



HAL
open science

ETUDE DU FROTTEMENT INTÉRIEUR DE HAUTE TEMPÉRATURE DU PALLADIUM POLYCRISTALLIN ULTRA-PUR

A. Rivière, J. Woïrgard

► **To cite this version:**

A. Rivière, J. Woïrgard. ETUDE DU FROTTEMENT INTÉRIEUR DE HAUTE TEMPÉRATURE DU PALLADIUM POLYCRISTALLIN ULTRA-PUR. *Journal de Physique Colloques*, 1983, 44 (C9), pp.C9-741-C9-745. 10.1051/jphyscol:19839112 . jpa-00223347

HAL Id: jpa-00223347

<https://hal.science/jpa-00223347>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ETUDE DU FROTTEMENT INTÉRIEUR DE HAUTE TEMPÉRATURE DU PALLADIUM
POLYCRISTALLIN ULTRA-PUR

A. Rivière et J. Woïrgard

*Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux, ERA CNRS n° 123,
86034 Poitiers Cedex, France*

Résumé - Des expériences de frottement intérieur ont été réalisées en flexion à des fréquences de l'ordre du Hertz sur des échantillons polycristallins de palladium de haute pureté.

Ces spectres de frottement intérieur, sensibles à l'amplitude de vibration, montrent quatre pics. Ceux de plus basse température ($0,3 - 0,4 T_F$) apparaissent après recuit à moyenne température. Ils disparaissent après des recuits à haute température, tandis que de nouveaux pics ($0,5 - 0,6 T_F$) apparaissent à leur tour.

Ce comportement est identique à celui observé sur d'autres métaux CFC mono et polycristallins.

Abstract - Internal friction experiments were performed in high purity polycrystalline palladium samples with a bending pendulum in the Hz-frequency range.

Damping was found to be sensitive to strain amplitude. Internal friction spectra exhibit four relaxation peaks. The low temperature peaks ($0.3 - 0.4 T_M$) appear, after medium temperature annealing. They disappear after high temperature annealing whereas the high temperature peaks ($0.5 - 0.6 T_M$) appear.

An identical peaks behaviour has been observed in other FCC single and polycrystalline metals.

INTRODUCTION.

Le frottement interne des métaux CFC présente entre 490K et la température de fusion T_F , un ensemble de pics de relaxation. Ceux-ci ont été initialement attribués à des mécanismes de relaxation liés aux joints de grains (1). Plus récemment, il a été montré que des monocristaux pouvaient présenter des pics semblables à ceux observés sur polycristaux (2, 3, 4, 5). Parallèlement une grande partie du spectre de frottement intérieur a été trouvée fortement sensible à l'amplitude maximale de vibration (6, 7, 8). Les caractéristiques des pics observés dans le cas de l'aluminium, de l'argent, du cuivre et du nickel, pour des amplitudes très faibles, ont été déterminées de manière précise, ainsi que leur comportement en fonction des recuits subis par les échantillons (9). Il était intéressant de comparer à ces résultats, ceux obtenus pour un autre métal CFC, non encore testé dans ces conditions, le palladium.

METHODE EXPERIMENTALE.

Les éprouvettes polycristallines en forme de lames de $1 \times 8 \times 70$ mm, de pureté nominale 4N5, ont été fournies par Johnson-Matthey. Elles avaient été laminées et présentaient une texture prononcée.

Les mesures de frottement intérieur ont été effectuées en flexion à deux fréquences : 4 et 0,4 Hertz, sous un vide de $7 \cdot 10^{-4}$ Pa après stabilisation de 4 heures à chaque température de mesure afin d'éviter les effets transitoires liés aux variations de

température (9, 10, 11). Les recuits à très haute température (au-dessus de 1230 K) ont été réalisés "in situ" sous pression partielle d'argon ultra-pur pour éviter la vaporisation de l'éprouvette.

A chaque température de mesure, les amplitudes maximales de vibration ϵ_M utilisées furent successivement :

4.10^{-7} , 8.10^{-7} , 2.10^{-6} , 4.10^{-6} et 8.10^{-6}

RESULTATS EXPERIMENTAUX.

La figure (1) montre les résultats obtenus sur un échantillon testé à 4 Hertz lors de la première montée en température. L'augmentation lente du frottement intérieur jusqu'à 550K peut être reliée à la restauration, et la montée rapide à partir de cette même température au début de la recristallisation. La dureté Vickers des échantillons était de 105 à l'état initial et de 47 après recuit à haute température.

Cette première partie du spectre est indépendante de la fréquence, comme l'indique la comparaison de la figure (1) avec la figure (2) relative à un second échantillon testé à 0,4 Hertz dans les mêmes conditions.

Le début de la recristallisation coïncide avec l'apparition d'un effet de l'amplitude maximale de vibration traduisant un comportement non linéaire des matériaux. Cet effet d'amplitude, représenté par l'écart entre la valeur du frottement intérieur mesuré pour $\epsilon_M = 8.10^{-6}$ et celle extrapolée pour une amplitude très faible, passe en fonction de la température par divers maxima (figure 3) dont la position semble indépendante de la fréquence.

