

D2. Anélasticité des solides

1 But de l'expérience

Mesures des modules élastique et anélastique de différents métaux, observation d'un phénomène de relaxation anélastique dans l'acier, la relaxation de Snoek.

2 Phénoménologie de l'anélasticité

Lorsqu'un solide, qui ne peut pas se déplacer, est soumis à un système de contraintes extérieures, il répond à cette sollicitation en se déformant. Pour de faibles contraintes, la déformation est instantanée, proportionnelle à la contrainte et revient à zéro lorsque la contrainte est supprimée. C'est la **déformation élastique**. La relation entre contrainte σ et déformation ε s'appelle la loi de Hooke. Elle s'écrit :

$$\sigma = E\varepsilon$$

où E est le module élastique ou module de Young, ou encore

$$\varepsilon = J\sigma$$

où J est la complaisance élastique.

L'anélasticité des solides est mise en évidence par l'expérience simple suivante (voir Fig.1a). Une contrainte σ de faible intensité est appliquée soudainement à un échantillon au temps $t = 0$ et est maintenue constante tandis que la déformation ε est enregistrée au cours du temps. On observe la déformation élastique instantanée $\varepsilon_e = J_u\sigma$, où J_u est la complaisance non relaxée et la déformation dite anélastique, ε , qui s'accroît avec le temps depuis zéro jusqu'à une valeur d'équilibre ε_a^∞ . Quand l'équilibre est atteint, on peut écrire

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_a^\infty = J_r\sigma$$

où J_r est la complaisance relaxée.

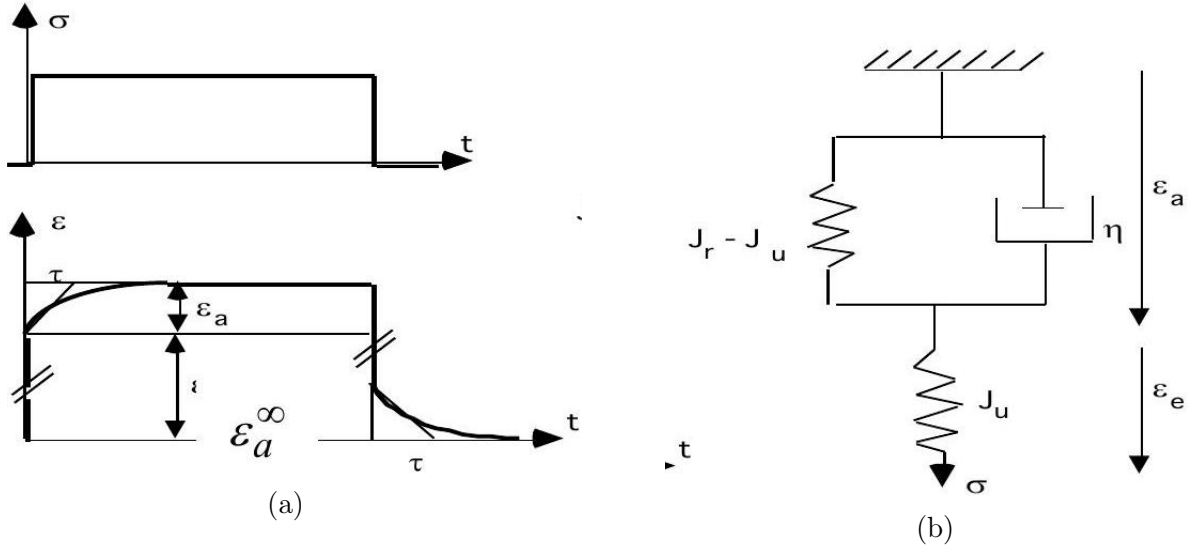


FIGURE 1 – Anélasticité des solides. a) Déformation élastique ε_e et anélastique ε_a d'un solide soumis à une contrainte σ . b) Modèle rhéologique correspondant au comportement anélastique de la Figure 1a, $\eta = \frac{\tau}{J_r - J_u}$.

Cette évolution du solide sous contrainte σ depuis un état d'équilibre, à $t = 0$, vers un autre état d'équilibre, à $t = \infty$, s'appelle **relaxation anélastique** et est définie par deux paramètres :

- l'intensité de relaxation $\Delta = \frac{\varepsilon_a^\infty}{\varepsilon_e} = \frac{J_r - J_u}{J_u}$
- le temps de relaxation τ .

