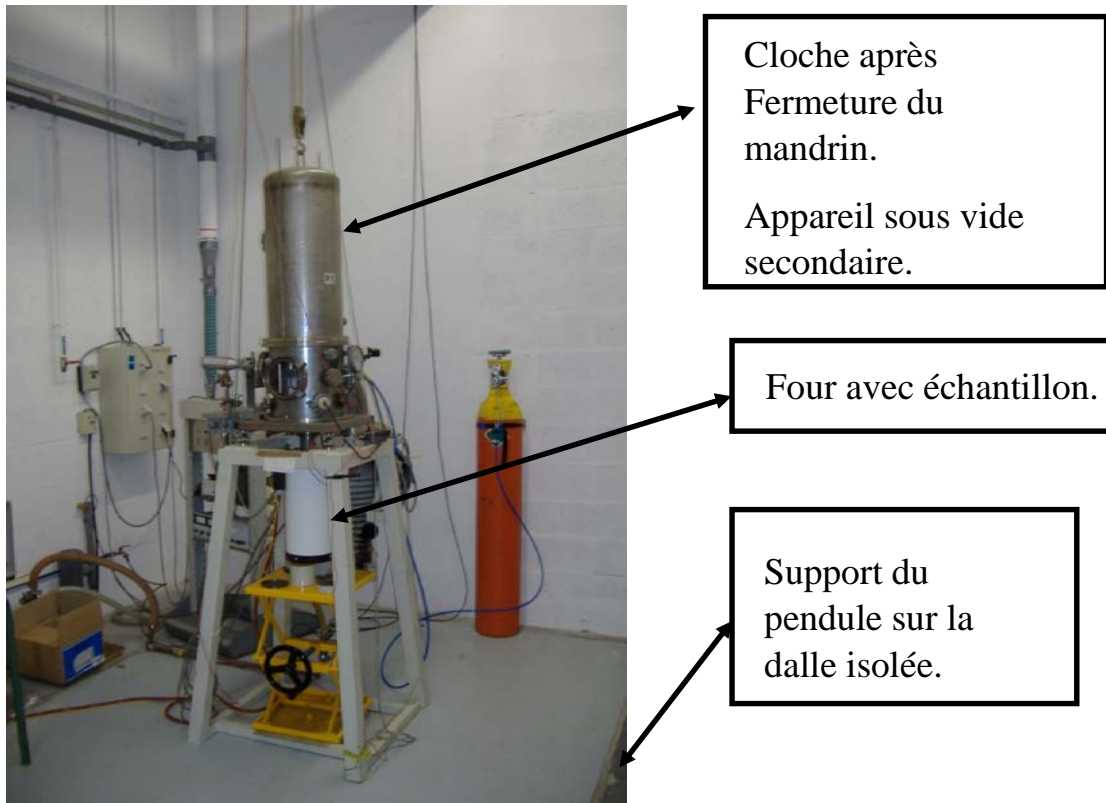


Figure III-3 : Dispositif expérimental de SMI du LPM .

Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers

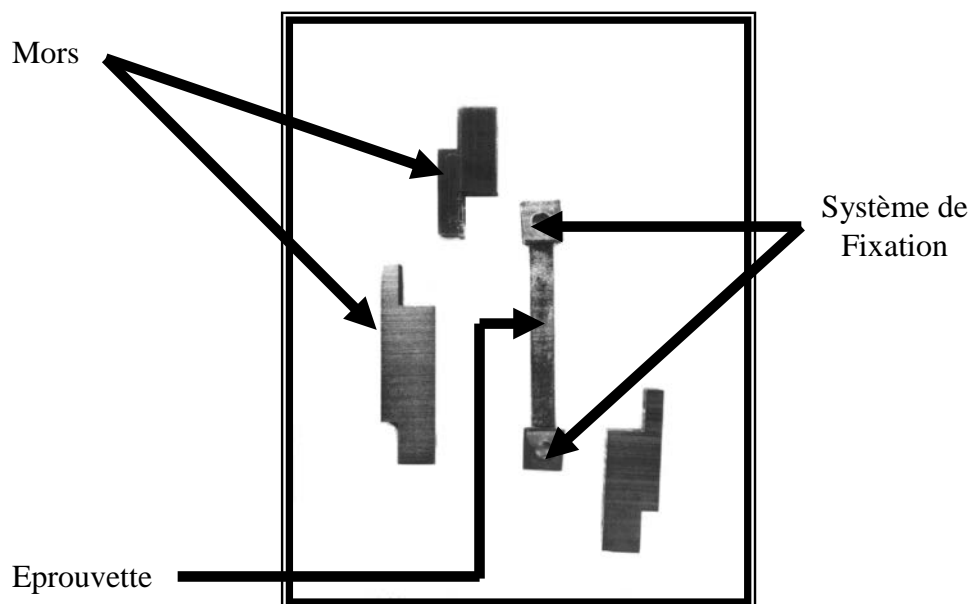


Figure III -4 : Schéma de la forme des mors et d'un échantillon.

III -2-2. Système de mesure de frottement intérieur :

La réaction de l'échantillon à l'excitation se manifeste par la collecte de la réflexion d'un faisceau lumineux sur une photodiode, grâce à un miroir fixé à la tige. L'impact de ce faisceau sur la photodiode est transformé en tension de décentrage. (Figure III -5).

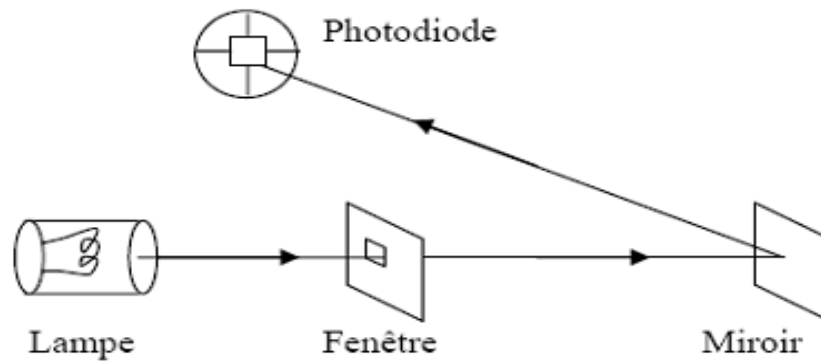


Figure. III -5 : Schéma descriptif de la détection de la déformation.

Le miroir assure le suivi de la déformation maximale de l'échantillon en fonction du mouvement détecté par le rayon lumineux sur la photodiode. La sensibilité cellulaire permet d'évaluer des amplitudes minimales de déformation de $2 \cdot 10^{-6}$. Pour des tensions V_d inférieures à 8V, le déplacement « d » demeure une fonction linéaire, ce qui indique une déformation « γ » d'environ 10^{-5} . Ainsi, on déduit directement les petites déformations observées dans l'échantillon d'une formule spécifiée en fonction des déplacements « d »:

$$\gamma = \frac{e\theta}{2L} = \frac{ed}{4LD}$$

e : épaisseur de l'échantillon.	d : décentrage sur la photodiode.
θ : angle de déviation de la tige.	D : distance source-miroir (200 mm).
L : longueur de l'éprouvette.	γ : déformation.

III -2-3. Traitement de signal :

Dans le contexte des oscillations forcées, le Frottement Intérieur Q^{-1} est représenté par la tangente du déphasage « φ » entre la déformation et la contrainte.

$$\text{Signal d'excitation : } E(t) = E_0 e^{i\omega t}$$

$$\text{Signal de retour relatif à la déformation : } R(t) = (X_1 - iX_2) e^{i\omega t} \text{ Donc :}$$

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

La détermination de « φ » se fait point par point jusqu'à atteindre un cycle de 2^{21} points.

L'obtention de ces données est réalisée par un logiciel qui génère la courbe Q^{-1} en fonction de la fréquence f : $Q^{-1} = f(\log(\omega))$

L'association des amplitudes des deux signaux sinusoïdaux est liée à la complaisance J_1 de l'éprouvette. On enregistre aussi le module de complaisance dynamique proportionnel à X_2 .

En ce qui concerne les oscillations libres, la formule suivante permet de déduire le Frottement Interne du décrétement logarithmique δ :

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

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].

III-2-4. Traitement des résultats :

Les résultats expérimentaux utilisés dans cette étude ont été dépouillés suivant les étapes suivantes :

III-2-4-1. Fond Continu de basses fréquences ou de hautes températures :

Dans certains cas, les mesures de frottement interne isotherme révèlent des pics superposés à un fond continu de basses fréquences ou de hautes températures.

La détermination des paramètres de relaxation nécessite sa soustraction.

Sans pic, la courbe représentant $\text{Ln } Q^{-1}$ par rapport à $\log N$ est une courbe droite. En revanche, en présence d'un pic, les points alignés sur le fond continu de part et d'autre du point s'alignent. S. Belhas et al [S. Belhas 2009] ont récemment développé une technique rigoureuse pour retirer le fond continu de basse fréquence, que ce soit à des températures basses ou hautes.

Il est crucial de vérifier que le supposé fond continu ne correspond pas au flanc droit d'un pic aux fréquences extrêmement basses avant de procéder à la soustraction. (Figure. III -6)

III-2-4-2. Détermination des paramètres de relaxation :

Pour déterminer les paramètres de relaxation, il est nécessaire de prendre en compte la loi d'Arrhenius.: $\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{H}{RT}\right)$ et de $\omega\tau = 1$ pour le maximum du pic avec $\omega = 2\pi N_P$ où N_P représente la fréquence de la position du maximum du pic variant en fonction la température de mesure dans le cas d'un phénomène thermiquement activé. L'équation de la droite qui nous permet de déterminer τ_0 et H s'écrit :

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

$$\text{Ln } N = \text{Ln} \left(\frac{\tau_0^{-1}}{2\pi}\right) - \frac{H}{RT}$$

La pente de la droite (Figure III-7) représentant les couples (N_P, T_P) nous donne la possibilité de déterminer l'énergie d'activation H liée au pic et son organisation initiale correspond au temps limite de relaxation τ_0 . La localisation des maximums des pics, qu'ils soient en fréquence ou en température.

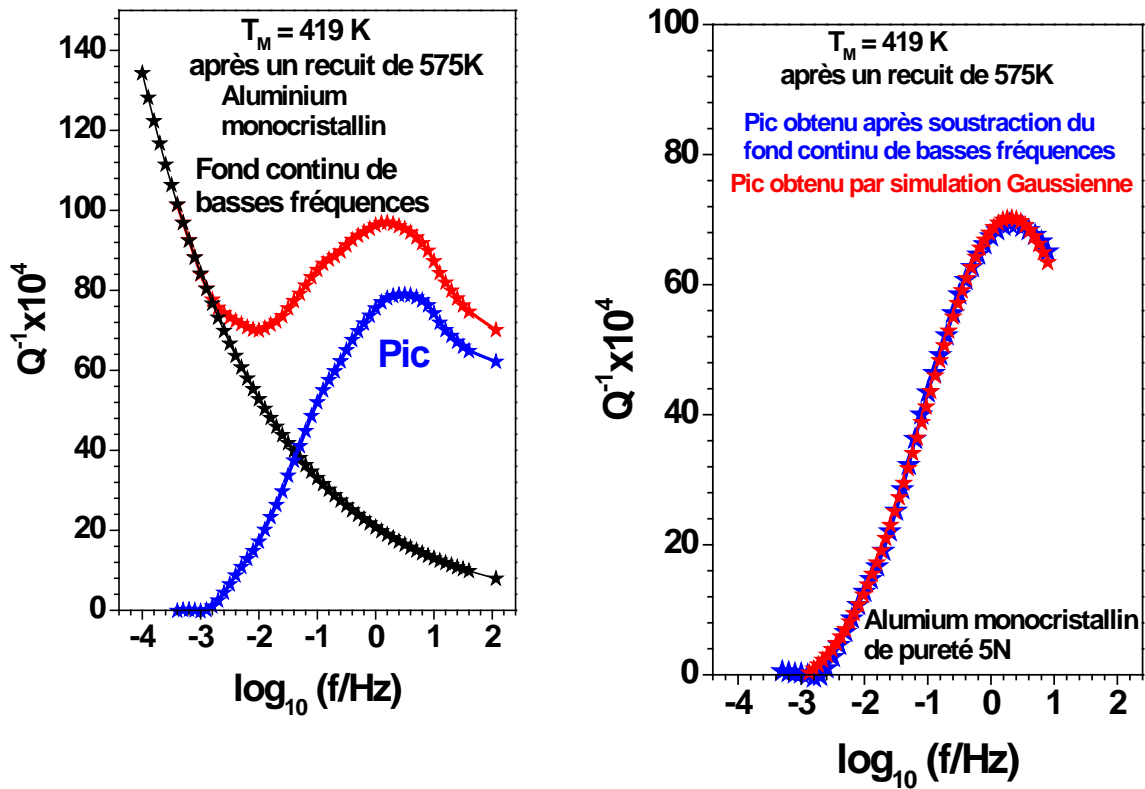


Figure. III -6 : Méthode de dépouillement pour la mise en évidence des pics de relaxation.
 [S. Belhas 2009]

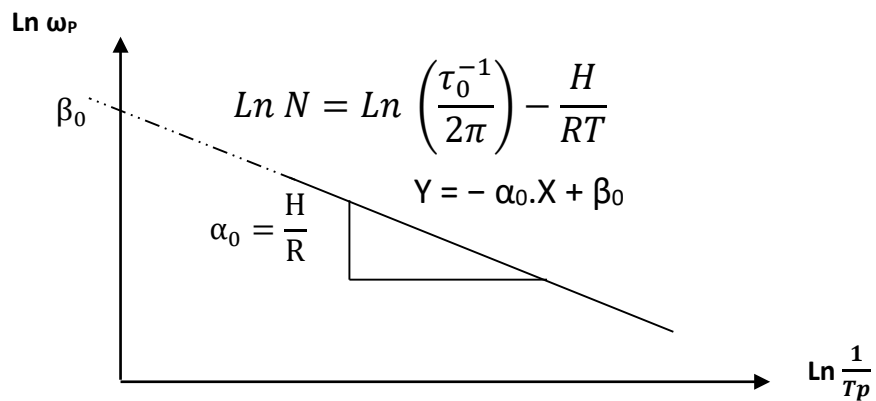


Figure III-7 : Evolution de $(\text{Ln } \omega_p)$ en fonction de $(\frac{1}{T_p})$.

