Frottement intérieur d'un magnésium de haute pureté déformé plastiquement

S.M. Seyedreihani, C. Esnouf, Gilbert Fantozzi, G. Revel

► To cite this version:

S.M. Seyedreihani, C. Esnouf, Gilbert Fantozzi, G. Revel. Frottement intérieur d'un magnésium de haute pureté déformé plastiquement. *Journal de Physique Lettres*, 1978, 39 (22), pp.429-432. 10.1051/jphyslet:019780039022042900 . jpa-00231535

HAL Id: jpa-00231535

<https://hal.science/jpa-00231535>

Submitted on 1 Jan 1978

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.

Classification
Physics Abstracts
62.40

FROTTEMENT INTÉRIEUR D'UN MAGNÉSIUM DE HAUTE PURETÉ DÉFORMÉ PLASTIQUEMENT

S. M. SEYED REIHANI, C. ESNOUF, G. FANTOZZI et G. REVEL (*)

Groupe d'Etudes de Métallurgie Physique et de Physique des Matériaux (**),
Bât. 502 INSA, 69621 Villeurbanne Cedex, France

(*) Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique, 15, rue Georges-Urbain, 94400 Vitry sur Seine, France

(Reçu le 3 juillet 1978, accepté le 27 septembre 1978)

Résumé. — Nous avons étudié le frottement intérieur d'un magnésium de haute pureté (6N) après déformation plastique. Le spectre obtenu est très différent de celui observé jusqu'ici sur des matériaux moins purs. En effet, au lieu d'un très large maximum, nous constatons la présence : *a)* de deux pics situés vers 40 K et 80 K très stables lors des recuits, *b)* de deux pics situés vers 105 K et 220 K qui disparaissent lors de leur observation, *c)* d'un pic vers 15 K ou d'une diminution du frottement intérieur entre 10 et 30 K après recuit au-dessus de 300 K, *d)* d'un pic stable vers 350 K. Une tentative d'interprétation succincte de ces résultats est proposée.

Abstract. — Internal friction of high purity (6N) magnesium has been studied after plastic deformation. The internal friction spectrum is very different from that observed with the less pure magnesium. The broad peak observed for the less pure material was replaced by several peaks with the pure magnesium. These are : *a)* two peaks situated around 40 and 80 K, stable during annealing, *b)* two peaks situated around 105 K and 220 K, removed during temperature cycling, *c)* a peak at 15 K or an important decrease of internal friction between 10 and 30 K after annealing up to 300 K, and *d)* a stable peak near to 350 K. A brief interpretation of these observations is proposed.

1. Introduction. — Le frottement intérieur après déformation plastique a été abondamment étudié dans le cas des métaux c.f.c. [1, 2] : à basse température il apparaît d'une part la relaxation de Bordoni constituée des pics de Niblett et Wilks (B_1) et de Bordoni (B_2), d'autre part les pics d'interaction dislocations-défauts ponctuels ou de Hasiguti qui apparaissent à des températures supérieures à celles des pics de Bordoni. Les pics de Bordoni, contrairement aux pics de Hasiguti, sont stables au cours du recuit et de ce fait sont généralement attribués aux propriétés intrinsèques des dislocations.

Des études du même type ont été faites sur les métaux h.c., mais dans de nombreux cas, l'interprétation des phénomènes de relaxation observés semble moins évidente [2] et l'assimilation de ces phénomènes, soit à la relaxation de Bordoni, soit aux pics de Hasiguti, est très controversée.

En particulier Tsui et Sack [3] dans le domaine du kilohertz et Routbort [4] dans le domaine de l'hertz ont étudié le spectre de frottement intérieur du magnésium 99,996 % mono- et polycristallin après laminage ou traction. Dans tous les cas, il apparaît un très large maximum de frottement intérieur qui s'étend

entre 50 et 300 K, dont l'amplitude dépend du taux de déformation, du traitement thermique et de l'orientation cristalline. De plus aucune variation de la température du maximum avec la fréquence n'a pu être mise en évidence, cette température restant voisine de 180 K pour un rapport de fréquence de 4×10^4 . Ce résultat paraît relativement surprenant, même si l'on admet que le large maximum a une structure complexe due à une grande distribution des temps de relaxation des processus responsables.

Enfin Koda *et al.* [5] montrent que la relaxation obtenue au mégahertz est complexe et difficile à relier aux résultats obtenus à l'hertz ou au kilohertz.

Strunk et Frydman [6] soulignent que ces résultats pourraient être reliés au fait que les dislocations coin basales contiennent des crans dont les plans de glissement sont des plans pyramidaux ou prismatiques.

Dans ces conditions, il nous a paru intéressant de reprendre l'étude du frottement intérieur après déformation plastique en utilisant du magnésium de très haute pureté, afin de vérifier si les résultats obtenus jusqu'ici sont spécifiques ou non du magnésium.