Si, après un certain temps, la contrainte est relâchée, on observe la restauration instantanée de la déformation élastique et, avec le temps de relaxation τ , la restauration de la déformation anélastique. Dans cette expérience, la déformation est complètement réversible. La déformation anélastique est différente de la déformation élastique en ce sens qu'elle est non instantanée. Dans les métaux, la déformation anélastique est beaucoup plus faible que la déformation élastique, c'est-à-dire $(J_r - J_u) \ll J_u$.

On peut décrire l'évolution temporelle de la déformation anélastique ε_a par une exponentielle.

$$\varepsilon_a = \varepsilon_a^\infty \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \quad (2)$$

À partir de la relation (2) et dans le cas $(J_r - J_u) \ll J_u$, on peut retrouver l'Équation du solide linéaire idéal (3), qui est caractéristique du comportement décrit à la Figure 1.

$$\varepsilon + \tau \cdot \dot{\varepsilon} = J_r \cdot \sigma + \tau \cdot J_u \cdot \dot{\sigma} \quad (3)$$

D'un point de vue rhéologique, le solide linéaire idéal peut être représenté par le modèle de la Figure 1b (à montrer par le lecteur).

Les mesures réalisées selon la méthode statique de la Figure 1 sont très délicates, car les valeurs standards de la déformation anélastique dans les métaux sont de l'ordre de 10^{-9} à 10^{-8} . C'est pourquoi, en pratique on préfère utiliser des méthodes de mesures dynamiques.

Une contrainte harmonique de pulsation ω , $\sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t)$, est appliquée au solide. La linéarité des relations "contrainte-déformation" nous assure que la déformation ε est aussi périodique avec la même pulsation ω , $\varepsilon = \varepsilon_0 \exp(i(\omega t - \delta))$, mais est déphasée d'un angle δ par rapport à la contrainte (Fig. 2, effet de l'anélasticité).

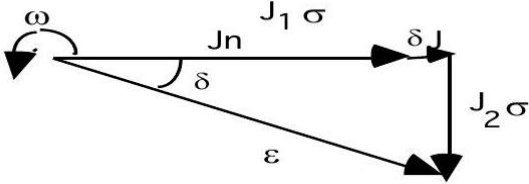


FIGURE 2 – Diagramme de "vecteurs tournants".

En introduisant les expressions de σ et ε dans l'Équation (3), on obtient

$$\varepsilon = J^*(\omega)\sigma = (J_1(\omega) - iJ_2(\omega))\sigma$$

où J_1 et J_2 sont respectivement les parties réelles et imaginaires de la complaisance complexe J^* ,

$$J_1 = \left(J_u + \frac{J_r - J_u}{1 + \omega^2 \tau^2} \right) \quad \text{et} \quad J_2 = \frac{(J_r - J_u) \cdot \omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (5)$$

La mesure du déphasage entre contrainte et déformation, ou la mesure de la tangente de l'angle de perte mécanique ($\tan \delta$), est une mesure du frottement intérieur du matériau Q^{-1}

$$Q^{-1} = \tan \delta = \frac{J_2}{J_1}$$

En introduisant (5) dans (6) et en admettant que $(J_r - J_u) \ll J_u$, il vient

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad \text{et} \quad \frac{\delta J}{J} = \frac{J_1(\omega) - J_u}{J_u} = \Delta \cdot \frac{1}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (7)$$

où $\frac{\delta J}{J}$ est la variation de complaisance due à la relaxation anélastique.

Les Équations (7) montrent que le frottement intérieur, Q^{-1} , présente un maximum en fonction de $\omega \tau$, centré en $\omega \tau = 1$. Ce maximum ou pic de frottement intérieur nous donne l'intensité de relaxation, Δ , (par la hauteur du pic) et le temps de relaxation, τ , (position du pic sur l'axe $\omega \tau$).

D'un point de vue microscopique, la déformation anélastique est interprétée comme due aux mouvements de défauts de la structure cristalline (dipôles élastiques associés à des défauts ponctuels, dislocations, joints de grains, parois de domaines magnétiques, etc.) qui passent d'une position d'équilibre définie pour $\sigma = 0$ à une nouvelle position d'équilibre définie à la valeur σ de la contrainte appliquée. L'intensité de relaxation Δ est proportionnelle à la concentration des défauts qui relaxent ; le temps de relaxation τ rendant compte de leur mobilité.

