

FROTTEMENT INTERIEUR

Travaux Pratiques Avancés de Physique

EPFL

mai 1996

Notice écrite par F. Oulevey

Table des matières

1 Buts de la Manipulation	3
2 Rappels Théoriques	3
2.1 Cristal parfait.....	3
2.2 Propriétés mécaniques: élasticité, anélasticité et amortissement.....	3
Approche phénoménologique de l'élasticité et de l'anélasticité	3
Amortissement.....	4
2.3 Cristaux réels, défauts de structure.....	4
3 Frottement Intérieur	5
3.1 Effet des défauts sur les propriétés mécaniques	5
Exemple 1: mouvements à longue distance des dislocations : déformation plastique	5
Exemple 2 : frottement intérieur lié à une dislocation ancrée	6
Exemple 3 : frottement intérieur lié à un mouvement de défauts ponctuels : cas de la relaxation de Snoek	6
3.2 Activation thermique	7
3.3 Modèles rhéologiques.....	8
3.4 Approche Thermodynamique du Frottement Intérieur	8
4 Méthodes Existantes pour l'Etude des Matériaux	10
4.1 Etudes macroscopiques quasi-statiques.....	10
Essai de traction	10
Fluage.....	11
4.2 Etudes microscopiques (observation directe de la microstructure)	11
4.3 Etude dynamique : Mesure du frottement intérieur	11
Principe de la mesure et modélisation des mécanismes en jeu	12
Principe.....	12
Cas du solide linéaire idéal	12
Cas des mécanismes thermiquement activés	13
Intérêts de la méthode.....	14
Résultats génériques	14
Généralités concernant l'interprétation des spectres de frottement intérieur.....	14
Exemple : Pic de Snoek dans le Niobium	15
5 Partie Expérimentale	16
5.1 Description du montage.....	16
5.2 L'échantillon.....	17
5.3 Plan des expériences	17
Etude du pendule:	17
Mesure de l'énergie d'activation et du temps de relaxation:	17
Autres mesures, par exemple pour confirmer l'hypothèse du pic de Snoek:	17
6 Références	17

1 Buts de la Manipulation

Découvrir une méthode de caractérisation et d'analyse macroscopique non destructrice donnant accès aux propriétés microstructurales des matériaux solides et à la dynamique des défauts de structure. Étudier un exemple de mécanisme de relaxation dans les solides.

2 Rappels Théoriques

2.1 Cristal parfait

Un cristal parfait est un corps constitué d'un arrangement régulier d'atomes. Les cristaux simples les plus courants sont des arrangements hexagonaux (hcp), cubiques faces centrées (cfc) ou cubiques centrés (cc).

2.2 Propriétés mécaniques: élasticité, anélasticité et amortissement

Approche phénoménologique de l'élasticité et de l'anélasticité

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

Dans la plupart des cas, la déformation linéaire réversible possède aussi une partie non-instantanée (cf. figure 1), causée par une modification de la structure interne du solide: cette déformation est appelée "déformation anélastique", notée ϵ_{an} [1]; elle est généralement décrite par son temps caractéristique (temps de relaxation τ) et son amplitude d'équilibre ϵ_{an}^∞ .

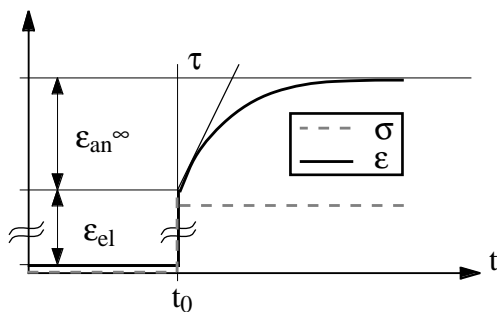


Figure 1 : Déformation élastique ϵ_{el} et anélastique ϵ_{an} d'un échantillon suite à l'application d'une contrainte σ au temps $t=t_0$. La déformation anélastique est décrite par son temps caractéristique τ (temps de relaxation) et son amplitude ϵ_{an}^∞ . L'amplitude de la déformation élastique est, en général, beaucoup plus importante que la déformation anélastique.

L'évolution temporelle de l'amplitude de déformation anélastique $\epsilon_{an}(t)$ en fonction du temps suit la relation¹ :

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

¹ Cette relation décrit la variation temporelle de toute grandeur dont la vitesse de variation vers une position quelconque dépend uniquement de l'écart entre la position actuelle et la position finale.

On caractérise généralement la déformation d'un solide anélastique par les compliances non-relaxée J_u et relaxée J_R . Ces compliances sont reliées à la déformation élastique et totale de l'échantillon par les formules (2) et (3)

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

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

En tenant compte de (1) et avec l'hypothèse des faibles variations de module ($J_R - J_u \ll J_u$)², la relation décrivant la dynamique du solide est l'équation (4) du solide linéaire idéal.

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

Amortissement

Une autre grandeur importante pour l'ingénieur est la capacité qu'a le matériau à amortir les vibrations. Pour une personne cherchant à mettre au point un résonateur mécanique, il faudra minimiser ce phénomène, alors que pour le fabricant de machine-outil ou d'automobile, il sera intéressant de diminuer au maximum les vibrations de l'appareil. S'il y a amortissement, c'est qu'il existe des mécanismes de **dissipation interne d'énergie**. Par analogie avec le cas du frottement entre deux objets (autre mécanismes qui dissipent de l'énergie), on parle de "**frottement intérieur**". Les cristaux parfaits présentent généralement de très faibles capacités d'amortissement, car les mécanismes de dissipation les plus fréquents font intervenir les défauts de structure.

