FROTTEMENT INTÉRIEUR ET MICRODÉFORMATION À TEMPÉRATURES MOYENNES DANS L'ALUMINIUM DE HAUTE PURETÉ

L. No, J. San Juan, C. Esnouf, G. Fantozzi et A. Bernalte*

*Groupe d'Etudes de Métallurgie Physique et de Physique des Matériaux (LA 341), I.N.S.A., Bât. 502, 69621 Villeurbanne Cedex, France***Dpto Electricidad y Magnetismo U.N.E.D., Apdo 50487 Madrid, Espagne*

Résumé : La détermination précise des paramètres d'activation de la relaxation située vers 0,5 Tf dans l'aluminium de haute pureté (6N) a été entreprise à l'aide des techniques conjuguées de frottement intérieur et de microdéformation. Le mouvement des dislocations contrôlé par le déplacement des noeuds de dislocations associées en parois est probablement à son origine. Les deux modèles possibles : montée des noeuds - déviation des noeuds sont comparés. Une analyse précise nous incite à associer la relaxation au mécanisme de montée, le second étant sans doute opérant lors du fluage.

Abstract : The determination of activation parameters in the case of the relaxation around 0.5 Tf in high purity aluminium (6N) has been obtained with internal friction and microdeformation's technics. The dislocation motion controlled by the displacement of nodes of dislocation walls explains probably this relaxation but two models are possibles : The jog climbing and the cross-slip at a node. An accurate analysis indicates that the relaxation seems due to the jog climbing model then the cross-slip model is probably observed during a creep.

I - INTRODUCTION

Un important pic de frottement intérieur P_1 observé dans l'aluminium polycristallin de haute pureté et situé vers 0.5Tf a été observé récemment [1], [2]. Les caractéristiques de ce pic ont conduit les auteurs à l'associer au mécanisme de montée des crans contrôlant le glissement des dislocations. Les résultats antérieurs, connus sur le mouvement des dislocations dans le même domaine de température ([3], [4], [5], [6], [7]) permettent également de donner une autre interprétation : le glissement dévié. Le but de ce travail est de déterminer le plus précisément possible les paramètres d'activation afin de faire un choix certain entre les deux modèles. Pour cela, nous avons effectué des expériences de frottement intérieur et de microfluage sur de l'aluminium de haute pureté afin d'essayer de mieux préciser son comportement anélastique.

II - CONDITIONS EXPERIMENTALES

Nous avons étudié le spectre de frottement intérieur d'un Aluminium de zone fondue 6N* entre 150 et 600 K dans un pendule de torsion inversé oscillant à une fréquence de l'ordre de 1 Hz, l'amplitude d'oscillation variant entre 2×10^{-7} et 3×10^{-5} . L'échantillon peut être déformé plastiquement in situ.

Nous avons également réalisé des expériences de microfluage sur le même échantillon afin d'obtenir plus précisément les paramètres d'activation.

Les échantillons recuits 1 h à 500 K après laminage, ont subis divers traitements thermomécaniques :

- a) Déformation de 1.2 % à l'ambiante
- b) Laminage de 30 % à 77 K et recuit à l'ambiante

* Aluminium fourni par le CECM de Vitry-sur-Seine

c) Laminage de 40 % à 77 K suivi d'une montée en température à 700 K pendant 30 s et d'une trempe à l'azote. Ce traitement permet de diminuer la taille de grain : la taille de grain varie alors de 1 mm à 0,1 mm.

III - RESULTATS EXPERIMENTAUX

III.1 Spectres de frottement intérieur

Tous les échantillons étudiés présentent un pic appelé P_1 vers 450 K [1] et une composante P_1' vers 360 K dont les caractéristiques (hauteur, température, largeur) sont sensibles à l'amplitude de la sollicitation.