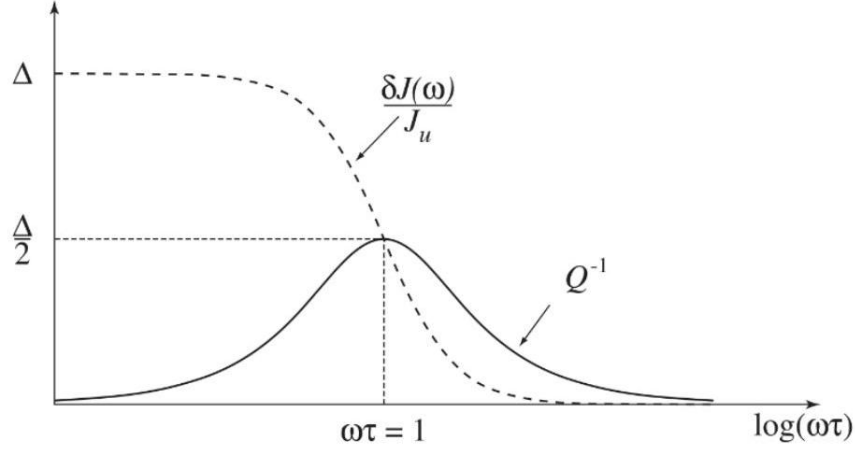


FIGURE 3 – Pic de frottement intérieur (pic de Debye) et défaut de module (complaisance) élastique associé.

Lorsque les mécanismes, qui contrôlent la mobilité des défauts, sont activés thermiquement, on peut écrire $\tau = \tau_0 e^{\frac{H}{k_b T}}$ (H = l'enthalpie d'activation).

Et, pour une fréquence de mesure imposée ω , on peut observer un pic (Fig. 3) en fonction de la température à $T = T_P$ tel que

$$\omega\tau = \omega\tau_0 e^{\frac{H}{k_b T}} = 1 \quad (8)$$

Des Équations (7) et (8), on obtient

$$Q^{-1} = \Delta \frac{1}{2 \operatorname{ch} \frac{H}{k} \left(\frac{1}{T_P} - \frac{1}{T} \right)} \quad (9)$$

La hauteur du pic est de $\Delta/2$.

Mesure de l'enthalpie d'activation H :

1ère méthode : On fait des mesures à plusieurs fréquences. Pour la fréquence ω_i , le pic est situé en T_{Pi} . On reporte alors $\ln \omega_i$ en fonction de $\frac{1}{T_{Pi}}$, et on obtient une droite de pente $(-H/k)$.

2ème méthode : De l'Équation (9) on peut connaître la valeur de Q^{-1} à mi-hauteur du pic (c'est-à-dire à température T_1).

$$Q^{-1} = \frac{\Delta}{4} = \Delta \frac{1}{2 \operatorname{ch} \frac{H}{k} \left(\frac{1}{T_P} - \frac{1}{T_1} \right)}$$

En comparant les Équations (9) et (10), il vient

$$\text{ch } \frac{H}{k} \left(\frac{1}{T_P} - \frac{1}{T_1} \right) = 2$$

d'où $\frac{H}{k} \left(\frac{1}{T_P} - \frac{1}{T_1} \right) = 1.317$, ou encore

$$H = \frac{2.633k}{\Delta \left(\frac{1}{T} \right)}$$

avec $\Delta \left(\frac{1}{T} \right) = \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}$ la largeur du pic à mi-hauteur.

Relaxation anélastique de Snoek :

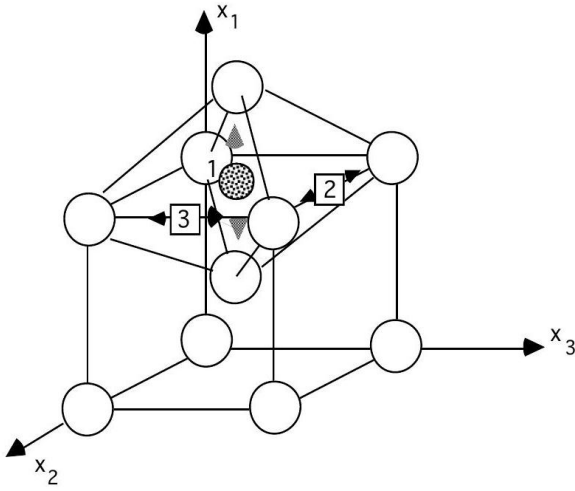


FIGURE 4 – Sites octaédriques possibles pour les interstitiels dans la structure c.c.