Les mécanismes d'amortissement sont généralement liés à l'anélasticité. (cf. § 3)

2.3 Cristaux réels, défauts de structure

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

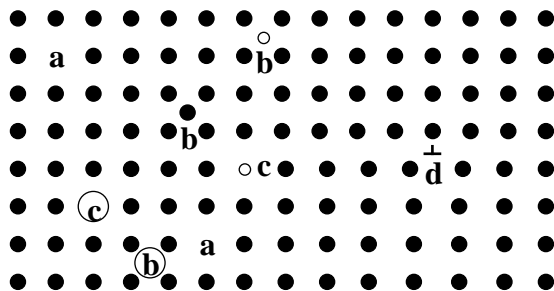


Figure 2 : Représentation schématique de défauts de structure ponctuels (a: lacune, b: interstitiel, c: substitutionnel) et linéaire (d: dislocation) dans un cristal. Le symbole conventionnel (T renversé) indique la direction du demi-plan et la position de son extrémité.

Par exemple, (cf. figure 2) l'absence d'un atome sur un site qui devrait être occupé est un défaut nommé "lacune". Un atome présent sur un site qui devrait ne pas être occupé est appelé "interstitiel". La ligne formée par l'extrémité d'un demi-plan atomique est appelée "dislocation". Il existe encore de nombreux autres types de défauts de structure (macles, joints de grain, précipités, impureté substitutionnelles, ...).

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

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

² Cette hypothèse est justifiée dans les cas des métaux et des céramiques. Par contre, elle ne l'est pas dans le cas de l'étude de la transition vitreuse des polymères.

Pour trouver (4), il suffit de remarquer que l'on peut écrire ε sous la forme:

$$\varepsilon = J_u \sigma + (J_R - J_u) \sigma (1 - e^{-t/\tau}).$$

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

3 Frottement Intérieur

3.1 Effet des défauts sur les propriétés mécaniques

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

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

Exemple 1: mouvements à longue distance des dislocations : déformation plastique

Dans les métaux, la *déformation plastique* est causée par le mouvement des dislocations. Il est en effet intuitif que le déplacement d'une dislocation (cf. figure 3) à travers un cristal va créer une marche sur l'échantillon et donc entraîner une déformation plastique de l'échantillon. Lorsque le matériau qui est soumis à une contrainte ne possède pas de dislocations mobiles, d'autres modes de déformation plastique peuvent intervenir, comme le glissement des grains les uns sur les autres.

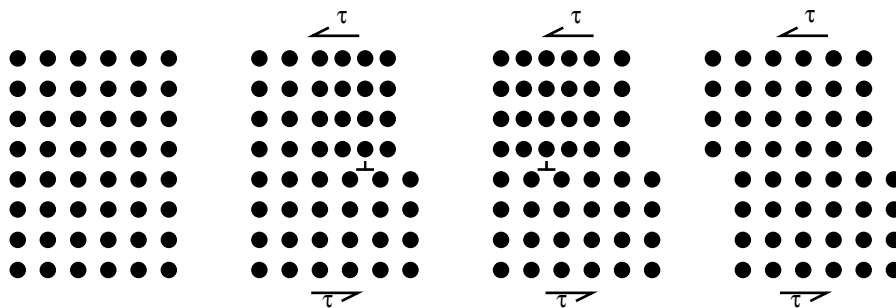


Figure 3: Déplacement d'une dislocation dans un cristal sous l'effet d'une contrainte de cisaillement τ : on voit clairement que le mouvement des dislocations génère une déformation plastique du cristal (formation de marches à la surface).

Plusieurs mécanismes peuvent coexister pour un même phénomène. Il est donc important de pouvoir distinguer entre ces phénomènes, car l'amélioration d'un matériau passe par la compréhension des mécanismes qui contrôlent ses propriétés.

Exemple 2 : frottement intérieur lié à une dislocation ancrée

Les dislocations étant des défauts de structure, une énergie leur est associée. Ceci a pour effet que les dislocations tendent à minimiser leur longueur. Il apparaît une force généralisée, appelée *tension de ligne* et notés γ . On peut donc assimiler la dislocation à une corde élastique. Dans le

cas de faibles contraintes, les dislocations peuvent rester bloquées sur d'autres défauts (sites d'ancrage fort, comme un précipité, un interstitiel avec un faible coefficient de diffusion, une autre dislocation non-glissile,...) et voir ainsi leur mouvement limité à de faibles déplacements. La dislocation va donc s'arquer, ce qui génère une *déformation anélastique* du cristal. Dans le cas où la contrainte est relâchée, la dislocation revient à sa position d'équilibre sous l'effet de la tension de ligne afin de minimiser sa longueur. Ce mouvement est l'un des mécanismes responsables de l'anélasticité des métaux. Dans le cas d'une contrainte cyclique, ce mouvement des dislocations va dissiper de l'énergie [3] (travail des forces agissant sur la dislocation) et générer un déphasage entre la contrainte et la déformation. Cette dissipation est appelée "frottement intérieur". La mesure du déphasage entre contrainte et excitation permet de déterminer le frottement intérieur (cf. § 4.3.1). **Le frottement intérieur est donc une mesure des propriétés d'amortissement du matériau.**

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

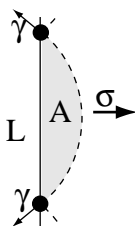


Figure 4a: Mouvement d'une dislocation ancrée. La position d'équilibre en l'absence de contrainte est en trait plein et la position d'équilibre avec contrainte est en pointillé. Le segment de longueur L parcourt l'aire A sous l'effet d'une contrainte σ non nulle. La tension de ligne γ est la force motrice qui ramène la dislocation vers sa position d'équilibre (trait plein).

Exemple 3 : frottement intérieur lié à un mouvement de défauts ponctuels : cas de la relaxation de Snoek

La présence de défauts ponctuels (lacune, interstitiel, impureté substitutionnelle) dans un cristal génère une distorsion du réseau cristallin. Suivant la géométrie, cette distorsion donne lieu à une déformation isotrope du réseau ou à l'apparition d'un **dipôle élastique**.