III -3. La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) :

Dans cette partie, nous allons donner un bref aperçu sur cette technique de caractérisation [J. Ruste 2013]. La **Figure III -8** ci-dessous représente l'appareil utilisé pour l'obtention des photos MEB utilisées pour cette étude.



Figure III -8 : Dispositif expérimental de MEB - Microscope JEOL JSM 7000F LMPM Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers

III-3-1. Le principe de la Microscopie Electronique à Balayage :

L'approche de la microscopie électronique à balayage (MEB), également appelée SEM (en anglais), repose également sur le concept des interactions entre les électrons et la matière. Sauf que pour cette technique le faisceau d'électrons incident balaie la profondeur de quelques microns de la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs sont utilisés pour examiner ces particules, ce qui donne la possibilité de recréer une image en trois dimensions de la surface.

Les domaines d'application de la microscopie électronique à balayage et les microanalyses associées sont très diversifiés, tant dans le milieu académique que dans le milieu industriel.

Des détecteurs différents sont utilisés pour examiner ces particules et reconstituer une image de la surface. Dans les microscopies à balayage, la résolution spatiale est liée directement au diamètre du faisceau primaire incident.

III -3-2. Le Microscope Electronique à Balayage (MEB):

Le MEB utilise un faisceau d'électrons très fin, émis par un canon à électrons, ainsi que des lentilles électromagnétiques qui permettent de concentrer ce faisceau sur l'échantillon.

La **Figure III -9** montre clairement le schéma de principe du Microscope Electronique à Balayage, ce dernier est constitué d'une source d'électrons, du canon, d'une colonne électronique constituée de plusieurs lentilles électromagnétiques, d'un système de balayage et de divers détecteurs liés aux différentes émissions électroniques et électromagnétiques résultant des interactions entre les électrons incidents et les atomes de la cible.

Le concept des interactions entre les électrons et la matière est le fondement de l'analyse d'un échantillon solide via la méthode du MEB. Il se réfère aux réactions générées par la surface du composé en réponse à l'effet du faisceau d'électrons.

La **Figure III -10** quant à elle montre la synchronisation entre le générateur de balayage du MEB et le détecteur des particules émises par l'échantillon.

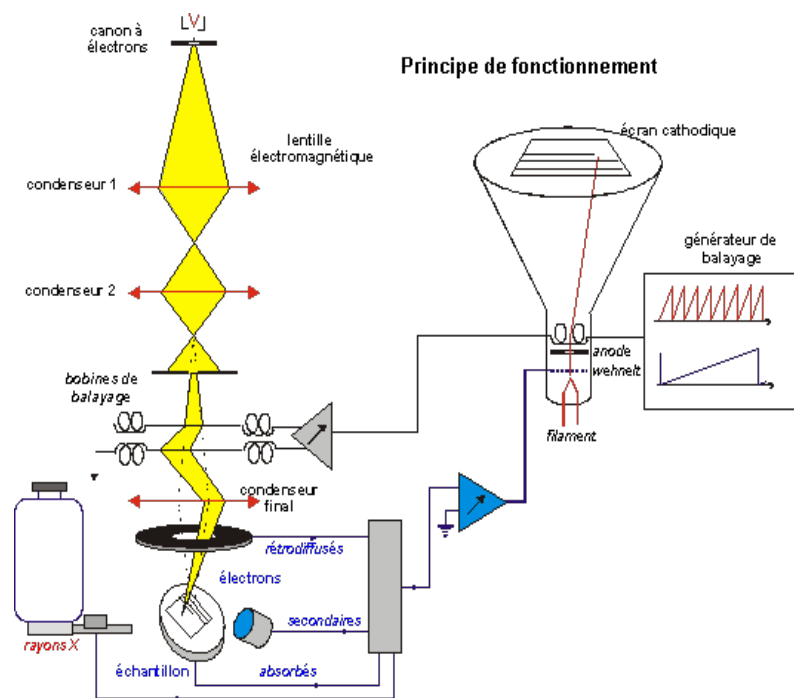
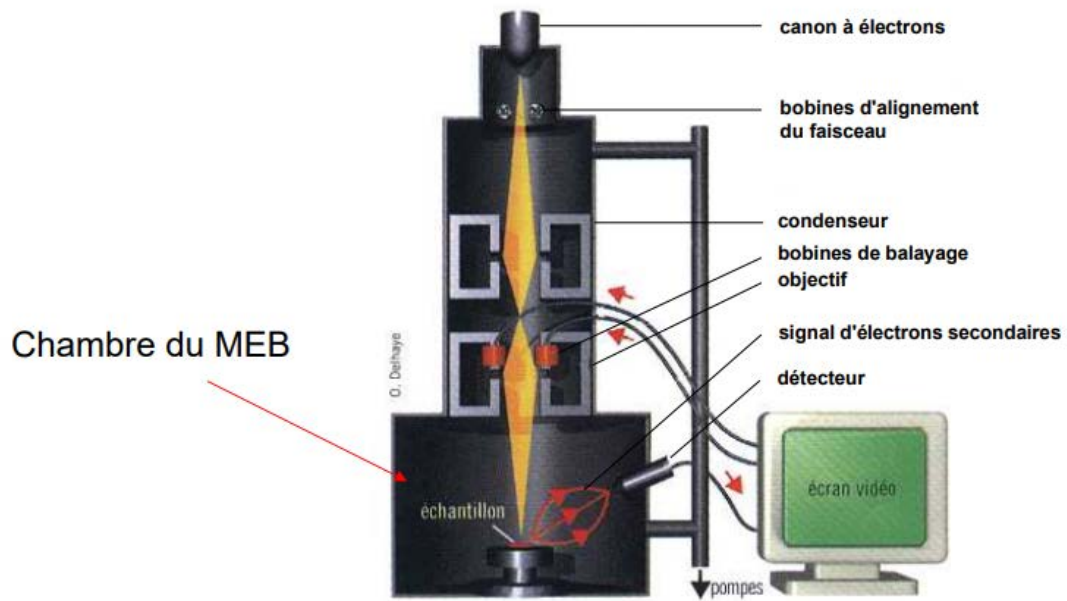


Figure III -9 : Schéma de principe du MEB

[Jacky Ruste 2013]

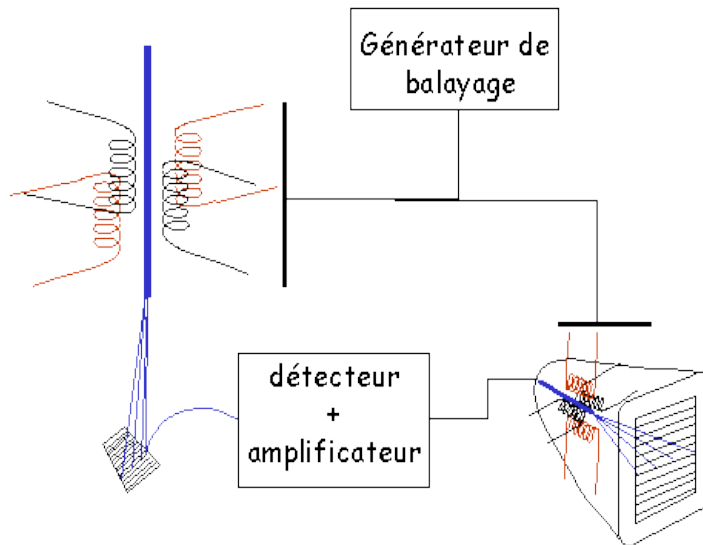


Figure III -10 :
Synchronisation entre le
générateur de balayage
du MEB et le détecteur
des particules émises par
l'échantillon.

[Jacky Ruste 2013]

III -4. Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons brièvement mis en revu les deux techniques expérimentales : la SMI et la MEB utilisées pour l'étude du comportement mécanique de l'alliage eutectoïde Al-51 at% Zn dont les résultats expérimentaux constituent le but de cette étude relatif à la détermination par Frottement Interne de la nature des défauts dans les matériaux purs et alliages métalliques.

Chapitre IV

-Résultats expérimentaux

*- Discussion et
Interprétation*

IV-1. Introduction :

Ce chapitre a été scindé en deux parties A et B. Dans chacune d'entre elles nous avons traité le dépouillement des résultats expérimentaux relatifs aux deux techniques expérimentales prises en considération lors de cette étude.

Partie A : Etude de l'alliage eutectoïde Al-51at%Zn par spectroscopie mécanique isotherme.

IV-A- 1. Introduction :

Des mesures de frottement interne isotherme ont été réalisées à différentes températures incluant celle de la transition eutectoïde dans une très large gamme de fréquences

Ces expériences mettent en évidence une très grande différence des spectres de frottement interne juste en dessous et juste au-dessus de la transition eutectoïde. De plus, deux pics de relaxation (nommés P1 et P2) ont été observés entre 200 [K] et 550 [K] lorsque la structure de l'échantillon est un mélange des deux phases α - β . Lors du premier chauffage, P1 diminue et disparaît totalement tandis que P2 apparaît et augmente progressivement. Le pic P2 disparaît après un recuit au-dessus de la transition eutectoïde et un refroidissement lent ultérieur. Un autre pic de relaxation P3 a été mis en évidence à très basse fréquence au-dessus de 550 [K] dans la phase α .

Dans ce travail, nous n'allons nous intéresser qu'aux deux pics P1 et P2 obtenus pour une amplitude de déformation $\varepsilon_{max}=5* 10^{-6}$

IV-A- 2. Procédure expérimentale :

Les expériences isothermes sur l'alliage Al-51 at% Zn fourni par Goodfellow ont été réalisées à différentes températures après stabilisation thermique de l'échantillon (5 heures) avec un pendule de torsion inversé décrit en détail au chapitre précédent.

Les mesures ont été réalisées sous pression partielle d'argon pur (0,1 [bar]).

L'amplitude de déformation maximale $\varepsilon_{max}=5* 10^{-6}$ a été principalement utilisée dans les expériences.

IV-A- 3. Résultats expérimentaux :

La **Figure IV-A-1** regroupe les spectres de frottement interne représentés en fonction de la température pour différentes fréquences à partir des spectres de frottement intérieur isotherme en balayage en fréquences lors de la montée en température et ce pour différentes températures de mesure. La ligne verticale à 550 [K] correspond à la température de transition eutectoïde.

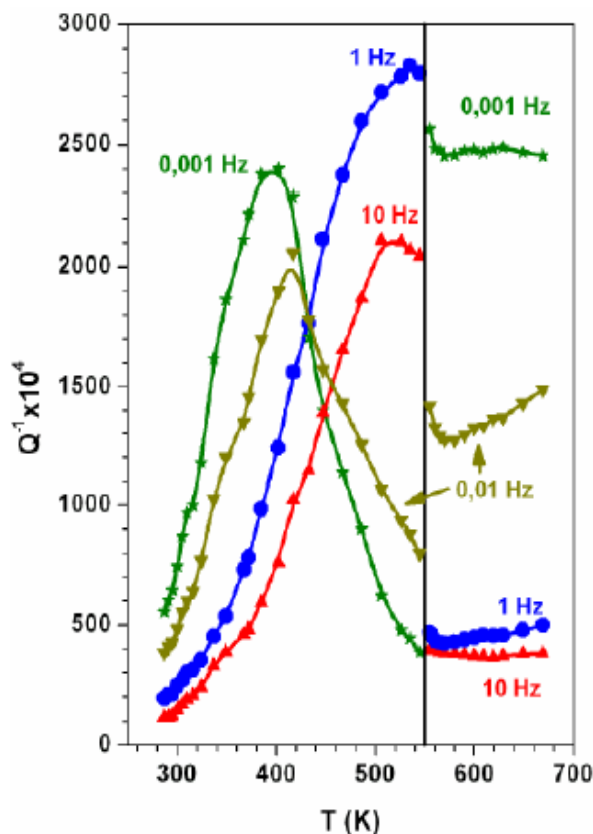


Figure IV-A-1: Représentation du frottement interne en fonction de la température pour différentes fréquences à partir des spectres obtenus lors de mesures isothermes pour différentes températures de mesure en fonction de la fréquence. La ligne verticale correspond à la température de transition eutectoïde $\varepsilon_{max}=5* 10^{-6}$

A 10 [Hz] ou 1 [Hz], l'amortissement augmente fortement jusqu'à 550 [K] (0,2 à 10 [Hz] et 0,26 à 1 [Hz]) mais nous pouvons remarquer une décroissance au-dessus de 550 [K] (environ 0,05 pour 1 et 10 [Hz]).

Contrairement aux spectres des fréquences précédentes, les mesures effectuées à très basse fréquence (10^{-3} [Hz]) présentent d'abord un maximum à basse température (environ 400 [K]), puis l'amortissement diminue (0,04 juste en dessous de 550 [K]) mais augmente fortement (0,25) au-dessus de la transition eutectoïde.

Pour une fréquence intermédiaire (0,01 [Hz] par exemple), les valeurs d'amortissement se situent entre les précédentes mais une grande différence est observable à la transition eutectoïde.

Les spectres de frottement interne réalisés au-dessus de 350 K présentent deux pics de relaxation, nommés P1 et P2.