Afin de connaître précisément leurs évolutions avec les paramètres expérimentaux nous avons entrepris d'appliquer le traitement numérique présenté sur la fig. 1. Premièrement nous traçons le spectre en $\frac{1}{T}$ (courbe 1), puis nous traçons le spectre en $\log \delta = f\left(\frac{1}{T}\right)$ (courbe 2), on observe sur cette courbe que le côté basse température du fond de frottement intérieur peut être lissé par une droite de pente faible a et le fond haute température à une droite de pente b . La totalité du fond ($e^a + e^b$, courbe 3) est alors soustraite (courbe 4), ensuite nous procédons à la décomposition des pics. Les hypothèses retenues pour effectuer cette décomposition sont : le pic P_1 est symétrique en $\frac{1}{T}$ et le flanc hautes températures du spectre est celui du pic P_1' (hormis près de son maximum). Nous obtenons alors P_1 (courbe 5) et P_1' (courbe 6) par différence.

Cas du traitement a

Les spectres de frottement intérieur enregistrés lors d'une première montée en température jusqu'à 750 K puis lors d'une seconde montée, montrent une évolution de la microstructure de l'échantillon, la hauteur du pic diminuant. Les montées ultérieures en température ne modifient plus les résultats.

Sur la figure 2, nous avons représenté l'ensemble des courbes de relaxation obtenues à différentes amplitudes d'oscillation ϵ_m . La variation de la hauteur (δ_M) et de la température (T_M) du pic avec l'amplitude de vibration est indiquée par la figure 3. (courbe a) et figure 4 (courbe a). On y observe que δ_M augmente avec ϵ_m jusqu'à $\epsilon_m = 7 \times 10^{-6}$, valeur à partir de laquelle l'intensité de relaxation diminue alors que T_M diminue toujours avec ϵ_m .

De la même façon nous avons tracé les caractéristiques δ_M, T_M du pic P_1' en fonction de l'amplitude de mesure (fig. 5 courbe a, fig. 4 courbe a'). On voit que l'évolution du pic est semblable à celle de P_1 , son évolution étant seulement décalée vers les fortes valeurs de ϵ_m . D'autre part, un recuit à hautes températures (740 K pendant 1 h), ne modifie pas le spectre de frottement intérieur signifiant une grande stabilité des éléments relaxants.

Cas du traitement b

Une évolution du pic P_1 entre la 1ère montée et les autres montées en température est également observée, elle est cependant beaucoup plus importante comparée à l'état précédent (δ_M passe de 0,15 à 0,12). Les évolutions de P_1 et de P_1' avec la contrainte appliquée ont été représentées sur la figure 3 (courbe b), 4 (courbe b), 5 (courbe b) et 4 (courbe b') respectivement. Elles sont semblables à celles du traitement a).

Cas du traitement c

Une évolution de la microstructure est également observée lors de la 1ère montée en température le frottement intérieur maximum passant de $\delta_M = 0,23$ à $\delta_M = 0,13$ après un recuit à 750 K. La dépendance du pic P_1 en fonction de l'amplitude de mesure est indiquée sur la figure 3 (courbe c). On s'aperçoit que l'intensité de relaxation ne varie pas avec l'amplitude de sollicitation jusqu'à 6×10^{-6} puis décroît à partir de cette valeur. Quant à l'évolution du pic P_1 , elle est semblable à celle des échantillons a et b.

Après la réalisation des expériences décrites pour le traitement c, nous avons remarqué qu'une déformation plastique de 0.2 % à 1.2 % à 630 K ne provoque aucune modification des spectres.

Après avoir procédé à une variation de la fréquence de vibration (entre 1.5 Hz et 5 Hz), nous avons mis en oeuvre des expériences de microfluage à différentes contraintes σ_s afin d'avoir accès, sur le même échantillon à des temps de relaxation beaucoup plus élevés que la période d'oscillation du pendule.

III.2 Microfluage

Les expériences de microfluage ont été réalisées en appliquant une contrainte statique de torsion (temps d'application $\approx 4s$), la température étant maintenue constante. Après chaque essais à différentes températures, la déformation de l'échantillon est restaurée par chauffage sans contrainte jusque vers 450 K. La figure 6 présente les résultats obtenus à diverses températures pour une contrainte appliquée de $5 \times 10^{-5} \mu$.