La relaxation de Snoek est due aux défauts ponctuels interstitiels comme le C, O, N ou le H qui sont en solution dans les structures cubiques centrées (cc), comme par exemple le carbone dans le fer.

Ces impuretés occupent les sites octaédriques de la structure c.c. Elles créent alors des dipôles élastiques de symétrie tétragonale ; l'axe est parallèle à l'axe de symétrie 4 de l'octaèdre.

Par exemple, à la Figure 4, l'atome interstitiel situé en position 1 crée un dipôle d'axe parallèle à l'axe Ox_1 . Il repousse les plus proches voisins qui sont les atomes au-dessus et en-dessous à la Figure 4. Les sites interstitiels peuvent être divisés en trois groupes puisque l'axe du dipôle peut être orienté selon Ox_1 , Ox_2 , Ox_3 .

Si N_0 est le nombre total de défauts ou dipôles élastiques par unité de volume, on aura

$$N_0 = N_1 + N_2 + N_3 = \sum_{i=1}^3 N_i$$

où N_i est la concentration de dipôles ayant leur axe parallèle à x_i .

À l'équilibre, pour une contrainte extérieure nulle ($\sigma = 0$), les sites 1,2,3 sont équivalents. Alors,

$$N_1 = N_2 = N_3 = \frac{N_0}{3} \text{ pour } \sigma = 0$$

et la déformation supplémentaire due aux défauts interstitiels est la même dans les trois direc-

tions. Quand on applique une contrainte dans une direction, un type de site peut être favorisé et on obtient des variations de population.

$$N_1 \neq N_2 \neq N_3 \neq \frac{N_0}{3} \text{ pour } \sigma \neq 0$$

Pour simplifier, considérons une contrainte uniaxiale parallèle à Ox_1 ($\sigma = \sigma_{11}$) et observons la déformation correspondante $\varepsilon = \varepsilon_{11}$. On obtient

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_a = J_n \sigma + \Delta \lambda \left(c_1 - \frac{c_0}{3} \right)$$

où $\Delta \lambda$ exprime la variation de déformation due à la migration des défauts des positions 2 et 3 vers 1. c_0 est la concentration atomique des interstitiels, c_1 représentant ceux qui sont orientés selon l'axe Ox_1 . La déformation anélastique est due à la déformation supplémentaire engendrée par ce mouvement d'atomes interstitiels $\varepsilon_a = \Delta \lambda \left(c_1 - \frac{c_0}{3} \right)$. On peut calculer les paramètres Δ et τ de la relaxation. On obtient

$$\Delta = \frac{2}{9} \frac{c_0 v_0}{J_n k_b T_P} \Delta \lambda^2 \quad \text{et} \quad \tau = \frac{a^2}{36D} \quad (18)$$

où c_0 est la concentration atomique des interstitiels, v_0 leur volume atomique, D est leur coefficient de diffusion et a le paramètre de réseau. De plus,

$$D = D_0 e^{-\frac{H}{k_b T}}$$

avec H = énergie (enthalpie) de diffusion des interstitiels et k la constante de Boltzmann.

L'intensité de relaxation est proportionnelle à la concentration des atomes interstitiels qui relaxent. Le temps de relaxation mesure leur énergie d'activation pour la diffusion.

3 Technique expérimentale

La grandeur sans unités $\tan \delta$ peut être obtenue directement de la mesure du déphasage entre contrainte et déformation. Cependant, dans le cas d'amortissement faible ($\tan \delta \sim 10^{-3}$), il est plus facile d'utiliser un système résonant vibrant à sa fréquence propre de résonance. Dans le cas présent, nous utiliserons un barreau (l'échantillon à étudier) vibrant en flexion (voir Fig.5).