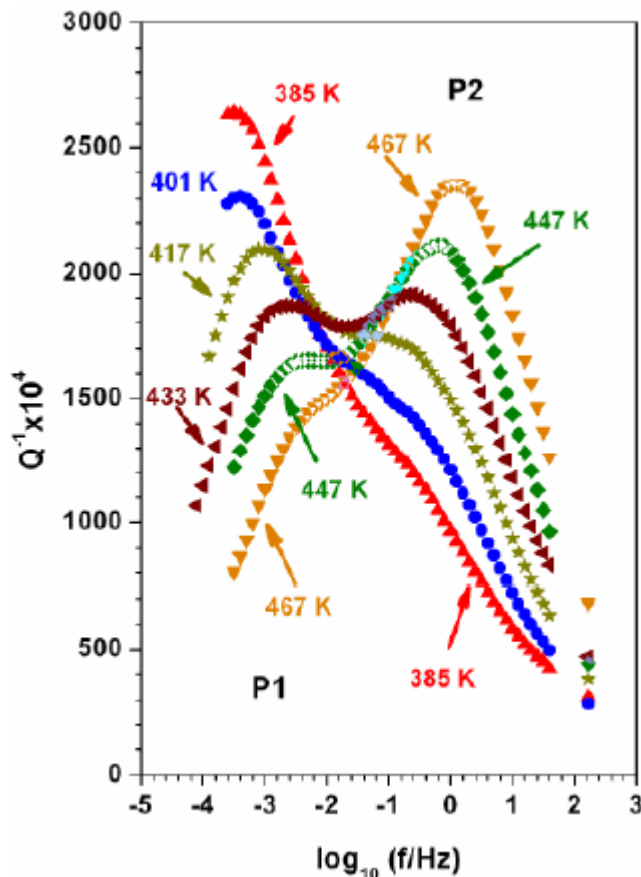


Figure IV-A-2: Spectres de frottement interne obtenus à différentes températures de mesure lors de la montée en température.

$$\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$$

P1 se déplace vers les fréquences plus élevées et son amplitude diminue avec l'augmentation de la température de mesure, comme le montre la **Figure IV-A-2**. Aussi, nous pouvons remarquer que la décroissance de P1 engendre l'apparition du pic P2, ce dernier apparaît à des fréquences plus élevées et se développe progressivement en se déplaçant vers les fréquences plus élevées en fonction de l'augmentation de la température de mesure.

Notons que l'évolution du comportement de P1 est irréversible.

La **Figure IV-A-3** montre les spectres d'amortissement obtenus à des températures décroissantes après un recuit à 471 [K]. Sur la même figure ont été représentés les deux pics P1 obtenus par la décomposition des données brutes à 471 [K] et 457 [K] ; ces deux pics sont symétriques et admettent la même amplitude. Les spectres de cette figure montrent aussi l'évolution du pic P2 à hautes fréquences ; nous pouvons constater que l'amplitude de P2 diminue et que la position de son maximum se déplace vers les basses fréquences en fonction de la diminution de la température de mesure.

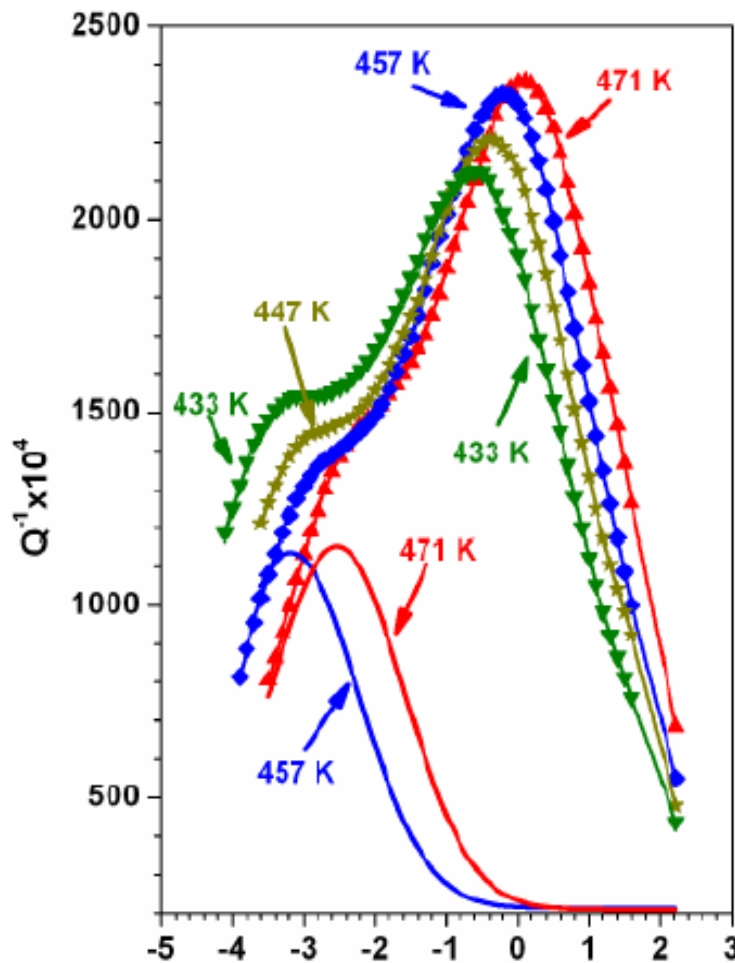


Figure IV-A-3: Spectres de frottement interne obtenus en descente en température après recuit à 471 [K]. Les pics P1 (en lignes continues) sont obtenus à 471 [K] et 457 [K] après décomposition des courbes expérimentales correspondantes.

$$\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$$

Nous pouvons aussi constater que la fréquence de la position du maximum des deux pics P1 et P2 se décale vers des valeurs inférieures après recuit.

Le comportement illustré sur la **Figure VI-A-4** montre l'amortissement obtenu à la même température de mesure (486 [K]) mais après différents recuits : à 486 [K] (courbe a) à 526 [K] (courbe b) et à 544 [K] (courbe c).

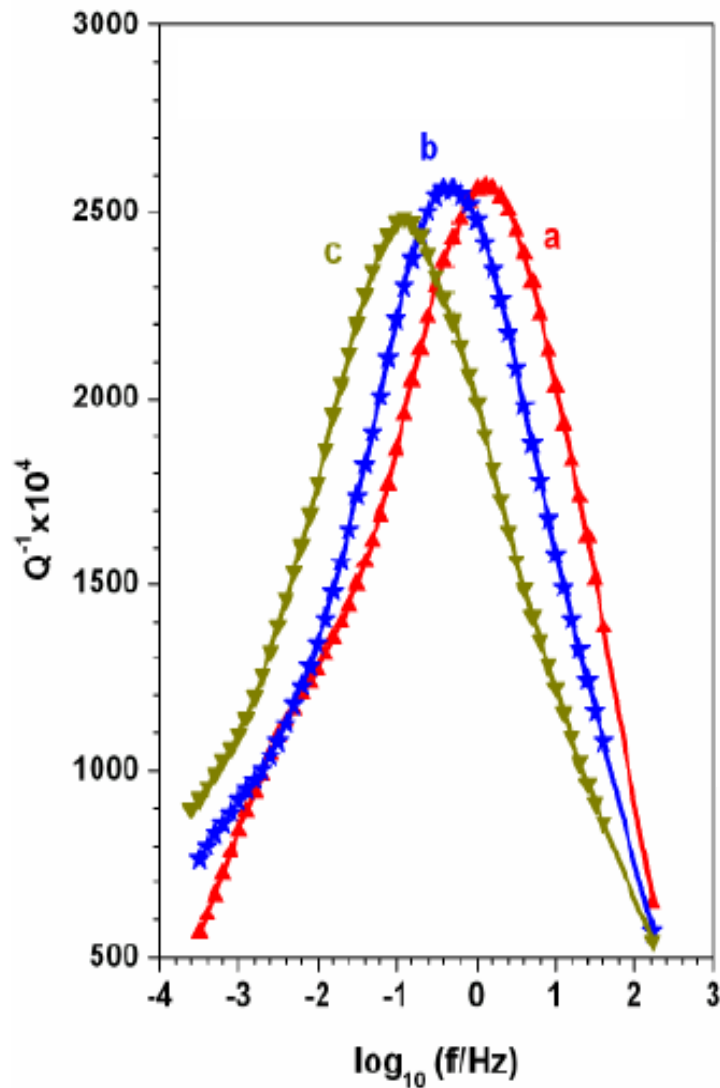


Figure IV-A-4: Spectres de Frottement interne obtenus à 486 [K] après différents recuits respectivement à 486 K (courbe a) 526 K (courbe b) 544 [K] (courbe c). $\epsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$

Nous pouvons remarquer que la fréquence de la position du maximum du pic dépend de la température de recuit. Les pics P1 et P2 vérifient ce critère, en effet la **Figure IV-A-5** illustre bien cet effet. Sur cette figure, nous avons représenté le logarithme népérien de la fréquence du maximum du pic en fonction de l'inverse de la température de mesure suivant la loi d'Arrhenius. L'énorme différence entre la montée en température et les refroidissements après différentes températures de recuits est mise en évidence pour les deux pics P1 et P2.

Lors de la montée en température, les points ne sont pas alignés. En revanche, les points correspondant aux fréquences des pics obtenus en descente en température à différentes températures de recuits (467 [K], 527 [K] et 544 [K]) sont parfaitement alignés pour les deux pics correspondant bien à la loi d'Arrhenius. De plus, nous pouvons constater que les différentes droites d'Arrhenius ont parallèles pour chaque pic.

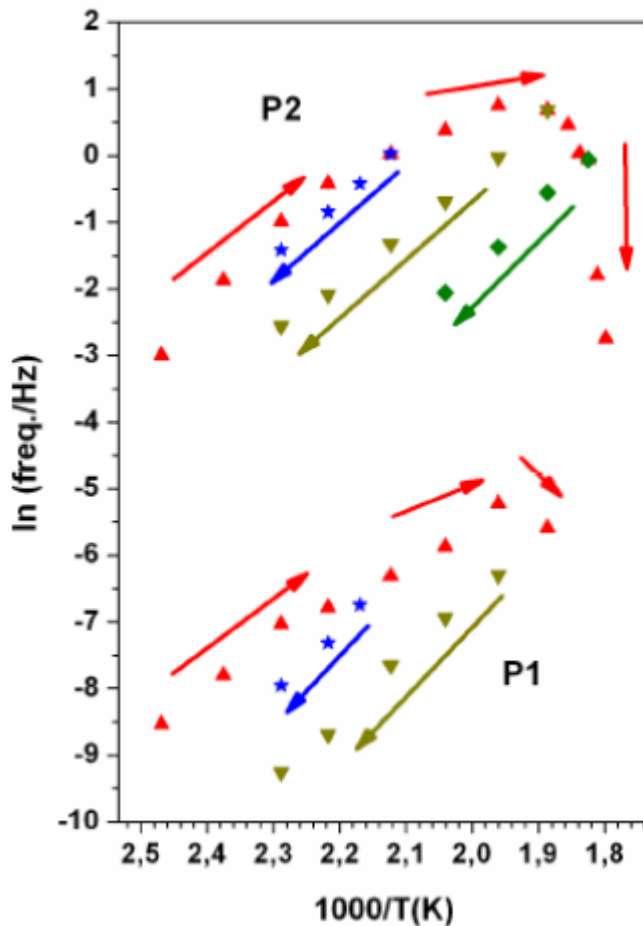


Figure IV-A-5: Logarithme népérien de la fréquence de la position des maxima des deux pics P1 et P2 obtenue durant la montée en température et après divers recuits représenté en fonction de l'inverse de la température de mesure.

Les paramètres de relaxation, le temps de relaxation limite τ_0 et l'énergie d'activation H sont déduits des droites d'Arrhenius et sont quasiment les mêmes pour P1 et P2 après les différents recuits :

$$\tau_0 (\text{P1}) \cong 2 * 10^{-8} [\text{s}] \text{ et } \tau_0 (\text{P2}) \cong 2,* 10^{-8} [\text{s}]$$

$$\text{Avec } H \cong 75 \pm 5 [\text{KJ} * [\text{mole}^{-1}] = 0,77 \pm 0,5 [\text{eV}]$$

Après un recuit in-situ à 573 [K] et un refroidissement lent jusqu'à 467 [K] (**Figure IV-A-6**), il se produit l'inverse de la montée en température (**Figure IV-A-2**). En effet, l'amplitude du pic P2 diminue progressivement lors de la descente en température au profit de l'augmentation de celle du pic P1. Sur cette figure (**Figure IV-A-6**), on remarque bien que le pic P1 réapparaît à 467 [K] et un petit pic P2 persiste.

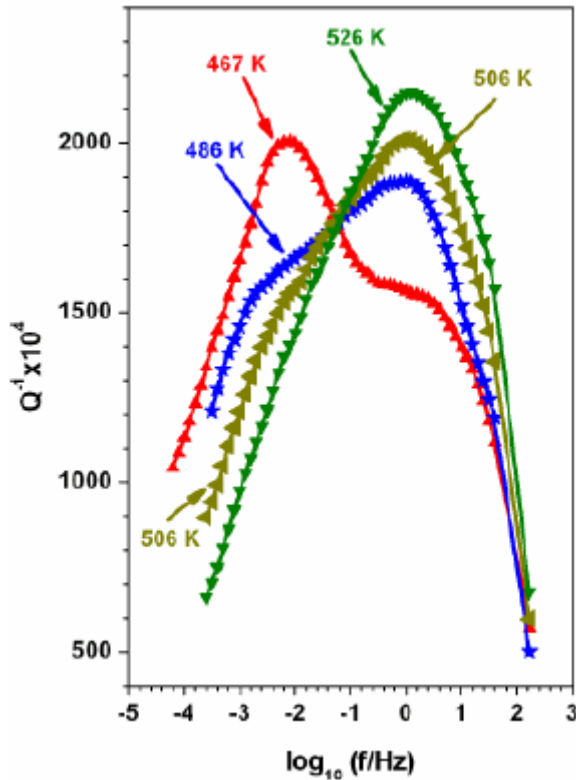


Figure IV-A-6: Spectres de frottement interne mesurés à différentes températures lors d'un refroidissement lent jusqu'à 467 [K] après un recuit à 573 [K].

$$\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$$

Au-delà de 555 [K] P1 et P2 ont totalement disparu, mais un nouveau pic de relaxation (P3) apparaît à très basse fréquence. La (**Figure IV-A-7**) montre spectres de frottement interne obtenus à la même température 619 [K] après le recuit respectivement à 619 [K] et à 673 [K]. P1 et P2 ont totalement disparus, mais un nouveau pic de relaxation P3 apparaît.