Ces résultats sont analysés de la manière suivante [8] : Dans le cadre du modèle du solide linéaire idéal lors d'un essai à contrainte constante, la déformation anélastique est de la forme :

$$\varepsilon = \varepsilon_{\infty} [1 - \exp(-t/\tau)] \quad \text{avec} \quad \tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E}{KT}\right)$$

ε_{∞} : déformation anélastique au temps infini,
 τ_0 : facteur préexponentiel
 E : énergie d'activation apparente.

A une température donnée, la différence $\Delta\varepsilon$ des déformations aux instants t_1 et t_2 est égale à :

$$\Delta\varepsilon = \varepsilon(t_2) - \varepsilon(t_1) = \varepsilon_{\infty} (e^{-t_1/\tau} - e^{-t_2/\tau})$$

$\Delta\varepsilon$ présente un maximum en fonction de la température de mesure T_M , le temps de relaxation à cette température étant donné par :

$$\tau_{(T=T_M)} = (t_2 - t_1) / \ln(\tau_2 / \tau_1)$$

La figure 7 montre les variations de $\Delta\varepsilon$ avec T pour différents couples de valeurs t_1 et t_2 . Les courbes présentent deux maxima attribués aux composantes P_1 et P_1' . Ces expériences ont également été réalisées avec d'autres valeurs de la contrainte statique. On observe un déplacement du maximum vers les basses températures lorsque la contrainte augmente.

III.3 Paramètres d'activation

Les temps de relaxation obtenus à l'aide des expériences de microfluage ou de frottement intérieur ($\tau = \frac{1}{\omega}$ à la température du pic) permettent de tracer le diagramme d'Arrhénius : $\ln \tau$ en fonction de $1/T_M$ sur plusieurs décades (fig. 8). A partir de la pente de ces courbes nous avons obtenu les énergies d'activation suivantes (pour une contrainte de $5 \times 10^{-5} \mu$) :

$$E_{P_1} = 1,2 \text{ ev} \pm 0,1 \quad \text{avec } \tau_0 = 0,7 \times 10^{-16 \pm 1}$$

$$E_{P'_1} = 0,78 \text{ ev} \pm 0,08 \quad \text{avec } \tau_0 = 2,7 \times 10^{-14 \pm 1}$$

Le volume d'activation a été déterminé de deux manières ($E \approx E_0 - \sigma v$)

1) A partir de la variation de la température du pic avec ε_m et en admettant un comportement linéaire et un volume d'activation constant, on a la relation

$$\frac{dT_M}{d\sigma} \approx -v \frac{T_M}{E} \quad (1). \text{ Ainsi, à partir des résultats de la figure 4, nous obtenons dans}$$

le cas du traitement a :

$$v_1(P_1) = (2000 \pm 500) b^3 \quad v_1(P'_1) = (2500 \pm 500) b^3$$

En fait, $\sigma v / kT$ étant de l'ordre de 1, il est nécessaire d'appliquer le modèle non-linéaire [9] et ainsi les volumes corrigés sont plus importants :

$$v_{1P_1} = 7000 b^3 \quad v_{1P'_1} = 7500 b^3$$

Pour les autres traitements, les volumes d'activation sont légèrement inférieurs.

2) A partir du décalage du diagramme d'Arrhénius avec σ et à l'aide de la relation (1), on peut calculer v : les valeurs obtenues sont voisines de $1000 b^3$ pour P_1 . Elles sont donc du même ordre de grandeur que les précédentes.