Dans ce dernier cas, la réorientation du dipôle sous l'effet d'une contrainte appliquée est une cause d'anélasticité. Comme cette réorientation nécessite le déplacement d'un atome (diffusion), elle n'est pas instantanée [1,2].

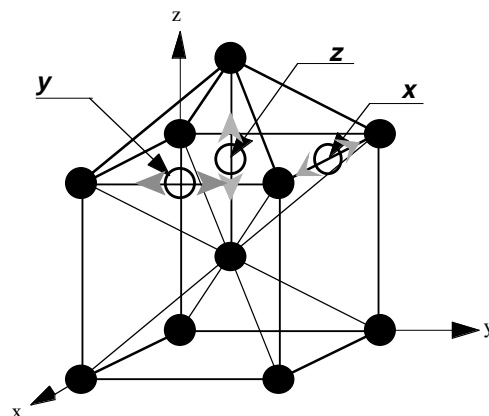


Figure 4b: Mécanisme de Snoek: les impuretés interstitielles peuvent occuper les trois sites X , Y , Z . Les flèches indiquent les dipôles élastiques formés. Sans contrainte, les trois sites sont équiprobables. Sous l'effet d'une contrainte de traction selon ox , les interstitiels auront tendance à migrer sur le site X car il est plus favorable énergétiquement. Ce mouvement donne naissance à un phénomène de relaxation dans le cas d'une contrainte cyclique.

On peut remarquer que cette réorientation de dipôle est très analogue à la réorientation d'un dipôle sous l'effet d'un champ électrique. Tous deux donnent lieu à un phénomène de relaxation, cependant le dipôle élastique est un *directeur* ($\underline{d} = -\underline{d}$), contrairement au dipôle électrique qui est un *vecteur* ($\underline{v} = -(-\underline{v})$) (pas de charge + et - dans le cas des dipôles plastiques).

Le mécanisme de Snoek (cf. figure 4b) dans les cristaux cubiques centrés (cc) est un exemple d'anélasticité due aux défauts ponctuels. Une impureté interstitielle peut se loger sur différents sites dans une maille cc. Les trois sites les plus favorables, X , Y et Z , sont illustrés sur la figure 4b, ainsi que les dipôles élastiques formés. Un atome occupant l'un de ces sites génère un dipôle élastique en repoussant légèrement ses deux plus proches voisins. La direction du dipôle élastique ainsi formé est selon l'un des axes du réseau cubique. En l'absence de contrainte, les trois orientations sont équiprobables. En présence d'une contrainte appliquée, les probabilités $p(i)$ d'occupation des sites dont le dipôle est orienté dans la direction i peuvent être différentes. Par exemple, dans le cas d'une traction uniaxiale selon ox , $p(x) > p(y) = p(z)$. Il va donc se passer une diffusion d'une partie des atomes en site Y et Z vers des sites X . Cette diffusion est responsable d'une déformation macroscopique du cristal, une *déformation anélastique*. Comme il s'agit d'un mécanisme de diffusion, il n'est pas instantané. En cas de compression selon ox , $p(x) < p(y) = p(z)$ et les impuretés vont quitter le site X au profit des sites Y et Z .

Dans le cas d'une excitation cyclique, ce mécanisme va générer du frottement intérieur, car les atomes vont avoir besoin d'énergie pour diffuser d'un site à l'autre.

3.2 Activation thermique

Tous les atomes d'un cristal (parfait ou imparfait) sont piégés sur des sites énergétiquement favorables: ils sont dans des puits de potentiel (cf. figure 5). Pour faire diffuser un atome, i.e. le faire passer d'un puits de potentiel à un autre, il faut lui fournir l'énergie nécessaire pour vaincre la barrière de potentiel ΔG . Deux contributions vont s'ajouter: la force externe fournie par l'expérimentateur et l'énergie thermique.

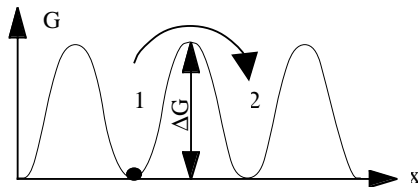


Figure 5: Représentation schématique de la distribution d'énergie libre G dans un cristal. L'atome situé en 1 doit franchir la barrière énergétique ΔG pour passer en 2.

Pour montrer simplement l'effet de l'énergie thermique, prenons l'exemple de la diffusion: Les atomes ne sont pas fixes mais vibrent au fond de leur puits de potentiel avec une certaine fréquence et une amplitude dépendant de la température (amplitude nulle à $T = 0$ K). Cette amplitude n'est pas identique pour tous les atomes, mais elle est distribuée selon la statistique de Boltzmann. A chaque température différente de zéro, il y a donc une probabilité non nulle que certains atomes aient la possibilité de diffuser; cette probabilité augmente avec la température. Ce phénomène de diffusion est un exemple de phénomène thermiquement activé.

Dans le cas du mécanisme de Snoek, les atomes doivent diffuser pour réorienter le dipôle élastique, il sera donc thermiquement activé. Ceci signifie que le temps de relaxation du pic de Snoek va varier avec la température, puisque les atomes auront plus de facilité à migrer d'un site à l'autre à haute température qu'à basse température. Ce point est important pour les études de frottement intérieur, nous en reparlerons au § 4.3.

Il faut remarquer que tous les mécanismes ayant lieu dans un cristal ne sont pas thermiquement activés, même lorsqu'ils dépendent de la température. Un exemple typique de mécanisme dépendant de la température et non thermiquement activé est la transition de phase martensitique: Pour $T < T_C$ le matériau est dans sa phase martensitique, pour $T > T_C$ il est dans sa phase austénitique. Le passage d'une phase à l'autre s'accompagne d'un pic de frottement intérieur, mais le phénomène n'est pas activé thermiquement!