À très basse fréquence P3 ne disparaît pas lors d'un recuit à très haute température, mais son maximum se déplace vers des fréquences plus basses jusqu'à 673 [K] (**Figure IV-A-8**)

En raison de cette dépendance du maximum de P3 avec la température de recuit, les courbes d'Arrhenius ne peuvent être représentées que pour les mesures effectuées pendant un refroidissement, le recuit de 673 [K] (**Figure IV-A-9**)

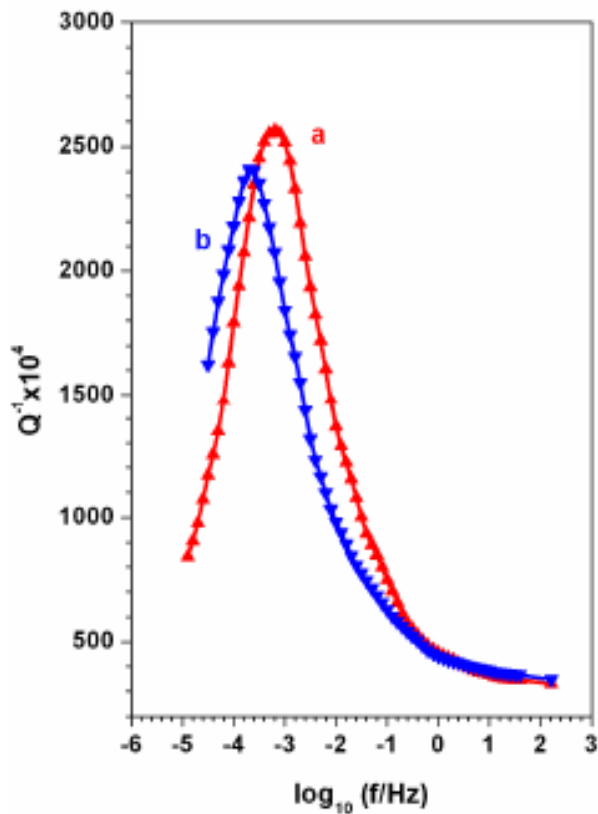


Figure IV-A-7: Spectres de Frottement interne obtenus à 619 [K] montrant le Pic P3 après les recuits respectivement à 619 [K] (Courbe a) à 673 [K] (Courbe b).

$$\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$$

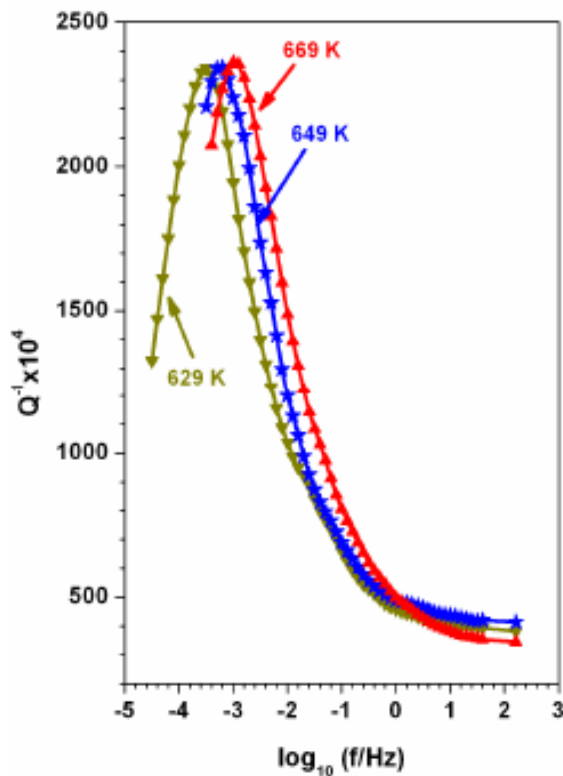


Figure IV-A-8 Spectres de Frottement interne montrant le Pic P3 obtenus à différentes températures de mesure après recuit à 673 [K]

$$\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$$

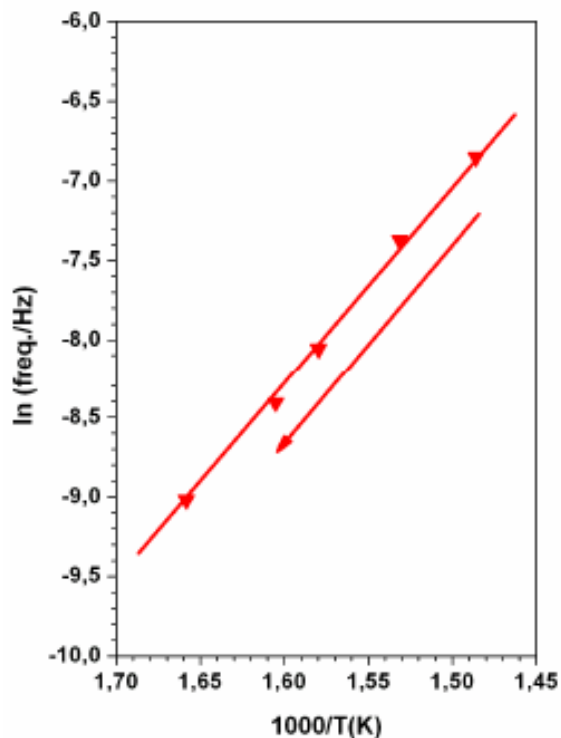


Figure IV-A-9 Logarithme népérien de la fréquence de la position des maxima de P3 obtenue durant la descente en température représenté en fonction de l'inverse de la température de mesure après le recuit à 673 [K]

$$\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$$

Les paramètres de relaxation, le temps de relaxation limite τ_0 et l'énergie d'activation H du Pic P3 sont :

$$\tau_0 (\text{P3}) \cong 9 * 10^{-7} [\text{s}] \text{ et } H (\text{P3}) \cong 105 \pm 5 [\text{KJ}] * [\text{mole}^{-1}] = 1,1 \pm 0,5 [\text{eV}]$$

Des pics de relaxation à très haute température et à très basse fréquence ont déjà été observés dans plusieurs métaux purs ou alliages métalliques :

Indium pur [A. Rivière 2004], Aluminium polycristallin 3N [10] [A. Rivière 2001] et monocristal d'Aluminium 5N [C. Belamri and al 2006].

IV- A - 4. Discussion et Interprétation

Les pics P1 et P2 sont liés à la microstructure obtenue sous la transition eutectoïde, c'est-à-dire des phases α et β mélangées.

X.F. Zhu [X.F. Zhu 1990] a mesuré le frottement interne dans un alliage Al-60at. % Zn entre 290 [K] et 390 [K] avec différentes fréquences comprises entre 0,1 [Hz] et 7 [Hz]. En traçant le logarithme népérien de la fréquence en fonction de 1000/T pour le même niveau d'amortissement, il a déduit une énergie d'activation de 0.74 [eV] proche de la valeur

(0.77 [eV]) obtenue dans cette étude par le décalage de P1 et P2 avec la température (**Figure IV-A-5**).

Zhu a expliqué l'amortissement observé comme la diffusion d'atomes induite thermiquement à travers l'interface entre les grains de phase α et β . Une telle hypothèse pourrait expliquer l'existence des pics P1 et P2. P1 existe directement dans le mélange obtenu lors d'un refroidissement continu après un recuit au-dessus de 550 [K]. Sa disparition progressive et, en même temps, l'apparition et l'augmentation l'amplitude de P2, pourraient correspondre à un changement de la forme de l'interface lamellaire entre les phases α et β .

Après un recuit au-dessus de 550 [K] et un refroidissement continu, P1 est à nouveau mis en évidence et son comportement lors des chauffages successifs est toujours le même. La présence de P2 après le refroidissement, en fonction de la température finale atteinte, montre que son amplitude augmente progressivement avec la température jusqu'à la disparition de P1. La valeur du temps de relaxation limite mesuré τ_0 (9×10^{-7} [s]) et l'évolution de la fréquence du pic avec le recuit permettent d'associer P3 au mouvement, sous la contrainte appliquée des joints de sous-grains développés pendant le recuit à très haute température.

IV-A - 5. Conclusion

Les expériences de spectroscopie mécanique isotherme permettent de mesurer directement l'amortissement intrinsèque en dessous et au-dessus de la température de transition sans effet transitoire comme observé ci-dessus. L'avantage de cette technique réside dans le fait que la structure reste stable à chaque température de mesure pendant les expériences.

Le changement de la microstructure à 550 [K] correspond à une forte évolution du frottement interne en fonction de la fréquence telle que le montrent les spectres du frottement interne en fonction de la température. (**Figure IV-A-1**).

Les deux pics (P1 et P2) sont observés en dessous de la température de transition eutectoïde. Selon l'interprétation de Zhu, ils peuvent être liés à la diffusion d'atomes induite thermiquement à travers l'interface entre les grains de phase α et β . L'évolution des deux pics pendant le chauffage correspond à un changement de la forme des phases α et β pendant le recuit.

Le pic P3 quant à lui a été mis en évidence dans une large gamme de températures, ce qui a permis de déterminer ses paramètres de relaxation. En particulier, la valeur du temps limite

de relaxation (9×10^{-7} [s]) confirme l'interprétation proposée précédemment : mouvement des limites de sous-grains sous la contrainte appliquée. Un tel Pic ne peut être observé qu'à de très basses fréquences. À 1 Hz, le maximum de P3 serait supérieur au point de fusion.

Tous les résultats décrits dans ce travail ne peuvent être obtenus qu'en utilisant la Spectroscopie Mécanique Isotherme dans une très large gamme de fréquences et en particulier à très basses fréquences.

Partie B : Observations MEB de la transformation structurale dans l'alliage eutectoïde Al-51 at% Zn observée en Frottement Interne

IV- B 1. Introduction :

L'alliage eutectoïde Al 51%.at Zn a fait l'objet de plusieurs études tant sur l'évolution de la microstructure que sur son comportement en Frottement Interne.

Au niveau microstructural, les observations réalisées par différents auteurs [M.-X. Zhang et al 2006 - Y.H Zhu 2004 - V.M. Lopez Hirata et al 1998 - Y.H. Zhu et al 1997 - Ryszard Ciach 1996 - Stanko Popovic et al 1999] sur cet alliage eutectoïde en particulier ont montré que la configuration du mélange des deux phases α et β est très complexe. Ces auteurs ont observé des structures lamellaires, des structures lamellaires déformées, des structures globulaires, des structures globulaires interconnectées et des amas.

Dans cette partie, nous mettrons en évidence l'importance du rôle de la spectroscopie mécanique dans la détermination du comportement mécanique des matériaux en coordonnant entre les observations MEB et l'origine des deux pics P1 et P2 ainsi que leur évolution en fonction de la structure.

IV-B -2 : Procédure expérimentale :

Les changements microstructuraux et la transformation de phase de l'alliage utilisé Al 51%.at Zn ont été systématiquement étudiés au cours de différents processus thermiques et thermomécaniques en utilisant dans la partie A relative à la Spectroscopie Mécanique Isotherme (SMI) et dans cette partie B la microscopie électronique à balayage (MEB).

L'utilité de cette technique d'observation et l'appareil utilisé lors de cette étude ont été développés au chapitre précédent.

Afin de procéder à l'analyse des photos MEB obtenues, une étude statistique a été établie pour la première fois pour pouvoir indiquer la proportion de chaque structure de cet alliage.

Les observations MEB de cette étude ont été réalisées sur les mêmes éprouvettes utilisées dans la partie A et ce afin de mettre en évidence l'origine des pics P1 et P2 et leur évolution en fonction de la structure.

Les observations au MEB ont été effectuées à l'aide de trois échantillons recuits respectivement à 385 [K], 433 [K] et 493 [K] puis refroidis dans le four jusqu'à la température ambiante après un temps de maintien de 2h30 mn pour chaque température de recuit.

Afin d'analyser les observations MEB et d'établir une étude statistique cohérente sur les différentes structures existantes, la procédure de segmentation manuelle a été appliquée à toutes les photos MEB obtenues pour chaque température de recuit. La procédure consiste d'abord de prendre une photo MEB et de la zoomer avec Photoshop. Après avoir repéré les zones des différentes structures sur chaque photo, ces dernières ont été manuellement segmentées afin d'évaluer la reproductibilité de chaque zone, ce qui a donné lieu à une excellente étude statistique.

Cette division est faite selon les configurations qui montrent clairement les différentes étapes de l'évolution microstructurale de l'alliage considéré. Ainsi, toutes les photographies MEB ont été découpées en petites zones nommées : A, B, C, D et E (**Figure IV-B-1**), chacune d'entre elles correspondant à :

A correspond à la structure lamellaire, **B** correspond à la destruction de la structure lamellaire et à son évolution progressive vers la structure globulaire, **C** montre la formation de la structure globulaire, **D** et **E** traduisent respectivement le début et la fin du processus de coalescence des globules. Ces surfaces élémentaires successives sont représentées sur la **Figure IV-B-1** montrant les différentes étapes de l'évolution progressive de la structure de l'Alliage eutectoïde Al-51 at% Zn [A. R. Forouhi et al 1987 - M.-X. Zhang et al 2006 - Y.H Zhu 2004 - V.M. Lopez Hirata et al 1998 - Y.H. Zhu et al 1997 - Ryszard Ciach 1996 - Stanko Popovic et al 1999- Stanko Popovic et al 2000 - Zeljko Skoko et al 2009].

La procédure statistique consiste à compter le nombre de chaque espèce (A, B, C, D et E) pour toutes les photographies obtenues pour chaque température suivant différentes zones d'observation. Le résultat considéré est la moyenne de toutes les photographies prises dans

les différentes zones d'observation d'un même échantillon pour chaque température de trempe considérée.

Après le découpage et le comptage des différentes zones d'observation pour chaque température de trempe, les résultats statistiques ont été présentés sous forme d'histogrammes.

Chaque photo analysée a une dimension de 1200 pixels en largeur et 900 pixels de hauteur. Elle est divisée en 885 zones carrées de 35 pixels de chaque côté (**Figure IV-B-2**).