Lors d'une nouvelle montée en température après recuit in situ à 970 K, on constate que les pics se développent. Celui de plus basse température (P_0) est absent lors de la première montée et n'apparaît qu'après le début de la recristallisation. C'est ce que montre la figure (4) relative à l'échantillon testé à 0,4 Hertz, où ont été tracées les courbes extrapolées à l'amplitude nulle correspondant aux deux montées successives.

Sur la figure (5) a été représentée l'influence des recuits à très haute température pour l'échantillon testé à 4 Hertz. Le pic P_0 disparaît complètement après recuit à 1170 K tandis que se développent de nouveaux pics P_1 et P_2 . Après recuit à 1270 K, le pic P_1 décroît, P_2 se développe et un nouveau pic P_3 apparaît.

La figure (6) montre les positions en température des pics observés en fonction du logarithme de la fréquence. Les principales caractéristiques de ces pics sont présentées dans le tableau suivant :

	T/T_F à 1 Hz	H_P eV	H_P/H_V	τ_0
P_0	0,34	0,7	0,26	10^{-12}
P_1	0,40	1	0,36	10^{-15}
P_2	0,49	1,3	0,48	10^{-16}
P_3	0,59	1,4	0,52	10^{-14}

H_P étant l'énergie d'activation apparente du pic et H_V l'énergie d'autodiffusion en volume du palladium : 2,74 eV (12).

INTERPRETATION - CONCLUSION.

Le premier Pic P_0 ne correspond à aucun des pics de moyenne et haute températures précédemment décrits (9) sur d'autres métaux CFC. Il est en effet situé pour une fréquence de 1 Hertz à une température ($0,34 T_F$) nettement plus basse. L'écroissage a été effectué à température ambiante, c'est-à-dire compte tenu du point de fusion élevé du palladium à une température relativement basse ($0,16 T_F$). Ce pic pourrait donc plutôt être rapproché du pic P_C obtenu (13) sur l'aluminium écroui à froid et situé à température ambiante ($0,32 T_F$). Ce pic P_C a été interprété comme lié à un désancrage irréversible des dislocations piégées par des atomes d'impuretés (14).

Par contre les trois autres pics (P_1 , P_2 et P_3) correspondent assez bien, notamment en ce qui concerne leur position en température, à ceux observés après recuit sur les autres métaux C.F.C. et en particulier le nickel (5) dont l'énergie de faute est proche de celle du palladium : $0,18 \text{ J m}^{-2}$ (15).

Le pic P_1 peut être attribué aux dislocations provenant de la décomposition des cellules d'écroissage après recuit à moyenne température ; sa disparition intervenant après des recuits à plus haute température et coïncidant alors avec la formation de structures plus stables, sous joints en particulier, responsables de l'apparition des pics P_2 et P_3 qu'il a été proposé par ailleurs d'associer à des mouvements supplémentaires des arcs par diffusion des noeuds triples.

L'effet d'amplitude, qui se manifeste entre 500 et 1000 K est, pour sa part, certainement lié à un mécanisme de désancrage très faiblement activé compte tenu de l'insensibilité à la fréquence de vibration.

BIBLIOGRAPHIE.

- 1 - T.S. KE, 1947, Phys. Rev. 71, 533.
- 2 - J. Woïrgard, 1974, Thèse - Poitiers.
- 3 - C. Bonneti, E. Evangelista, P. Gondi and R. Tognato (1976) Il Nuovo Cimento 33, 408.
- 4 - A. Rivière, J.P. Amirault and J. Woïrgard (1977) Proc. VIth. ICIFUAS-Tokyo.
- 5 - A. Rivière et J. Woïrgard (1983) Scripta Met. 17, 269.
- 6 - K. Sanei (1975) M. Sc. Thesis - Manchester.
- 7 - C.C. Smith and G.M. Leak (1973) Proc. Vth ICIFUAS - Aachen.
- 8 - A. Rivière, J.P. Amirault et J. Woïrgard (1976) Il Nuovo Cimento, 33, 398.
- 9 - A. Rivière, J.P. Amirault and J. Woïrgard (1981) J. Physique - C5, 42, C5-439.
- 10 - O.I. Datsko and V.A. Pavlov (1960) Relaxation Phenomena in Metals and alloys - New York.
- 11 - Y. Bertin (1978) Thèse - Poitiers.
- 12 - N.L. Peterson (1964) Phys. Rev. 136, A5-68.
- 13 - J.M. Perez (1970) - Thèse INSA - Lyon.
- 14 - A. Vincent et J. Perez (1979) Phil. Mag., 40, 377.
- 15 - I.R. Harris, I.L. Dillamore, B.E.P. Beeston and R.E. Smallman (1966) Phil. Mag. 14, 325.