3.3 Modèles rhéologiques

Afin de pouvoir interpréter les différents comportements observés lors de mesures de frottement intérieur, on se réfère souvent à des modèles formés d'éléments mécaniques comme des ressorts, des patins de frottement visqueux ou sec, ou des masses d'inertie. *La caractéristique*

principale de ces modèles est qu'ils sont gouvernés par les mêmes équations différentielles que les systèmes physiques étudiés [3].

Par exemple, le solide linéaire idéal (cf. équation 4) est équivalent à un système formé de d'un patin de frottement visqueux et de deux ressorts (cf. figure 7).

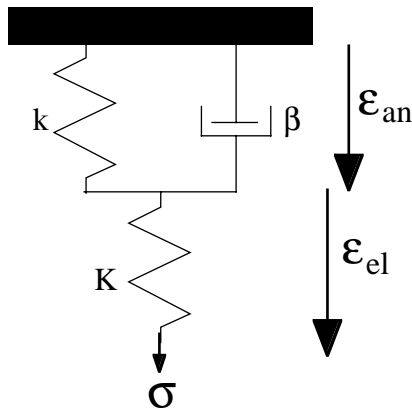


Figure 7: Modélisation du solide linéaire idéal. Le ressort de constante K représente la déformation élastique, alors que l'élément formé du patin de frottement visqueux (constante de dissipation β) en parallèle avec le ressort de constante k rend compte de la déformation anélastique.

Un ressort de constante K rend compte de la déformation élastique (réversible, linéaire, instantanée), alors que la déformation anélastique (réversible, linéaire mais non-instantanée et dissipatrice) est simulée par un ressort en parallèle avec un patin de frottement visqueux (constante de dissipation β). On peut aisément vérifier que ce système est régi par les mêmes équations différentielles que le système physique (équation 4).

3.4 Approche Thermodynamique du Frottement Intérieur

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

Nous avons dit précédemment que l'anélasticité était due à un changement de la structure interne du solide (déplacement de défauts). On peut formaliser ceci par l'introduction d'une variable abstraite décrivant l'état interne du solide ξ . On peut alors écrire l'énergie libre du solide comme une fonction de ξ [1].

Notons l'énergie libre d'un cristal par unité de volume: $g = g(T, \sigma, \xi)$

La contrainte σ et la déformation ε sont reliées directement pour la déformation élastique (via le module de Young E) au travers de ξ pour la déformation anélastique. La relaxation anélastique est l'évolution vers l'équilibre du système, c'est-à-dire la modification des variables internes vers de nouvelles valeurs d'équilibre. Cette évolution nécessitant du temps, cela explique la non-instantanéité de la déformation anélastique.

énergie libre du système pour un état d'équilibre donné

$$dg = \left(\frac{\partial g}{\partial T} \right)_{\sigma, \xi} dT + \left(\frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} d\sigma + \left(\frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{\sigma, T} d\xi \quad (5)$$

ou encore

$$dg = -SdT - \varepsilon d\sigma - Ad\xi \quad (6)$$

avec

$$\varepsilon = - \left. \frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} = \text{déformation} = \text{variable conjuguée de } \sigma \quad (7)$$

$$S = - \left. \frac{\partial g}{\partial T} \right)_{\sigma, \xi} = \text{entropie} = \text{variable conjuguée de } T \quad (8)$$

$$A = - \left. \frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{T, \sigma} = \text{affinité} = \text{variable conjuguée de } \xi \quad (9)$$

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

On peut alors développer $g(T, \sigma, \xi)$ autour de la position d'équilibre $g(T_0, \sigma, \xi)$. En conditions **isothermes**, on obtient:

$$g(T, \sigma, \xi) = g(T_0, \sigma, \xi) - \frac{1}{2} J_u \sigma^2 - \kappa \sigma \xi - \frac{1}{2} \beta \xi^2 \quad (10)$$

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

(10) vient du fait qu'à l'équilibre, les premières dérivées s'annulent. On fait alors un développement limité au second ordre.

Il vient de (10) et de (7) et (9)

$$\varepsilon = - \left. \frac{\partial g}{\partial \sigma} \right)_{T, \xi} = J_u \sigma + \kappa \xi \quad (11)$$

$$A = - \left. \frac{\partial g}{\partial \xi} \right)_{T, \sigma} = \kappa \sigma - \beta \xi \quad (12)$$

On remarque immédiatement que $\varepsilon = 0$ si $\sigma = 0$ et $\xi = 0$
 $\kappa \xi =$ déformation anélastique

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

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

Le nouvel équilibre sera atteint lorsque $dg = 0$, ce qui implique $A = 0$, vu que $T = T_0$ et $\sigma = \sigma_0$. Calculons alors la valeur d'équilibre $\langle \xi \rangle$ de la variable interne.

$$\langle \xi \rangle = \frac{\kappa}{\beta} \sigma = \alpha \sigma \quad (13)$$

En introduisant (13) dans (12), on obtient

$$A = - \beta (\xi - \langle \xi \rangle) \quad (14)$$

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

évolution vers l'équilibre

De la thermodynamique des processus irréversibles, on sait que la variation d'une variable est proportionnelle à sa variable conjuguée ($\dot{\xi} = M A$). En introduisant dans (14), on obtient:

$$\dot{\xi} = -M\beta(\xi - \langle \xi \rangle) \quad (15)$$

M β a la dimension de l'inverse d'un temps, posons:

$$M \beta = 1 / \tau \quad (16)$$

Il vient:

$$\tau \dot{\xi} + \xi = \alpha \sigma \quad (17)$$

où l'on reconnaît l'équation d'un phénomène de relaxation avec un temps caractéristique τ . De (11), il vient:

$$\xi = \frac{\varepsilon - J_u \sigma}{\kappa} \quad (18)$$

En utilisant (17)

$$\tau \left(\frac{\dot{\varepsilon} - J_u \dot{\sigma}}{\kappa} \right) + \frac{\varepsilon - J_u \sigma}{\kappa} = \alpha \sigma \quad (19)$$

ou encore

$$\varepsilon + \tau \dot{\varepsilon} = \tau J_u \dot{\sigma} + J_R \sigma \quad (20)$$