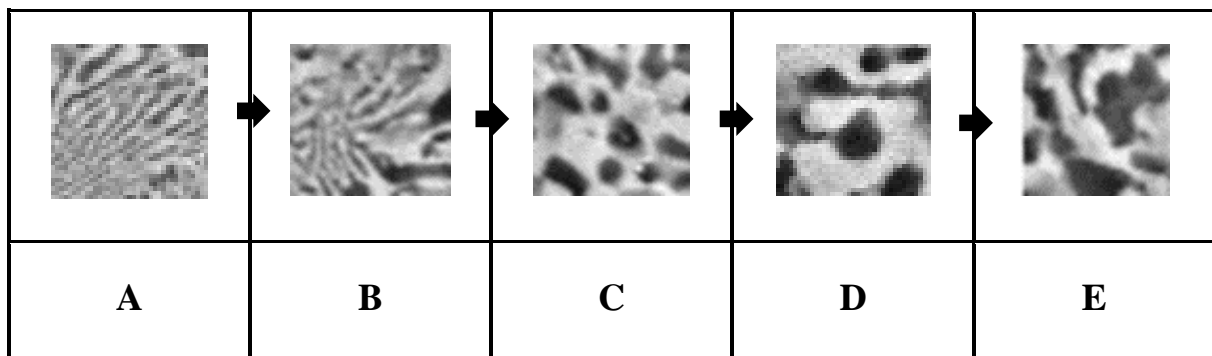


Figure IV-B-1 : Surfaces A, B, C, D et E représentant les différentes étapes de l'évolution de la microstructure de l'alliage eutectoïde Al-51 at% Zn.

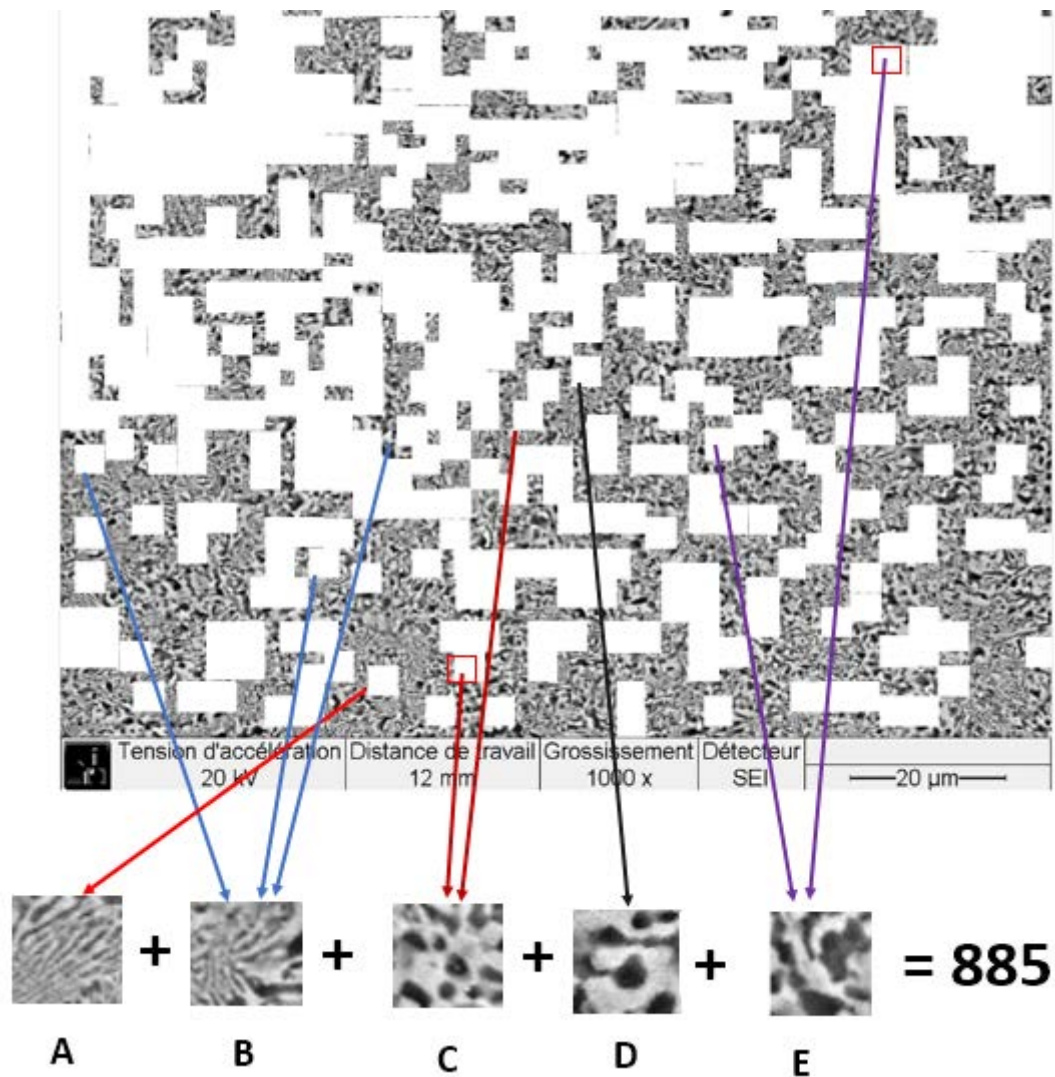


Figure IV-B-2 : Procédure de segmentation appliquée à toutes les photos MEB obtenues pour chaque température de recuit.

IV-B-3 : Résultats expérimentaux Discussion et Interprétation :

IV-B-3-1 : Analyse des Observations MEB :

L'aspect général des photographies MEB prises après la première trempe (385 [K]) et la dernière trempe (493 [K]) est respectivement représenté sur les photos (a) et (b) de la **Figure IV-B-3**. On constate que la présence de zones " grisâtres " est plus importante dans le cas de l'échantillon trempé à 385 [K] que dans celui trempé à 493 [K]. Ces zones grisâtres correspondent à la structure lamellaire. Sur la première photo (a) c'est donc la structure

lamellaire qui prédomine alors que sur la seconde (b) c'est plutôt la structure globulaire qui est dominante.

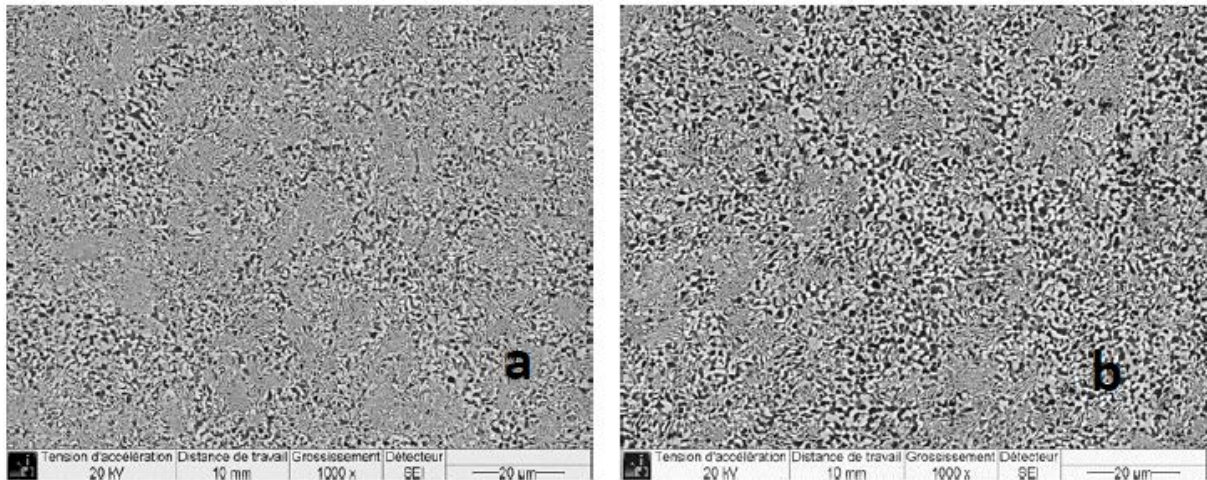


Figure IV-B-3 : Aspect général de l'alliage Al-51at% Zn trempé à :

(a) 385 [K]. (b) 493 [K].

IV- B -3- 1- 1. Alliage trempé à 385 [K]

Pour l'alliage trempé à 385 [K], la zone **B**, correspondant à la destruction de la structure lamellaire et à sa transformation progressive en une structure globulaire, est prédominante (**Figure IV-B-4**). Cette transition de **A** à **B** induit nécessairement une modification de la forme de l'interface entre les phases α et β .

IV-B-3-1-2. Alliage trempé à 433 [K] :

Après la trempe à 433 [K], toutes les zones existent comme le montre la **Figure IV-B-5**. Cependant, les zones **B** et **D** sont prédominantes avec une importance pratiquement égale. Elles correspondent respectivement à la destruction de la structure lamellaire et globulaire.

IV-B-3-1-3. Alliage trempé à 493 [K] :

La **Figure IV-B-6** montre qu'après la trempe à 493 [K], il y a une augmentation significative des catégories de surfaces **D** et **E**, confirmant la transition totale de la structure

lamellaire à la coalescence de la structure globulaire. Ainsi, la structure lamellaire disparaît complètement, laissant place à la coalescence de la structure globulaire.

Après recuit à 385 [K].

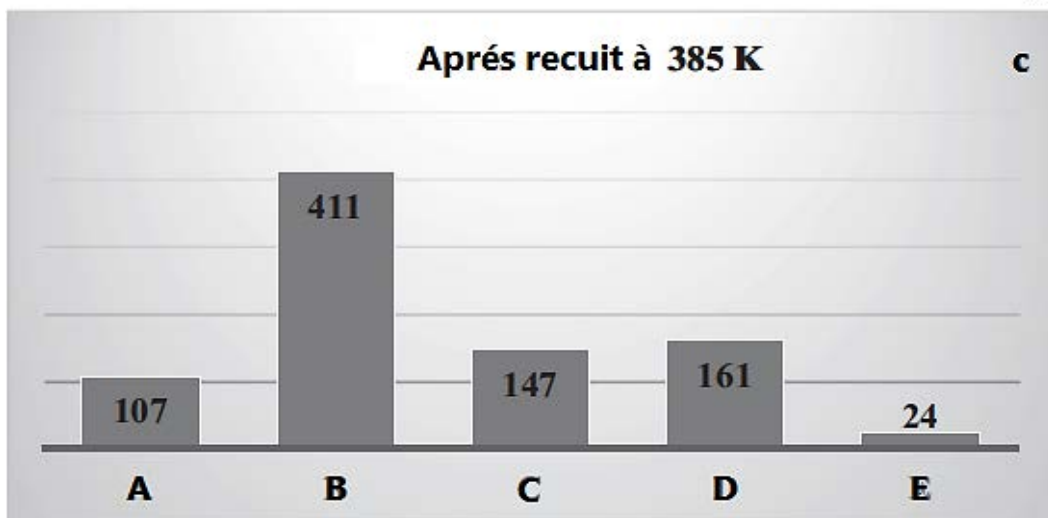
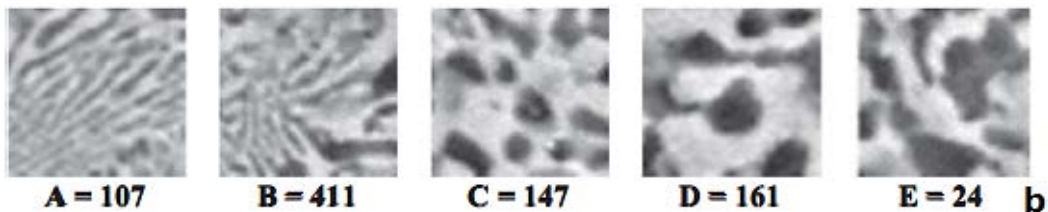
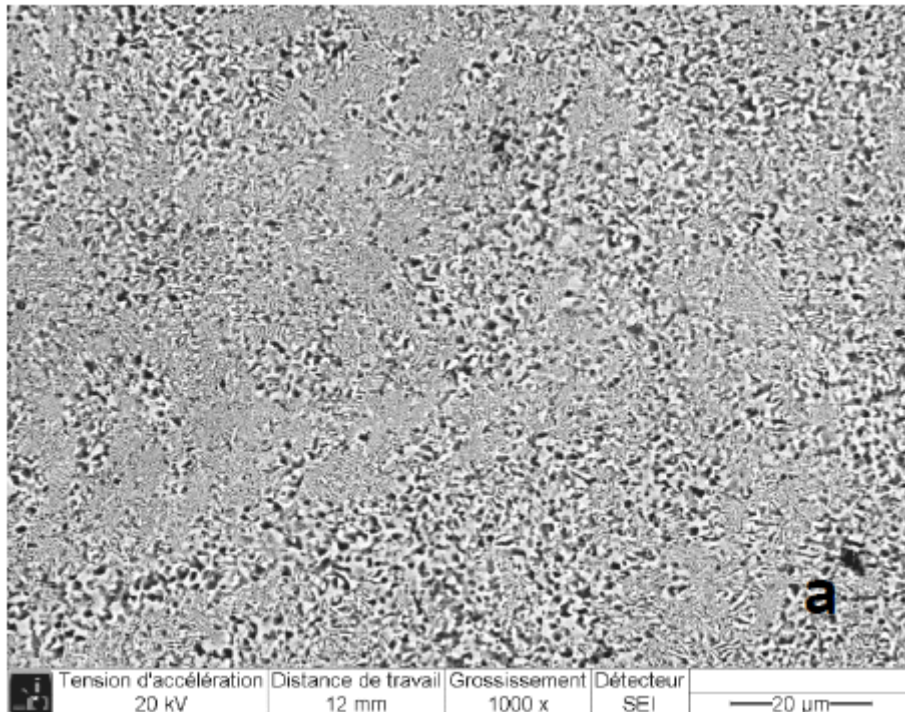


Figure IV-B-4: (a) observations MEB après recuit à 385 [K]. (b) Le décompte des différentes surfaces A, B, C, D et E. (c) Histogramme relatif au comptage des différentes zones.

Après recuit à 433 [K].