La fréquence fondamentale f de vibration en flexion d'un barreau libre à ses extrémités est donnée par

$$f = 1.03 \frac{e}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (20)$$

FIGURE 5 – Mode fondamental de flexion d'un barreau de longueur l . Les nœuds de la vibration sont situés à $0.224l$ des extrémités du barreau.

où E est le module de Young, ρ la densité, e l'épaisseur et l la longueur de l'échantillon. En inversant l'Équation (20), on obtient le module E .

$$E = 0.943 \frac{\rho l^4}{e^2} f^2 \quad (21)$$

Le frottement intérieur Q^{-1} est déduit de la décroissance libre des oscillations. En effet, on peut montrer que lorsque l'amortissement est faible ($\tan \delta$ petit),

$$\tan \delta = Q^{-1} = \frac{1}{n\pi} \ln \frac{A_i}{A_{i+n}} \quad (22)$$

où A_i and A_{i+n} sont respectivement la i -ème et la $(i+n)$ -ème amplitude de vibration lors de la décroissance libre des oscillations de l'échantillon (voir Fig.6)

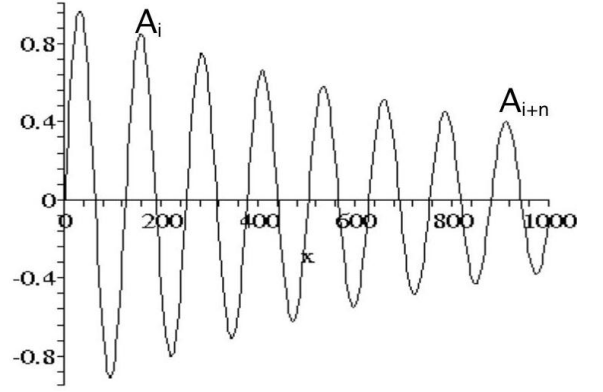


FIGURE 6 – Décroissance libre des amplitudes de vibration d'un système résonant.

4 Installation de mesure (voir Fig.7)

L'échantillon à mesurer, un petit barreau de longueur l et d'épaisseur e est suspendu par quatre fils fins d'acier qui passent par les nœuds de vibration du mode fondamental (voir Fig.5). Une électrode placée au milieu de l'échantillon (voir Fig.7) forme avec celui-ci un condensateur de capacité C . Lorsqu'une tension électrique V est appliquée entre électrode et échantillon, une force électrostatique F s'exerce sur le barreau. Pour une tension harmonique $V = V_0 \cos\left(\frac{\omega t}{2}\right)$, la force vaut

$$F = \frac{CV_0^2}{4d} (1 + \cos \omega t)$$

avec $C = \varepsilon \frac{S}{d}$, ω la pulsation, ε la permittivité du milieu, d la distance électrode-échantillon et S la surface de l'électrode. À l'enclenchement, la force F met en vibration le barreau. Comme C fait partie d'un circuit oscillant à haute fréquence (HF), la variation de C (variation de d) donne lieu à une modulation de la haute fréquence ν .

$$\nu = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$$

d'où

$$\frac{\Delta\nu}{\nu} = -\frac{\Delta C}{2C}$$

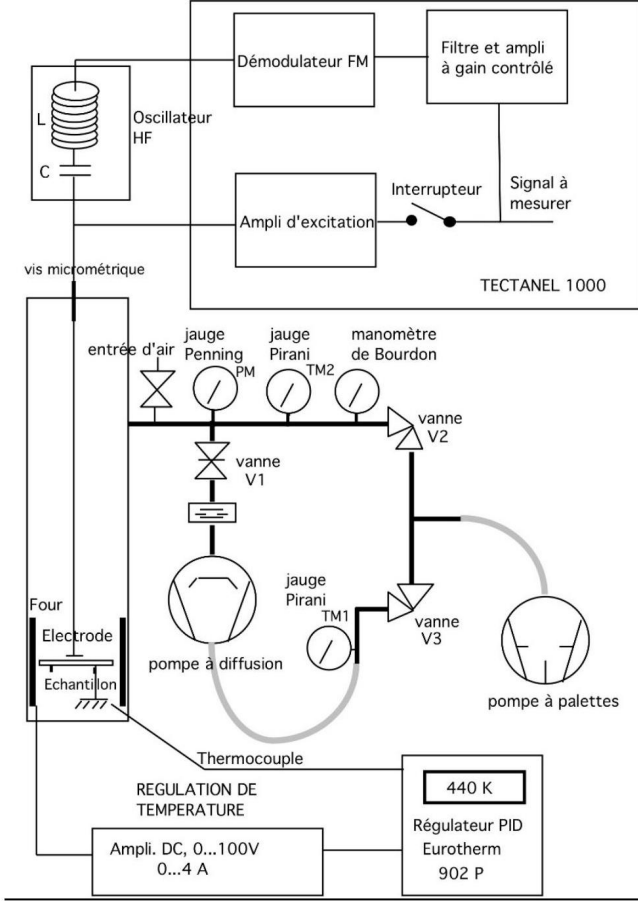


FIGURE 7 – Schéma de principe de l'appareil.