On retrouve l'équation du solide linéaire idéal (4) avec $J_R = J_u + \kappa \alpha$, c'est-à-dire

$$\delta J = J_R - J_u = \kappa \alpha \quad (21)$$

4 Méthodes Existantes pour l'Etude des Matériaux

4.1 Etudes macroscopiques quasi-statiques

Essai de traction

On impose une déformation à **vitesse constante** à l'échantillon et on enregistre la contrainte nécessaire en fonction de la déformation (cf. figure 8). Un tel essai permet de déterminer entre autres le module élastique de Young ($E =$ pente à l'origine), la limite élastique ($\sigma_{el} =$ "point où la courbe change de pente") et la contrainte à la rupture (σ_r).

Seul le mécanisme principal est mesuré par cette méthode, car les autres sont masqués puisque leurs effets s'ajoutent à la contribution du mécanisme principal.

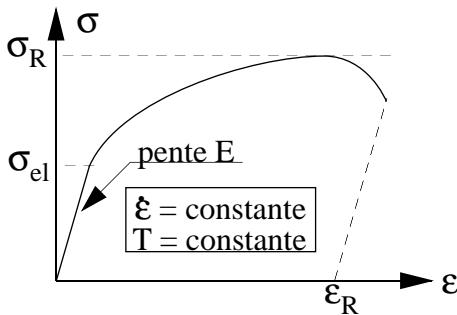


Figure 8: Courbe de traction générique (contrainte σ en fonction de la déformation ε) avec définition du module de Young E , de la limite élastique σ_{el} et de la contrainte à la rupture σ_R et de la déformation à la rupture ε_R .

Fluage

On impose une **contrainte constante** à l'échantillon et on enregistre la vitesse de déformation au cours du temps.(cf. figure 9) Ce type de mesure permet de trouver l'énergie d'activation des mécanismes en jeu (en mesurant les vitesses de fluage au stade stationnaire A-B pour diverses valeurs de la température) et son volume d'activation (en mesurant les vitesses de fluage au stade stationnaire A-B pour diverses valeurs de la contrainte). Comme pour l'essai de traction, *on ne mesure que le mécanisme principal*.

En menant des essais (traction ou fluage) sur des échantillons avec différentes teneurs en défauts, on peut améliorer la connaissance des effets de ceux-ci.

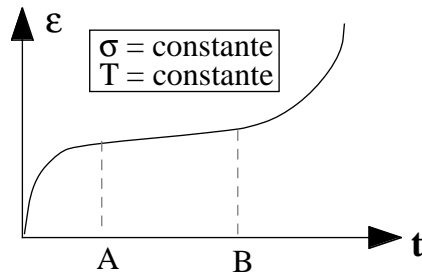


Figure 9: Courbe de fluage générique. La vitesse de fluage sur l'intervalle A-B permet de déterminer l'énergie et le volume d'activation du mécanisme en jeu.

Remarquons enfin qu'il existe d'autres types d'essais, chacun donnant des résultats spécifiques (dureté, fatigue,...).

4.2 Etudes microscopiques (observation directe de la microstructure)

Les techniques de microscopie, de même que les analyses chimiques, permettent la caractérisation de la microstructure des matériaux. Elles permettent par exemple de vérifier la présence de défauts dans les échantillons, permettant l'interprétation des résultats obtenus par d'autres types d'essais. Il s'agit donc d'une *approche complémentaire* de l'étude mécanique des matériaux.

4.3 Etude dynamique : Mesure du frottement intérieur

Le frottement intérieur (FI) est défini comme valant:

$$FI = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W_{el}^{max}} \quad (22)$$

Où ΔW est l'énergie dissipée sur un cycle et W_{el}^{max} est la valeur maximale de l'énergie élastique stockée dans le matériau. L'énergie dissipée sur un cycle correspond à la surface de l'hystérèse de la courbe $\epsilon(\sigma)$. On note aussi souvent le frottement intérieur Q^{-1} .

Principe de la mesure et modélisation des mécanismes en jeu

Principe

On applique à l'échantillon une contrainte cyclique de faible amplitude (pas de déformation plastique) et on enregistre sa déformation au cours du temps. La réponse de l'échantillon

(déformation) est également cyclique de même fréquence mais l'amplitude et la phase peuvent être différentes.³

Dans la pratique, on effectue un balayage de l'un des paramètres physiques (fréquence, température, amplitude la contrainte) en maintenant tous les autres fixés. En particulier, on suppose généralement que la microstructure est constante, si bien que les essais à température fixe sont préférables aux essais où la température varie.

Lorsque les phénomènes causant la dissipation sont linéaires, l'amplitude de mesure n'a pas d'effet.

Cas du solide linéaire idéal

comme décrit au § 2.2, la déformation anélastique suit le comportement décrit par l'équation du solide linéaire idéal:

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

Lorsque la contrainte est cyclique, de fréquence ω et d'amplitude σ_0 , la linéarité de l'anélasticité impose un comportement cyclique de la déformation, avec une amplitude et une phase différentes a priori. (cas le plus général)

$$\sigma(t) = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad (23)$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \delta)} \quad (24)$$

Le but est de déterminer δ et ε_0 dans l'équation (4) grâce à (23) et (24) [1]. Avec l'hypothèse des faibles variations de module $J_r - J_u \ll J_u$, on obtient

$$\tan(\delta) = \frac{J_r - J_u}{J_u} \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} := \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (25)$$

où Δ est l'intensité de relaxation.