IV - DISCUSSION

La présente discussion porte sur la comparaison des modèles susceptibles d'interpréter ces résultats, c'est-à-dire présentant avant tout des paramètres d'activation de l'ordre de ceux observés expérimentalement. Comme cela a été suggéré par Friedel [4], le frottement intérieur peut être attribué au déplacement thermiquement activé des parois de polygonisation par mouvement des noeuds de ces parois. Ce déplacement peut être contrôlé soit par la montée des noeuds gouvernée par la création et la diffusion de lacunes le long des dislocations, soit par déviation thermiquement activée selon un mécanisme décrit par Washburn [10]. De récentes observations in situ en microscopie électronique [6] ont permis, lors d'un fluage, d'observer une telle déviation. Elle conduit à l'échappement d'une dislocation d'une paroi de torsion, mécanisme observé lors du fluage [11]. Un tel comportement nécessite d'une part la germination d'une déviation et l'échappement de la dislocation pour une contrainte de rappel de l'ordre de $\mu b/l$, l = longueur moyenne des arcs de la paroi. Cette contrainte nécessaire à l'échappement est beaucoup trop importante (de l'ordre de $10^{-3} \mu$) pour envisager ce mécanisme ici. Par contre, le déplacement des noeuds par déviation ne peut être exclu. Pour ce mécanisme, l'énergie d'activation est mal connue [6]; elle est donnée par $\Delta G \approx \Delta G_C - T_1 b$ [6] (à contrainte nulle) où ΔG_C est l'énergie de formation d'une constriction et T_1 la tension de ligne ($T_1 b \approx 2 \text{ ev}$ si $T_1 = 0,5 \mu b$).

Le volume d'activation peut être compris entre $l_c b^2$ et $l_j b^2$, l_c étant la longueur critique de pincement de l'ordre de quelques b .

Malgré tout, nous avons proposé le mouvement des dislocations contrôlé par la montée des noeuds (crans) pour interpréter le pic P_1 [1]. Dans ce modèle, l'énergie et le volume d'activation sont bien définis : nous devons obtenir respectivement H_d = énergie d'autodiffusion le long des lignes de dislocation 1,1 eV [12] et $l_j b^2$ où l_j est la distance entre crans. Compte tenu de l'état restauré du réseau des dislocations (peu de crans par déformation), l_j est la distance à l'équilibre thermique. Une estimation de l'énergie du cran ($\approx 0,2$ eV, [13]) montre que l_j est grande. Il convient alors, dans l'expression du volume d'activation, de remplacer l_j par l la longueur des arcs. Ainsi les volumes d'activation associés aux deux mécanismes possibles sont certainement voisins.

Examinons maintenant les conséquences sur les caractéristiques de la relaxation de l'un ou l'autre mécanisme. Elle présente un maximum en fonction de la contrainte de mesure et est insensible à la contrainte statique quand l'intensité de relaxation est appréciable (typiquement $\sigma_s \approx 5 \cdot 10^{-5} \mu$, $\epsilon \approx 10^{-5}$). Pour les deux modèles, il existe une condition nécessaire à l'apparition de la relaxation (condition de Paré), elle est respectée pour une contrainte suffisante de l'ordre de $\mu(b)^2$ [2]. Les figures (3, 5) donnent un ordre de grandeur de cette contrainte et ainsi une idée de la valeur de l ($l \approx 2000 - 2500 b$ pour le pic P_1 et P_2 respectivement, valeurs cohérentes avec le volume d'activation). De plus, si la contrainte devient trop grande, l'intensité de relaxation doit décroître. Dans le modèle des crans, la raison en est que la montée du cran est limitée par la diffusion des lacunes [(1, 2.3)]. La longueur de diffusion pendant un quart de la période d'oscillation n'atteint que quelques distances interatomiques [2]. Dans le modèle de Washburn, la déviation de la dislocation nécessite un seul pincement et ainsi l'énergie dissipée par cycle reste constante quel que soit le niveau de contrainte appliquée (analogie avec le désancrage). Aussi, l'intensité de relaxation décroît selon la loi σ_m^{-2} et ce comportement est identique au précédent. Par contre, une grosse différence doit exister vis-à-vis de la contrainte statique. Dans l'hypothèse de la montée, cette contrainte déplace seulement le centre d'oscillation de la dislocation et ne change pas l'intensité de relaxation. Dans l'hypothèse de la déviation, elle provoque la déviation et le mouvement ultérieur de la dislocation sous l'effet de la contrainte de mesure est un glissement non thermiquement activé donc élastique. Il y a là une contradiction avec les faits expérimentaux.