Dans le but d'éviter les frottements parasites de l'air, les décharges indésirables entre électrode et échantillon et l'oxydation des éléments chauffés (four, échantillon), le système est placé sous vide. Le vide est obtenu au moyen d'un système classique composé d'une pompe à palette ($P_{atm} \rightarrow 0.01$ mbar) et d'une pompe turbomoléculaire ($0.01\text{mbar} \rightarrow 10^{-4}$ à 10^{-6}mbar) (voir expérience K1. Technique du vide).

La température de l'échantillon est assurée au moyen d'un système de régulation de température de type PID, comprenant :

- un thermocouple chromel-alumel (type K) placé sur le support de l'échantillon. Le thermocouple fournit une tension électrique qui dépend de la différence de température entre l'échantillon et l'appareil de mesure.
- un régulateur Eurotherm qui compare la tension électrique du thermocouple (température de l'échantillon $T_{éch}$) avec une tension de référence T_{ref} . En fonction de l'écart ΔT entre ces deux températures, défini par $\Delta T = T_{ref} - T_{éch}$, il va donner l'ordre de chauffer ou non, c-à-d délivrer une tension de sortie V_S comprise entre 0 et 5 Volts. La réponse PID

(Proportionnelle, Intégrale, Dérivée) du régulateur s'exprime par

$$V_S = K \left(\Delta T + \frac{1}{t_i} \int_0^{t_i} \Delta T dt + t_d \frac{d\Delta T}{dt} \right)$$

avec K le gain proportionnel, t_i le temps d'intégration et t_d le temps de dérivation.

- un amplificateur de puissance qui fournit la puissance de chauffage au four (thermocoax résistif de 25Ω), sous forme d'une tension continue $0 \rightarrow 100$ V et $0 \rightarrow 4$ A, en fonction de la tension de commande V_S (0 V = 0% puissance, 5 V = 100 % puissance).

5 Travail proposé

1. Mesure du module élastique E de quelques matériaux (acier, cuivre, aluminium, magnésium) et de leur capacité d'amortissement des vibrations Q^{-1} à température ambiante.
2. Étude de la relaxation anélastique de Snoek due au carbone dans un acier ferritique. Pour cela, on fera des mesures de frottement intérieur et de fréquence (module élastique) en fonction de la température de l'ambiante à 250°C . On trace les courbes $Q^{-1}(T)$ et $E(T)$ et à partir du pic (le fond soustrait!), on calcule l'énergie de diffusion et la concentration du carbone interstitiel (Équations (9) et (18)), en tenant compte que $\Delta\lambda = 0.62$, $k = 1.38 \cdot 10^{-23}$ J/K, $\nu_0 = 3.05 \cdot 10^{-30}$ m³.

a) Montage de l'échantillon et mesures :

Les vannes V1, V2, V3, étant fermées, on ouvre l'installation en retirant le long tube d'acier. Si l'installation est sous vide (voir manomètre de Bourdon), on fait une entrée d'air par la microfuite. On retire le four, on écarte l'électrode au moyen de la vis micrométrique et on monte un nouvel échantillon sur les fils de suspension de manière à ce qu'il soit bien centré (voir Fig.8). On referme l'installation, avec ou sans le four dépendant du type de mesure à réaliser. On fait un vide poussé (marche à suivre, point "c" ci-dessous).

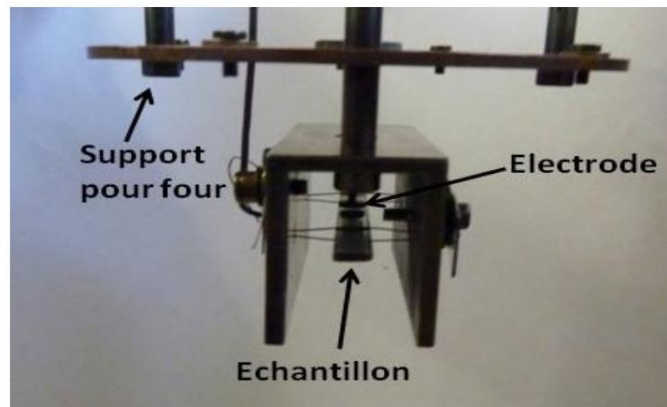


FIGURE 8 – Image du montage de l'échantillon Lorsque le vide est meilleur que 0,01 mbar, on démarre le programme FLEXANEL (voir Fig.9).