De plus, on obtient la variation de la compliance en fonction de la fréquence

$$\frac{\delta J}{J} = \frac{J_r - J_u}{J_u} \frac{1}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (26)$$

(26) permet de trouver ε_0 . On peut de plus montrer [1] qu'il y a une équivalence entre $\tan(\delta)$ et Q^{-1} (le frottement intérieur) dans le cas des faibles amortissements (dans les métaux et les céramiques par exemple).

Dans le cadre de l'approche statistique du § 3.4, on peut exprimer les paramètres de la relaxation en fonction des variables thermodynamiques abstraites

$$\begin{cases} \Delta = \frac{\delta J}{J} = \frac{J_r - J_u}{J_u} = \frac{\kappa \alpha}{J_u} \\ \tau = \frac{1}{M\beta} \end{cases} \quad (27)$$

Avec Δ l'intensité de relaxation et τ son temps caractéristique.

On voit donc qu'il y a une équivalence complète entre l'approche thermodynamique et les approches phénoménologiques et rhéologiques développées aux paragraphes précédents.

³ Cette description n'est exacte que dans le cas de l'étude par oscillations forcées (celle utilisée au TPA). Il est également possible d'étudier la décroissance des oscillations d'un pendule libre dont la seule source d'amortissement est le frottement intérieur dans l'échantillon et d'en tirer la valeur de ce dernier.

Pour utiliser l'approche thermodynamique, il faut encore savoir interpréter les variables abstraites ξ et κ . Dans le cas du mécanisme de Snoek, on peut montrer [1] que κ est la déformation élastique associée à chaque dipôle et ξ est la variation du nombre de dipôle sur le site donné. Dans le cas d'un mécanisme de dislocation, κ est la densité de dislocation multipliée par la déformation associée à chaque dislocation ($\kappa = \Lambda b$) et ξ est le déplacement moyen des dislocations par rapport à la position d'équilibre sans contrainte extérieure ($\xi = u$).

Cas des mécanismes thermiquement activés

Dans le cas où le mécanisme responsable est thermiquement activé, on peut montrer que le temps de relaxation varie aussi fortement avec la température

$$\tau = \tau_0 \exp(E/k_B T) \quad (28)$$

La mesure du frottement intérieur en fonction de la température présente alors aussi un pic en T_p où T_p est la température telle que $\omega\tau(T_p)=1$, i.e.:

$$\omega \tau_0 \exp(E/k_B T_p) = 1 \quad (29)$$

On peut ainsi déterminer l'énergie d'activation E du mécanisme et son temps de relaxation τ_0 en mesurant divers couples de points (ω, T_p) ou (T, ω_p) et en les reportant sur un graphe d'Arrhénius ($\ln(\omega)$ en fonction de $1/T$, cf. figure 10). La pente de la droite obtenue est $-E/k_B$ et son ordonnée à l'origine est $-\ln(\tau_0)$.

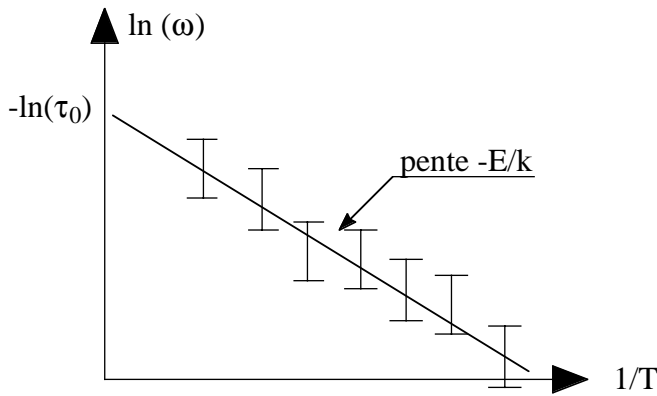


Figure 10: Diagramme d'Arrhénius. On reporte $\ln(\omega)$ en fonction de $1/T$ et le graphe obtenu permet de mesurer l'énergie d'activation (par la pente de la droite de régression) et le temps de relaxation (par son ordonnée à l'origine).

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

$$Q^{-1} = \Delta \frac{1}{2 \cosh\left(\frac{E}{k_B} \left(\frac{1}{T_p} - \frac{1}{T}\right)\right)} \quad (30)$$

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

$$Q^{-1} = \Delta/4 \quad (31)$$

Les deux solutions T_1 et T_2 de (31) permettent de mesurer E' , l'énergie d'activation du mécanisme.

$$E' = \frac{2.633 k_B}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \quad (32)$$

Attention, cette deuxième méthode n'est valable que dans le cas d'un mécanisme de relaxation simple (pic de Debye) à temps de relaxation unique.

Si le pic est de Debye, on a

$$\begin{cases} E = E' \\ Q_{\max}^{-1} = \frac{1}{2} \frac{\delta J}{J} = \frac{1}{2} \frac{\delta E}{E} \end{cases} \quad (33)$$

Dans le cas où le pic n'est pas de Debye, on a

$$E' < E \quad (34)$$

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

Intérêts de la méthode

Les mesures de frottement intérieur, ou spectroscopie mécanique, présentent l'avantage d'être une *technique non-destructive*. Ceci permet de suivre l'évolution d'un même échantillon durant des traitements thermiques (recuit, trempe,...) ou mécaniques (écrouissage,...). On peut ainsi suivre les transformations de la microstructure de l'échantillon et en tirer, par exemple, les traitements thermiques optimaux pour obtenir tel ou tel comportement de l'échantillon. Comme il s'agit d'une technique de spectroscopie, *elle permet l'étude de tous les mécanismes en jeu et non seulement du mécanisme principal*. En effet, à chaque mécanisme va correspondre un pic de frottement intérieur dont les paramètres seront caractéristiques. La spectroscopie mécanique donne donc accès à une connaissance globale des matériaux étudiés. Elle permet par la mesure de grandeurs macroscopiques d'obtenir des renseignements sur les propriétés microscopiques des matériaux.