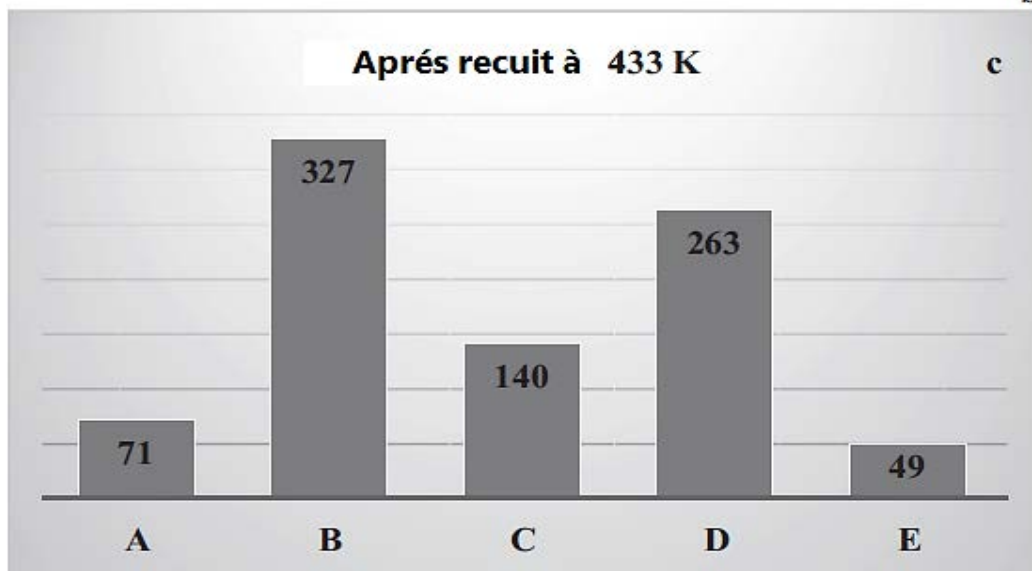
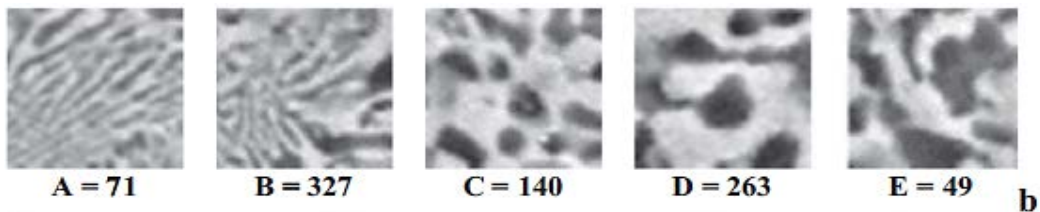
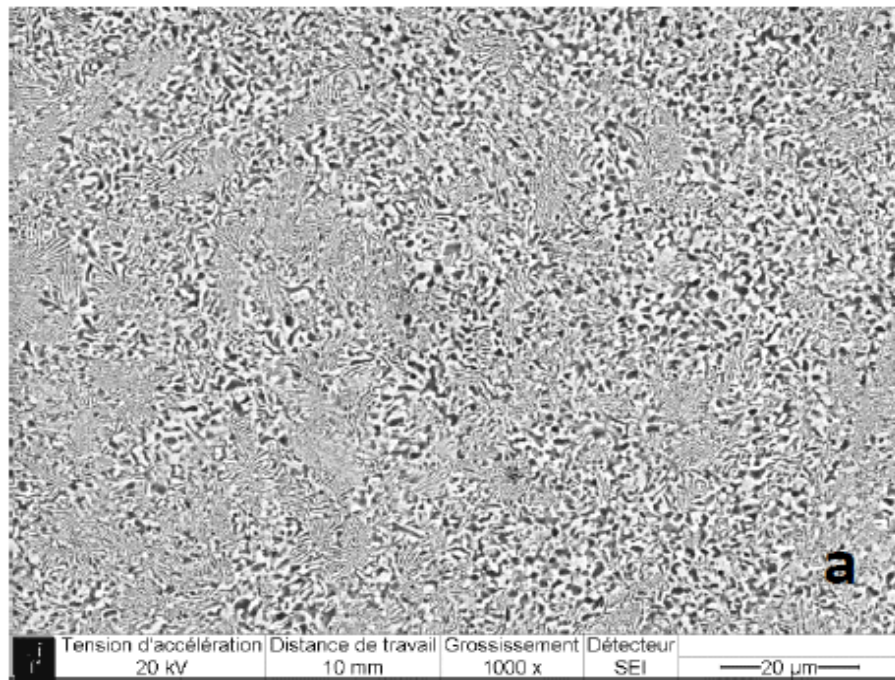


Figure IV-B-5: (a) observations MEB après recuit à 433 [K]. (b) Le décompte des différentes surfaces A, B, C, D et E. (c) Histogramme relatif au comptage des différentes zones.

Après recuit à 493 [K].

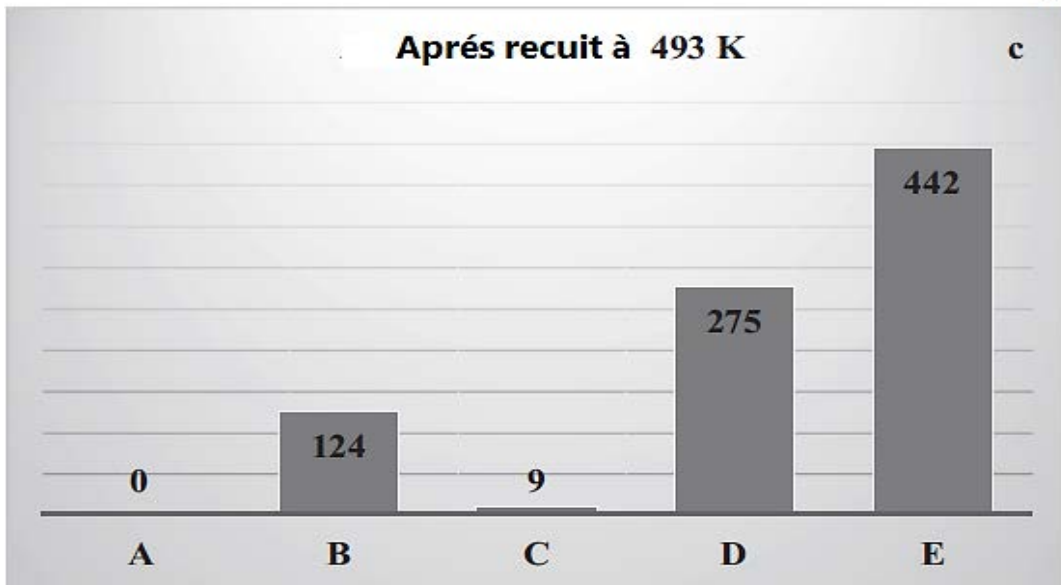
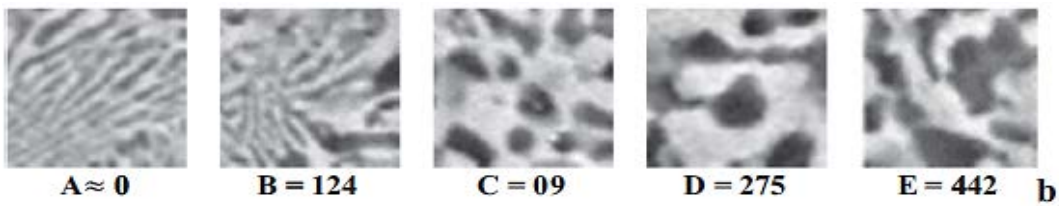
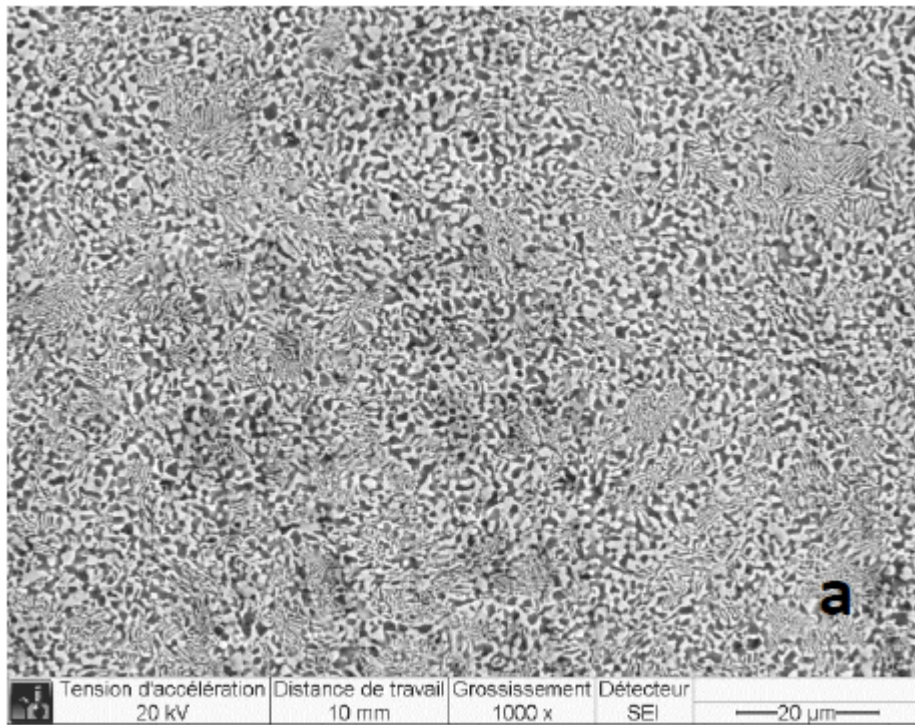


Figure IV-B-6: (a) observations MEB après recuit à 493 [K]. (b) Le décompte des différentes surfaces A, B, C, D et E. (c) Histogramme relatif au comptage des différentes zone.

L'analyse de l'ensemble de ces observations montre donc clairement l'évolution de la microstructure de l'alliage eutectoïde Al-51 at % Zn en fonction de la température en dessous de la transformation eutectoïde. Ceci est en parfaite adéquation avec les résultats des essais de Spectroscopie Mécanique Isotherme (SMI) de la partie A du chapitre. Les deux pics P1 et P2 (**Figure IV-A-2**) obtenus sur le même alliage (Al-51% at. Zn) sont donc étroitement liés à la transformation microstructurale.

IV-B-3-2. Discussion et Interprétation :

Le comportement de P1 et de P2, représenté sur la **Figure IV-A-2**, est en total accord avec les observations MEB, ce qui met en évidence le lien étroit entre leur existence et l'évolution de la microstructure.

En fonction de la température considérée, à 385 [K] il existe une prépondérance de la zone **B**, ce qui correspond à la destruction progressive de la structure lamellaire. Ceci va dans le même sens que l'évolution du pic P1, dont l'amplitude diminue progressivement en fonction de l'augmentation de la température de mesure. Ce comportement est particulièrement bien confirmé lors de l'essai de Spectroscopie Mécanique Isotherme à 433 [K] où les observations MEB ont montré que les zones **B** et **D** sont d'importance égale. En effet, elles correspondent respectivement à la destruction progressive de la structure lamellaire au profit de la structure globulaire et au début de la coalescence des globules. Ceci est d'ailleurs en parfait accord avec les résultats de SMI puisque les amplitudes des deux pics P1 et P2 sont pratiquement égales comme le montre bien la **Figure IV-A-2**.

A 493 [K], les zones **D** et **E**, correspondant à la destruction de la structure globulaire, prédominent, ce qui explique le développement de P2 au détriment de P1. Ce comportement reflète donc globalement le changement continu de l'interface entre les phases α et β .

Les valeurs des paramètres de relaxation obtenues dans la partie A semble prouver que nous sommes en présence d'un même mécanisme (énergie d'activation thermique égale à 0,77 [eV] pour les deux pics P1 et P2) avec des microstructures différentes (le temps limite de relaxation τ_0 est différent pour ces pics).

En effet : τ_0 (P1) $\cong 2 \cdot 10^{-7}$ [s] et τ_0 (P2) $\cong 2, \cdot 10^{-8}$ [s]

Ce mécanisme est basé sur la destruction des deux structures : lamellaire et globulaire. Pour les deux microstructures nous avons respectivement une évolution de la structure

lamellaire en une structure globulaire puis la destruction de cette dernière par la coalescence des globules.

En résumé, nous pouvons conclure que l'évolution des deux pics, au cours du chauffage, correspond à un changement de forme des phases α et β au cours du recuit.

IV-B-4. Conclusion :

Après la découpe et le comptage des surfaces **A**, **B**, **C**, **D** et **E** des différentes zones d'observation MEB pour chaque température de trempe, les résultats statistiques effectués ont mis en évidence la parfaite corrélation entre les observations MEB et les pics de frottement interne observés sur l'alliage eutectoïde étudié : Al-51% at. Zn.

Les essais de Spectroscopie Mécanique Isotherme développés dans la partie A de ce chapitre ont révélé deux pics notés P1 et P2 observés en dessous de la température de transition eutectoïde de cet alliage. En fonction de la température de mesure, les résultats sont les suivants :

- Existence de P1 essentiellement à 383 [K].
- Coexistence de P1 et P2 avec la même amplitude à 433 [K].
- Existence de de P2 essentiellement à 467 [K].

En fonction de ces températures, la phase β passe d'une forme lamellaire à la forme globulaire selon un mécanisme où la phase β se transforme progressivement comme le montrent les zones **A** et **B** jusqu'à la forme **C** (globulaire).

Après cela, ces globules commencent à coalescer comme le montre la zone **D** jusqu'à la fin du processus, c'est-à-dire la zone **E**.

Ces observations fournissent donc une explication adéquate de l'origine des pics observés et nous permettent de les attribuer sans ambiguïté comme suit :

- P1 à la structure lamellaire.

L'amplitude de ce pic diminue progressivement. Il disparaît complètement lorsque cette structure est totalement détruite.

- P2 à la coalescence de la structure globulaire et donc à la destruction de cette dernière.

Conclusion Générale

Conclusion Générale :

Au cours de cette étude expérimentale, nous nous sommes intéressés à l'évolution de la microstructure de l'alliage eutectoïde Al-51 % at. Zn.

Pour ce faire, deux techniques de caractérisation non destructives ont été considérées :

La Spectroscopie Mécanique Isotherme (SMI) et la Microscopie Electronique à Balayage (MEB).