Démarrer les oscillations haute fréquence avec le bouton HF ON, rapprocher l'électrode à l'aide de la vis micrométrique, jusqu'à obtention d'un court-circuit (ligne plate sur le panneau



FIGURE 9 – Face avant du programme LabVIEW FLEXANEL.

Domaine temporel). Éloignez l'électrode de 0,1 mm. Ensuite, passez à l'onglet DDC et activez le bouton HAUTE TENSION. Variez la fréquence d'excitation avec le curseur en bas de l'onglet "DDC" jusqu'à ce que le pic oscille ou monte. Cliquez sur "Zoom". Pendant la recherche manuelle et après, vous pouvez augmenter l'amplitude d'excitation si le signal n'est pas assez bon. Une fois le signal maximisé, cochez la case «Verrouiller la fréquence». À partir de ce moment, le système libère périodiquement l'excitation pour mesurer la fréquence de résonance libre et l'amortissement. Les résultats sont affichés à droite ainsi que dans le graphique dans l'onglet "E(T)".

b) Variation de la température :

Vérifier le câblage de la boucle de régulation : thermocouple → Eurotherm → Alimentation de puissance DC (100 V, 4A) → four thermocoax 25Ω. Enclencher l'Eurotherm 912P (voir Fig.10).

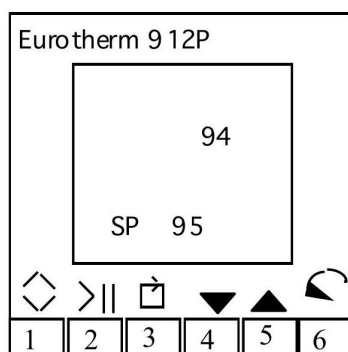


FIGURE 10 – Panneau frontal de EURO THERM 912P.

Mode d'emploi simplifié de l'Eurotherm (Fig.10) :

Touche 6 :

- pressage court : on passe de "SP" à "OP" à "TIME"
- pressage long, on entre en mode prog. → PROG, ensuite on presse la touche 1 et on voit défiler 8 rampes et paliers.

$Pr(i)$ = vitesse de rampe i en °C/min

$Pl(i)$ = niveau du palier i en °C

$Pd(i)$ = durée du palier i en minutes, on change les valeurs par les touches 4 et 5.

Touche 2 : permet de lancer le programme, une deuxième pression de cette touche le met en position "hold" (pause). Remise à zéro en appuyant simultanément 4 et 5.

Vérifier que SP (Set Point) est à une température de 1°C inférieure à celle de l'échantillon et que OP (Output Power) est à 0. Enclencher l'alimentation de puissance et démarrer le programme de chauffage ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$) en appuyant sur touche 2 , ">II". Relever les valeurs de T, F, Q tous les 5 degrés à partir de 50°C . Lors des variations de température, on maintient la distance "électrode-échantillon" constante, en agissant sur la vis micrométrique de manière à ce que le démodulateur soit toujours accordé sur la fréquence porteuse (Tuning sur 0).

c) Pompage en vide poussé (marche à suivre) :

À plein régime, la pompe turbomoléculaire ne doit jamais être en contact avec une atmosphère à pression plus élevée que 0.05 mbar. Alors, on procède comme suit :

- a) Vider l'enceinte ($P < 0.05$ mbar) au moyen de la pompe à palette (interrupteur VV, vanne V2 ouverte, mesure par jauge de Pirani TM2).
- b) Faire le vide dans la pompe turbomoléculaire ($P < 0.05$ mbar), vanne V3, mesure par TM1.
- c) Enclencher la pompe turbomoléculaire en laissant la pompe à palette en fonctionnement "derrière" la pompe turbomoléculaire.
- d) Si la pression dans l'enceinte est toujours inférieure à 0.05 mbar, alors on peut ouvrir la vanne V1 et la pression diminue rapidement de 0.05 mbar vers $10^{-3}, 10^{-4}$ mbar (mesure par PM).

d) Arrêt de l'installation :

Fermer la vanne V1. Déclencher la pompe turbomoléculaire, fermer V3, arrêter la pompe à palettes, déclencher l'interrupteur général.