Le fait d'observer deux composantes P_1 et P_2 , ayant des comportements semblables et des énergies d'activation différentes n'est pas en faveur du modèle de déviation. En effet, seules les dislocations vis peuvent dévier; il n'existe donc qu'une seule valeur possible de ΔG_c ou de T_1 . Par contre, on peut imaginer que l'énergie d'activation pour la montée varie avec le caractère des dislocations. Les deux pics dans ce cas, seraient dus à deux types de dislocations (60° et vis probablement). On peut cependant argumenter que les deux pics seraient dus, dans l'hypothèse de la déviation, à une distribution bi-modale des contraintes internes et/ou des longueurs de dislocations. Elle ne peut être envisagée : les contraintes internes associées à P_2 seraient plus grandes (ou les dislocations plus longues) pour que le terme σ_{iv} re-tranché à $\Delta G_c - T_1 b$ soit plus important. Dans ce cas, le pic P_2 devrait se développer à plus faible contrainte que le pic P_1 . Manifestement, les résultats obtenus ne correspondent pas à cette prédiction (Fig.3 et 5)

En conclusion, le modèle de déplacement des dislocations contrôlé par la montée des noeuds des parois donne une interprétation correcte de l'ensemble des résultats. Il semble donc que ce processus soit responsable des manifestations anélastiques P_1 et P_2 . Le processus de la déviation observé par microscopie électronique n'interviendrait que dans le stade de fluage correspondant au palier intermédiaire observé par Dorn [2]. Il reste cependant à préciser l'effet de la microstructure en mettant en

œuvre d'autres traitements métallurgiques. Dans le cas des expériences réalisées, les résultats obtenus sont similaires et semblent indiquer que les états structuraux sont voisins.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] C. ESNOUF, M. GABBAY, G. FANTOZZI
J. de Phys. Lettres 38, (1977) L 401
- [2] C. ESNOUF, G. FANTOZZI,
ICIFUAS-7 Lausanne (1981), J. de Phys. C5-1981, part I. p. 445
- [3] J.E. DORN, Contract NONR 222(49), series 103, n° 3 (1957).
- [4] J. FRIEDEL, J. de Phys. Lettres, 39 (1978) L-61
- [5] J. FRIEDEL, Rev. de Phys. Appl., 12, (1977), 1649
- [6] D. CAILLARD, Thèse Université Paul Sabatier, Toulouse (1980)
- [7] J. WOIRGARD, Thèse Université Poitiers (1974)
- [8] R. KLAM, Thèse Université de Stuttgart (1977).
- [9] J. WOIRGARD, M. GERLAND, A. RIVIERE,
J. de Phys. Lettres, 40, (1979), L-339.
- [10] WASHBURN, J., Appl. Phys. Letters, 7 (1965), 183.
- [11] MYSHLAEV, M. M., Proc. ICSMA4, 1976, Nancy, 3, p. 1037
- [12] MURAKAMI, H., YOSHIDA, S., Cryst. Lattice defects, 6 (1975), 89
- [13] MITRA S.K., DORN J.E., Trans AIME 227 (1963), 1015.

REMERCIEMENTS

L.No remercie le Dpto de Educacion del Gobierno Vasco pour son soutien financier.
J.San Juan remercie le Dpto de Fisica del Estado solido de la U.P.V. pour son soutien

Fig. 2.- Spectres de frottement interne pour différentes amplitudes de sollicitation $\epsilon_m \times 10^{-6}$

(1)0.2,(2)0.5,(3)1,(4)2,(5)4
(6)7,(7)10,(8)20,(9)30

Fig. 1.- Soustraction du fond continu

Fig. 4.- Temperature des pics P_1 et P'_1 en fonction de l'amplitude de sollicitation

Fig. 3 et 5.- Hauteur du pic P_1 et P'_1 en fonction de l'amplitude de sollicitation.

- a) écouissage 1.2% à l'ambiante
- b) écouissage 40% à 77K
- c) écouissage 40% à 77K suivi d'un recuit à 430°C pendant 3s.

Fig. 6 .- Courbes de microfluage ($\sigma_s = 5 \times 10^5$) obtenues a differentes temperatures .

Fig.7 .- Evolution de $\Delta \epsilon = \epsilon(t_2) - \epsilon(t_1)$ en fonction de la température $t_2 - t_1 =$ (a) 1, (b) 5, (c) 20, (d) 100 s

Fig.8 .- Diagramme d'Arrhenius correspondant aux pics P_1 et P'_1