2. Résultats expérimentaux. — Nous avons utilisé des échantillons polycristallins de magnésium de zone

(**) ERA 463.

fondu 6N [7] recuits sous argon 2 h à 300 °C après filage (taille de grains ≈ 1 mm). Après les mesures de frottement intérieur, ces échantillons ont été ana-

lysés par activation neutronique [8]. Le tableau indique les résultats obtenus pour les principales impuretés recherchées (poids analysé 10 mg).

Analyse du magnésium utilisé

[Analysis of the magnesium used.]

Principales impuretés en $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Cr	Co	Cu	Fe	Ga	Hf	La	Mn	Sb	W	Zn
	$\leq 0,2$	0,1	0,2	$\leq 0,07$	$\leq 0,1$	$\leq 0,002$	$\leq 0,002$	0,5	$\leq 0,004$	$\leq 0,003$	1

Les mesures de frottement intérieur ont été réalisées à l'aide d'un pendule de torsion inversé oscillant à une fréquence de l'ordre du hertz, asservi à amplitude constante ($\varepsilon_{\text{max}} \approx 2 \times 10^{-5}$) et permettant l'enregistrement du frottement intérieur et de la période d'oscillation entre 10 et 500 K lors d'une montée linéaire en température de 50 K/h [9].

La figure 1 présente le spectre de frottement intérieur obtenu directement après écrouissage *in situ* par torsion de 2,5 % à 10 K. Lors de la première montée en température (courbe 1), on observe essentiellement deux légères composantes vers 40 et 80 K et un pic important (décroissement logarithmique de l'ordre de 5×10^{-2}) situé vers 105 K. Après recuit à 150 K (courbe 2), il apparaît nettement un pic vers 45 K, le pic à 105 K ayant disparu. De plus, lors de la deuxième montée linéaire (courbe 2) un pic situé vers 220 K est observé.

FIG. 1. — Spectre de frottement intérieur : 1) directement après déformation plastique par torsion de 2,5 % à 10 K, 2) après montée linéaire jusqu'à 150 K ($f \approx 1$ Hz).

[Internal friction spectrum as a function of temperature : 1) directly after plastic deformation of 2.5% at 10 K, 2) after heating up to 150 K ($f \approx 1$ Hz).]

Après recuit à 250 K (Fig. 2, courbe 1), le spectre de frottement intérieur est essentiellement constitué de deux pics situés respectivement vers 45 K et 75 K. Après un maintien de 48 h à 295 K (Fig. 2, courbe 2), la hauteur du pic à 75 K est plus faible et le pic semble

FIG. 2. — Spectre de frottement intérieur : 1) après montée linéaire à 250 K, 2) après montée linéaire à 295 K et maintien de 48 h.

[Internal friction spectrum as a function of temperature : 1) after heating up to 250 K, 2) after annealing 48 h at 295 K.]

se déplacer vers les basses températures. Il apparaît de plus, après ce maintien, un pic vers 15 K.

Par recuit à plus haute température (340, 400, 450 et 500 K) (Figs. 3 et 4), le pic à 75 K disparaît, le pic à 40 K étant plus stable (ce pic est toujours présent après recuit à 500 K) (Fig. 4, courbe 2). De plus, on

FIG. 3. — Spectre de frottement intérieur : 1) après montée linéaire à 340 K, 2) après montée linéaire à 400 K.

[Internal friction spectrum as a function of temperature : 1) after heating up to 340 K, 2) after heating up to 400 K.]

observe, à 10 K, une augmentation importante du frottement intérieur, qui est suivie d'une diminution rapide entre 10 et 30 K.

En outre les figures 3 et 4 montrent la présence d'un pic stable situé vers 350 K.

FIG. 4. — Frottement intérieur en fonction de la température : 1) après montée linéaire à 450 K, 2) après montée linéaire à 500 K.

[Internal friction spectrum as a function of temperature : 1) after heating up to 450 K, 2) after heating up to 500 K.]

3. Discussion. — Les résultats que nous avons obtenus sur un magnésium de très haute pureté sont sensiblement différents de ceux publiés jusqu'ici dans la littérature [1, 3, 4, 5]. En effet, au lieu d'un maximum très large, nous constatons que le spectre de frottement intérieur est constitué de :

i) Deux pics situés vers 40 et 80 K environ, stables lors des recuits : ces pics apparaissent immédiatement après déformation plastique (Fig. 1, courbe 1) et ne disparaissent qu'après recuit à haute température (Fig. 4).

ii) Deux pics situés vers 105 et 220 K qui se distinguent des deux pics précédents par le fait qu'ils disparaissent au cours de leur observation.

iii) D'un pic vers 15 K ou d'une diminution importante du frottement intérieur entre 10 et 30 K après recuit au-dessus de 300 K (Figs. 2, 3 et 4).

iiii) D'un pic stable vers 350 K.

Ce spectre de frottement intérieur est très proche de ceux observés sur l'ensemble des métaux c.f.c. [1, 2] et plus particulièrement de celui obtenu sur l'aluminium de haute pureté [10].

Par comparaison avec l'aluminium, nous pouvons donc proposer l'interprétation succincte suivante du spectre de frottement intérieur du magnésium après déformation plastique.