Ainsi, une étude approfondie du comportement mécanique en frottement intérieur de cet alliage a été effectuée grâce au dispositif expérimental (LMPM de l'Institut P' de l'ENSMA de Poitiers). En effet, ce dispositif est capable de balayer une large gamme de fréquences ($60 \text{ [Hz]} - 10^{-5} \text{ [Hz]}$) à température fixe.

Grace à ce dispositif expérimental, nous nous sommes basé sur l'étude de la transformation structurale de l'alliage considéré en étudiant le comportement en frottement intérieur en-dessous et au-dessus de la température de transition eutectoïde.

Les résultats obtenus nous ont permis de constater que le changement de la microstructure en fonction de la température à 550 [K] correspond à une forte évolution de la structure interne représentée par des spectres de frottement interne montrant une forte évolution en fonction de la fréquence.

Le dépouillement des essais mécaniques de SMI a permis de mettre en évidence trois pics de relaxation dont les deux pics notés P1 et P2 observés en dessous de la température de transition eutectoïde.

Selon l'interprétation de [X.F. Zhu 1990], l'amortissement observé est dû à la diffusion d'atomes induite thermiquement à travers l'interface entre les grains de phase α et β . L'évolution des deux pics pendant le chauffage correspond donc à un changement de la forme des phases α et β pendant le recuit.

Le troisième pic P3 quant à lui a été mis en évidence dans une large gamme de température permettant d'obtenir la détermination de ses paramètres de relaxation. En particulier, la valeur du temps de relaxation limite ($9 \times 10^{-7} \text{ [s]}$) confirme l'interprétation proposée précédemment : mouvement des joints de sous-grains sous la contrainte appliquée.

Un tel Pic ne peut être observé qu'à de très basses fréquences car à 1 [Hz], le maximum de P3 serait supérieur au point de fusion.

Ainsi, tous les résultats expérimentaux obtenus et décrits dans ce travail ne peuvent être obtenus qu'en utilisant la SMI dans une très large gamme de fréquences et particulièrement aux très basses fréquences.

Les observations au MEB du même échantillon à des températures correspondant à celles des essais de relaxation ont permis de corréler entre les deux techniques :

- Le Pic P1 dont l'existence est essentiellement à 383 [K] correspond à la structure lamellaire.
- La coexistence de P1 et P2 avec la même amplitude à [433] K puis la diminution progressive de l'amplitude de P1 au profit de l'augmentation de celle de P2 jusqu'à la disparition complète de P1 correspond à la destruction totale de la structure lamellaire au profit de la structure globulaire.
- Le Pic P2 dont l'existence est essentiellement à 467 K correspond à la coalescence de la structure globulaire et donc à la destruction de cette dernière.

En conclusion, le comportement de P1 et P2 en SMI est en total accord celui déduit des observations MEB, ce qui met en évidence le lien étroit entre leur existence et l'évolution de la microstructure du matériau. Nous pouvons ainsi confirmer que la Spectroscopie Mécanique Isotherme est, non seulement, une technique parfaitement adaptée à l'étude des phénomènes de relaxation mais s'avère être une méthode incontournable dans la détermination des mécanismes physiques à l'origine de l'amortissement dans les matériaux.

***Listes des Figures et
des Tableaux***

Liste des Figures

Figure I-1	Réaction d'un matériau face à une déformation imposée en fonction de sa nature.
Figure I-2	Schéma de la répartition de l'énergie libre G dans un cristal. L'atome positionné en 1 doit surmonter la barrière énergétique ΔG pour se déplacer vers la position 2.
Figure I-3	Cycle contrainte-déformation.
Figure I-4	Réponse dynamique du solide linéaire standard de Zener.
Figure I-5	Décomposition du maximum apparent du pic de FI élargi en deux pics de Debye après suppression du Fond continu de basses fréquences.
Figure I-6	Détermination du Fond Continu de basses fréquences.
Figure I-7	Pic de joint de grain "pic de Kê" dans l'Aluminium polycristallin.
Figure II-1	Diagramme d'équilibre des phases du système Al-Zn.
Figure II-2	Précipitation discontinue dans l'alliage Al-15 at.% Zn.
Figure II-3	Précipitation discontinue dans l'alliage Al-15 at.% Zn.
Figure II-4	Précipitation discontinue dans l'alliage Al-15 at.% Zn.
Figure III -1	Aperçu global du pendule de torsion inversé. Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers.
Figure III -2	Schéma du pendule de torsion inversé. Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers.
Figure III -3	Dispositif expérimental de SMI du LMPM. Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers

Figure III -4	Schéma de la forme des mors et d'un échantillon.
Figure III -5	Schéma descriptif de la détection de la déformation.
Figure III -6	Méthode de dépouillement pour la mise en évidence des pics de relaxation.
Figure III -7	Evolution de $(Ln \omega_p)$ en fonction de $(\frac{1}{T_p})$.
Figure III -8	Dispositif expérimental de MEB - Microscope JEOL JSM 7000F LMPM Institut P' de l'E.N.S.M.A de Poitiers.
Figure III -9	Schéma de principe du MEB.
Figure III -10	Synchronisation entre le générateur de balayage du MEB et le détecteur des particules émises par l'échantillon.
Figure IV-A-1	Représentation du frottement interne en fonction de la température pour différentes fréquences à partir des spectres obtenus lors de mesures isothermes pour différentes températures de mesure en fonction de la fréquence
Figure IV-A-2	Spectres de frottement interne obtenus à différentes températures de mesure lors de la montée en température. $\epsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$
Figure IV-A-3	Spectres de frottement interne après recuit à 471 [K] Les pics P1 (lignes continues) obtenus à 471 [K] et 457 [K] après décomposition des courbes expérimentales correspondantes. $\epsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$
Figure IV-A-4	Spectres de Frottement interne obtenus à 486 [K] après différents recuits à respectivement 486 K (courbe a) à 526 K (courbe b) et à 544 [K] (courbe c). $\epsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$
Figure IV-A-5	Logarithme népérien de la fréquence de la position des maxima des deux pics P1 et P2 obtenue durant la montée en température et après divers recuits représenté en fonction de l'inverse de la température de mesure.
Figure IV-A-6	Spectres de frottement interne mesurés à différentes températures lors d'un refroidissement lent jusqu'à 467 [K] après un recuit à 573 [K]. $\epsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$
Figure IV-A-7	Spectres de Frottement interne obtenus à 619 [K] montrant le Pic P3 après les recuits respectivement à 619 [K] (Courbe a) à 673 [K] (Courbe b). $\epsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$

Figure IV-A-8	Spectres de Frottement interne montrant le Pic P3 obtenus à différentes températures de mesure après recuit à 673 [K]. $\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$
Figure IV-A-9	Logarithme népérien de la fréquence de la position des maxima de P3 obtenue durant la descente en température représenté en fonction de l'inverse de la température de mesure après le recuit à 673 [K] $\varepsilon_{max} = 5 \times 10^{-6}$
Figure IV-B-1	Surfaces A, B, C, D et E représentant les différentes étapes de l'évolution de la microstructure de l'alliage eutectoïde Al-51 at% Zn.
Figure IV-B-2	Procédure de segmentation appliquée à toutes les photos MEB obtenues pour chaque température de recuit.
Figure IV-B-3	Aspect général de l'alliage Al-51at% Zn trempé à : (a) 385 [K]. (b) 493 [K].
Figure IV-B-4	(a) observations MEB après recuit à 385 [K]. (b) Le décompte des différentes surfaces A, B, C, D et E. (c) Histogramme relatif au comptage des différentes zones.
Figure IV-B-5	(a) observations MEB après recuit à 433 [K]. (b) Le décompte des différentes surfaces A, B, C, D et E. (c) Histogramme relatif au comptage des différentes zones.
Figure IV-B-6	(a) Observations MEB après recuit à 493 [K]. (b) Le décompte des différentes surfaces A, B, C, D et E. (c) Histogramme relatif au comptage des différentes zones.

Liste des Tableaux

Tableau II-1	Caractéristiques atomiques - Caractéristiques physiques et cristallographiques du Zinc.
---------------------	---

Références Bibliographiques

- Abd Elkebir** 2012 Djamel Abd Elkebir: “Contribution à la détermination expérimentale des contributions au durcissement de l’alliage Al-Zn” Mémoire de Magister - USTHB - 2012.
- Baptist** 1972 Baptist. R; “Internal friction of structural defects in crystalline solids”; Elsevier, New York; (1972).
- Barlas** 2004 B. Barlas “Etude du comportement et de l’endommagement en Fatigue d’alliages d’aluminium de fonderie.” Thèse de Doctorat de l’Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Belahcène** 2013 Belahcène Fouad; Mémoire de Master: Etude expérimentale par Frottement Intérieur de l’alliage équiatomique à mémoire de forme Ni –Ti- Université de Batna. 2013.
- Belamri** 2013 Belamri Djamel; Thèse de Doctorat: étude des effets de relaxation liés à des transitions de phase à haute température de composés intermétalliques- Université de Batna.
- Belamri** 2012 C. Belamri, S. Belhas, S. Dourdour, 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.
- 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** 2006 C. Belamri, S. Belhas, A. Rivière – Materials Science & Engineering A 442 (2006) 142-146
- Belamri** 1993 S. Belamri, A. Rivière and J. Woïrgard: “Isothermal Internal Friction Study of the Zener Relaxation in Cu-Al Single Crystals” Materials Science Forum, 83, 119 (1993).
- 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).

- Bendaas** **2010** Bendaas Abdelouahed; Mémoire de Magister: Contribution de l'action combinée : effet d'amplitude-Température de recuit dans le phénomène de frottement intérieur observé sur un composite à matrice métallique Dural (Al-Cu) – 20% de whiskers de SiC- Université de Batna.
- Benoit** **1982** W. Benoit, G. Gremaud, R. Schaller “Anelasticity and Dislocation Dumping” -1982.
- Bensaada** **2019** S. Bensaada Université de Biskra “Precipitation est dissolution” at: <https://www.researchgate.net/publication/337155493>
Book · November 2019
- Benyahia** **2013** Benyahia Nawel ; Thèse de Doctorat : étude des mécanismes de relaxation mécanique dans des alliages contenant une phase dispersée- Université de Batna.
- 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).
- Bolze** **1972** Georges Bolze, Manfred Puls and J.S. Kirkaldy: “Contribution to the theory of eutectoid and eutectic transformations” Acta Metallurgica January 1972 20(1) pp73-85
DOI: 10.1016/0001-6160(72)90115-0
- Bonfiglioli** **1966** A.F Bonfiglioli and A Guinier: “The structure of G.P. zones in Al-Zn alloys at the first of their formation” Acta Metallurgica Volume 14, Issue 10, October 1966, Pages 1213-1224
- Bordoni** **1954** P.-G. Bordoni: “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).
- Boukhessaim** **2013** Boukhessaim Salim 2013 Mémoire de Doctorat Université de Annaba.
- Bradley** **1965** Bradley. D; “Sound propagation in near-stoichiometric Ti-Ni alloys”; The journal of acoustical society of America, Vol. 37, 4; (1965).

- Carpenter** **1966** G. J. C. Carpenter and R. D. Garwood, *J. Inst. Metals*, 94 (1966) 301.
- Ciach** **1996** Ryszard Ciach “Instability Phenomena in Al-Zn alloys” pp 675-680 of *Stability of Materials* edited by A. Gonis, Josef Kudrnovský, Patrice E.A. Turchi. Plenum Press, New York, 1996.
- Cohen** **1986** J.B. Cohen, *Solid St. Phys.* 39, 131 (1986)
- Colombié** **2008** Michel Colombié et coll. *M ATÉRIAUX MÉTALLIQUES. SÉRIE | MATÉRIAUX 2 e édition* Dunod, Paris, 2008
<https://doi.org/10.1324/asas.234566>
- Daâmouche** **2011** Daâmouche Adel ; Mémoire de Magister : Etudes des phénomènes de relaxation mécanique d’un alliage monocristallin a phase dispersée Aluminium-Argent (20% at.)- Université de Batna.
- Davis** **2001** Davis JR. *Alloying: Understanding the Basics*. Ohio, USA: ASM International; 2001. pp.351-416
- Deguercy** **1987** J. Deguercy, M. F. Denanot, M. Fumeron, J. P. Guillot and J. Caisso: “Considerations sur la séquence de précipitation dans les alliages aluminium-zinc” *Acta Metallurgica* Octobre 1982 Volume 30, Issue 10 Pages 1921-1927.
- Derdour** **2007** Derdour Souad ; Mémoire de Magister : Etude des effets de relaxation dans un alliage monocristallin de Cu-Al et identification des mécanismes liés à ce phénomène- Université de Batna
- Dubost** **1991** Bruno Dubost and Pierre Sainfort : “Durcissement par précipitation des alliages d’aluminium.” *Techniques de l’Ingénieur (TI) Réf. M240 v1*.
- Develay** **1996** Roger Develay: *Données numériques sur les alliages d’aluminium de transformation : Technique de l’ingénieur* Editions T.I. M445(1996).
- Encyclopædia** **2024** Encyclopædia Universalis France <https://www.universalis.fr/>
- Fast** **1961** Fast. J. D ; *Métaux-Corros. Ind.* 36, pp 383-431; (1961).