Résultats génériques

Généralités concernant l'interprétation des spectres de frottement intérieur

Chaque pic de frottement intérieur correspond à un phénomène particulier, dont on essaie de déterminer par une série de mesure s'il est thermiquement activé ou non, s'il a une dépendance en fonction de l'amplitude de mesure (linéarité du phénomène),... Dans le cas d'un phénomène activé thermiquement, on mesure son énergie d'activation et son temps de relaxation. On essaie ensuite de déduire de ces informations le phénomène en jeu. A titre d'illustration, le tableau ci-dessous (figure 11) montre des résultats typiques pour des mécanismes faisant intervenir des défauts ponctuels et des mécanismes faisant intervenir des dislocations.

	défauts ponctuels	dislocations
τ_0 [s]	$10^{-14} - 10^{-15}$	$\sim 10^{-11}$
E	$E' \approx E$	$E' < E$

Figure 11: Comparaison entre un mécanisme de dislocation et un mécanisme de défauts ponctuels.

De plus, on confronte les énergies mesurées par frottement intérieur aux énergies de migrations d'impuretés que l'on s'attend à rencontrer dans l'échantillon ou aux énergies de formation de défauts, pour confirmer l'interprétation du pic de frottement intérieur. Par exemple, pour le pic de Snoek de l'oxygène dans le niobium, l'énergie d'activation devra être proche de l'énergie de diffusion de l'oxygène dans le niobium.

Exemple : Pic de Snoek dans le Niobium^a

Le niobium passe pour un métal dur, à cause de sa structure cubique centrée. Cependant, lorsque l'on retire par dégazage à haute température ($\sim 2000^\circ\text{C}$) et sous vide poussé (10^{-10} Torr), les impuretés interstitielles comme C, O, N, H, alors l'échantillon se laisse déformer facilement à température ambiante. Les dislocations sont devenues mobiles. Cette mobilité apparaît très bien dans le spectre de frottement intérieur mesuré à une fréquence voisine de 1 Hz de 80 K à 450 K (courbe 1, fig. 6).

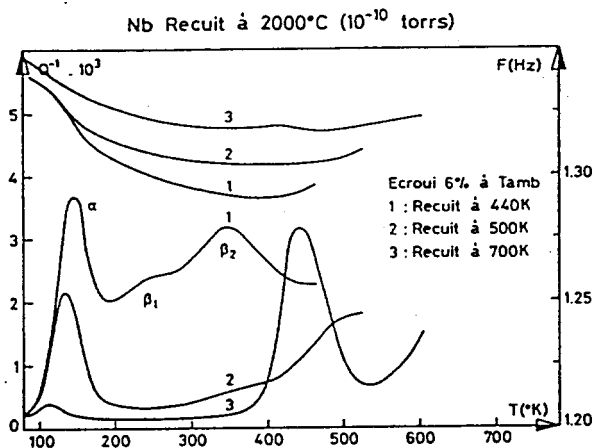


Fig. 6: Evolution du spectre de frottement intérieur du niobium lors de l'introduction d'impuretés interstitielles

Ce spectre est alors composé de trois pics α , β_1 , β_2 qui sont attribués au mouvement des dislocations et à leurs interactions avec le réseau cristallin (pic α), et avec les défauts ponctuels intrinsèques (lacunes et interstitiels) (pics β_1 et β_2). Les traitements thermiques permettent de diminuer le frottement intérieur. Ainsi, à la courbe 2 obtenue après recuit à 500 K, le frottement intérieur a diminué et les pics β_1 et β_2 ont disparu. Le pic α apparaît presque aussi grand qu'avant le recuit si on considère que seul le fond a diminué sous le pic. Il faut remarquer que le frottement intérieur ne diminue pas toujours lorsque la dureté augmente. En effet, l'échantillon est plus dur à basse température (~ 100 K) qu'à 300 K, mais l'amortissement y est environ six fois plus grand à cause de la relaxation α .

Le recuit à 700 K sous un mauvais vide va permettre à l'oxygène de pénétrer dans l'échantillon et venir épingler les dislocations. Le pic α diminue fortement et le module élastique proportionnel au carré de la fréquence augmente traduisant le durcissement (courbe 3). Simultanément à cette diminution du frottement intérieur par blocage des dislocations, un nouveau pic apparaît à ~ 430 K. C'est le pic de Snoeck dû à la relaxation de l'oxygène (§ 4.2).

Si l'effet de l'oxygène est favorable à une diminution du frottement intérieur à 300 K (un facteur 10), il est néfaste à ~ 430 K.

Ajoutons que chaque espèce d'impureté (C, H, O, N) donnera lieu à un pic de frottement intérieur, auquel sera associée l'énergie de diffusion de l'impureté en question dans le niobium.

^a Tiré de [2] : R. Schaller et W. Benoit, "Effets du frottement intérieur sur le facteur de qualité des résonateurs mécaniques", article fourni dans la documentation de cette manipulation.

5 Partie Expérimentale

5.1 Description du montage

L'installation des TPA est un pendule de torsion forcé dont la plage de température accessible est 80-470 K. La résonance mécanique de l'installation étant aux environs de 50 Hz, la plage de fréquence utilisable pour les mesures est limitée de 10^{-6} Hz à 5 Hz.