Parmi les pics observés, nous remarquons que deux d'entre eux (40 K et 80 K) ont une bonne stabilité lors du recuit, un facteur d'élargissement de l'ordre

de 3 à 4 et une température du maximum peu dépendante de l'état structural, caractéristiques correspondant à celles des pics de Bordoni dans les métaux c.f.c. Ainsi, les deux pics importants à 40 et 80 K peuvent être assimilés à la relaxation de Bordoni. La détermination que nous avons effectuée de l'énergie d'activation de chacun des pics par variation de fréquence (respectivement : $0,06 < E < 0,09$ eV pour le pic à 40 K, et $0,10 < E < 0,15$ eV pour le pic à 80 K) montre que les pics devraient être situés vers 80 et 150 K à 40 kHz. Bien qu'ils n'aient pas été observés jusqu'ici, il faut toutefois remarquer que les résultats de Tsui et Sack [3] font apparaître dans certains cas, deux légères composantes, situées respectivement vers 80 et 150 K qui correspondent aux deux pics observés.

Les deux pics à 105 et 220 K ont plutôt les caractéristiques des pics de Hasiguti [13] (dus à une interaction défauts ponctuels intrinsèques-dislocations) et semblent correspondre respectivement aux pics P_A et P_B de l'aluminium. Le défaut responsable du pic à 105 K est probablement un défaut de type interstitiel, ces défauts migrant en-dessous de 100 K environ [12]. Le pic à 220 K peut être associé soit à des amas d'interstitiels (comme pour le pic P_B de l'aluminium [13]), soit à des défauts lacunaires, le domaine de température considéré correspondant à leur migration [12].

Les manifestations anélastiques observées à très basse température ($T < 30$ K) ne peuvent être associées qu'au mouvement des décrochements géométriques, seuls susceptibles de se déplacer en-dessous des pics de Bordoni. Le fait d'observer un pic vers 15 K ou une diminution rapide du frottement intérieur entre 10 et 30 K, nous incite à penser que le pic à 15 K se déplace vers les très basses températures (< 10 K) au cours des recuits. Ce résultat avait déjà été observé dans un aluminium de haute pureté [14] et des expériences complémentaires paraissent nécessaires pour préciser ce point.

Enfin, le pic observé vers 350 K est comparable au pic mis en évidence dans un aluminium de haute pureté [15] et qui est dû soit au glissement des dislocations contrôlé par la montée des crans, soit au mouvement des dislocations contrôlé par le déplacement des nœuds par déviation thermiquement activée [16].

En conclusion, les premiers résultats obtenus sur un magnésium de haute pureté montrent que le spectre de frottement intérieur après déformation plastique est très voisin de celui généralement observé dans les métaux c.f.c., contrairement à ce qui avait été signalé jusqu'ici sur du magnésium moins pur.

Remerciements. — Nous tenons à remercier le Dr. C. Boujour de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne pour les intéressantes et fructueuses discussions que nous avons eu avec lui.

Bibliographie

- [1] NOWICK, A. S. and BERRY, B. S., *Anelastic relaxation in crystalline solids* (Academic Press, New York) 1972.
- [2] FANTOZZI, G., BENOIT, W., ESNOUF, C. et PEREZ, J., *Ann. Phys.*, à paraître.
- [3] TSUI, R. T. C. et SACK, H. S., *Acta Met.* **15** (1967) 1715.
- [4] ROUTBORT, Thesis, Cornell University, New York (1965).
- [5] KODA, S., KAMIGAKI, K. et KAYANO, H., *J. Phys. Soc. Japan* **18** suppl. I (1963) 195.
- [6] STRUNK, H. et FRYDMAN, R., *Mat. Sci. Eng.* **18** (1975) 143.
- [7] REVEL, G., POSTAL, J. L. et ROUCHAUD, J. C., *C. R. Hebd. Séan. Acad. Sci. Paris* **281C** (1975) 1065.
- [8] REVEL, G., FEDOROFF, M., *Nucl. Instrum. Methods* **143** (1977) 277.
- [9] ESNOUF, C., FANTOZZI, G. and GOBIN, P. F., *Mem. Sci. Rev. Met.* **71** (1974) 637.
- [10] ESNOUF, C., Thèse, Université Claude-Bernard et INSA (1978).
- [11] SEEGER, A., *Philos. Mag.* **1** (1956) 651.
- [12] DELAPLACE, J., HILLAIRET, J., NICLOUD, J. C., *Phys. Status Solidi* **30** (1968) 119.
- [13] PEREZ, J., PEGUIN, P., FANTOZZI, G. et GOBIN, P., *Ann. Phys.* **5** (1970) 503.
- [14] ESNOUF, C., FANTOZZI, G., PERNOUX, E. and GOBIN, P. F., *Nuovo Cimento* **33B** (1976) 160.
- [15] ESNOUF, C., GABBAY, M. et FANTOZZI, G., *J. Physique Lett.* **38** (1977) L-401.
- [16] FRIEDEL, J., *J. Physique Lett.* **39** (1978) L-61.
-