- Forouhi** **1987** A. R. Forouhi and D. de Fontaine- “Saxs and tem study of the kinetics of phase separation in Al-Zn”. Acta metall. Vol. 35, No. 7, pp. 1863-1878, 1987
- Franco** **2004** A.R. Franco Jr, G. Pintaude, A. Sinatora, C.E. Pinedo and A.P. Tschiptschin, Material Research 7(3) São Carlos July/Sept. (2004), p. 483.
- Fridel** **1967** J. Friedel, Dislocations, Mir, Moscow (1967).
- Fridel** **1955** J. Friedel, C. Boulanger, et C. Crussard, Act. Met., 3, 380 (1955)
- Geisler** **1949** A.H. Geisler and J.B. Newkirk, Metals Techn. 15, Publ. N° 2444, (1949).
- Gerland** **1979** M.Gerland, thèse de docteur de troisième cycle, Poitiers, 1979.
- Guemini** **1981** R. Guemini. Mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie, (1981).
- Guinier** **1938** A. Guinier, Nature 142, 569 (1938)
- Granato** **1964** A. Granato , K. Lücke, J. Schlipf et L. Teutonico J. Appl. Phys., 1964, 35, 2732
- Granato** **1958** A. Granato and K. Lücke, J. Appl. Phys., 27(1958) 789.
- Hau** **2010** Jean Michel Hau : “Sécurité et environnement - Métallurgie du zinc” Techniques de l’Ingénieur (TI) - Article de référence : Réf : M2270 v2 - Date de publication : 10 sept. 2010
- Haddouche** **2014** Haddouche Asma 2014 Mémoire de master Université de Biskra.
- Hemmache** **2013** Hemmache Hichem : “Préparation et Précipitation dans les Alliages Al-X % mass. Zn (X=10, 25) ” Mémoire de master - Université de M’sila - 2013
- Hensger** **1977** KE Hensger: “Strukturveränderung when plastically deformed metals heated” MWT, Bergakademie Freiberg, (1977), p.87-95.
- Honeycombe** **1995** R.W.K. Honeycombe and H.K.D.H. Bhadeshia, Steels, «Microstructure & Properties». 2ème Edition, Arnold, (1995)
- Junqua** **1976** A. Junqua, J. Mimault, and J. Delafond: “Study of the different domains of formation of the G.P. zones in the Al-Zn equilibrium

- diagram” *Acta Metallurgica* Volume 24, Issue 8, August 1976, Pages 779-787.
- Kabbab** **2010** Kabbab Abdelhamid; Mémoire de Magistère : Etude de l’action combinée : Effet d’amplitude – température de recuit sur les mécanismes de relaxation observés dans un alliage d’Aluminium – Magnésium (5% at) recuit- Université de Batna.
- Karlík** **2008** Miroslav Karlík and Bernard Jouffrey: “Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Microscope, échantillons et diffraction” *Techniques de l’Ingénieur (TI) Réf. M4134 v1*. Juin 2008
- Kashyapande** **2001** K.T. Kashyapande and T. Chadrahkar, *Bull. Mater. Sci*24-4 (2001), 345–350.
- Kê** **1947** T.S. Kê, *Phys. Rev*, 71, 533 (1947)
- Kharitonov** **1963** A.V. kharitonov, *Akust. Zh.*, 9, No.1, 80 (1963).
- Koehler** **1952** J.S. Koehler, In: *Imperfections in Nearly Perfect Crystals*, J. Willey, NewYork, (1952), p.197.
- Koiva** **1963** M. Koiva and R. Hasiguti, *Acta. Metal.*, 11, No.11, 1215.
- Krishtal** **1964** M.A. Krishtal’, Ju.V. Piguzov, and S.A. Golovin, *Internal friction in metals and alloys*, Metallurgiya, Moscow (1964).
- Laslaz** **1977** G. Laslaz, G. Kostoez, M. Roth, P. Guyot, B. J. Stewart “Interparticle interference in neutron small-angle scattering of Al–6.8 at% Zn during ageing at 133 °C” - First published: 16 June 1977 <https://doi.org/10.1002/pssa.2210410230>
- LeClaire** **1954** A.D. LeClaire and W.M. Lomer: “Relaxation effects in solid solutions arising from changes in local order. II. Theory of the relaxation strength” *Acta Metallurgica*, 2, 731 (1954).
- Lopez** **1998** V.M. Lopez Hirata, M. Saucedo Munoz J.C. Rodriguez Hernandez Y.H. Zhu “Milling characteristics of extruded eutectoid Zn–Al alloy” - *Materials Science and Engineering A247* (1998) 8–14
- Lours** **2021** Philippe Lours and Fabien Baillon : *Au Cœur des Matériaux Cristallins " Durcissement par traitement thermique"*, <http://nte.mines-albi.fr/SciMat/co/SM6uc5-2.html>.

- Lyman** **1973** Taylor Lyman: “Metallography, structures and phase diagrams”. Metals handbook. Vol. 8. 8th Edition. ASM international American Society for Metals, Metals Park (Ohio) -1973
- Magalas** **2003** Leszek B. Magalas Mechanical Spectroscopy – Fundamentals Article in Diffusion and Defect Data Pt. B: Solid State Phenomena · February 2003. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.89.1
- Martinez** **2000** Juan-Jorge Martinez-Vega, André Rivière, Techniques de l’Ingénieur, P 1 310.
- Mason** **1968** W.P. Mason, Using physical acoustics in quantum physics and solid state physics
- Ngai** **1994** Ngai (K.-L): “Universal patterns of relaxations in complex correlated systems. Disorder effects on relaxational proceses”, Richert and Blumen, eds, Springer-Verlag, Berlin, p. 89-150 (1994).
- Nowick** **1972** A.S. Nowick, B. S. Berry; “Anelastic Relaxation in Crystalline Solids”; Academic Press, New York and London; (1972).
- Nowick** **1961** A.S. Nowick, and D.P. Seraphin, Acta Metallurgica, 9, 40 (1961).
- Nowick** **1953** A.S. Nowick, Progress Met. Phys, 4, 1 (1953).
- Martinez-Vega**
2000 J-J.Martinez-Vega, A. Rivière, « Mesure de frottement interne», Doc. P 1310 (03-2000).
- Osamura** **1973** K. Osamura, Y. Hiraoka et Y. Murakami: “The resistivity maximum during Guinier-Preston zone formation in Al-Zn alloys”. Philosophical Magazine, 28 (1973) 809 - Taylor & Francis.
- Panseri** **1960** B. Panseri et T. Federighi: “A resistometric study of pre-precipitation in Al-10% Zn” Acta Metallurgica, Elsevier, 8 (1960) 217.
- Pawlowski** **1982** A. Pawlowski and W. Truszkowski: “Cellular dissolution in the aged aluminum 40% zinc alloy”1982 Acta Metallurgica vol. 30 pages 37-50.
- Popovic** **2000** Stanko Popovic, and Siberia “Grzeta Phase transitions in the system Al-Zn” -Materials Science Forum ISSN: 1662-9752, Vols

- 321-324, pp 635-640 doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.324.635. January 2000 Trans Tech Publications Ltd, Switzerland.
- Popovic** **1999** Stanko Popovic, and Biserka Grzeta “Precipitation and Dissolution Phenomena in Al-Zn Alloys” *Croatica Chemica Acta*, CCACAA 72 (2–3) 621- 643 (1999). ISSN-0011-1643
- Porter** **1977** D.A. Porter and J.W. Edington, in “Improvement in the accuracy of microanalysis with the combined electron microscope and energy analyzer” *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, Volume 10, Number 11
DOI 10.1088/0022-3735/10/11/026
- Porter** **1996** D.A. Porter and K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2nd ed., Chapman and Hall, 1996, p 514
- Postnikov** **1974** V.S. Postnikov, *Internal friction in metals*, Metallurgica, Moscow, (1974)
- Preston** **1938** G.D. Preston *Proc. Roy. Soc. A* 167 (1938) 526 *Phil. Mag.* 7 , 26 (1938) 855
- Puskar** **2001** Anton Puskar, *Book of internal friction of materials* Cambridge International Science Publishing 2001 page 44-50
- Quatremer** **2001** R. Quatremer, J.P. Trotignon, M. Dejans, H. Lehu : “Construction Mécanique” Tome 1 2001
- Racek** **2007** Ronald Racek, « Mise en forme du zinc et de ses alliages » Date de publication : 10 juin 2007, article de référence Réf : M3150 v1, <https://www.techniques-ingenieur.fr/> consulté le 17/05/2024.
- Regers** **1960** D.H. Regers, *J. Appl. Phys.*, 33, No.3, 781 (1960).
- Rivière** **2012** A. Rivière, V. Pelosin and M. Gerland. “Eutectoid Al-51 at% Zn Alloy Studied by Isothermal Mechanical Spectroscopy” - *Solid State Phenomena* - 2012 - Trans Tech Publ.
- Rivière** **2009** A. Rivière, M. Gerland and V. Pelosin; “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)

- Rivière** **2004** A.Rivière, Materials Science and Engineering, A 370, 204 (2004).
- Rivière** **2001** A. Rivière, R. Schaller, G. Fantozzi, G. Gremaud (Eds.), “Mechanical Spectroscopy Q^{-1} with Applications to Materials” Science, Trans tech Publication LTD, 2001, pp 635- 651
- Rivière** **2001** A. Rivière, High Temperature damping, in 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** **2000** A. Rivière: “High temperature relaxation in single crystals” Scripta Mater. 43 (2000) pp. 991-995
- Rivière** **1997** A. Rivière et P. Gadaud; « High temperature relaxations in aluminum studied by isothermal mechanical spectrometry », Metal-lurgical and Materials Transactions A, 28A, p. 1661-1665 (1997).
- Rivière** **1996** A.Rivière, « 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** **1996** A. Rivière, V. Pelosin, P. Gadaud, Journal de physique IV, 6, n°8(1996).
- Rivière** **1993** Rivière. A, Gadaud. P and Woirgard. J « Damping in glass-ceramic matrix composites, Damping in multiphase inorganic materials-R.B. Bhagat ed », ASM Materials Park p. 137-140 (1993).
- Ruste** **2013** Jacky Ruste : “Microscopie électronique à balayage - Principe et équipement” Techniques de l’Ingénieur (TI) Réf. P865 v3. Mars 2013.
- Seeger** **1956** A. Seeger, « On the theory of the low temperature internal friction peak observed in metals », Philosophical Magazine, 1, p. 651-662 (1956).
- Schoek** **1964** G.Schoek, E.Bisogni and J.Shyne, ACTA METALLURGICA 12, 1466 (1964).

- Skoko** **2009** Zeljko Skoko, Stanko Popovic, and Goran Stefanic
 “Microstructure of Al-Zn and Zn-Al Alloys” - CROATICA
 CHEMICA ACTA CCACAA, ISSN-0011-1643, ISSN-1334-
 417X Croat. Chem. Acta 82 (2) (2009) 405–419 CCA-3330
- Snoek** **1941** J.L. Snoek, Physica, 8, 711 (1941)
- Spinner** **1966** Spinner. S and Rozner. A. G; “Elastic properties of NiTi as a
 function of temperature”; J. Acoust. Soc. Am. 40, 5. Pp 1009-
 1015; (1966).
- Taabache** **2010** Taabache Salah; Mémoire de Magister: Etude par spectroscopie
 mécanique isotherme des mécanismes de relaxation dans un
 alliage d’Aluminium-Magnésium (5% at.) trempé- Université de
 Batna.
- Taabache** **2022** S. Taabache, S. Belhas, C. Belamri, S.A.E. Boyer, F. Hamon,
 A. Rivière, M. Gerland: “Structural transformation in Al-51 at %
 Zn eutectoid alloy observed in internal friction.” Journal of
 Alloys and Compounds Volume 894, 15 February 2022.
- Tezuka** **1988** H. Tezuka, S. Saito, A. Kohyama and N. Igata, « Application of
 internal friction measurements to SiC/Al composite materials »,
 Journal of Nuclear Materials 155-157 (1988) 340-343.
- Thibault** **2009** S. Thibault : “Modifications des propriétés physico-chimiques et
 de la microstructure de l'aluminium après nitruration par
 implantation d'ions multichargés” Thèse de Doctorat de
 l’Université de Caen : Spécialité : Mécanique des solides, des
 matériaux, des structures et des surfaces, soutenue le 16 juin 2009
 à Caen.
- Vargel** **2010** C. VARGEL. "Métallurgie de l'aluminium". Technique de
 l’ingénieur. M4663, (Année 2010).
- Vargel** **1999** C.VARGEL. "Corrosion de l’aluminium" Dunod. Paris (1999).
- Vargel** **1979** C. Vargel, Le comportement de l’aluminium et de ses alliages,
 Dunod Paris (1979).
- Weertmann** **1953** J. Weertmann and J.S. Koehler, J. Appl. Phys., 24, No.6, 624
 (1953).

- Wikipedia** **2024** Site consulté le 17 Mai 2024 à 18 h
- Woirgard** **1974** J. Woïrgard, Thèse de Doctorat, Poitiers, 1974.
- Woirgard** **1976** Woïrgard (J.), « Modèle pour les pics de frottement interne observés à haute température sur les monocristaux », *Philosophical Magazine*, 33, p. 623-637 (1976).
- Woirgard** **1977** J. Woïrgard; Y. Sarrazin; H. Chaumet: “Apparatus for the measurement of internal friction as a function of frequency between 10–5 and 10 Hz” *Rev Sci Instrum* 48, 1322–1325 (1977). <https://doi.org/10.1063/1.1134874>
- Zener** **1948** C. Zener, *Elasticity and Anelasticity in Metals*, The University of Chicago Press, Chicago, Illinois, USA, 1948.
- Zener** **1943** C. Zener, « Internal friction of an alphabronze crystal », *Trans. Amer. Inst. Min. and Metall. Engrs.* 153, p. 122-126 (1943).
- Zhang** **2006** M.-X. Zhang and P.M. Kelly – “Understanding the crystallography of the eutectoid microstructure in a Zn-Al alloy using the edge-to-edge matching model”. *Scripta Materialia* 55 (7) 577-580. 2006.
- Zhu** **2004** Y.H. Zhu “General Rule of Phase Decomposition in Zn-Al Based Alloys (II) On Effects of External Stresses on Phase Transformation”- November 2004 *Materials Transactions* 45(11):3083-3097 DOI: 10.2320/matertrans.45.
- Zhu** **1997** Y.H. Zhu, V.M. Lopez Hirata and M. Saucedo-Munoz “Milling induced microstructural change in furnace cooled eutectoid Zn single bond Al alloy” - *Journal of Materials Processing Technology* Volume 63, Issues 1–3, January 1997, Pages 624-627.
- Zhu** **1990** X.F. Zhu, Stable damping associated with linear viscous motion of the interface in a multiphase Al-Zn alloy, *J. Appl. Phys.* 67 (1990), <https://doi.org/10.1063/1.344513> 7287-42.