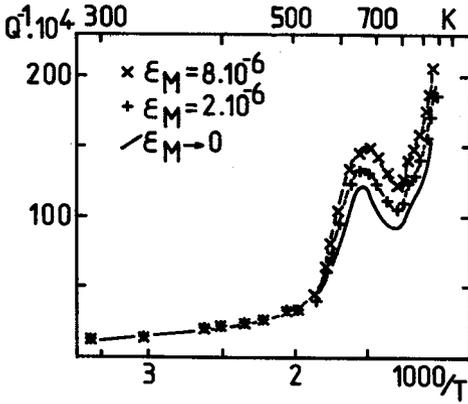


Figure 1
4 Hz

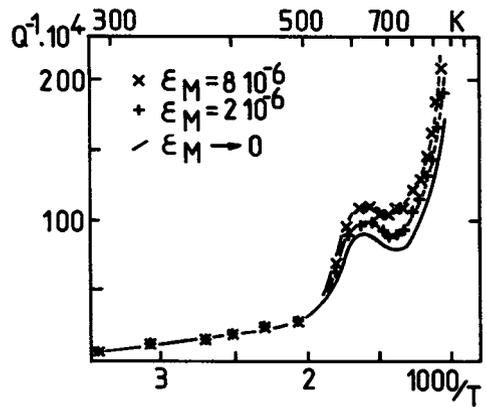


Figure 2
0,4 Hz

Frottement intérieur mesuré pendant la première montée en température.

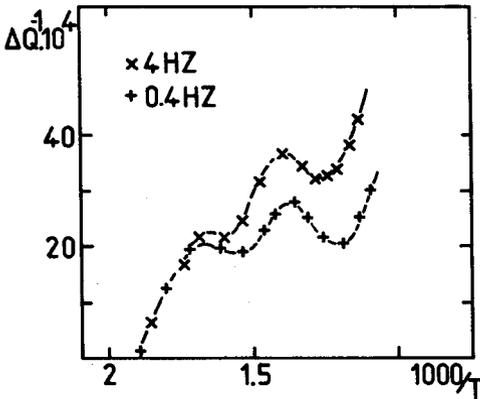


Figure 3

Effet d'amplitude mesuré pendant la première montée en température.

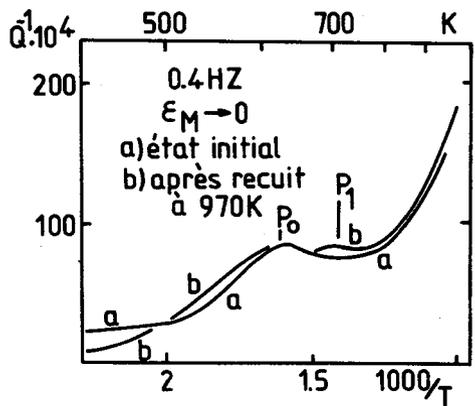


Figure 4

Influence d'un recuit à 970 K sur le frottement intérieur mesuré à 0,4 Hz.

Figure 5 : Influence de recuits successifs sur le frottement intérieur mesuré à 4 Hz.

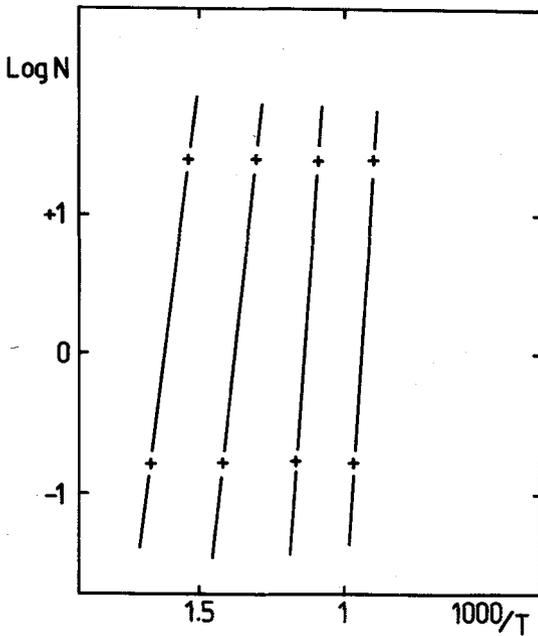
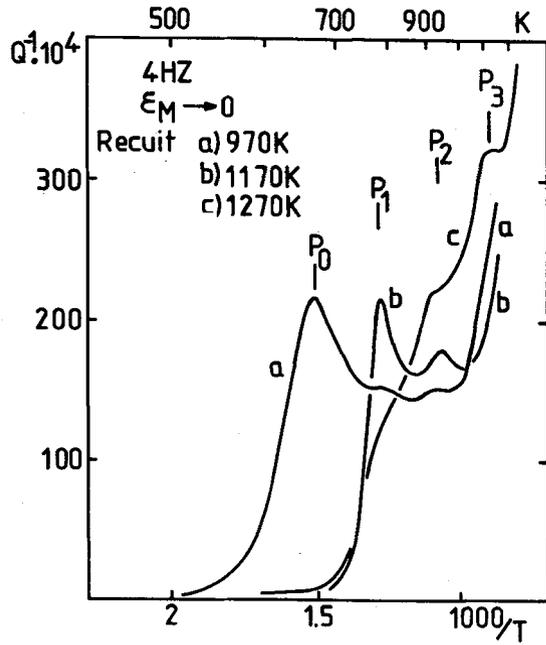


Figure 6 : Logarithme de la fréquence de vibration en fonction de l'inverse de la température des différents pics observés.