Le schéma de principe d'un pendule de torsion se trouve à la figure 12. L'échantillon (S) se trouve en bas, solidement bloqué à une de ses extrémités et relié à l'axe de rotation du pendule à l'autre extrémité. L'axe de rotation du pendule (A) est construit de telle façon à n'avoir qu'un seul degré de liberté, celui de rotation. Ceci est obtenu par un système de rotation (R) et un contrepoids (C). L'excitation du pendule se fait grâce à un système aimant permanent (P) - bobines (B). L'aimant permanent est solidaire de l'axe de rotation et les bobines sont immobiles dans le référentiel du laboratoire. En forçant un courant alternatif dans les bobines, on applique une force oscillante sur l'aimant, donc sur l'échantillon. La contrainte appliquée est donc proportionnelle au courant dans les bobines. La réponse en déformation est détectée optiquement grâce à la déflexion d'un faisceau laser (L) par un miroir (M) solidaire de l'axe du pendule sur une photodiode différentielle (D). Toute l'installation se trouve dans une enceinte à vide et comprend un système (T) de régulation de la température de l'échantillon.

L'électronique de l'installation se compose essentiellement d'un analyseur de fréquence, dont on utilise le générateur interne comme source de l'excitation. Le signal est amplifié dans un amplificateur de courant et envoyé aux bobines d'excitations. Le signal de la cellule de détection est amplifié puis entre dans l'analyseur de fréquences où il est comparé au signal d'excitation. Un ordinateur (Mac) gère l'ensemble de l'installation.

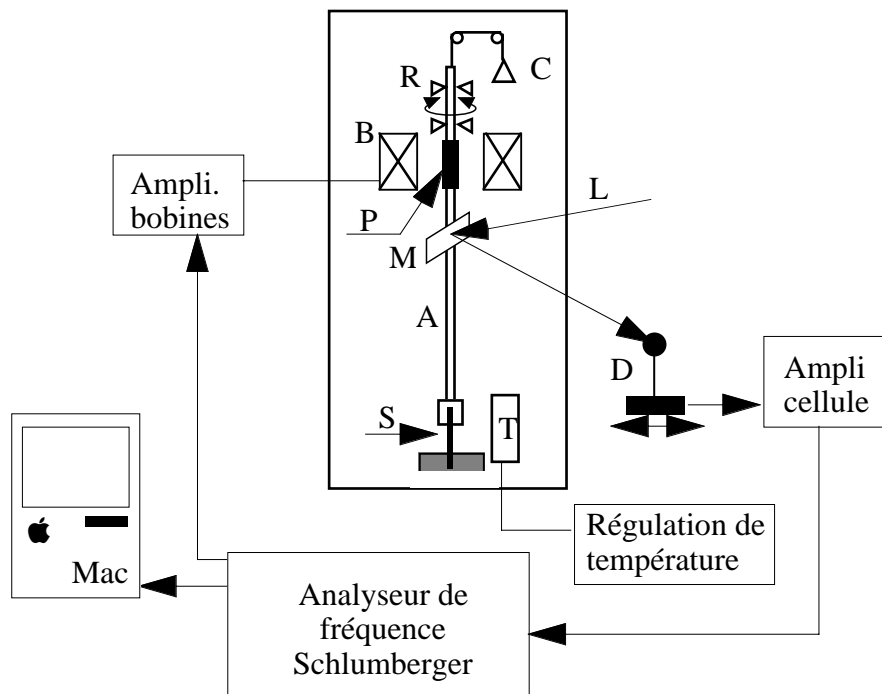


Figure 12: Schéma de principe d'un pendule forcé. L'échantillon (S) est soumis à une contrainte de torsion générée par un ensemble aimant permanent (P) - bobines (B). La déformation est mesurée par la déflexion d'un faisceau laser (L) sur un miroir (M) solidaire de l'axe de rotation (R) du pendule sur une diode différentielle (D). L'analyse de l'amplitude et du déphasage de la déformation par rapport à l'excitation est faite par un analyseur de fréquence Schlumberger. Le reste de l'installation est décrit dans le texte.

5.2 L'échantillon

L'échantillon est un polycristal de niobium (Nb) qui a été préalablement dégazé sous un vide poussé à 2000°C puis qui a été recuit sous un mauvais vide afin de laisser de l'oxygène diffuser dans le cristal. Il s'agit donc d'un échantillon de niobium dopé à l'oxygène. Grâce à ce traitement, le mécanisme de Snoek devient important en amplitude et peut être étudié facilement. Une question à méditer: Qu'observeriez-vous si l'échantillon avait été recuit sous atmosphère d'azote?

5.3 Plan des expériences

Etude du pendule:

- Mesure en fonction de l'amplitude d'excitation. Quelle est la source du déphasage et comment s'affranchir de cet artefact.
- Mesure en fonction de la température: D'où vient la différence entre la température de pic à la montée et à la descente? Comment s'affranchir de ce problème?
- Mesure en fonction de la fréquence: Quels sont les problèmes rencontrés?

Mesure de l'énergie d'activation et du temps de relaxation:

- Construire votre propre diagramme d'Arrhénius en choisissant votre programme expérimental de façon intelligente. Conseil: Pensez au temps que prennent les mesures. Si vous désirez lancer de longues mesures, faites-le pendant une nuit et non pas pendant le peu de temps dont vous disposez.

Autres mesures, par exemple pour confirmer l'hypothèse du pic de Snoek:

- Regardez l'effet de l'amplitude de mesure
- Confrontez la mesure de E'' avec celle de E'
- Toute idée personnelle sera la bienvenue.

6 Références

- [1] A.S Nowick et B.S. Berry, "Anelastic Relaxation in Crystalline Solids", Academic Press, New York (1972)
- [2] R. Schaller et W. Benoit, "Effet du Frottement Intérieur sur le Facteur de Qualité des Résonateurs Mécaniques", Proceedings CIC, Genève (1979)
- [3] W. Benoit, G. Gremaud et R. Schaller, "Anelasticity and Dislocation Damping", in *Plastic deformation of amorphous and semi-crystalline materials*, B. Escaig et Ch. G'sell éditeurs, Les éditions de physique, France (1982)